



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

253102

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.⁴

G 05 D 23/00,
G 01 N 25/36

(22) Přihlášeno 08 10 85

(21) PV 7199-85

(40) Zveřejněno 12 03 87

(45) Vydáno 16 05 88

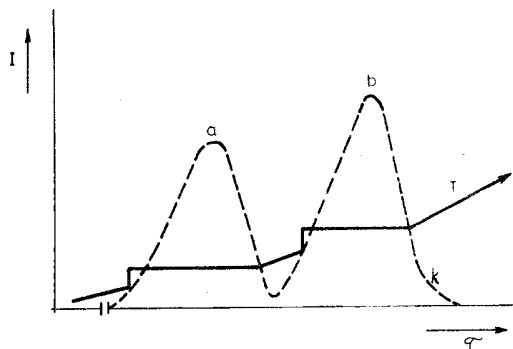
(75)

Autor vynálezu

ČÍŽEK ZDENĚK ing. CSc., BOREK PAVEL ing., PLZEŇ

(54) Způsob stanovení obsahu a vazby kyslíku, dusíku a uhlíku řízeným termickým rozkladem vzorku

Řešení se týká způsobu stanovení obsahu a vazby kyslíku, dusíku a uhlíku v kovech a slitinách i v dalších anorganických materiálech. Množství a vazba těchto prvků je důležitou technickou informací o chování materiálů v různých prostředích a o charakteru a příčinách vzniku a průběhu různých jevů a interakcí, zejména na povrchu materiálu. Podstata řešení spočívá v tom, že analyzovaný vzorek se postupně zahřívá v inertní nebo reakční atmosféře až do počátku uvolňování definované plynné sloučeniny, načež se vzestup teploty zastaví nebo se teplota skokem zvýší o předem zvolenou hodnotu a dále se udržuje konstantní až do skončení uvolňování plynné sloučeniny, což signalizuje konec rozkladu příslušné detekované fáze. Poté se vzorek opět postupně zahřívá až do okamžiku dalšího uvolňování definované plynné sloučeniny, tj. do počátku rozkladu další identifikované oxidické, nitridické nebo karbidické fáze ve vzorku.



obr. 1

Vynález se týká způsobu stanovení obsahu a vazby kyslíku, dusíku a uhlíku v kovech a slitinách i v dalších anorganických materiálech.

Přítomnost různých typů oxidů, nitridů a karbidů v kovových materiálech významným způsobem ovlivňuje vlastnosti těchto materiálů a současně podává informaci o charakteru a kvalitě příslušného výrobního (např. metalurgického) procesu. Obdobně je tomu v případě různých nekovových anorganických materiálů (např. směsi oxidů nebo nitridů nebo karbidů). Množství a forma vazby kyslíku, dusíku a uhlíku je rovněž velmi důležitou technickou informací o chování materiálů v různých prostředích a o charakteru a příčinách vzniku a průběhu různých jevů a interakcí zejména na povrchu materiálů. Stanovení obsahu a vazby kyslíku, dusíku a uhlíku v kovech, slitinách a dalších anorganických látkách proto patří k velmi důležitým úkolům analytické chemie.

Uvedená problematika se řeší pomocí tzv. termoevolučních metod, jejichž princip je založen na postupném termickém rozkladu oxidických, nitridických nebo karbidických fází, převedení kyslíku, dusíku nebo uhlíku na definovanou plynnou sloučeninu a kontinuálním sledování vývoje této plynné sloučeniny pomocí vhodného detektoru. Z teplotního rozmezí, při kterém dochází k vývoji detekovaného plynu, je možné usuzovat na typ oxidické, nitridické nebo karbidické fáze ve vzorku a z množství detekované plynné sloučeniny na množství každé z fází, přítomných ve vzorku. Zmíněný princip je realizován v několika moderních typech analyzátorů.

V dosavadních aparaturách je pro termoevoluční rozklad vzorků vesměs využíván teplotní režim analýzy, při kterém teplota vzorku stoupá lineárně a rychlost stoupání teploty je možno předem libovolně nastavit. Je znám i pracovní postup, charakterizovaný přerušením ohřevu vzorku, jakmile se v detektoru objeví plynná fáze. Oba uvedené postupy mají některé technické nevýhody, které omezují jejich použitelnost jen na analýzu jednoduchých typů oxidických, nitridických nebo karbidických fází a sloučenin. Kupříkladu při lineárním ohřevu vzorku nelze rozlišit dvě nebo více fází s blízkými teplotami rozkladu a nesprávné výsledky se získávají i v tom případě, jsou-li analyzované fáze přítomny ve větším množství nebo když rychlost rozkladné reakce je nízká.

Uvedené nedostatky odstraňuje způsob termoevolučního stanovení obsahu a vazby kyslíku, dusíku nebo uhlíku v anorganických materiálech, přičemž analyzovaný vzorek se postupně zahřívá v inertní nebo reakční atmosféře až do počátku uvolňování definované plynné sloučeniny, načež se vzestup teploty zastaví nebo se teplota skokem zvýší o předem zvolenou hodnotu a dále se udržuje konstantní až do skončení uvolňování plynné sloučeniny, což signalizuje konec rozkladu příslušné detekované fáze. Poté se vzorek opět postupně zahřívá až do okamžiku dalšího uvolňování definované plynné sloučeniny, tj. do počátku rozkladu další identifikované oxidické, nitridické nebo karbidické fáze ve vzorku, vzestup teploty se zastaví a pokračuje se shora uvedeným postupem. Teplotní schéma postupu stanovení dvou fází a, b je znázorněno na výkrese, kde křivka k znázorňuje časovou (t) závislost intenzity signálu (I) z detektoru vznikající plynné složky při termickém rozkladu fází a a b podle teplotního režimu znázorněného teplotní křivkou T.

Hlavní výhoda vynálezu spočívá v pružné regulaci teplotního režimu ve vztahu ke kinetice probíhající konkrétní termoevoluční reakce a v možnosti volby optimální teplotní hladiny pro reakci. Výsledkem je možnost zvolit nejvhodnější teplotní režim celé termoevoluční analýzy vzhledem k typu analyzovaného materiálu. Současně se podstatně zvýší rozlišovací schopnost analyzátoru a lze tak analyzovat i složité směsi fází, vyznačující se malým rozdílem teplot rozkladu jednotlivých složek. Navrhovaným řešením rovněž vznikají vhodné podmínky pro identifikaci oxidických, nitridických nebo karbidických fází s malou rychlostí reakce rozkladu a pro přesné stanovení fází zastoupených ve velkých koncentracích. Praktické propojení regulace teplotního režimu ohřevu vzorku se signálem z detektoru je rutinní elektrotechnickou záležitostí a závisí na konkrétním typu zařízení.

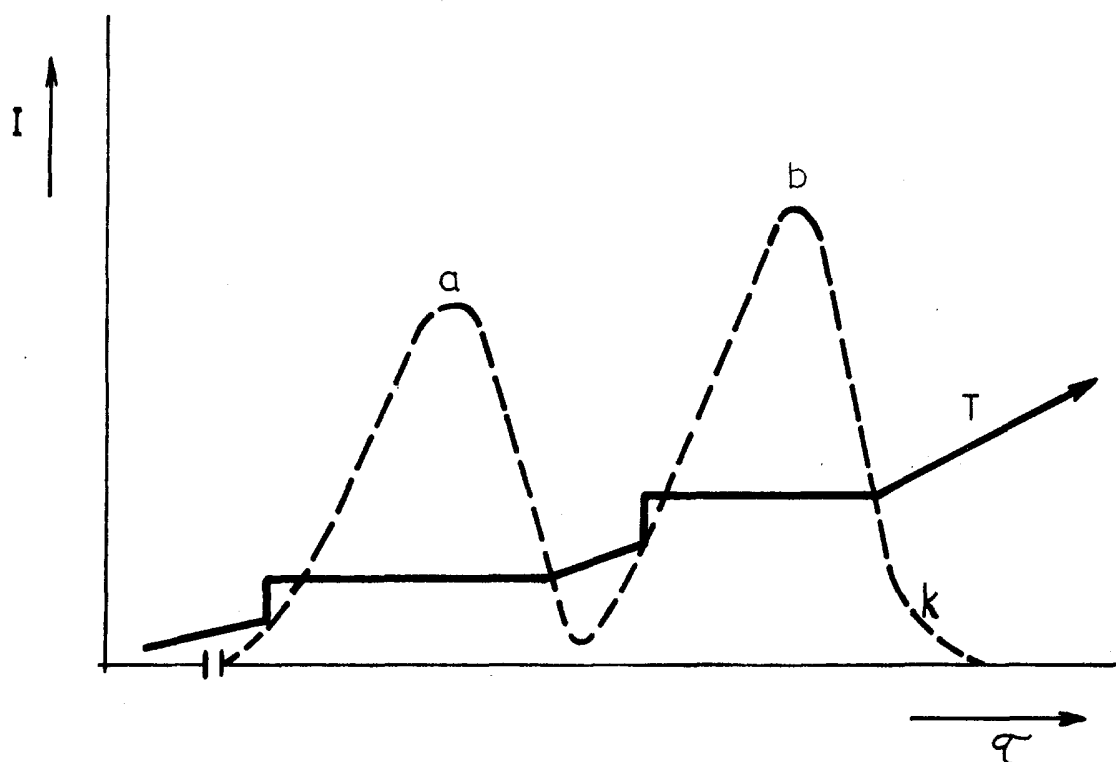
P ř í k l a d

Stanovení obsahu a vazby kyslíku ve formě různých oxidických fází v ocelích je založeno na postupném termickém rozkladu (redukci) oxidických fází v inertní atmosféře za přítomnosti elementárního uhlíku, přičemž detekovanou při reakci vznikající plynnou sloučeninou je oxid uhelnatý resp. uhličitý. Při zjišťování typu a obsahu oxidů manganu a železa v reálném vzorku oceli, jejichž teploty redukce leží v intervalu asi 50 až 100 °C, což nelze dosavadními způsoby stanovení rozlišit, bylo podle vynálezu stanoveno, že z celkového obsahu 0,065 % kyslíku je 0,025 % kyslíku vázáno ve formě oxidů železa ($T_{\text{red}} \sim 1\,350\text{ °C}$) a 0,015 % kyslíku ve formě oxidů manganu ($T_{\text{red}} \sim 1\,440\text{ °C}$).

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob stanovení obsahu a vazby kyslíku, dusíku a uhlíku v anorganických materiálech termickým rozkladem vzorku, vyznačený tím, že vzorek materiálu se postupně zahřívá v pecním prostoru, obsahujícím inertní nebo reakční plyn až do počátku uvolňování definované plynné sloučeniny, načež se vzestup teploty zastaví nebo se teplota zvýší skokem o zvolenou hodnotu a dále se udržuje konstantní až do ukončení uvolňování plynné sloučeniny.

1 výkres

*obr. 1*