



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU 215 746

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(61)
(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 20 11 80
(21) (PV 7901-80)

(11) (B 1)

(51) Int. Cl.³
C 10 H 19/00
// G 21 G 5/00
C 01 B 4/00

(40) Zveřejněno 30 06 81
(45) Vydáno 15 08 81

(75)
Autor vynálezu HRUBÝ MILOŠ prom.fyz.,
HRUBÁ ALENA, MOST
HRUBÝ VLADIMÍR ing., HORNÍ JIRĚTÍN

(54)
Způsob přípravy acetylénu pro laboratorní a analytické účely a zařízení
k provádění způsobu

Způsob přípravy acetylénu zejména pro laboratorní a analytické účely reakcí karbidu vápníku a vody, zejména pro stanovení tritia a zařízení k provádění způsobu. Účelem způsobu je převedení veškerého vodíku z vody do získaného acetylénu, přičemž získaný acetylén neobsahuje vodu. Karbid vápníku se zahřeje ve vakuu nejméně na 300 °C a po ochlazení na laboratorní teplotu se smíchá jeho stechiometrický přebytek s hydroxidem vápenatým připraveným pro účely stanovení tritia přidáním stechiometrického množství vody ke kyslíčnku vápenatému. Směs se evakuuje a zahřívá na 250 až 500 °C, přičemž vznikající acetylén prochází vrstvou karbidu vápníku zahřátého na nejméně 300 °C.

Zařízení k provádění sestává z reakční trubice a víka, které jsou spolu hermeticky uzavíratelné a jsou z materiálu odolávajícího tlaku nejméně 200 kPa, teplotě do 1 000 °C a nereagujícího s acetylénem a opatřeny chlazením spoje mezi nimi. Víko reakční trubice má vývod. Na spodní části

reakční trubice je regulovatelné vyhřívací zařízení a uvnitř reakční trubice je umístěno čidlo pro měření teploty směsi.

Vynález se týká způsobu přípravy acetylénu pro laboratorní a analytické účely, zejména pro stanovení tritia a zařízení k provádění způsobu.

V současné době se acetylén pro laboratorní a analytické účely připravuje tak, že voda se přidává ke karbidu vápníku bez umělého zvyšování teploty a vzniká acetylén a hydroxid vápenatý. Tento způsob se používá i při zjišťování obsahu radioaktivního tritia ve vodě, kde se využívá toho, že izotopy vodíku přecházejí z vody do vznikajícího acetylénu.

Dosud používaný způsob se však vyznačuje několika podstatnými nevýhodami:

Závažným nedostatkem pro účely stanovení tritia je skutečnost, že do acetylénu nepřejde při tomto způsobu veškerý vodík a při reakci dochází k nerovnoměrnému rozdělení izotopů vodíku do produktů reakce. V acetylénu je na rozdíl od původní vody snížený obsah tritia ^3H vůči vodíku ^1H až o 30 %, což má za následek snížení účinnosti měření.

Nedostatkem je rovněž zkreslení měření především nízkých aktivit tritia, které je způsobeno příměsí v karbidu vápníku, např. radioaktivním radonem, vzdušnou vlhkostí, hydroxidem vápenatým vznikajícím působením vzdušné vlhkosti a dalšími nečistotami.

Další nevýhodou tohoto způsobu je nutnost odstraňování vody ze vznikajícího acetylénu.

Uvedené nedostatky odstraňuje způsob přípravy acetylénu pro laboratorní a analytické účely reakcí karbidu vápníku a vody podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že karbid vápníku se zahřeje ve vakuu na nejméně 300 °C, načež se po jeho ochlazení na laboratorní teplotu smíchá jeho stechiometrický přebytek s hydroxidem vápenatým připraveným pro účely stanovení tritia přidáním stechiometrického množství vody ke kysličníku vápenatému, směs se evakuuje a zahřívá na teplotu 250 až 500 °C, přičemž vznikající acetylén prochází vrstvou karbidu vápníku zahřátého na nejméně 300 °C.

Podstata zařízení k provádění způsobu spočívá v tom, že sestává z reakční trubice a víka, které jsou spolu hermeticky uzavíratelné a zhotovené z materiálu odolávajícího přetlaku nejméně 200 kPa, teplotám do 1 000 °C a nereagujícího s acetylénem a opatřeny chlazením spoje mezi nimi. Víko reakční trubice má vývod k evakuování reakční trubice a odvodu acetylénu. Na spodní části reakční trubice je regulovatelné vyhřívací zařízení a uvnitř reakční trubice je umístěno čidlo pro měření teploty směsi.

Při tomto způsobu přípravy přechází do acetylénu veškerý vodík, z karbidu vápníku jsou odstraněny nežádoucí příměsi, které zkreslují stanovení tritia a získaný acetylén neobsahuje vodu.

Způsob přípravy acetylénu podle vynálezu je založen na zjištění prokázaném diferenciální termickou analýzou, že v teplotním intervalu 280 až 460 °C při nárustu teploty 10 °C/min.⁻¹ hydroxid vápenatý odštěpuje vodu a přechází na kysličník vápenatý. Uvolněná reakční voda pak reaguje za vzniku acetylénu s karbidem vápníku zbaveným zahříváním za vakua zkreslujících příměsí.

Účinek vynálezu je uveden v následujícím příkladu:

Při laboratorním pokusu bylo 80 g technického karbidu vápníku zahřáto na 400 °C a evakuováno po dobu 3 hodin, přitom bylo dosaženo vakua 10⁻³ Pa. Po ochlazení bylo 20 g karbidu vápníku smícháno se 7 g hydroxidu vápenatého připraveného reakcí vody a kysličníku vápenatého a vysušeného za teploty 150 °C. Směs byla zbytkem karbidu vápníku převrstvena,

evakuována a za vakua zahřívána až na 450°C , vznikající acetylén byl jímán a potom katalyticky trimerizován na benzen. Bylo získáno 1,8 g benzenu. Při vymrazování vody ze vznikajícího acetylénu za nízké teploty -75°C , dosažené použitím směsi tuhého kysličníku uhličitého s etanolem, nebyla voda pozorována.

Na připojeném výkrese je schematicky znázorněn příklad zařízení k provádění způsobu přípravy acetylénu pro laboratorní a analytické účely podle vynálezu.

Zařízení k provádění způsobu podle vynálezu sestává z reakční trubice 1 a víka 2, které jsou spolu hermeticky uzavíratelné a zhotovené z materiálu odolávajícího přetlaku nejméně 200 kPa, teplotám do $1\,000^{\circ}\text{C}$ a nereagujícího s acetylénem. Do reakční trubice 1 se vkládá směs karbidu vápníku s hydroxidem vápenatým 5 převrstvená karbidem vápníku 6. Víko 2 má vývod 3 k evakuování reakční trubice 1 a odvodu acetylénu. Reakční trubice 1 a víko 2 jsou opatřeny chlazením 7 spoje mezi nimi. Na spodní části reakční trubice 1 je regulovatelné vyhřívací zařízení 2 na vyhřívání na teploty 250 až 500°C . Uvnitř reakční trubice 1 je umístěno čidlo 4 pro měření teploty směsi.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob přípravy acetylénu zejména pro laboratorní a analytické účely reakcí karbidu vápníku a vody, vyznačený tím, že karbid vápníku se zahřeje ve vakuu nejméně na 300°C , načež se po ochlazení na laboratorní teplotu smíchá jeho stechiometrický přebytek s hydroxidem vápenatým připraveným pro účely stanovení tritia přidáním stechiometrického množství vody ke kysličníku vápenatému, směs se evakuuje a zahřívá na 250 až 500°C , přičemž vznikající acetylén prochází vrstvou karbidu vápníku zahřátého nejméně na 300°C .
2. Zařízení k provádění způsobu podle bodu 1, vyznačené tím, že sestává z reakční trubice (1) a víka (2), které jsou spolu hermeticky uzavíratelné a zhotovené z materiálu odolávajícího přetlaku nejméně 200 kPa, teplotám do $1\,000^{\circ}\text{C}$ a nereagujícího s acetylénem a opatřeny chlazením (7) spoje mezi nimi, přičemž víko (2) má vývod (3) a na spodní části reakční trubice (1) je regulovatelné vyhřívací zařízení (2) a uvnitř reakční trubice (1) je umístěno čidlo (4) pro měření teploty směsi.

1 výkres

