



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

226691
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
G 01 N 31/08

(22) Přihlášeno 09 02 82

(21) [PV 878-82]

(40) Zveřejněno 26 08 83

(45) Vydáno 15 05 86

(75)

Autor vynálezu

ZELINKA LADISLAV ing. CSc., PRAHA

(54) Zařízení pro kontinuální měření a hodnocení kinetiky extrakce těkavých sloučenin plynem z jednosložkových systémů

1

Vynález se týká zařízení pro kontinuální měření a hodnocení kinetiky extrakce těkavých sloučenin plynem z jednosložkových systémů, které je použitelné při chemické analýze všech těkavých látek rozpuštěných kontaminované vodě.

Současná analytická praxe postrádá metodu kontinuálního měření a souběžného hodnocení kvantitativních změn v průběhu kinetiky extrakce plynem. Testovací měření se provádějí například 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

2

průběhu extrakčního procesu. Navíc je tento způsob velmi pracný a časově i instrumentálně zvláště náročný.

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

Tyto nedostatky jsou odstraněny zařízením, sestávajícím ze zdroje inertního plynu i energie pro průtok plynu, z promývačky s fritou a plamenoionizačního detektoru plynového chromatografu se zapisovačem podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že výstup ze stripovací nádoby je přímo napojen na plamenoionizační detektor.

Stripovací nádoba je v přímém průtočném spojení s plamenoionizačním detektorem, který indikuje, a zapisovačem plynového chromatografu, který zaznamenává křivku extrakční izotermie, vyjadřující postupný úbytek obsahu těkavých sloučenin ze vzorku vody. Tak je možno kontinuálně měřit, souběžně sledovat a kvantitativně hodnotit průběh kinetiky extrakce plynem s maximální citlivostí nejen v lineární oblasti logaritmicky vyjádřeného průběhu extrakce plynem, ale i v další oblasti s postupně dále klesající koncentrací, kdy proces podléhá jiným zákonitostem, vyplývajícím ze změn-

ných vzájemných vlivů procesu stripování a extrakce plynem.

Zařízení podle vynálezu je schematicky znázorněno na obr.: Proud stripujícího plynu 1 se průchodem fritou 2 ve dnu stripovací nádoby 3, umístěné v termostatujiící lázni 4 dělí na bubliny, strhávající a unášející ze vzorku vody 5 těkavé sloučeniny do plamenoionizačního detektoru 6, který indukuje, a zapisovač graficky zaznamenává extrakční křivku 8 úbytku těkavých sloučenin ve vzorku vody 5, přičemž se extrakční křivka 8 rozděluje na poločasy extrakce 9.

Příklad provedení:

40 ml nasyceného roztoku toluenu bylo umístěno v promývačce s fritou. Toluén byl ze vzorku extrahován bublinkami dusíku, přiváděného z tlakové nádoby, opatřené redukčním a manostatickým ventilem. Proud dusíku protékal rychlostí 100 ml/min. a s klesajícím obsahem toluenu procházel plamenoionizačním detektorem plynového chromatografu, jehož zapisovač kontinuálně zaznamenával na chromatogramu plynulou křivku extrakční izotermy.

Jakmile odezva detektoru poklesla na poloviční hodnotu, bylo nastaveno zesílení citlivosti registračního zařízení na dvojnásobek. Tím způsobem nabyla odezva původní hodnotu, jaká byla na počátku předešlého poločasu. Tento postup byl opakován devětkrát, přičemž v průběhu měření byla v pravidelných krátkých časových intervalech nastavena původní citlivost; tím byly získány další jednotlivé body křivky. Z absolutních hodnot poločasů extrakce plynem byla vypočítána distribuční konstanta. Její standardní hodnota byla graficky znázorněna v závislosti na čase, čímž bylo dokázáno u-

končení lineárního průběhu extrakčního procesu koncem druhé minuty, tj. po skončení pátého poločasu extrakce, kdy bylo vyextrahováno cca 97% toluenu z nasyceného vodného roztoku.

Zařízení podle vynálezu může sloužit:

— ve výzkumu ke studiu kinetiky extrakčních procesů za účelem zjištění vzájemných vztahů a souvislostí těchto faktorů, které ovlivňují extrakční část stripovacích procesů a k vypracování z toho vyplývajících, obecně platných zákonitostí pro analytickou praxi, popřípadě ke stanovení optimálních hodnot standardních podmínek analytických postupů. Tak byl například už částečně prostudován vliv stavových veličin termodynamických podmínek, systémových faktorů a jiných činitelů a z toho byla stanovena některá pravidla pro analytiku specifických sloučenin;

— v provozu k průběžným kontrolním analýzám těkavých sloučenin.

Pro méně těkavé sloučeniny s delší dobou extrakce možno využít zkrácenou ale přesnou metodu prvního poločasu, tzn., že postačí vizuálně kontrolovaná extrakce jenom v průběhu prvního poločasu, jejíž výsledek, odečtený podle odezvy detektoru z kalibrační křivky, se násobí dvěma.

Popisované analytické postupy nevyžadují žádnou předběžnou úpravu vzorku vody.

Využití zařízení podle vynálezu odstraňuje nedostatky bodového měření v diskrétních hodnotách ke kalibračním účelům, což je v kinetice obecně zatíženo velkým rozptylem naměřených hodnot.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Zařízení pro kontinuální měření a hodnocení kinetiky extrakce těkavých sloučenin plynem z jednosložkových systémů, sestávající ze zdroje inertního plynu i energie pro průtok plynu, z promývačky s fritou a

plamenoionizačního detektoru plynového chromatografu se zapisovačem, vyznačené tím, že výstup ze stripovací nádoby (3) je přímo napojen na plamenoionizační detektor (6).

