



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

264 877

(11) (B1)

{13}

(51) Int. Cl.⁴

G 01 N 25/46

(22) Přihlášeno 30 04 87

(21) PV 3064-87.Y

(40) Zveřejněno 15 12 88

(45) Vydáno 15 12 89

(75)

Autor vynálezu

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

(54) **Způsob identifikace typu a stanovení obsahu forem přítomnosti uhlíku v anorganických a organických materiálech**

(57) Řešení se týká způsobu identifikace typu a stanovení obsahu forem přítomnosti uhlíku v anorganických a organických materiálech, například v kovech, keramických materiálech, syntetických karbidech, geologických vzorcích. Znalost forem uhlíku i jejich obsahu v materiálech je významnou technickou informací o úrovni používaného výrobního procesu, vlastnostech materiálu i o původu vzniku některých neznámých látek. Podstata řešení spočívá v tom, že se analyzovaný vzorek postupně zahřívá v proudu kyslíku v teplotním rozmezí 60 až 1 400 °C a kontinuálně se sleduje vztah mezi teplotou a množstvím vznikajícího oxidu uhličitého. Teplota reakce uhlíku s kyslíkem charakterizuje jeho přítomnou formu a množství oxidu uhličitého obsah této formy.

Vynález se týká způsobu identifikace typu a stanovení obsahu forem přítomnosti uhlíku v anorganických a organických materiálech, například v kovech, keramických materiálech, syntetických karbidech, geologických vzorcích.

Přítomnost různých forem uhlíku, tj. volného uhlíku, amorfni, grafitický, uhlíku chemicky vázaného, respektive uhlíku organického původu, v materiálech významným způsobem tyto materiály charakterizuje a současně vypovídá o jejich původu nebo o kvalitě jejich výroby. Množství a forma uhlíku je také často důležitou informací o charakteru a příčinách průběhu různých jevů v procesu využití materiálů.

Identifikace a stanovení forem uhlíku v materiálech je doposud řešena pomocí různých chemických metod, jejichž princip je založen na vhodném chemickém rozkladu analyzovaného vzorku, převedení sledované formy uhlíku na definovanou sloučeninu a jejím finálním vázkovým, fotometrickém či potenciometrickém stanovení. Dosavadní chemické metody však vzhledem k obtížnosti nebo nemožnosti selektivního rozkladu jednotlivých forem uhlíku chemickou cestou jsou málo spolehlivé, obtížně reprodukovatelné a zejména při stanovení malých obsahů různých forem uhlíku poskytují nesprávné výsledky.

Nedostatkem dosavadních chemických metod je rovněž jejich mimořádná pracnost, vysoká časová náročnost i neexistence vhodných referenčních materiálů. Účinnost identifikace forem uhlíku v materiálech dosavadními způsoby se zvyšuje kombinací chemických metod s některými metodami fyzikálními, například s rtg. difrakcí nebo s termickou diferenční analýzou, avšak i v těchto případech je řešení dané problematiky spojeno s mnoha obtížemi.

Uvedené nevýhody dosavadního stavu techniky odstraňuje způsob identifikace typu a stanovení obsahu forem přítomnosti uhlíku v anorganických a organických materiálech, například v kovech, keramických materiálech, syntetických karbidech, geologických vzorcích, podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že analyzovaný vzorek se postupně zahřívá v proudu kyslíku na teplotu 60 až 1 400 °C po dobu 3 až 20 minut a průběžně se sleduje množství vznikajícího oxidu uhličitého v závislosti na teplotě, přičemž teplota reakce s kyslíkem charakterizuje typ přítomné formy uhlíku a množství oxidu uhličitého koncentrací dané formy uhlíku ve vzorku.

Při uvedeném způsobu je analyzovaný vzorek o hmotnosti cca 0,005-1 g, umístěný v křemenové trubici, postupně zahříván v proudu kyslíku v rozmezí teplot 60 až 1 400 °C po dobu 3 až 20 minut a reakcí vzniklé plyny, CO₂ respektive CO, jsou v závislosti na teplotě kontinuálně detekovány metodou měření infračervené absorpce. Daným způsobem lze analyzovat pevné vzorky i vzorky kapalné. Výzkumem bylo zjištěno, že jednotlivé formy uhlíku v anorganických materiálech při postupu podle vynálezu reagují s kyslíkem v charakteristických teplotních intervalech, například grafitický uhlík při teplotě 780 až 850 °C, podle typu grafitu, uhlík organického původu při teplotě 150 až 200 °C, karbid wolframu při teplotě 650 až 680 °C a podobně.

Jako referenční materiál pro kalibraci formy a množství uhlíku při postupu podle vynálezu lze využít vhodnou sloučeninu s definovanou formou a obsahem uhlíku, reagující s kyslíkem v definovaném teplotním intervalu, například octan sodný, minerální olej, grafit a jiné.

Hlavní výhodou řešení podle vynálezu spočívá v tom, že lze v širokém sortimentu anorganických a řady organických materiálů s vysokou selektivitou, citlivostí a přesností vedle sebe identifikovat přítomné formy uhlíku a stanovit jejich množství. Přínosem je rovněž vysoká rychlost provedení analýzy a její minimální pracnost. Navržené řešení lze s výhodou využít především při studiu průběhu různých výrobních technologií, například při výrobě syntetických diamantů, grafitových keramických materiálů a jiné, při hodnocení chemického složení materiálů obsahujících definované formy uhlíku i při identifikaci původu různých neznámých vzorků.

P ř í k l a d 1

Při analýze výluhových vod z popílkoviště byl popsán způsobem sledován obsah rozpuštěného oxidu uhličitého, obsah organického uhlíku a obsah rozpuštěného karbonátového uhlíku. 3,0 g vzorku umístěného v křemenné lodičce byly zahřívány v proudu kyslíku rychlostí 50 °C za minutu od 60 do 600 °C a kontinuálně bylo detekováno množství vznikajícího oxidu uhličitého. Analýzou byly získány následující výsledky:

rozpuštěný CO ₂	(pík při 70 až 85 °C)0,055 mg/l
organický uhlík	(pík při 140 až 190 °C)0,390 mg/l
karbonátový uhlík	(pík při 520 až 560 °C)1,950 mg/l

P ř í k l a d 2

Při řešení otázky původu prachových nánosů na bázi uhlíku v motorech elektrických lokomotiv bylo způsobem podle vynálezu, tj. postupným ohřevem 0,1 g vzorku prachu, umístěného v křemenné lodičce, v proudu kyslíku rychlostí 50 °C/minutu od 60 do 900 °C zjištěno, že prach obsahuje cca 3,1 % uhlíku v organické formě (pík při 160 až 200 °C), cca 68 % uhlíku amorfního (pík při 430 až 480 °C) a cca 6,2 % uhlíku grafitického (pík při 790 až 830 °C). Z výsledku rozboru vyplynulo, že podstatu nánosů tvoří otěr z grafitových kartáčů motorů, ale produkty oxidace a tepelné degradace konstrukčních a funkčních organických látek.

P ř í k l a d 3

Při výrobě speciálních typů keramických materiálů s přidavkem různých forem uhlíku je jedním z rozhodujících faktorů výsledná forma uhlíku v hotovém materiálu. Způsobem stanovení forem uhlíku ve vzorku takového typu keramického materiálu podle vynálezu, tj. postupným ohřevem 0,1 kg prachového vzorku, umístěného v křemenné lodičce, v proudu kyslíku rychlostí 50 °C/min. od 60 do 1 400 °C bylo zjištěno následující složení vzorku:

amorfní uhlík	(pík při 420 až 470 °C)	- 1,0 %
grafit	(pík při 800 až 850 °C)	- 10,5 %
vázaný uhlík	(pík při 1 240 až 1 320 °C)	- 22,3 %.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob identifikace typu a stanovení obsahu forem přítomnosti uhlíku v anorganických a organických materiálech, například v kovech, keramických materiálech, syntetických karbidech, geologických vzorcích, vyznačený tím, že analyzovaný vzorek se postupně zahřívá v proudu kyslíku na teplotu 60 až 1 400 °C po dobu 3 až 20 minut a průběžně se sleduje množství vznikajícího oxidu uhličitého v závislosti na teplotě, přičemž teplota reakce s kyslíkem charakterizuje typ přítomné formy uhlíku a množství oxidu uhličitého koncentraci dané formy uhlíku ve vzorku.