



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11) 997766

(61) Дополнительное к авт. свид-ву —

(22) Заявлено 20.11.79 (21) 2841026/23-26

с присоединением заявки № —

(23) Приоритет —

Опубликовано 23.02.83. Бюллетень № 7

Дата опубликования описания 23.02.83

(51) М. Кл.³

В 01 F 3/02
В 01 D 13/00

(53) УДК 66.063.
(088.8)

(72) Авторы
изобретения

Е.В. Шмидель, С.П. Козлов и Л.И. Калабина

(71) Заявитель

Всесоюзный научно-исследовательский и проектно-конструкторский
институт комплексной автоматизации нефтяной
и газовой промышленности

(54) УСТРОЙСТВО ДЛЯ ПРИГОТОВЛЕНИЯ КАЛИБРОВОЧНЫХ ПАРОГАЗОВЫХ СМЕСЕЙ

Изобретение относится к аналитической технике, к области аналитического приборостроения, конкретно к устройствам для калибровки хроматографических анализаторов и газоанализаторов.

Известно устройство, содержащее емкость с магнитной мешалкой и штуцерами для входа газа - носителя и выхода газовой смеси [1].

Существенными недостатками данного устройства являются:

- относительно малая точность определения метрологических характеристик за счет экспоненциального характера изменения концентрации анализируемого вещества на выходе сосуда;
- искажение функциональной связи между концентрацией и рабочими параметрами за счет сорбции на поверхности и неидеального перемешивания в сосуде.

Наиболее близким к изобретению по технической сущности является устройство, содержащее канал для подачи газа - носителя, капилляр с анализируемым веществом, соединенный с каналом для подачи газа - носителя, и канал для выхода смеси [2].

Существенным недостатком данного устройства является временная неста-

бильность концентрации парогазовой смеси.

Цель изобретения - обеспечение стабильности концентрации парогазовой смеси путем поддержания постоянного уровня анализируемого вещества в капилляре.

Поставленная цель достигается тем, что устройство для приготовления калибровочных парогазовых смесей, содержащее канал для подачи газа - носителя, капилляр, частично заполненный анализируемым веществом и соединенный верхним концом с каналом для подачи газа - носителя, снабжено полупроницаемой мембраной, закрепленной на нижнем конце капилляра, и емкостью с растворителем, в которой размещен нижний конец капилляра, а над мембраной в капилляре помещен солевой раствор.

На чертеже изображено предлагаемое устройство.

Поток газа-носителя подключен к каналу 1, соединенному с капилляром 2, частично заполненным анализируемым веществом 3, и каналом 4 для выхода смеси. В капилляр залит солевой раствор 5, нижний конец капилляра затянута полупроницаемой мембраной 6 и поме-

щен в сосуд 7 с растворителем 8. Каналы 1 и 4 соединены трубопроводом 9.

Устройство работает следующим образом.

При погружении капилляра 2 в сосуд 7 с растворителем 8 за счет односторонней проницаемости растворителя через полупроницаемую мембрану 6 возникает осмотическое давление, описываемое для малых концентраций солей достаточно хорошо уравнением Вант-Гоффа:

$$P = CRT,$$

где C - концентрация соли;

R - универсальная газовая постоянная;

T - температура.

Под действием этого давления растворитель 8 проникает в капилляр 2 до тех пор, пока давление столбов жидкостей в капилляре не уравнивается осмотическое давление P , причем давление столбов жидкостей P_1 на дно капилляра 2 определяется из соотношения

$$P_1 = d_1 h_1 + d_2 h_2,$$

где d_1 - удельный вес анализируемого вещества;

h_1 - высота столба анализируемого вещества;

d_2 - удельный вес солевого раствора;

h_2 - высота столба солевого раствора.

В установившемся равновесии будет иметь место определенная длина диффузионного пути от поверхности анализируемой жидкости до потока газа - носителя и концентрацию анализируемого вещества в потоке можно определить по формуле

$$C = C_0 \frac{DS}{LQ},$$

где C - концентрация анализируемого вещества у мениска жидкости;

D - коэффициент диффузии паров в газе-носителе;

S - площадь поперечного сечения капилляра;

L - длина диффузионного пути;

Q - расход газа - носителя.

В результате испарения анализируемого вещества за определенный промежуток времени длина диффузионного пути увеличится, что приведет к уменьшению концентрации анализируемого вещества в потоке газа - носителя. Одновременно уменьшится суммарная высота столбов жидкостей, что приведет к нарушению равновесия между давлением столбов жидкостей и осмотическим давлением, которое будет скомпенсировано за счет перетока свежей порции растворителя в капилляр 2 через полупроницаемую мембрану 6. Таким образом, длина диффузионного пути будет поддерживаться в капилляре примерно постоянной, а незначительная ошибка

при этом будет определяться разницей удельных весов анализируемого вещества и солевого раствора.

Для экспериментальной проверки предложенного устройства был изготовлен макет. Капилляр выполнен из стеклянной трубки с внутренним диаметром 2 мм. В качестве солевого раствора был использован раствор сульфата магния в воде. Анализируемое вещество - гексан. Температура 25°C поддерживалась с помощью ультратермостата "УТ-10". В канал 1 непрерывно подавался азот - 10 см³/мин, длина диффузионного пути устанавливалась примерно 1 см.

Испытания проводились на хроматографе при следующих условиях анализа: детектор пламенно-ионизационный, колонка 3 × 0,5 мм, длиной 1 м, заполнена 10 вес. % сквалана на хромосорбе W, температура термостата колонок 80°C, дозирование пробы осуществлялось газовым краном - дозатором, объем дозы составлял 0,125 см³, воспроизводимость дозирования не хуже 1%, концентрация гексана в азоте на выходе устройства была на уровне 0,01 об. %. После непрерывной семидневной продувки были получены следующие результаты. Уровень границы раздела фаз оставался практически постоянным, а изменение концентрации гексана в азоте не превышало 5%.

Внедрение изобретения позволит значительно повысить качество определения метрологических характеристик аналитических приборов за счет повышения точности калибровки и уменьшения трудоемкости обработки результатов.

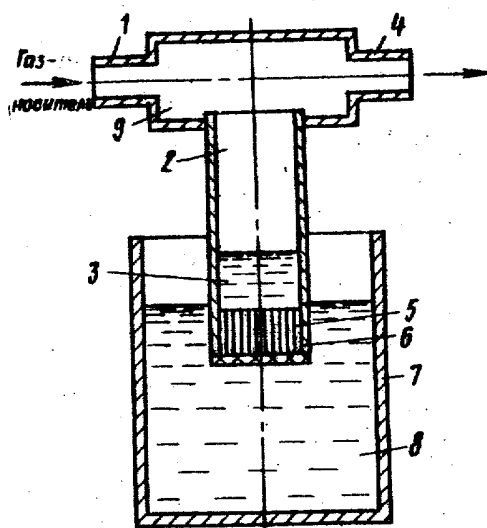
Формула изобретения

Устройство для приготовления калибровочных парогазовых смесей, содержащее канал для подачи газа - носителя, капилляр, частично заполненный анализируемым веществом и соединенный верхним концом с каналом для подачи газа-носителя, отличающееся тем, что, с целью обеспечения стабильности концентрации парогазовой смеси путем поддержания постоянного уровня анализируемого вещества в капилляре, оно снабжено полупроницаемой мембраной, закрепленной на нижнем конце капилляра, и емкостью с растворителем, в которой размещен нижний конец капилляра, а над мембраной в капилляре помещен солевой раствор.

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе

1. Газовая хроматография, Труды НИИТЭХИМ, М., 1964, вып. 1, с. 72-75.

2. Березкин В.Г. и др. Газо-хроматографические методы анализа примесей М., "Наука", 1970, с. 202-204.



Составитель О. Чернуха

Редактор В. Иванова

Техред Т. Маточка

Корректор С. Шекмар

Заказ 994/8

Тираж 686

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР
по делам изобретений и открытий
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб. д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4