



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

212510

(11) (B1)

(22) Přihlášeno 24 06 80
(21) (PV 4458-80)

(40) Zveřejněno 31 03 81

(45) Vydáno 15 08 84

(51) Int. Cl.³

B 01 J 23/34
B 01 J 23/02
G 01 N 25/22

(75)
Autor vynálezu

PÜSCHEL PETR ing., KRAMÉŠ MILOŠ, MOST

(54) Katalyzátor pro termooxidační metodu stanovení rtuti a způsob jeho výroby

Vynález se týká katalyzátoru pro termooxidační metodu stanovení rtuti amalgamací technikou a způsobu výroby katalyzátoru.

Katalyzátor se skládá z produktu spalování směsi paliva a okysličovadla, obsahující 10 až 80 hmotnostních dílů octanu vápenatého jako paliva a 100 hmotnostních dílů manganistanu draselného jako okysličovadla.

Podstatou způsobu výroby katalyzátoru je, že se volně na vzduchu spálí směs paliva a okysličovadla.

Vynález se týká katalyzátoru pro termooxidační metodu stanovení rtuti amalgamační technikou a způsobu jeho výroby.

Katalyzátory využívané pro termooxidační metody stanovení rtuti bývají směsné katalyzátory v kombinacích odděleně uložených ve spalovací trubici ve vrstvách. V primární vrstvě se používá kysličníku kobaltinato-kobaltitého Co_3O_4 , a v druhé vrstvě to bývají rozkladné produkty manganistanu draselného KMnO_4 o složení 65 % MnO_2 , tj. kysličníku mangančitého, a 35 % K_2O , tj. kysličníku draselného, které se upravují na vhodnou texturu mísením s roztokem křemičitanu sodného jako pojiva a dále následuje pracný postup sušení, žitání, drcení a oddělení vhodné frakce.

Tento katalyzátor umožňuje dodatečnou oxidaci produktů oxidace na primárním katalyzátoru a současně umožní chemisorpční zachycení kyselých produktů spalování vzorků, jako např. oxidy, síry, dusíku, z nichž některé mohou působit rušivě při stanovení rtuti. V důsledku použití roztoku křemičitanu sodného jako pojidla rozkladných produktů KMnO_4 , působí tento katalyzátor velmi nepříznivě na křemen spalovací trubice. Životnost trubic je velmi malá i při použití relativně velmi nízké spalovací teploty 600 až 650 °C. Katalyzátor je nutno pracně tepelně i mechanicky upravovat a dokonce i po naplnění spalovací trubice je nutno až pět hodin vypuzovat rtuť obsaženou původně ve výchozích chemikáliích. Životnost katalyzátoru je omezena vzhledem k malé kapacitě ke kyselým plynům. Textura katalyzátoru, vysoký odpor kladený průchodu plynů a tvoření kanálků v jeho vrstvě je též na závadu.

Výše uvedené nedostatky odstraňuje katalyzátor pro termooxidační metodu stanovení rtuti podle vynálezu, jehož podstatou je, že sestává z produktu spalování směsi paliva a okysličovadla, obsahující 10 až 80 hmotnostních dílů octanu vápenatého jako paliva a 100 hmotnostních dílů manganistanu draselného jako okysličovadla.

Podstatou způsobu výroby katalyzátoru podle vynálezu je, že se volně na vzduchu spálí směs paliva a okysličovadla.

Reakcí spalování směsi uvolňované plynné produkty H_2O a CO_2 nakypřují během spalování hmotu katalyzátoru a teplota exotermické reakce nakypřenou hmotu zpevní částečným slinutím. Tento katalyzátor zajišťuje nízký odpor procházejícím plynům při použití ve spalovací trubici přístroje na stanovení rtuti a současně zajistí dokonalý kontakt alkalických složek katalyzátoru a zvyšuje jejich chemisorpční kapacitu. Teplota spalování reakční směsi zajistí mimo částečného slinutí též dokonalé odstranění nežádoucích příměsí rtuti v katalyzátoru. Za podmínek spalování vytéká rtuť ve formě kysličníku nebo jako kovová rtuť do prostoru mimo katalyzátor.

Toto umožňuje zkrátit dobu oživování katalyzátoru ve spalovací trubici přístroje pro stanovení rtuti z pěti až šesti hodin na 15 minut. Podstatným přínosem je možnost zkrácení spalování vzorků organických látek, jako je uhlí, olej, dřevo apod., pro stanovení rtuti amalgamační technikou z dvaceti až třiceti minut na 1,5 minuty. Krátká doba spalování vzorku ovlivní hodnotu slepých zkoušek, které se sníží šestnáctkrát. Jejich nízká hodnota dovoluje snížit absolutní mez postřehu stanovení rtuti z 0,5 ng Hg na 0,1 ng Hg. Zvýšení četnosti jednotlivých stanovení Hg je patnáctkrát. Vyloučením použití roztoku křemičitanu sodného při přípravě katalyzátoru se zvýší životnost křemenné spalovací trubice pět až šestkrát. Rychlá a bezpečná příprava katalyzátoru s výtěžkem používané frakce 0,25 až 1 mm je 60 až 80 % a je rovněž předností katalyzátoru podle vynálezu.

K přípravě katalyzátoru je použit octan vápenatý $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Ca}$ jako palivo a manganistan draselný KMnO_4 jako okysličovadlo. Stechiometrický hmotnostní poměr těchto látek vzhledem k bilanci kyslíku je 0,74. Analyticky využitelný je katalyzátor získaný jako produkt spalování octanu vápenatého s manganistanem draselným v hmotnostním poměru v rozsahu 0,8 až 0,1. Čím vyšší je tento poměr, tím zásaditější charakter výsledný katalyzátor má.

Byl připraven katalyzátor spalováním podle rovnice: $4(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Ca} + 6\text{KMnO}_4 = 3(\text{MnO} \cdot \text{MnO}_2) + \text{K}_2\text{O} + 4\text{CaO} + 8\text{H}_2\text{O} + 8\text{CO}_2$. Spálení homogenní směsi bylo provedeno jejím zapálením v niklovém kelímku, jehož dno bylo zahřáto Meckerovým kahanem. Získaný katalyzátor o složení 48 % kysličníku manganatého a manganičitého, 29 % kysličníku draselného, 23 % kysličníku vápenatého o zrnitosti 0,25 až 1 mm má sypanou hmotnost $0,43 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$. Toto dokládá výhodnější texturu oproti rozkladným produktům KMnO_4 , které mají sypanou hmotnost $0,68 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$. Vyšší chemisorpční kapacitu katalyzátoru podle vynálezu dokládá poměr kysličníků manganu k sumě ostatních kysličníků. Pro katalyzátor uvedený jako příklad činí tento poměr 0,93. U rozkladných produktů manganistanu draselného činí tento poměr 1,86. U katalyzátoru pro termooxidační metodu stanovení rtuti podle vynálezu je možno tento poměr volit v rozsahu 0,9 až 1,8 podle hmotnostního poměru paliva octanu vápenatého a okysličovadla manganistanu draselného.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Katalyzátor pro termooxidační metodu stanovení rtuti, vyznačený tím, že se skládá z produktu spalování směsi paliva a okysličovadla, obsahující 10 až 80 hmotnostních dílů octanu vápenatého jako paliva a 100 hmotnostních dílů manganistanu draselného jako okysličovadla.

2. Způsob výroby katalyzátoru podle bodu 1, vyznačený tím, že se volně na vzduchu spálí směs paliva a okysličovadla.