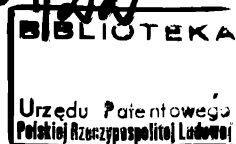




GOM 12 31/22



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 46163

Kl. 42 I, 4/06

Główny Instytut Górnictwa *)

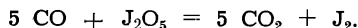
Katowice, Polska

Sposób otrzymywania preparatu zawierającego aktywny pięciotlenek jodu do dokładnego oznaczania tlenku węgla w gazach

Patent trwa od dnia 3 sierpnia 1961 r.

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania aktywnego pięciotlenku jodu, przeznaczonego do dokładnego oznaczania CO w gazach.

Podstawę wielu metod ilościowego oznaczania CO w gazach stanowi następująca reakcja utleniania CO:



Oznacza się przy tym jeden z produktów powyższej reakcji (np. CO_2 metodą miareczkową lub konduktometryczną, albo J_2 metodą miareczkową lub kolorymetryczną), albo też wykorzystuje się właściwość J_2 do tworzenia barwnego kompleksu z oleum (co ma miejsce przy zastosowaniu rurek wskaźnikowych Dräger).

Dotychczas znanych jest kilka sposobów otrzymywania preparatów pięciotlenku jodu. Sposoby te przykładowo opisano niżej.

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest mgr inż. Jerzy Muzyczuk.

Sposób pierwszy polega na otrzymywaniu preparatu bez zastosowania nośnika. Najpierw utlenia się jod za pomocą stężonego HNO_3 lub wolnego od jonów SO_4 roztworu HClO_3 do kwasu jodowego, który wydziela się i oczyszcza przez krystalizację, a następnie suszy w suszarce w temperaturze 105°C i w strumieniu oczyszczonego, suchego gazu obojętnego (np. powietrza lub azotu), podnosząc stopniowo temperaturę do $180\text{--}220^\circ\text{C}$. Uzyskany produkt posiada te wady, że reaguje ilościowo z CO dopiero w temperaturach powyżej 100°C i ulega łatwo dezaktywacji, co prowadzi do zaniżonych wyników oznaczania CO.

Według drugiego sposobu, do otrzymania preparatu stosuje się silikażel wąskoporowaty wysyca się roztworem pięciotlenku jodu w wysokoprocentowym oleum. Uzyskany produkt jest aktywny, reagując z CO już w temperaturze pokojowej. Znalazł on zastosowanie jako wypełnienie rurek wskaźnikowych Dräger do oceny zawartości CO w zakresie od $0,001\text{--}0,1\%$ na podsta-

wie długości zabarwionej warstwy lub intensywności barwy nietrwałego kompleksu J_2 z oleum, ale nie nadaje się do ściśle ilościowych oznaczeń CO.

W innym sposobie zastosowuje się silikażel szerokoporowaty, który wysyca się niskoprocentowym oleum, a następnie osadza J_2O_5 , po czym odpędza się nadmiar par SO_3 w temperaturze $200^\circ C$ przy zastosowaniu próżni. Uzyskany preparat jest aktywny, reagując ilościowo z CO w temperaturze pokojowej. Znalazł on zastosowanie do ilościowego oznaczania CO metodą wagową (absorbując się CO_2 , będący produktem utleniania CO i określa przyrost ciężaru) w analizie tlenu zawartego w węglu jedną z modyfikacji metody Unterzauchnera. Nie nadaje się on jednak do ilościowego oznaczania małych stężeń CO w gazach (np. metodą miareczkową lub konduktometryczną) z uwagi na wydzielanie przez preparat stosunkowo znacznych ilości szkodliwych par SO_3 , których całkowite usunięcie nie jest możliwe nawet przy zastosowaniu dodatkowego przedmuchiwania preparatu gazem płuczącym w podwyższonej temperaturze.

W przeciwieństwie do dotychczasowych poglądów okazało się, że reakcja ilościowego utleniania CO za pomocą osadzonego na nośniku J_2O_5 zachodzi nawet w przypadku obecności niewielkiej ilości wody pochodzącej z kwasu siarkowego, w którym zwilża się nośnik.

Stwierdzono zatem, że przy zastosowaniu silikażelu szerokoporowatego jako nośnika można otrzymać aktywny pięciotlenek jodu nie zawierający SO_3 , nadający się do oznaczania małych stężeń CO, np. metodą miareczkową lub konduktometryczną, jeżeli przed osadzeniem J_2O_5 wysuszony silikażel zwilży się 98%-owym kwasem siarkowym. Otrzymany sposobem według wynalazku aktywny pięciotlenek jodu reaguje ilościowo w temperaturze pokojowej nawet ze śladowymi CO zawartego w gazach (rzędu $10^{-4}\%$). Aktywność preparatu jest przy zachowaniu normalnych środków ostrożności (zabezpieczenie przed zawilgoceniem) długotrwała, utrzymując się na normalnym poziomie,

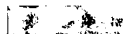
praktycznie do zupełnego wyczerpania pięciotlenku jodu.

Przykład: Uwolniony od ewentualnych zanieczyszczeń jonami Cl przez gotowanie z wodą destylowaną i kilkakrotną dekantację (do zaniku reakcji z jonami Ag^+) silikażel szerokoporowaty wysyca się 98%-owym kwasem siarkowym po uprzednim wysuszeniu silikażelu w temperaturze $100^\circ C$ i wyprażeniu w temperaturze do $300^\circ C$ celem całkowitego usunięcia wilgoci. Kwas siarkowy wprowadza się małymi porcjami do suchej kolbki z jeszcze ciepłym silikażelem, wstrząsając energicznie zawartością kolbki celem zapobieżenia zlepianiu się ziarn silikażelu i tworzenia grudek. Ilość kwasu jest tak dobrana (120 g kwasu na 100 g silikażelu), by uzyskany produkt był jeszcze sypki, a jego ziarna dostatecznie zwilżone kwasem. Następnie osadza się na nich sproszkowany na mąkę i wysuszony w temperaturze $105^\circ C$ pięciotlenek jodu (czysty do analiz) przez dozowanie go małymi porcjami przy ciągłym wstrząsaniu zawartością kolbki) ilość wprowadzonego pięciotlenku jodu wynosi 85 g na 100 g silikażelu). Gotowy produkt przesypuje się do suchych ampulek szklanych o pojemności wystarczającej do jednorazowego napełnienia naczynia reakcyjnego, a następnie ampulki zatapia się w celu zabezpieczenia preparatu przed dostępem wilgoci.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania preparatu zawierającego aktywny pięciotlenek jodu do dokładnego oznaczania tlenu węgla w gazach, w którym sproszkowany pięciotlenek jodu osadza się na wyprażonym w temperaturze $300^\circ C$ silikażelu szerokoporowatym jako nośniku, znamienny tym, że przed osadzeniem pięciotlenku jodu zwilża się ziarna silikażelu 98%-owym kwasem siarkowym.

Główny Instytut Górnictwa



Zastępca: mgr Tadeusz Szczepanik
rzecznik patentowy