



УКРАЇНА

ДЕРЖАВНЕ  
ПАТЕНТНЕ  
ВІДОМСТВО

(19) UA (11) 14518 (13) A

(51) G 01 N 31/22

ОПИС ДО ПАТЕНТУ  
НА ВІНАХІДбез проведення експертизи по суті  
на підставі Постанови Верховної Ради України  
№ 3769-XII від 23 XII. 1993 р.Публікується  
в редакції заявника

(54) СПОСІБ ПРИГОТУВАННЯ СОРБЕНТУ ДЛЯ ВИЗНАЧЕННЯ ЗАБРУДНЮВАЧІВ ПОВІТРЯ

1

(21) 94023089  
(22) 22.02.94  
(24) 09.01.97  
(46) 25.04.97. Бюл. № 2  
(47) 09.01.97  
(72) Кулешова Людмила Іванівна  
(73) Український науково-технічний центр  
"Сенсор" Мінприроди України (UA)  
(57) Способ приготовления сорбента для определения загрязнителей воздуха, заключающийся в том, что необходимое количество неподвижной фазы распределяют тонким

2

слоем, затем этот слой переносят на необходимое количество твердого носителя и, перемешивая, доводят до образования сыпучего сорбента, отличающийся тем, что необходимое количество твердого носителя также распределяют тонким слоем, а перенос неподвижной фазы на твердый носитель осуществляют путем одновременного контактирования всей поверхности тонкого слоя неподвижной фазы со всей поверхностью тонкого слоя твердого носителя.

Изобретение относится к аналитической химии, а именно к методам получения сорбента путем нанесения неподвижной фазы на твердый носитель и использовании этого сорбента в газожидкостной хроматографии, а более конкретно - в индикаторных трубках для линейно-колористического анализа воздуха рабочей зоны.

Известный прием нанесения неподвижной фазы на твердый носитель заключается в растворении ее в легколетучем растворителе после чего в полученный раствор вносят твердый носитель и осторожно перемешивают до получения сыпучего сорбента (Другов Ю.С. и др. Методы анализа загрязнений воздуха. М., Химия, 1984, с. 144)

Внесение в определенный объем раствора порции твердого растворителя с последующим их перемешиванием не обеспечивает равномерное распределение

частиц неподвижной фазы на частицах твердого носителя.

Известен способ приготовления сорбента для аналитических работ, при котором необходимое количество неподвижной фазы вносят в круглодонную колбу и с помощью ее вращения распределяют неподвижную фазу относительно тонким слоем по стенкам колбы. Затем в колбу вносят твердый носитель с активной поверхностью и вращают колбу до тех пор, пока вся неподвижная фаза не перейдет со стенок колбы на твердый носитель и не превратится в сыпучий сорбент (Березин В.Г. Твердые носители в газовой хроматографии. М., "Химия", 1975, с. 188 - прототип). В виду того, что частицы неподвижной фазы в процессе вращения колбы, не одновременно вступают в контакт со всеми частицами твердого носителя, а постепенно, то одни частицы

(19) UA (11) 14518 (13) A

твердого носителя будут насыщены частицами неподвижной фазы больше, а другие - меньше. Интенсивное перемешивание посредством вращения колбы двух уже проконтрактивировавших между собой компонентов незначительно влияет на равномерность насыщения всех частиц твердого носителя частицами неподвижной фазы, в результате чего сорбирующая масса в части насыщения твердого носителя частицами неподвижной фазы получается неоднородной. Эта неоднородность отрицательно влияет на воспроизводимость показателей индикаторных трубок, наполненных таким сорбентом.

В основу изобретения поставлена задача создания такого способа приготовления сорбента для определения загрязнителей воздуха, при котором изменения процесса насыщения частиц твердого носителя частицами неподвижной фазы обеспечивается относительно-одновременным контактированием частиц твердого носителя и частиц неподвижной фазы и за счет этого обеспечения повышенной воспроизводимости показателей индикаторных трубок, наполненных таким сорбентом.

Поставленная задача решается тем, что при известном способе заключающемся в том, что необходимое количество неподвижной фазы распределяют тонким слоем, затем этот слой переносят на необходимое количество твердого носителя, и перемешивая, доводят его до образования сыпучего сорбента, согласно изобретению, необходимое количество твердого носителя также распределяют тонким слоем, а перенос неподвижной фазы на твердый носитель осуществляют путем одновременного контактирования всей поверхности тонкого слоя неподвижной фазы со всей поверхностью тонкого слоя твердого носителя. Контактное взаимодействие двух тонких слоев - неподвижной массы и твердого носителя одновременно по всей их поверхности обеспечивает наилучшие условия нанесения на активную поверхность твердого носителя частиц неподвижной фазы. В результате такого процесса насыщения твердого носите-

ля неподвижной фазой происходит равномерное распределение необходимого количества неподвижной фазы во всей массе твердого носителя, что повышает воспроизводимость показателей сорбента приготовленного таким способом.

Пример реализации способа.

Приготавливался сорбент, для наполнения индикаторной трубки при определении концентрации сероводорода в воздухе окружающей среды.

Для приготовления сорбента используют силикагель солоноокислый обработка фракции 0,25 ... 0,315 мм (твердый носитель) и водный раствор свинца уксуснокислого в присутствии уксусной кислоты (неподвижная фаза).

Из расчета наполнения сорбентом 1000 шт индикаторных трубок берут 200 г твердого носителя и 120 мм неподвижной фазы. 200 г твердого носителя равномерно распределяют на дне эмалированной кюветы тонким слоем толщиной 1 ... 5 мм. На тонкий слой твердого носителя наносят методом разбрызгивания равномерный тонкий слой неподвижной фазы и сразу же компоненты перемешивают известными в технике способами, до образования сыпучего сорбента.

Полученным сорбентом наполняют три партии индикаторных трубок и показатели каждой партии сравнивают с показателями индикаторных трубок, наполненных сорбентом, приготовленным известным способом, для определения концентрации сероводорода в воздухе окружающей среды.

Данные сравнения показателей сведены в таблицу. Как видно из сравнительной таблицы, показания концентрации индикаторных трубок по шкале, наполненных сорбентом, приготовленным по предлагаемому способу, более приближены к концентрации определенной аналитически, чем показатели концентрации индикаторных трубок, наполненных сорбентом, приготовленным известным способом, а значение относительной погрешности измерения, не выходит за требуемые пределы у индикаторных трубок по предлагаемому способу, что свидетельствует о высокой их воспроизводимости.

Номер партии и массовая концен- трация H <sub>2</sub> S, опред. аналити- чески	Известный способ		Предлагаемый способ	
	концентрация ин- дикаторной труб- ки по шкале (C <sub>i</sub> ), мг/м	относительная погрешность из- мерений $= \frac{C_i - C_{ан}}{C_{ан}} 100\%$	концентрация ин- дикаторной труб- ки по шкале (C <sub>i</sub> ), мг/м	относительная погрешность из- мерений $= \frac{C_i - C_{ан}}{C_{ан}} 100\%$
1  C <sub>ан</sub> =26,2 мг/куб.м	22	16,0	25	4,6
	19	27,5	23	12,3
	21	19,8	22	16,0
	20	23,7	21	19,8
	22	16,0	26	0,8
	20	23,7	22	16,0
	19	27,5	25	4,6
	25	4,6	26	0,8
2  C <sub>ан</sub> =26,2 мг/куб.м	30	14,5	28	6,9
	27	3,1	28	6,9
	25	4,6	26	0,8
	28	6,9	21	19,8
	33	26,0	20	23,7
	32	22,1	24	8,4
	30	14,5	22	16,0
	30	14,5	24	8,4
1  C <sub>ан</sub> =20,8 мг/куб.м	16	23,1	23	10,6
	19	8,7	19	8,7
	20	3,8	20	3,8
	17	18,3	20	3,8
	15	27,9	22	5,8
	16	23,1	23	10,6
	20	3,8	25	20,2
	17	18,3	19	8,7

Примечание: должна быть 25%.

Упорядник

Техред М.Моргентал

Корректор М. Куль

Замовлення 4135

Тираж

Підписне

Державне патентне відомство України,  
254655, ГСП, Київ-53, Львівська пл., 8

Відкрите акціонерне товариство "Патент", м. Ужгород, вул.Гагаріна, 101

