



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1704036 A1

(51) 5 G 01 N 21/17

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ
ПРИ ГКНТ СССР

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

1

(21) 4716554/25
(22) 10.07.89
(46) 07.01.92. Бюл. № 1
(71) Всесоюзный научно-исследовательский
и проектный институт титана
(72) В.Н.Завадовская, Д.Ф.Степанищева,
Н.И.Буряк и В.А.Бандур
(53) 543.432(088.8)
(56) Сандлер Р.А. Переработка блоков губча-
того титана. - М.: Металлургия, 1987, с. 137.
Авторское свидетельство СССР
№ 500280, кл. G 01 N 1/00, 1973.

(54) СПОСОБ КОНТРОЛЯ СТЕПЕНИ ОЧИ-
СТКИ $TiCl_4$

2

(57) Изобретение относится к области ме-
таллургии титана и может быть использова-
но для оперативного контроля процесса
очистки тетрахлорида титана и оценки его
пригодности при производстве губчатого
титана. Цель - упрощение способа, повыше-
ние экспрессности и снижение затрат. Спо-
соб состоит в приготовлении эталона -
высокоочищенного $TiCl_4$ с содержанием при-
месей не более 0,002 мас. % и регистрации
спектров оптического поглощения эталона и
анализируемого $TiCl_4$ в идентичных условиях.
По сдвигу края полосы поглощения анализи-
руемого $TiCl_4$ относительно эталона судят о
качестве анализируемого образца. 1 табл.

Изобретение относится к области ме-
таллургии титана и может быть использова-
но для оперативного контроля процесса
очистки тетрахлорида титана и оценки его
пригодности при производстве губчатого
титана.

Цель изобретения - упрощение спосо-
ба, повышение экспрессности и снижение
затрат.

Пр и м е р. Эталонный образец готовят
следующим методом. Очищенный тетрахло-
рид титана промышленного производства
подвергают комплексной очистке в три ста-
дии.

Первая стадия - очистка порошком ме-
ди. Навеску тетрахлорида титана и порошка
меди марки ПДЦ в количестве 1% от массы
 $TiCl_4$ помещают в реактор с обратным холо-
дильником, включают перемешивание, на-
грев и выдерживают в этих условиях 2-3 ч.

После отстаивания тетрахлорид титана де-
кантируют. На второй стадии декантирован-
ный $TiCl_4$ окисляют кислородом под
воздействием УФ-излучения. Для осуществ-
ления этого тетрахлорид титана, находя-
щийся в кварцевой емкости из оптического
кварца, облучают УФ-светом от лампы
ПРК-4 при непрерывном барботаже через
 $TiCl_4$ газообразного кислорода. Время воз-
действия не менее 6 ч при температуре ок-
ружающей среды.

Третья стадия - окончательная очистка
методом ректификации. Тетрахлорид тита-
на после фотоокисления заливают в куб ла-
бораторной ректификационной колонки из
стекла, ректифицирующая часть которой
(высотой 6,8 м) заполнена насадкой Левина,
режим ректификации - периодический, чис-
ло ступеней разделения - три (определено
экспериментально по модельной смеси

(19) SU (11) 1704036 A1

TiCl₄ - YOCl₃). Колонка работает в безотборном режиме 3 ч для достижения равновесия, после чего начинают фракционный отбор со скоростью 0,02 л/ч. Первую фракцию, содержащую нижекипящие примеси ($t_{\text{кип}} < 136,6^\circ\text{C}$ при $P = 1$ атм), и третью (кубовый остаток), содержащую вышекипящие примеси ($t_{\text{кип}} > 136,6^\circ\text{C}$ при $P = 1$ атм), отбираемые в количестве 20% от массы исходного TiCl₄ отбрасывают. Средняя (вторая) фракция ($t_{\text{кип}} = 136,6^\circ\text{C}$ при $P = 1$ атм), представляющая собой бесцветную жидкость, является эталоном и имеет следующий состав, мас. %: Sb₂O₃ 0,0001 - 0,0002; S₂O₃ 0,0001 - 0,0002; Fe 0,0002; Al 0,0001; Si 0,0002; Y - 0,0001; Cr 0,0002; Mn 0,0001; Sn 0,0002; Cu 0,0001; Ir 0,0003; Ni 0,0001; Mo 0,0002.

Содержание определяемых примесей в полученных эталонах находится на пределе чувствительности существующих методик.

Используемый метод приготовления эталона дает воспроизводимые результаты. При соблюдении всех параметров очистки и методик анализа независимо от состава исходного промышленного очищенного TiCl₄ содержание примесей во всех эталонных образцах соответствует приведенному выше составу, а край полосы поглощения (при точном соблюдении условий измерения) характеризуется частотой $26850 \pm 5 \text{ см}^{-1}$.

Для проверки глубины очистки эталона он был подвергнут дополнительной очистке, для чего эталонный образец тетрахлорида титана, полученный по описанной выше методике, подвергли окислительной очистке в расплаве хлорида натрия. Пары тетрахлорида титана с помощью газа-носителя (очищенный и осушенный аргон) поступали в реактор с расплавленной смесью хлорида натрия и азотнокислого натрия, имеющих температуру 900°C , количество NaNO_3 2% от массы NaCl . После барботажки через расплав пары TiCl₄ конденсировались и собирались в приемнике. Анализ обработанного эталона по существующим методикам показал совпадение с составом исходного эталона. Параллельно был снят электронный спектр поглощения дополнительно очищен-

ного эталона. Край полосы поглощения характеризовался частотой 26852 см^{-1} .

Полученный высокочистый TiCl₄ помещали в кювету в условиях, исключающих влияние атмосферных газов и влаги, запаивали и использовали в дальнейшем в качестве эталона (постоянного). Кювета представляет собой герметичную пробирку диаметром 15 мм с двумя краями.

Подготовка проб.

Тетрахлорид титана из промышленного трубопровода отбирают непосредственно в протоке в описанные выше кюветы в условиях, исключающих влияние атмосферных газов и влаги.

Выполнение контроля.

Подготовленные кюветы с эталоном и исследуемой пробой помещают в кюветное отделение спектрофотометра "Specord-UU-SiS" и снимают электронные спектры поглощения. Для получения достоверных результатов положение края полосы поглощения TiCl₄ берут на половине оптической плотности прибора, поскольку граничные значения полосы в спектре подвержены искажениям. Измеряют сдвиг края полосы поглощения каждой пробы относительно эталона. Результаты представлены в таблице.

Все измерения следует проводить в идентичных условиях, так как воспроизводимых результатов можно добиться лишь при точном соблюдении условий измерений (толщина слоя, геометрия измерения, материал кюветы, условия отбора образца в кювету).

Анализируемый TiCl₄ относят к первому сорту при сдвиге $600 - 1850 \text{ см}^{-1}$, к второму сорту - при сдвиге $2000 - 3430 \text{ см}^{-1}$.

Формула изобретения

Способ контроля степени очистки TiCl₄, включающий сравнение исследуемого TiCl₄ с эталоном, отличающийся тем, что, с целью упрощения и повышения экспрессности способа и снижения затрат, готовят эталон TiCl₄ с общим содержанием примесей не более 0,002 мас. %, фиксируют электронные спектры поглощения TiCl₄ и эталона, измеряют сдвиг края полосы поглощения TiCl₄ относительно эталона и по сдвигу судят о степени очистки TiCl₄.

Положение края полосы поглощения, cm^{-1} (частота)	Величина сдвига, cm^{-1}	Качество продукта
26850	—	Высокоочищенный TiCl_4 (аэ-лон)
26252, 25998, 25000, 25750, 25500, 25503	598, 852, 1650, 1100, 1350, 1207	Очищенный TiCl_4 , I сорт
24853, 24600, 24501, 23820, 23420, 23621	1997, 2250, 2319, 3030, 3430, 3229	Очищенный TiCl_4 , II сорт
19757, 21754, 18752, 20604, 20107, 18170	7093, 8098, 5096, 6254, 8680, 4757	Технический TiCl_4 .

Редактор Е. Пзпп

Составитель А. Воробьев
Техред М.Моргентат

Корректор Н. Кучерявая

Заказ 58

Типрзж

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., 4/5

Производственно-издательский комбинат "Патент", г. Ужгород, ул. Гагарина, 101

