



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

265 591

(11) (B1)

(13)

(51) Int. Cl.⁴

G 01 N 25/26

(22) Přihlášeno 01 12 87

(21) PV 8720-87.F

(40) Zveřejněno 10 02 89

(45) Vydáno 15 12 89

(75)

Autor vynálezu

KUBANT JOSEF, PRAHA

(54) **Způsob přípravy vzorku organické látky obsahující popeloviny, zejména uhlí pro tepelný rozklad v kalorimetrické bombě**

(57) Řešení se týká způsobu přípravy vzorku organické látky obsahující popeloviny, zejména uhlí pro tepelný rozklad v kalorimetrické bombě spálením organických látek, zejména uhlí v oxidační atmosféře. Podstata řešení spočívá v tom, že vzorek se smísí s práškovým polyetylenem v poměru 1:2 až 1:3 dílů. Způsob lze použít pro účely analýzy organických látek obsahujících popeloviny, zejména pro stanovení fluoru v uhlí.

Vynález se týká způsobu přípravy vzorku organické látky obsahující popeloviny, zejména uhlí pro tepelný rozklad v kalorimetrické bombě spálením organických látek, zejména uhlí v oxidační atmosféře.

K tepelnému rozkladu vzorků v kalorimetrické bombě se dosud používá kyseliny benzoové, kyseliny salicylové, případně sacharozy nebo škrobu, při jejichž spálení v prostředí kyslíku vyvinuté teplo umožňuje spálení vzorku a jeho termický rozklad spojený s vytěsněním těkavých stanovovaných prvků z anorganické matrice vzoru. Při použití těchto látek je nevýhodou relativně nízké spalné teplo, malé množství vody vznikající při jejich spálení a možnost reakce uvedených kyselin se vzorkem před jeho spálením. Důsledkem je stanovení nižších obsahů prvků.

Nevýhody dosavadních prostředků odstraňuje způsob podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že vzorek se smísí s práškovým polyetylenem v poměru 1:2 až 1:3.

Výhodou vynálezu je, že práškový polyetylen má 1,7 až 2,8krát vyšší spalné teplo a spálení poskytuje 2,2 až 3,3krát více vodní páry než dosud používané prostředky a je navíc vůči vzorkům chemicky inertní. Při stanovení obsahu fluoru v uhlí je výhodou, že přípravek práškového polyetyleny umožňuje získání přibližně stejných průměrných výsledků jako referentní metodou pyrohydrolyzy v platinové trubici, která je značně nákladná.

Ke spalování vzorků je vhodný práškový polyetylen zrnění do 0,3 mm. Vhodný poměr hmotnosti vzorku k hmotnosti práškového polyetyleny činí 1:2 až 1:3. Pro určitý typ vzorků je vhodné zachovávat vždy stejný zvolený optimální hmotnostní poměr vzorku k polyetylenovému prášku s ohledem na zachování konstantních vlastností slepého pokusu. Čím větší energie je potřebná k rozkladu vzorku, tím větší podíl práškového polyetyleny se použije. Po spálení práškového polyetyleny vodní pára za vysoké teploty vyvolá pyrohydrolyzu, která vede k dokonalejší separaci, například fluoru z anorganické matrice.

P ř í k l a d

Vzorek hnědého uhlí hmotnosti 0,3 g byl na polyetylenové fólii rozměru 8x10 cm smíchán s 0,6 g práškového polyetyleny.

Po promíchání byla směs zabalena do polyetylenové fólie, balíček připojen vodivě uhlíkovými vlákny k elektrodám kalorimetrické bomby a po přidání 5 cm³ pětiprocentního roztoku kyselého uhličitanu sodného do kalorimetrické bomby byla bomba uzavřena, napuštěna kyslíkem na tlak 3,5 MPa. Po elektrickém zažehnutí, spálení vzorku s polyetylenovým práškem, byla bomba ochlazená a po otevření byl ve výplachu bomby stanoven obsah fluoru pomocí iontselektivní fluoridové elektrody.

Srovnání průměrných výsledků stanovení obsahu fluoru referentní metodou pyrohydrolyzy v platinové trubce a výsledků získaných spalováním vzorků s práškovým polyetylenem s koncovkou měření iontselektivní fluoridovou elektrodou.

Vzorek číslo	Obsah fluoru		
	427	428	429
Referentní metoda průměr 10 stan.	0,042 7 %	0,039 1 %	0,056 6 %
Chyba referentní metody s	0,001 2 %	0,000 7 %	0,002 2 %
Spalování s polyetylenovým práškem, průměr 10 stanovení	0,040 7 %	0,043 6 %	0,056 7 %
Chyba stanovení s	0,003 0 %	0,001 8 %	0,002 3 %

Vynálezu lze použít pro účely analýzy organických látek obsahujících popeloviny , zejména pro stanovení fluoru v uhlí.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob přípravy vzorku organické látky obsahující popeloviny, zejména uhlí pro tepelný rozklad v kalorimetrické bombě před spalováním organických látek, zejména uhlí v oxidační atmosféře vyznačený tím, že vzorek se smísí s práškovým polyetylenem v poměru 1:2 až 1:3 dílů hmot.