



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

223307

(11)

(B1)

{51} Int. Cl.³
G 01 N 7/06

(22) Přihlášeno 29 12 80
(21) {PV 9365-80}

(40) Zveřejněno 31 12 82

(45) Vydáno 15 03 86

[75]

Autor vynálezu

REZL VLASTIMIL prom. chem., BRNO

[54] Způsob elementární analýzy síry, popřípadě současného stanovení uhlíku, dusíku a síry

1

2

Vynález se týká analýzy síry spalováním vzorku v proudu inertního plynu za přídavku kyslíku a pomocí spalovací náplně.

Podstatou způsobu je, že látka nejprve pyrolyzuje v proudu plynu a tyto plyny se vedou vrstvou kysličníku cínitého a pak vrstvou drátkovité mědi, vrstvou kovového antimonu a nakonec vrstvou absorbující vodu do ředicí komory.

Vynález je určen pro chemickou analýzu plyných látek.

Vynález popisuje způsob elementární analýzy síry nebo současného stanovení síry, uhlíku a dusíku, spalováním vzorku v proudu inertního plynu za přídavku kyslíku a pomocí spalovací náplně.

V současné době se věnuje velká pozornost vývoji nových instrumentálních metod k stanovení síry nebo také současnému stanovení síry, uhlíku, dusíku a vodíku. Ve většině případů se používá oxidační pyrolýza vzorku a dooxidování produktů pyrolýzy v krátké vrstvě granulovaného kysličníku wolframového při 1000 °C, konverzi kysličníku sírového na siřičitý ve vrstvě mědi, kde také k redukci kysličníků dusíku a absorpci nezreagovaného kyslíku. Rušící halogeny jsou částečně zachycovány na mědi, stříbrem, naneseném na mědi, případně 8-hydroxychinolinem. Potíže jsou s kvantitativní konverzí vzorků u větších navážek (nad 1 mg) a také se sorpcí reakčních produktů v reakčním a separačním systému, takže se získávají horší výsledky stanovení síry, než je běžně v elementární analýze vyžadováno.

Tyto dosavadní nevýhody odstraňuje způsob stanovení síry, popřípadě současného stanovení uhlíku, dusíku a síry spalováním vzorku v proudu inertního plynu, například helia s přídavkem kyslíku, jehož podstatou je, že pyrolýzní plyny se vedou vrstvou granulovaného kysličníku cínitého, pak vrstvou drátkovité nebo granulované mědi, vrstvou granulovaného kovového antimonu a vrstvou absorbující vodu, do ředicí komory, kde se homogenizují za teploty 20 až 100 °C, tlaku 10 až 30 kPa, objemu 100 až 1000 ml a pak se separují a stanoví.

Výhodou popsaného způsobu proti dosud používaným metodám je vyšší účinnost reakčních náplní, a tedy i dosahovaná přesnost stanovení.

Vzorky k realizaci způsobu podle vynále-

zu se navažují v rozmezí 1 až 1,5 mg do hliníkových lodiček a převrství se směsí práškového kysličníku wolframového a cínitého v poměru 1 : 1 na úplné konverzi pyrolýzních produktů, dále na konverzi kysličníku sírového na siřičitý a redukci kysličníků dusíku, případně absorpci nezreagovaného kyslíku ve vrstvě mědi, dále pak absorpci rušících halogenů kovovým antimonem a vody vrstvou sorbentu, například Anhydronu, načež se přivádí do ředicí komory.

Ředicí komora — analyzátor k tomuto účelu je popsán například v AO 157 857. Toto zařízení je určeno k elementární analýze uhlíku, vodíku dusíku a kyslíku. Přístroj je vybaven dvojitou pecí 26 cm dlouhou pro reakční křemenné trubice vnitřního průměru asi 10 mm. Při stanovení uhlíku, dusíku a síry, nebo samotné síry, způsobem podle vynálezu, je pyrolýzní a reakční část trubice, kam se zavádí vzorky, plněna 6 cm od okraje pece vrstvou stlačené křemenné vaty 2 až 3 cm, pak 8 cm dlouhou vrstvou granulovaného kysličníku cínitého zrnění 0,5 až 1,0 mm, krátkou vrstvou křemenné vaty, asi 6 cm dlouhou vrstvou drátkovité mědi, krátkou vrstvou křemenné vaty, 2 cm dlouhou vrstvou drceného kovového antimonu zrnění 0,5 až 1,0 mm a krátkou vrstvou křemenné vaty.

Teplota pyrolýzní části a spalovací náplně kysličníku cínitého je udržována na 1000 $\pm$ 50 °C, vrstva mědi na 850 $\pm$ 50 °C, vrstva antimonu na teplotě okolí (mimo pec). Za spalovací trubici je zařazen absorber vody plněný Anhydronem. Jako nosný plyn se používá helium, optimální průtok reaktorem činí 100 až 120 ml/min. Analýzuje se směs dusíku, kysličníku uhlíčitýho, kysličníku siřičitého a helia.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob stanovení síry, popřípadě současného stanovení uhlíku, dusíku a síry spalováním vzorku v proudu inertního plynu, například helia s přídavkem kyslíku, vyznačený tím, že pyrolýzní plyny se vedou vrstvou granulovaného kysličníku cínitého, pak

vrstvou drátkovité nebo granulované mědi, vrstvou granulovaného kovového antimonu a vrstvou absorbující vodu do ředicí komory, kde se homogenizují ze teploty 20 až 100 °C, tlaku 10 až 30 kPa, objemu 100 až 1000 ml, načež se separují a stanoví.