



ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) UA

(11) 75009

(13) U

(51) МПК

G01N 21/78 (2006.01)

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: **u 2012 00762**

(22) Дата подання заявки: **25.01.2012**

(24) Дата, з якої є чинними
права на корисну
модель: **26.11.2012**

(46) Публікація відомостей
про видачу патенту: **26.11.2012, Бюл.№ 22**

(72) Винахідник(и):

**Федоренко Андрій Олександрович (UA),
Федоренко Олександр Михайлович (UA),
Шитманюк Олександр Іванович (UA),
Цибрій Юрій Іванович (UA),
Першина Катерина Дмитрівна (UA)**

(73) Власник(и):

**Федоренко Андрій Олександрович,
вул. Балаклавська, 117, кв. 9, м.
Сімферополь, 95048 (UA),
Федоренко Олександр Михайлович,
вул. Балаклавська, 117, кв. 9, м.
Сімферополь, 95048 (UA),
Шитманюк Олександр Іванович,
вул. Толбухіна, 8, кв. 34, м.
Красноперекопськ, 96000 (UA),
Цибрій Юрій Іванович,
вул. Універсальна, 17, кв. 26, м.
Дніпропетровськ, 49024 (UA),
Першина Катерина Дмитрівна,
вул. Давидова, 1/42, м. Сімферополь, 95033
(UA)**

(54) СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ ТИТАНУ(III) У ТЕХНОЛОГІЧНИХ РОЗЧИНАХ

(57) Реферат:

Спосіб визначення титану(III) у технологічних розчинах включає фотометрирування. Згідно зі способом, пробу з технологічним розчином помішують у термостатуючу камеру, на розчин направляють світловий потік від світлодіода, цей світловий потік, після його часткового поглинання досліджуваною речовиною, направляють на фотодіод, що реєструє зміну світлового потоку залежно від концентрації речовини, після чого конкретну кількість речовини в розчині визначають за графіком.

UA 75009 U

Корисна модель належить до області аналітичної хімії сполук, більш конкретно - до фотометричних методів визначення титану в різних об'єктах, і призначена для селективного визначення концентрацій катіонів титану(III) в багатокомпонентних сірчано-кислотних технологічних розчинах виробництва діоксиду титану (TiO_3).

5 По суті рішення задачі визначення концентрації титану(III) у розчинах досить близьким до пропонованої корисної моделі є спосіб, який описаний у стандарті підприємства [Стандарт підприємства Приватного акціонерного товариства "Кримський ТИТАН" СТП32785994.005-2005. Гідролізна, змішана й випарена кислота. Дата введення 2005-09-12. - Армянськ, Україна, 2005, 16 с.]

10 Спосіб визначення концентрації тривалентного титану (Ti^{3+}) за цим стандартом, у перерахуванні на Ti_2O_3 , полягає в наступному: 10 см³ ретельно перемішаної аналітичної проби, нагрітої до 60 °С, піпеткою переносять у колбу для титрування, ретельно змивають сірчаною кислотою з масовою часткою 5 %. У колбу попередньо наливають 50-100 см³ розчину сірчаної кислоти з масовою часткою 5 %, додають декілька крапель розчину роданіду амонію й титрують розчином залізоамонійних квасців (ЗАК) концентрації з (ЗАК) = 0,05 моль/дм до появи бурого пофарбованого розчину. Масову концентрацію Ti_2O_3 в (г/дм³) розраховують по існуючій формулі.

20 До недоліків відомого методу можна віднести тривалість готування аналізованих розчинів і проведення аналізу, а також присутність всіх недоліків титриметричного методу аналізу: неточності при узятті аліквоти; неточності при визначенні використаного обсягу титранту; адсорбція реагенту на стінках пробірки й бюретки; нагрівання розчину; розведення розчину. Всі дії проводяться без створення інертної атмосфери, тому що титан(III) легко окислюється до титану(IV), отже, результати досліджень є сумнівними, тобто не достовірними.

25 Як найближчий аналог вибрано спосіб фотометричного визначення титану [Ганаго Л.И.; Иванова И. Ф.; Ищенко Н.Н. Способ фотометрического определения титана. Патент РФ № 2024850, МПК G01N 21/78/, дата публикации: 15.12.1994].

30 Відповідно до аналога, титан переводять в іонний асоціат із бромпірогалоловим червоним (БПЧ) і кристалічним фіолетовим (КФ) і фільтрацією його при рН=0,75-0,85 толуолом з наступним руйнуванням етанолом з виділенням еквівалентної титану кількості кристалічного фіолетового. Кількісну реєстрацію здійснюють фотометрируванням толуольно-етанольного екстракту при 590 нм. Умови утворення асоціату: $(1,6-2,4) \cdot 10^{-4}$ моль/дм³, концентрація БПЧ і $(1,2-1,6) \cdot 10^{-4}$ моль/дм³ КФ.

35 До недоліків аналога можна віднести те, що при малих концентраціях титану(III) оптична щільність виходить заниженою у зв'язку з більшим надлишком БПЧ і КФ по відношенню до титану. Оптична щільність також не досягає свого оптимального значення при підвищеній концентрації титану. Підтримка інтервалів рН=0,75-0,85 ускладнює проведення аналітичного контролю, тому що при виході за межі зазначених рН оптична щільність іонного асоціату змінюється.

40 З огляду на те, що при розчиненні металевого титану в кислотах утворюється іон титану(III), який є відновником і активно вступає у взаємодію з атомарним киснем повітря, при приготуванні розчинів барвників, флотуючих реагентів і промивної води, завжди присутній розчинний кисень, що окислює титан(III) до титану(IV), тим самим, впливає на вірогідність результатів аналізу.

45 В основу корисної моделі поставлено задачу вдосконалення способу визначення титану(III) у розчинах, таким чином, щоб, ліквідувати фактори, що впливають на стійкість іона, спростити хід аналізу, підвищити чутливість і вірогідність, селективність визначення титану(III), скоротити час проведення аналізу.

50 Поставлена задача вирішується тим, що в пропонованому способі визначення концентрації титану(III), що включає фотометрування проби з технологічним розчином, що поміщають у термостатуючу камеру, на пробу подають світловий потік від світлодіода з діапазоном випромінювання 465-480 нм, що відповідає оптичній активності обумовленої речовини, після часткового поглинання світлового потоку, досліджуваною речовиною, світло направляють на фотодіод, який реєструє зміну світлового потоку залежно від концентрації речовини, після чого конкретну кількість речовини в розчині визначають за допомогою калібрувального графіку. При цьому, яких-небудь присутніх сторонніх компонентів у контрольованому технологічному розчині в даній області немає. У даній області може впливати лише залізо(III), однак іон титану(III) є досить сильним відновником, тому залізо(III) відновлюється до заліза(II), область поглинання якого перебуває в діапазоні 920-940 нм.

60 Принцип реалізації способу заснований на поглинанні електромагнітного випромінювання світлодіода іонами титану(III) за рахунок d-d електронного переходу $t_{2g} \rightarrow e_g$. При поглинанні світлового потоку іонами титану(III) минулий потік слабшає у відповідності законом Бугера -

Ламберта - Бера, де оптична щільність описується формулою $A = \varepsilon_{\lambda} \cdot c \cdot l$ (ε_{λ} - коефіцієнт світлопоглинання; c - концентрація речовини в моль/дм; l - товщина поглинаючого шару). По різниці інтенсивності світлових потоків установлюється функціональна залежність концентрації речовини в розчинах.

5 Аналізована область електронного спектра перебуває в межах: для сульфату титану(III), $\lambda=470-480$ нм; фториду титану(III), $\lambda=480-495$ нм; аквакомплексу титану(III), $\lambda=500-510$ нм; хлориду титану(III), $\lambda=570-580$ нм. Пероксидний комплекс титану(IV) визначається в області $\lambda=405-410$ нм. Як приклад, представлений електронний спектр сульфату титану(III) на кресленні.

10 Для реалізації способу використовують оптичний аналізатор розчинів, розроблений спеціально для виявлення поглинання розчинів сульфату титану(III) у сірчаноокислотних розчинах, що включає кювету із пробю речовини, термостатуючу камеру, світлодіод, світлофільтр, фотодіод і реєструючий пристрій.

Приклад конкретного виконання

15 Визначення концентрації сульфату титану(III) у розчині виконано таким чином. Випромінюваний світлодіодом з діапазоном випромінювання 465-480 нм світловий потік направляють у кювету з аналізованим розчином, що містить сульфат титану(III), що попадає в неї із труби технологічного розчину, у кюветі відбувається поглинання світлового потоку, після проходження світлового потоку через світлофільтр і через розчин його інтенсивність слабшає, 20 потім цей світлопотік проходить на фотодіода, який перетворює його в електричний сигнал, що і фіксується реєструючим пристроєм. Різниця світлових потоків до й після проходження світла через розчин дозволяє визначити концентрацію титану(III). Концентрація реагуючої речовини визначається за допомогою калібрувального графіку (інтенсивність світлового потоку від концентрації). Проводять калібрування приладу по розчиннику, потім кювету заповнюють 25 стандартним розчином і встановлюють за індикатором значення по струму пристрою, що реєструє, і зіставляють із даними калібрувального графіку. Після завершення калібрування приладу виконують визначення концентрації в технологічному розчині. Споживана потужність електроенергії приладом з терморегуляцією становить 35 Вт.

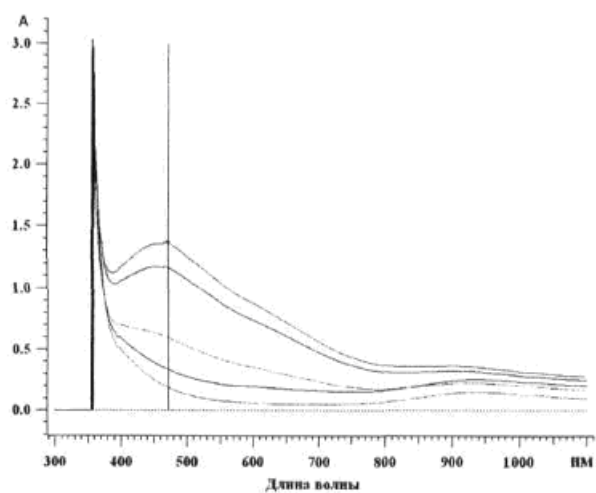
На кресленні представлено електронний спектр сульфату титану(III) у розчинах сірчаної 30 кислоти. З огляду на електронний спектр сульфату титану(III) з'явилася можливість підібрати світлофільтри таким чином, щоб чітко реєструвалася область 450-480 нм.

Визначення концентрації титану(III) виконується миттєво й з високою точністю в автономному й автоматичному режимах без застосування індикаторів і розведень аналізованих розчинів.

35 Аналогічним шляхом, на підставі реєстрації зміни щільності світлового потоку залежно від концентрації речовини, можна швидко і якісно визначати конкретну кількість речовини в розчинах, за умови, що яких-небудь присутніх у даній області сторонніх компонентів у досліджуваному технологічному розчині немає.

40 ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

Спосіб визначення титану(III) у технологічних розчинах, що включає фотометрування, який **відрізняється** тим, що пробу з технологічним розчином поміщують у термостатуючу камеру, на розчин направляють світловий потік від світлодіода з областю випромінювання 465-480 нм, що 45 відповідає оптичній активності титану(III), цей світловий потік, після його часткового поглинання досліджуваною речовиною, направляють на фотодіод, що реєструє зміну світлового потоку залежно від концентрації речовини, після чого конкретну кількість речовини в розчині визначають за графіком.



Комп'ютерна верстка І. Мироненко

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601