



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

254 813

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 12 12 85
(21) PV 9159-85

(51) Int. Cl.⁴

C 01 G 13/00

(40) Zveřejněno 11 06 87

(45) Vydáno 01 05 89

(75)
Autor vynálezu

PÜSCHEL PETR ing.,
FORMÁNEK ZDENĚK ing. CSc., MOST,
SYCHRA VÁCLAV RNDr. CSc.,
KOLÍHOVÁ DANA ing. CSc.,
HLAVÁČ ROBERT ing., PRAHA,
DOLEŽAL JIŘÍ ing. CSc., HOSTIVICE

(54)

Způsob úpravy žáruvzdorné náplně amalgamátorů
pro stanovení rtuti

Řešení se týká způsobu úpravy žáruvzdorné náplně amalgamátorů pro stanovení rtuti, zejména metodou atomové absorpční spektrofotometrie. Žáruvzdorný materiál se nejprve redukcí roztoku amokomplexu stříbra postříbí a pak redukcí roztoku zlatité soli pozlatí.

Vynález se týká způsobu úpravy žáruvzdorné náplně amalgamátorů pro stanovení rtuti, zejména metodou atomové absorpční spektrofotometrie.

Při stanovení rtuti, zejména metodou atomové absorpční spektrofotometrie, se používá pro zvýšení citlivosti a reprodukovatelnosti stanovení amalgamátorů, ve kterých se rtuť během rozkladu vzorku nahromadí a pak je ohřátím vypuzena do nosného plynu ve formě koncentrovaného a přesně definovaného oblaku, který se proměřuje.

Na amalgamátor jsou kladeny značně přísné požadavky - musí klást procházejícímu plynu malý odpor a přitom kvantitativně zachycovat rtuť, při zahřátí musí rtuť v době kratší než 1 sekunda kvantitativně uvolnit. Všechny tyto vlastnosti musí být dlouhodobě zachovány přesto, že pracuje v prostředí kyslíku a par kyselin a za teploty až 800 °C.

Uvedené podmínky splňuje nejlépe amalgamátor podle čs. vynálezu AO 182 655, jehož podstatou je jemně rozptýlený žáruvzdorný materiál, který netvoří se rtutí amalgam, pokrytý vrstvou kovu, který se rtutí amalgam snadno tvoří.

Kovy, které tvoří se rtutí amalgam je větší množství, požadavek na dlouhodobou stabilitu za podmínek práce amalgamátoru splňuje však jen zlato a slitina zlata se stříbrem. Ostatní kovy se po čase poruší a vlastnosti amalgamátoru se zhorší.

Přímé pozlacení jemně rozptýleného materiálu, např. vakuovým napařením, je velmi obtížné, protože dopadající atomy zlata zasahují jen povrchovou vrstvu materiálu, galvanické pozlacení není možné pro nevodivost materiálu. Pozlatit materiál přímo chemicky není možné, protože zlato při redukci netvoří povlak na povrchu vloženého materiálu, ale tvoří krystalky, které při dalším průběhu redukce rostou, takže jejich specifický povrch nedosahuje potřebné velikosti.

Uvedený nedostatek odstraňuje způsob pokovování žáruvzdorné náplně amalgamátorů pro stanovení rtuti, jehož podstatou je, že

se jemně rozptýlený žáruvzdorný materiál nejprve redukcí roztoku amokomplexu stříbra postříbří a postříbřený materiál se pak redukcí zlatité soli pozlatí.

Stříbro vytvoří na povrchu materiálu rovnoměrný povlak, na kterém se při redukcí zlatité soli vytvoří vrstvička zlata. Takto upravený žáruvzdorný materiál má vysoký specifický povrch, vrstvička kovu je tenká, takže zachycování rtuti i její uvolňování zahřátím je velmi rychlé, množství náplně v amalgamátoru může být malé, takže odpor průtoku nosného plynu je nízký.

Příklad:

Náplň amalgamátorů, vyhovující všem požadavkům byla připravena následujícím postupem : 2 g křemenné vaty o tloušťce vlákna 5 μm bylo nasyceno 15 % roztokem glukózy a vloženo do 150 ml roztoku, připraveného přidáváním amoniaku do 10 % roztoku dusičnanu stříbrného do rozpuštění vzniklé sraženiny. Roztok byl po dobu 10 minut zahříván na 60 °C a pak byla vata vyňata, promyta vodou a znovu nasycena 15 % roztokem glukózy, přenesena na filtr a promyta vodou. Pak byla znovu nasycena 15 % roztokem glukózy a prolita 300 ml 0,2 % roztoku chloridu zlatitého, pak opět prolita roztokem glukózy a tento postup byl ještě dvakrát opakován. Pak byla vata promyta vodou a alkoholem, vysušena při 150 °C a vyžíhána v peci při 650 - 700 °C.

Amalgamatory, vyplněné takto připravenou náplní o rozměrech: $\varnothing$ 2 mm, délky sloupce 18 mm měly kapacitu 1,5 μg rtuti, při průtoku kyslíku 3 $\text{ml} \cdot \text{s}^{-1}$ byl odpor amalgamátoru $4,5 \pm 1$ kPa, všechny tyto vlastnosti byly dlouhodobě stabilní a během ověřování nebyla zjištěna měřitelná změna hodnot.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob úpravy žáruvzdorné náplně amalgamátorů pro stanovení rtuti, vyznačený tím, že žáruvzdorný materiál se nejprve redukcí roztoku amokomplexu stříbra postříbří a pak redukcí roztoku zlatité soli pozlatí.