



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY

A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

226 213

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 30 04 80
(21) PV 3053-80

(51) Int. Cl.³

G 01 N 35/00

(40) Zveřejněno 29 07 83

(45) Vydáno 01 02 86

(75)

Autor vynálezu

ZELINKA LADISLAV ing. CSc., PRAHA

(54)

Způsob měření a hodnocení kinetiky extrakce
plynem vícesložkových systémů

Vynález se týká způsobu měření a hodnocení kinetiky extrakce plynem vícesložkových systémů, použitelného při chemické analýze těkavých látek, např. ropného původu ze znečištěných vod nebo chlorovaných uhlovodíků v pitné vodě.

Současná analytická praxe postrádá metodu kontinuálního měření a souběžného hodnocení kvantitativních změn v průběhu kinetiky extrakce plynem. Testovací měření se provádějí např. v tak vysokých výchozích koncentracích, aby zbytkovou koncentrací bylo možno vyhodnotit přímým nástřikem do plynového chromatografu. Výsledky se extrapolují lineárně do nejnižších koncentrací, ale takováto interpretace je nesprávná, protože se nebere v úvahu, že úbytek těkavé sloučeniny z roztoku má průběh extrakční izotermie, která je popsána rovnicí formální kinetiky prvního řádu, probíhá v poločasech a v logaritmickém vyjádření vykazuje lineární průběh kinetiky extrakce plynem.

Jiný současný způsob sledování průběhu extrakčního procesu postupným odběrem části vzorku ke kontrolnímu stanovení poklesu koncentrace ovlivňuje negativně přirozený průběh rovnovážného extrakčního procesu zkoumaného systému, což má za následek zkreslení informací o skutečném průběhu extrakčního procesu. Navíc je tento způsob velmi pracný a časově i instrumentálně zvláště náročný.

V ostatních běžných případech postačuje jednorázově zjištění ní zůstatkové koncentrace, prakticky tzn. zjištění dolního limitu analytické detekční citlivosti přímého nástřiku do plynového chromatografu.

Uvedené nedostatky jsou odstraněny předkládaným vynálezem, jehož podstata spočívá v tom, že rozpuštěný solut je ze vzorku vody ve stripovací nádobě extrahován stripujícím plynem, ve kterém je nesen a střídavě rozdělován trojcestným kohoutem do potřebného počtu sorpčních kolon, v nichž je na syntetickém sorbentu zachycena frakce, příslušná měřenému časovému úseku, přičemž z časové posloupnosti všech frakcí se po jejich desorpci sestaví extrakční izoterma, vyjadřující postupný úbytek obsahu těkavých sloučenin ve vzorku vody.

Spojení stripovacích a sorpčních procesů umožňuje postupné zachycování frakcí, z nichž lze sestavit extrakční izotermu. Přenosné zařízení na extrakci plynem per partes podle vynálezu, je natolik energeticky soběstačné, že je použitelné přímo v terénu pro studium složení jednotlivých složek stopových množství směsí rozpuštěných těkavých sloučenin ve vzorcích reálných vod.

Příklad provedení

40 ml vzorku vody bylo umístěno v promývačce s fritou. Těkavé sloučeniny byly ze vzorku vody extrahovány bublinkami dusíku, přiváděného z dvoulitrové tlakové nádoby, opatřené redukčním a manostatickým ventilem. Dusík protékal rychlostí 100 ml/min postupně do devíti sorpčních kolon. Každá sorpční

kolona byla při průtoku dusíku zapojena do obvodu po dobu 1 minuty a byla chlazena ve vodní ledové lázni. Těkavé sloučeniny byly zachyceny v 0,5 ml syntetického sorbentu (kopolymer etylen-dimetakrylát-styren v poměru 1 : 1). Z jednotlivých frakcí po tepelné desorpci byla sestavena extrakční izoterma, znázorněná na výkrese, kde na ose x je nanesena doba extrakce plynem, která může být vyjádřena i posloupnou řadou poločasů extrakce plynem a na ose y je naneseno množství solutu, extrahovaného plynem.

Největší přednost způsobu měření a hodnocení kinetiky a extrakce plynem per partes spočívá v tom, že lze pomocí něj měřit a studovat směsné systémy probubláváním několika složek rozpustěné směsi současně, přičemž každá složka je v konečné fázi hodnocení studována zcela samostatně.

- Okamžitým zpracováním vzorku v terénu, ihned po odběru
- se zabrání ztrátám těkavých sloučenin vlivem neustále probíhající biochemických procesů v době mezi odběrem a zpracováním vzorku,
 - odpadá nutnost převážet vzorky vody do laboratoře a skladovat je, přepravují se v příručním zavazadle jen sorpční kolonky velikosti cigarety.

V případech seriového měření vzorků reálných vod s obsahem méně těkavých složek lze s výhodou pracovat metodou prvního poločasu, tzn. že se extrahuje polovina obsahu solutu během experimentálně zjištěné doby pro první poločas a výsledek se vynásobí

dvěma. Ušetří se tak min. 80 % času i materiálu (plyn), přičemž nebudou kladeny nároky na větší rozměry sorpční kolony a větší objem sorbentu.

Nenahraditelnou předností je i fakt, že se studované systémy ~~vy~~hazují v původních, přirozených, nemodelovaných podmínkách, bez vlivu jakýchkoli afektů. Jednotlivé složky analyzované směsi jsou studovány za shodných, přísně izokratických podmínek.

Způsobem podle vynálezu, lze studovat kinetiku extrakčních procesů ve vzorcích reálných vod, bez jakékoli předběžné úpravy. Zkrácení doby extrakce na polovinu lze docílit přidavkem 1/4 objemu nasyceného roztoku iontové sloučeniny, např. NaCl. Způsob je využitelný v inspekční praxi, protože je možno pomocí něj za normálních podmínek identifikovat znečišťovatele.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

228 213

Způsob měření a hodnocení kinetiky extrakce plynem více-složkových systémů, založených na procesech extrakce plynem a sorpce na syntetických sorbentech, vyznačený tím, že rozpuštěný solut se ze vzorku vody ve stripovací nádobě extrahuje stripujícím plynem, ve kterém je nesen a postupně se rozděluje trojcestným kohoutem do dvou až padesáti sorpčních kolon, v nichž se zachycuje na syntetickém sorbentu druhá až padesátá frakce, přičemž z časové posloupnosti všech frakcí se po jejich desorpci sestrojí extrakční izoterma, vyjadřující úbytek obsahu těkavých sloučenin ve vzorku vody.

1 výkres

