

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

O P I S P A T E N T O W Y

PATENTU TYMCZASOWEGO

73613

Kl. 421, 13/04

MKP G01n 15/00

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 01.07.1971 (P. 149172)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 30.05.1973

Opis patentowy opublikowano: 29.03.1975

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórcy wynalazku: Jan Gruszka, Jan Janota

Uprawniony z patentu tymczasowego: Główny Instytut Górnictwa, Katowice (Polska)

Sposób obróbki filtrów membranowych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób obróbki laboratoryjnej filtrów membranowych, przeznaczony dla określenia ilości ziarn zawieszonych ciał stałych zatrzymanych na powierzchni filtru membranowego.

Filtry membranowe są najczęściej stosowane w celu umożliwienia dokładnych pomiarów zapylenia, dzięki zaletom polegającym na dużej skuteczności filtracji aerozoli wobec ziarn bardzo drobnych, mniejszych od pięciu mikrometrów, mających największe znaczenie przy działaniu pyłów na organizm ludzki. Ponadto umożliwiają określanie zapylenia sposobem grawimetrycznym lub konimetrycznym i umożliwiają wykonanie oznaczeń składu chemicznego, mineralogicznego lub innych oznaczeń.

Dotychczasowe sposoby obróbki filtrów, mające za zadanie umożliwienie prawidłowego oznaczenia ilości ziarn pyłu zatrzymanych na powierzchni filtru przeprowadza się na przykład metodą konimetryczną, w której ilość pyłu wyraża się liczbą jego ziarn przypadającą na jednostkę objętości powietrza przepuszczonego przez filtr.

Sposoby oznaczenia ilości ziarn pyłu polegają na liczeniu za pomocą mikroskopu ziarn znajdujących się na powierzchni nieprzezroczystej substancji filtru w świetle odbitym lub w świetle przechodzącym, wtedy jednak należy filtr potraktować odpowiednimi odczynnikami, czyniącymi go w pew-

2

nym stopniu przezroczystym. Zasadniczą wadą podanych sposobów jest to, że gęstość osadzenia ziarn pyłu na powierzchni filtru jest często bardzo nierównomierna, przy czym w celu oznaczenia średniej ilości ziarn pyłu przypadających na jednostkę powierzchni filtru jest niezbędna duża ilość zliczeń, zależna od stopnia nierównomierności osadzenia ziarn na elementarnych powierzchniach, wyznaczonych polem widzenia mikroskopu.

5 Znana jest również, mająca szerokie zastosowanie i unikająca wyżej podanych wad, obróbka filtrów membranowych przeprowadzana w sposób następujący. Zapyloną substancję filtru umieszcza się w probówce, zalewa odpowiednim rozpuszczal-
10 nikiem i miesza aż do zupełnego jego rozpuszczenia. Następnie probówkę z wymieszanym roztworem umieszcza się w wirówce i odwirowuje przez pięć minut przy prędkości obrotowej wynoszącej około 3 000 obr./min. Następnie dekantuje się ostroż-
15 nie ciecz i wlewa ponownie rozpuszczalnik do probówki, powtarzając przemycanie substancji filtru od trzech do pięciu razy. Po przeprowadzeniu ostatniej dekantracji probówkę umieszcza się w suszarce w temperaturze 105°C przez okres około
20 30 minut. W dalszym ciągu próbkę pyłu w probówce zalewa się cieczą sedymentacyjną, a utworzoną zawiesinę w tej cieczy po dokładnym wymieszaniu poprzez wstrząsanie pobiera się pipetką w ilości około 0,5 cm³ i wlewa do wgłębienia pod-
25 stawowego szkiełka mikroskopowego. Po upływie
30

około 30 minut przystępuje się do liczenia ziarn pyłu za pomocą mikroskopu.

Opisany sposób jest niezwykle czasochłonny i wymaga wielu pracochłonnych zabiegów, przy czym ma szereg dalszych istotnych wad. Mianowicie podczas dekantacji część ziarn pyłu, zwłaszcza tych najdrobniejszych jest usuwana z próbki w sposób niezamierzony co, jak wykazały badania, przyczynia się do powstawania poważnego błędu pomiarów. Ponadto wypełniająca wgłębienie szkiełka podstawowego ciecz sedymentacyjna z ziarnami pyłu, stanowi warstwę o znacznej grubości, utrudniającą przy liczeniu tych ziarn za pomocą mikroskopu stosowanie obiektywów o dużych powiększeniach, które mając małą głębłą ostrości nie sięgają do dna wgłębienia szkiełka podstawowego. W omówionym przypadku ziarna pyłu, zwłaszcza te najdrobniejsze są prawie niedostrzegalne podczas liczenia, natomiast w przypadku wyparowania cieczy sedymentacyjnej, ziarna pyłu łączą się w agregaty uniemożliwiające rozróżnienie pod mikroskopem pojedynczych ziarn.

Celem wynalazku jest uniknięcie dotychczasowych wad i niedogodności przez opracowanie nowego sposobu obróbki filtrów membranowych, umożliwiającego poważne skrócenie czasu obróbki i na znaczne jej uproszczenie, a ponadto umożliwiającego uzyskanie wyników porównywalnych i powtarzalnych.

Cel ten, zgodnie z wynalazkiem, został osiągnięty przez włożenie do próbki membranowego filtru zawierającego warstwę pyłu, zalanie go rozpuszczającym filtr płynem, korzystnie acetonem i następnie dolanie do próbki odczynnika, na przykład metanolu, zapobiegającego koagulacji ziarn pyłu i tworzeniu się agregatów. Po dokładnym wymieszaniu wytrzuwa się w próbce jednorodną zawiesinę pyłową w cieczy, którą za pomocą pipetki pobiera się w ilości 0,3 cm³ do 0,5 cm³ i wlewa do wgłębienia podstawowego szkiełka mikroskopowego. Tu następuje wyparowanie cieczy i utworzenie na dnie wgłębienia cienkiej lecz nieprzeźroczystej warstwy substancji filtru, zawierającej równomiernie rozmieszczone ziarna pyłu. Warstwę tę zadaje się dwiema lub trzema kroplami olejku imersyjnego, korzystnie koperkowego, przenikającego bardzo łatwo do mikroporów masy filtracyjnej, wypełniając ją całkowicie. Dzięki temu bez potrzeby usuwania z preparatu rozpuszczonej

substancji filtru, uzyskuje się w obrazie mikroskopowym całkowity zanik tła pochodzącego z substancji filtru membranowego i osiąga dużą ostrość i kontrastowość wszystkich liczonych ziarn pyłu w granicach zdolności rozdzielnej układu optycznego mikroskopu.

Zastosowanie przedmiotowego wynalazku umożliwi szerokie jego wykorzystanie w różnych dziedzinach techniki, a zwłaszcza przy pomiarach zapylenia powietrza kopalnianego. W szczególności pozwoli na wielokrotne skrócenie czasu obróbki filtrów przy jednoczesnym znacznym jej uproszczeniu oraz wyeliminuje straty ziarn pyłu, powstałe dotychczas zwłaszcza podczas dekantacji, przez co w poważnym stopniu poprawi dokładność oznaczeń. Ponadto uzyskany tym sposobem niezwykle czysty, ostry i kontrastowy obraz mikroskopowy pozwoli na pełne wykorzystanie układu optycznego mikroskopu, a dzięki nieruchomemu położeniu ziarn pyłu w substancji filtru zostanie ułatwiony i usprawniony tok zliczania tych ziarn, przy czym uzyskane wyniki są porównywalne i powtarzalne.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób obróbki filtrów membranowych, przez umieszczenie w próbce filtru membranowego zawierającego ziarna pyłu i zalanie rozpuszczającym filtr płynem na przykład acetonem, **znamienny** tym, że do rozpuszczonej substancji filtru dolewa się odczynnik korzystnie metanolu, zapobiegający koagulacji ziarn pyłu, po czym powstałą poprzez dokładne wymieszanie jednorodną zawiesinę pyłową w cieczy pobiera się, korzystnie w ilości od 0,3 cm³ do 0,5 cm³ i wlewa do wgłębienia podstawowego szkiełka mikroskopowego, w którym następuje wyparowanie cieczy prowadzące do utworzenia na dnie tego wgłębienia cienkiej warstwy substancji filtru z rozmieszczonymi równomiernie ziarnami pyłu, a następnie warstwę tę zadaje się dwiema lub trzema kroplami olejku imersyjnego czyniącego ją przeźroczystą tak, aby bez potrzeby usuwania rozpuszczonej substancji filtru z preparatu została osiągnięta duża wyrazistość i kontrastowość wszystkich liczonych ziarn pyłu w granicach zdolności rozdzielczej układu optycznego mikroskopu.