



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

198 715

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 05 04 78
(21) PV 2212 - 78

(51) Int. Cl.³ G 01 N 7/06

(40) Zveřejněno 17 09 79
(45) Vydáno 01 12 82

(75)

Autor vynálezu REZL VLASTIMIL prom. chem., BRNO

(54) Způsob současné elementární analýzy kyslíku a vodíku

1

Vynález popisuje způsob elementární analýzy kyslíku a vodíku redukční konverzí pyrolýzních produktů vzorku na niklem katalyzovaném uhelném kontaktu v proudě inertního plynu s následující oxidací vzniklých produktů a zachycení rušících elementů, ředění reakčních produktů nosným plynem, například héliem v nádobě objemu 100 až 1000 cm³, a homogenizaci za konstantních stavových podmínek před konečnou separací jednotlivých složek směsi a jejich stanovením.

V současné době se běžně používá stanovení kyslíku v organických látkách, založené na pyrolýze vzorku a konverzi vzniklých produktů na uhelném, nebo lépe platinou nebo niklem katalyzovaném uhelném kontaktu. Zpravidla se používá 10 až 50 procent kovu na uhlíku, nejčastěji čistých sazí. Katalyzovaným reakčním vrstvám se dává přednost pro nižší reakční teplotu, a pro některé další výhodné vlastnosti, jako je katalytický rozklad některých reakčních produktů.

Nové trendy v elementární analýze, jako beznavážkový způsob, vyžadují současné stanovení také jiných doprovodných elementů kromě kyslíku, například vodíku nebo dusíku. To je však velmi obtížné, protože tyto jsou zpravidla chemicky vázány na celou řadu doprovodných reakčních produktů, případně sorbovány v náplni reakčních trubíc.

Tyto dosavadní nevýhody odstraňuje předložený způsob současné elementární analýzy kyslíku a vodíku, založený na pyrolýze vzorku v proudě inertního plynu, například hélia, kon-

198 715

versi pyrolýzních produktů na dostatečně krátké vrstvě uhelného kontaktu s minimálním obsahem niklu 30 procent, případném rozkladu sirouhlíku a karbonylsulfidu na vrstvě mědi nebo niklu, oxidaci kysličníku uhelnatého, vodíku, halogenvodíků, sirovodíku, amoniaku kysličníkem měďnatým, a absorpci halogenů a kysličníků síry na stříbře. Ve spojení s vhodným analyzáto-rem, například podle čs. autorského osvědčení č. 157857 lze, díky dostatečně dimenzovanému ředicímu systému, dosáhnout kvantitativního vymytí vodíku z reakčního prostoru, a tedy správných výsledků.

Výhodou popsaného způsobu proti používaným je zvýšení ekonomie.

Příklad provedení

Přístroj podle čs. autorského osvědčení č. 157857 určený k elementární analýze uhlíku, vodíku, dusíku a kyslíku je vybaven dvojitou pecí 26 cm dlouhou pro reakční křemenné trubice vnitřního průměru asi 10 mm. Při analýze kyslíku a vodíku je pyrolýzní a reakční část trubice, kam se zavádí vzorky, plněna 6 cm od kraje pece silnou vrstvou ztlačené křemenné vaty (3 až 5 cm), potom 5 cm dlouhou vrstvou uhelného kontaktu s 50ti procenty niklu, krátkou vrstvou křemenné vaty, asi 10 cm dlouhou vrstvou drátkovité mědi a ukončena opět vrstvou křemenné vaty. Teplota této části se udržuje při 1000 až 1050 °C. Druhá část reaktoru je vyhřívána na 600 až 700 °C, a trubice je plněna 10 cm dlouhou vrstvou granulovaného nebo drátkovitého kysličníku měďnatého, vrstvou stříbrné vaty 5 cm dlouhou, případně jinou formou stříbra, a opět 10 cm dlouhou vrstvou kysličníku měďnatého. Jednotlivé vrstvy jsou odděleny křemennou vatou. Jako nosný plyn se používá hélium, optimální průtok reaktorem činí asi 100 ml/min. Analyzuje se směs kysličníku uhličitého, vody, případně dusíku a hélia. Kysličník uhličitý odpovídá kyslíku, voda vodíku.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob současné elementární analýzy kyslíku a vodíku, vysnačující se tím, že se analyzovaná látka pyrolyzuje v proudu inertního plynu, například hélia, pyrolýzní plyny se vedou uhelným kontaktem katalyzovaným niklem, jehož obsah je minimálně 30 %, potom donorem kyslíku a vrstvou stříbra, kde jsou oxidovány na kysličník uhličitý a vodu a rušící elementy zachyceny, do ředicí nádoby obsahu 100 až 1000 cm³, kde se homogenizují za konstantní teploty, tlaku a objemu, a potom teprve separují a stanoví.