



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

217592
(11) (B1)

[22] Přihlášeno 02 07 81
[21] [PV 5098-81]

(51) Int. Cl.³
G 01 N 7/16

[40] Zveřejněno 26 03 82

[45] Vydáno 15 09 84

(75)
Autor vynálezu

REZL VLASTIMIL prom. chem., UHDEOVÁ JITKA prom. chem.
ŠTIKAROVSKÝ JIŘÍ ing., BRNO

(54) Způsob regenerace mědi při elementární analýze látek

1

2

Regenerace mědi plní úlohu redukční náplně, například při stanovení uhlíku, dusíku a vodíku.

Podstatou způsobu je, že se kysličníky mědi vzniklé oxidací mědi redukují v průběhu analýzy kysličníkem uhelnatým, vznikajícím reakcí kyslíku na uhelném kontaktu.

Způsob je určen zejména k aplikaci automatizované instrumentace v organické elementární analýze.

Vynález se týká způsobu regenerace mědi, která plní úlohu redukční náplně při elementární analýze látek, například při stanovení uhlíku, dusíku a vodíku.

V posledních letech dochází ke stále širší aplikaci automatizované instrumentace v organické elementární analýze, zejména při stanovení uhlíku, vodíku a dusíku, případně síry, nebo dusíku v biologických materiálech. Všechny tyto metody jsou založeny na oxidační konverzi vzorku na definované reakční produkty v proudu interního plynu, například hélia, a zpravidla za přídavku kyslíku pouze v okamžiku spalování. Po separaci definovaných reakčních produktů se jednotlivé produkty stanoví gravimetricky, volumetricky nebo pomocí tepelně vodivostního detektoru. Zmíněné metody tedy používají spalovací systém Pregl-Dumas, který je složen z oxidační náplně reprezentované zpravidla spalovacími katalyzátory, tj. kysličníkem měďnatým, kobaltnatokobaltitým, chromitým, cínčitým apod., a redukční náplně všeobecně představované drátkovitou nebo granulovanou mědí. Redukční náplň zachytí při 500 až 650 °C nezreagovaný kyslík a redukuje kysličníky dusíku na dusík, přičemž se měď oxiduje na kysličník měďnatý. Redukční náplň je třeba poměrně často vyměňovat, neboť se rychle oxiduje, zejména jestliže se používá při spalování značný přebytek kyslíku. Navíc dochází k částečné sorpci kysličníků dusíku na kysličníku měďnatém, zejména za přítomnosti halogenů, a tím ke zkreslování výsledků.

Tyto dosavadní nevýhody odstraňuje předložený způsob regenerace mědi při elementární analýze látek, jehož podstatou je, že se kysličníky mědi, vzniklé oxidací mědi, redukuje v průběhu analýzy kysličníkem uhelnatým, vznikajícím reakcí kyslíku na uhlém kontaktu.

Výhodou popsaného způsobu proti používaným je odstranění nutnosti časté výměny náplně redukčního reaktoru a vytvoření optimálních a definovaných reakčních podmínek pro každé stanovení, a tím zvýšení jeho přesnosti.

Příklad

Přístroj podle čsl. autorského osvědčení č. 157 857 lze použít k stanovení dusíku v biologických materiálech. Poněvadž se spaluje větší množství vzorku, přidává se k hoření vzorku značné množství kyslíku, například 50 ml, jehož přebytek, nutný pro úplné spalování, rychle vyčerpává redukční náplň. Jestliže se stejné nebo menší množství kyslíku dávkuje přes uhelný kontakt zahříváný na 900 až 1000 °C a reakcí vzniklý kysličník uhelnatý se přivádí na vstup redukční náplně, dochází k redukcí kysličníků mědi na měď. Za těchto okolností se provádí každé stanovení při čerstvě redukované mědi a nemůže dojít k případným komplikacím, například k sorpci kysličníků dusíku na kysličníku měďnatém.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob regenerace mědi při elementární analýze látek, vyznačený tím, že se kysličníky mědi vzniklé oxidací mědi redukuje v prů-

běhu analýzy kysličníkem uhelnatým, vznikajícím reakcí kyslíku na uhlém kontaktu.