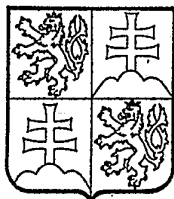


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÍ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

273 528

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁵

G 01 N 30/00

(21) PV 8152 - 88.B

(22) Přihlášeno 05 12 88

(40) Zveřejněno 14 08 90

(45) Vydáno 10 02 92

(75) Autor vynálezu ŘÍHA JAROSLAV, CHODOV,
MENCLOVÁ MILENA ing., KARLOVY VARY,
KOLÁŘ VÁCLAV ing. PRAHA

(54)

Způsob analýzy stopových množství sirných
sloučenin

(57)

Řešení se týká způsobu stanovení koncentrace stopových množství sirných sloučenin v průmyslových exhalacích a životním prostředí zakoncentrováním sirných látek, desorbci a následnou analýzou metodou plynové chromatografie s využitím plameno-fotometrického detektoru.

Vynález se týká způsobu analýzy stopových množství sirných sloučenin za účelem zjištění jejich koncentrace v průmyslových exhalacích a v životním prostředí.

Sloučeniny síry jsou častými složkami průmyslových exhalací. Protože jejich prahové hodnoty postřehnutelnosti čichem jsou velmi nízké, často svým zápachem obtěžují obyvatele průmyslových oblastí. Spodní prahové hodnoty postřehnutelnosti vybraných sirných sloučenin literatura uvádí:

Sulfan	0,300 vpm
Methanthiol	0,002 vpm
Ethanthiol	0,001 vpm
Dimethylsulfid	0,001 vpm

Jde tedy vesměs o velmi nízké koncentrace, stanovení těchto látek v průmyslových exhalacích a v životním prostředí je důležitým předpokladem kontroly kvality ovzduší.

Vedoucí postavení v analýze stopových množství sirných sloučenin získaly v poslední době analyzátoři založené na metodě plynové chromatografie s plameno-fotometrickým detektorem. Detekce sirných látek tímto zařízením patří mezi nejelektivnější a nejcitlivější metody detekční techniky /plameno-fotometrickým detektorem lze bez pomoci speciálních kolon a přípravků prokázat přítomnost jednotek vpm těchto látek/.

Je však nutné, aby jednotlivé látky přítomné ve vzorku vstupovaly do detektoru odděleně, protože mnohé z nich citlivost detekce sloučenin síry negativně ovlivňují /např. uhlovodíky/. Citlivost stanovení obsahu sirných sloučenin lze podstatně zvětšit použitím koncentrační kolony s náplní pro zakoncentrování analyzovaných látek s jejich následnou desorbci do nástřikové komory plynového chromatografu. Citlivost se zvětší i omezením nevratné sorbce sloučenin síry na zařízení plynového chromatografu, materiálech dělicích chromatografických kolon a vzorkovnic. Vzhledem k vysokým obvyklým koncentracím oxidu siřičitého v poměru k obsahu ostatních sirných látek je nutné, aby oxid siřičitý eluoval z chromatografické kolony za analyzovanými sloučeninami.

Podstatou vynálezu je způsob analýzy stopových množství sirných sloučenin jejich zakoncentrováním, uvolněním s následným rozdělením na připravované kolony plynového chromatografu.

Za teploty 5 až -100 °C se sirné látky zakoncentrují na porézním 2,6-difenylendioxidovém polymeru, termicky se desorbují při teplotě 100 až 400 °C a analyzují se metodou plynové chromatografie s použitím teflonových dělicích chromatografických kolon s náplní stacionární fáze 0,5 % trikresylfosfátu, 1 % kyseliny fosforečné a 5,4 % 1,2,3-tris /2-kyanethoxy/ propanu na teflonovém nosiči.

Příklad

Pracovní podmínky:

Přístroj: Chromatografický přístroj s plameno-fotometrickým detektorem /PFD/

Teplota PFD: 105 °C

Průtok vodíku PFD: 110 ml/min

Průtok vzduchu: PFD: 84 ml/min

Maximální propustnost interferenčního filtru PFD: 394 nm

Teflonová chromatografická kolona:

Teflonová kolona 2 000 x 2 mm

Náplň: 0,5 % Trikresylfosfátu, 1 % kyseliny fosforečné, 5,4 % 1,2,3-tris /2-kyanoethoxy/ propanu na nosiči teflonového typu

Pracovní teplota kolony: 35 °C

Teplota tepelných doprovodů: 110 °C

Průtok nosného plynu: 15 ml/min

Teplota náplně při plnění kolony: -10 °C

Koncentrační kolona:

Náplň: 1,2 ml porézního 2,6-difenyl-p-fenylendioxidového polymeru

Rychlost odběru vzorku: 1,5 l/min

Teplota desorbce: 200 °C

Teplota kolony při odběru vzorku: -50 °C

Příprava chromatografických náplní s teflonovým nosičem se provádí smočením nosiče stacionární fází rozpuštěné ve vhodném rozpouštědle a následným odpařením rozpouštědla. Chromatografická teflonová náplň musí být před manipulací ochlazená na teplotu nižší než 0 °C, nejlépe nižší než -10 °C, jinak hrozí stlačování teflonové náplně spojené s neúměrným zvětšením tlakového odporu chromatografické kolony. Rovnoměrné plnění chromatografické kolony se zajistí vibrátorem, nebo poklepem kolony vhodným předmětem.

K zakoncentrování sirných látek se používá koncentrační kolonka, která obsahuje porézní 2,6-difenyl-p-fenyleneoxidový polymer, který je stabilní do 400 °C, má dobrou absorpční charakteristiku a nezadržuje význačně vodní páru. Před analýzou se kondicinuje 1 hodinu při teplotě 250 °C. Potom se hermeticky uzavře vstup i výstup kolony. Vlastní zakoncentrování sirných látek se provádí při nízkých teplotách /5 až -100 °C/. Nízkou teplotu je nutno udržet až do doby umístění koncentrační kolony v nástřikové komoře chromatografu.

Po tepelné desorbci v nástřikové komoře chromatografického přístroje se zařadí přepínačem plynových cest prostor nástřikové komory do proudu nosného plynu, který protéká chromatografickou kolonou a vstupuje do plameno-fotometrického detektoru přístroje.

Chromatografická kolona je teflonová s náplní stacionární fáze 0,5 % trikresylfosfátu, 1 % kyseliny fosforečné a 5,4 % 1,2,3-tris-/2-kyanethoxy/propanu na teflonovém nosiči.

Standardní vzorky je možno připravit z koncentrované sirné látky následným ředěním ve vzorkovnicích promytých vodou, 3 % vodným roztokem kyseliny chlorovodíkové a destilovanou vodou. Po důkladném vysušení a proplachu chromatografickým dusíkem jsou vzorkovnice připraveny k použití.

Na přípravu difuzního standardu se využívá difuze sirné sloučeniny vhodnou membránou /za daných podmínek teploty a tlaku/ do měřeného množství protékajícího plynu.

Lze využít i naředění koncentrované látky ve speciálních plastických vzorkovnicích. Standardy jsou stálé 2 hodiny. Pokud je vzorek plynu odebíraných k analýze vlhký, je nutno jej před zavedením do koncentrační kolony ochladit na teplotu nižší než 3 °C v laboratorní chladniče.

Chromatogramy se vyhodnotí metodou absolutní kalibrace. Závislosti výstupního signálu na koncentraci je funkcí exponenciální.

P R E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob analýzy stopových množství sirných sloučenin, vyznačený tím, že se za teploty 5 až -100 °C sirné látky zakoncentrují na porézním 2,6-difenyleneoxidovém polymeru, termicky se desorbují při teplotě 100 až 400 °C a analyzují se metodou plynové chromatografie s použitím teflonových dělicích chromatografických kolon s náplní stacionární fáze 0,5 % trikresylfosfátu, 1 % kyseliny fosforečné a 5,4 % 1,2,3-tris-/2-kyanethoxy/propanu na teflonovém nosiči.