



УКРАЇНА

(19) UA (11) 47850 (13) A

(51) B 01N33/20, G01N7/06, G01N30/06

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ

## ОПИС

ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ  
НА ВИНАХІДВидається під  
відповідальність  
власника  
патенту

## (54) СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ ВУГЛЕЦЮ В ТИТАНОВИХ ПОРОШКАХ

1

2

(21) 2001106833

(22) 08 10 2001

(24) 15 07 2002

(46) 15 07 2002, Бюл. № 7, 2002 р.

(72) Пряхіна Вікторія Михайлівна, Сущинський  
Олексій Дмитрович, Кравець Марія Олексівна,  
Дрозденко Віктор Антонович

(73) ДЕРЖАВНИЙ НАУКОВО-ДОСЛІДНИЙ ТА

ПРОЕКТНИЙ ІНСТИТУТ ТИТАНУ

(57) Спосіб визначення вуглецю в титанових порошках, який включає спалювання проби, що аналізується, в потоці кисню з утворенням діоксиду вуглецю та наступним вимірюванням його кількості, який відрізняється тим, що перед спалюванням проводять дегідрування проби в потоці інертного газу (гелію, аргону або їх суміші)

Винахід стосується методів дослідження, а саме аналізу металів шляхом розділення на складові частини з наступним вимірюванням об'єму газу, який утворюється.

Відомий спосіб визначення вуглецю в титані, /Державний стандарт України, Титан губчатий, Методи визначення вуглецю, Держстандарт України, м. Київ, с 55 - 69/, який включає спалювання проби, що аналізується, в потоці кисню з утворенням діоксиду вуглецю та наступним визначенням його кількості. При цьому температура процесу окислення перевищує 1473К. Даний спосіб, прийнятий нами у якості прототипу, може бути використаним при незначному вмісті водню в титанових матеріалах. При високому вмісті водню протікання побічних процесів заважає одержанню достатньої точності аналізу. Так, в процесі взаємодії вуглецю з воднем створюється метан і інші сполуки, які не фіксуються методами, що застосовуються. Внаслідок значного теплового ефекту реакції взаємодії кисню з воднем відбуваються неконтрольовані зміни температури в зоні реакції, що відбивається на процесі утворення єдиної аналітичної форми діоксиду вуглецю та впливає на точність аналізу. Присутність високої температури, кисню та водню робить цей аналіз вибухонебезпечним.

В основу винаходу поставлено задачу підвищення точності аналізу за рахунок виключення впливу побічних взаємодій водню з киснем і водню з вуглецем шляхом попереднього дегідрування проби, що аналізується.

Поставлена задача здійснюється тим, що у відомому способі визначення вуглецю в титанових

порошках, який включає спалювання проби, що аналізується, в потоці кисню з утворенням діоксиду вуглецю та наступним вимірюванням його кількості, перед спалюванням проводять дегідрування проби в потоці інертного газу (гелію, аргону або їх суміші).

Процес дегідрування дозволяє видалити з проби, що аналізується, водень, який вступає в побічні реакції з вуглецем і киснем. За рахунок усунення важкоконтрольованих побічних процесів досягається практично повне перетворення вуглецю в аналітичну форму - діоксид вуглецю, кількість якого вимірюється відомими методами.

Спосіб визначення вуглецю в титанових порошках здійснюється таким чином.

Пробу порошку титану нагрівають в потоці інертного газу (аргон, гелій або їх суміші) при температурі 1323 - 1473К на протязі 5 - 15 хвилин. При цьому відбувається дегідрування титану. Після видалення водню пробу охолоджують в потоці інертного газу до температури 373 - 473К. Потім пробу нагрівають в потоці кисню до температури вище 1473К. В процесі високотемпературного окислення проби створюється діоксид вуглецю, кількість якого визначають ІК-спектрометричним або кулонометричним, або потенціометричним, або хроматометричним методом. Виходячи з кількості діоксиду вуглецю, який виділився, розраховують вміст вуглецю.

Приклад виконання способу, що заявляється.

При проведенні аналізу за способом прототипом спалювання проби титанового порошку проводили в печі індукційного нагріву,

(19) UA (11) 47850 (13) A

визначали кількість диоксиду вуглецю, що виділився, за допомогою ІК-детектору. При цьому вихідний вміст водню у пробі складав 3,6%мас. Використання стандартної наважки 1г неможливо тому, що при виконанні аналізу при температурі 1423 - 1573K відбувається виділення 0,036г або 0,4дм<sup>3</sup> (при н.у.) водню. У атмосфері кисню це приводить до вибуху та виходу установки з строю. Тому необхідно зменшити масу наважки до ~0,05г. При цьому знижується виділення об'єму водню до ~0,02дм<sup>3</sup>. Але, виділення додаткової кількості тепла, непоказна маса наважки та побічні реакції взаємодії вуглецю з воднем ускладнюють аналіз, значно погіршують його метрологічні характеристики, перевертають результати

При проведенні аналізу за способом, що заявляється, пробу титанового порошку масою 1г дегідрирували в печі опору в струмі аргону (тиск 1атм) при температурі 1373K на протязі 15 хвилин. Потім пробу охолоджували до 423K в струмі аргону та переносили в піч індукційного нагріву, в якій пробу спалювали, та визначили кількість диоксиду вуглецю.

Результати аналізів наведені у таблиці.

Результати вимірювань по кожному з способів одержані двома аналітиками.

Таким чином, спосіб, що заявляється, володіє кращими метрологічними характеристиками порівняно з прототипом і точність виконання аналізу порівняно з прототипом значно вища.

**Таблиця**

Параметри	Кількість паралельних вимірювань вмісту вуглецю, раз	Середньо-арифметичний результат вимірювання вмісту вуглецю, мас. частка, %	Масова частка, %	
			Розбіжність між результатами паралельних вимірювань	Розбіжність між результатами аналізу
Результати аналізу за прототипом	10	0,0035	0,0010	0,0015
Результати аналізу за заявкою	10	0,0039	0,0006	0,0008

ДП «Український інститут промислової власності» (Укрпатент)

вул. Сим'ї Хохлових, 15, м. Київ, 04119, Україна

(044) 456 – 20 – 90

ТОВ "Міжнародний науковий компет"

вул. Артема, 77, м. Київ, 04050, Україна

(044) 216 – 32 – 71