



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

236713

(11) (B1)

(22) Přihlášeno 27 12 82
(21) (PV 9718-82)

(51) Int. Cl.³
C 02 F 1/26

(40) Zveřejněno 17 09 84

(45) Vydáno 15 11 86

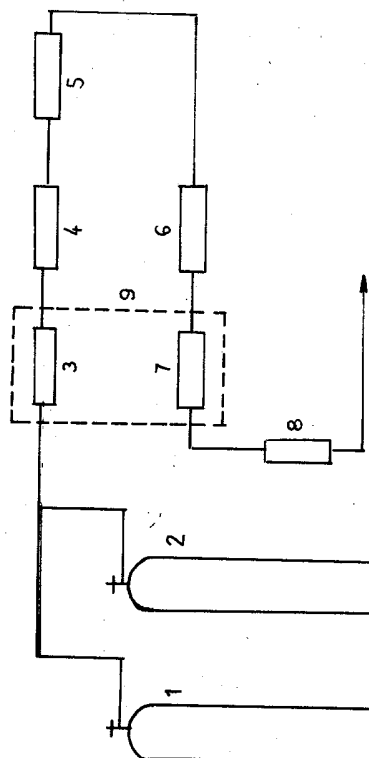
(75)

Autor vynálezu

REZL VLASTIMIL prom. chem., BRNO

(54) Způsob a zařízení k extrakci a koncentraci těkavých látek z vody, biologických nebo anorganických materiálů

Způsob se týká chromatografické analýzy vzorků vody. Podstatou způsobu je, že enslyzovaný vzorek vody se extrahuje směsí inertního plynu a vodíku, nebo čistého vodíku, načež se vodík odděluje difuzní kapilárou nebo membránou ze slitiny palladia a stříbra za stavené teploty, přičemž tato směs se shromažďuje v ředici komoře za konstantních podmínek tlaku, objemu a teploty a po homogenizaci se dávkuje do plynového chromatografu. Vynález popisuje zařízení k provádění tohoto způsobu. Místo vzorku vody může být použito vzorku horniny, půdy, rostlinného materiálu, tělních tekutin.



Vynález se týká způsobu a zařízení k extrakci a koncentraci těkavých látek z vody, biologických nebo anorganických materiálů, umožňující plnou automatizaci měřicího postupu při analýze zjišťovaných látek.

V poslední době rozšiřuje se požadavek z technologicko chemických pracovišť o rychlou a jednoduchou metodu extrakce a koncentrace těkavých látek z vody, například ropných uhlovodíků s počtem uhlíkových atomů v molekule do C_{20} , v souvislosti s rostoucím znečištěním nejen odpadních a říčních vod, ale také podzemních pramenů a ložisek pitné vody. Kromě toho má velký význam extrakce a koncentrace těkavých látek z různých biologických a anorganických materiálů, jako například krve, listů a květů rostlin, půd, hornin atd. Při stanovení stopových koncentrací těchto látek je nutno je nejprve extrahovat z původního vzorku a koncentrovat je před vlastním stanovením, neboť ani při použití velmi citlivých detektorů, jako například plamenového ionizačního, při aplikaci plynové chromatografie není schopno postihnout stopové koncentrace látek v oblasti ppb (pars per bilion) a níže.

K tomuto účelu se nejčastěji používá metoda stripování (extrakce) většího množství vzorku. U vody i několik litrů najednou. Extrakce vody se provádí inertním plynem v uzavřeném okruhu. Těkavé látky z plynu jsou sorbovány v malém množství sorbentu, například ve filtru z aktivního uhlí nebo vrstvy speciálního organického polymeru, který zachycuje vyextrahované látky. Po skončení extrakcí se tyto látky vymývají malým množstvím sirouhlíku z filtru a pak jsou teprve podrobeny chromatografické analýze.

Hlavní nevýhodou dosavadního způsobu analýzy je značná časová náročnost postupu vyžadující nutnost stálé obsluhy při provozu. Další nevýhodou je vznik značných ztrát vyvolávaných neúplnou desorpcí, zejména tepelnou.

Tyto dosavadní nevýhody odstraňuje způsob extrakce a koncentrace těkavých látek z vody, biologických nebo anorganických materiálů, jehož podstatou je, že se analyzovaný vzorek extrahuje směsí inertního plynu, například helia, nebo dusíku, nebo argonu a vodíku v objemovém poměru 1:10 až 10 000, případně čistým vodíkem, načež se vodík ze směsi odděluje difúzní kapilárou, nebo membránou ze slitiny palladia a stříbra za teploty 100 až 500 °C, zkoncentrované vyextrahované těkavé látky spolu s inertním plynem, případně vodíkem, se shromažďují za konstantních podmínek tlaku, objemu a teploty.

Způsob umožňuje zařízení, jehož podstatou je, že nádoba pro vzorek opatřená přívodem ze zdrojů plynu je výstupem spojená přes chladič, kapiláru ze slitiny palladia a stříbra, sušičku a ředicí komoru s analyzátozem, například plynovým chromatografem.

Výhodou popisovaného způsobu a zařízení je zejména odstranění mezistupně desorpce analyzované směsi ze sorbentu. Způsob lze plně automatizovat, jelikož nevyžaduje oproti dosavadnímu stavu manuální obsluhu. Navíc je umožněno popisovaný způsob vzájemně kombinovat se stávajícími postupy k dosažení mimořádně vysokého stupně zkoncentrování analyzovaných látek.

Způsob podle vynálezu bude objasněn s použitím přiloženého výkresu, na kterém je znázorněno schéma zařízení.

Zařízení na přiloženém výkresu sestává ze dvou zdrojů 1 a 2 plynu, kde první zdroj 1 je například dusík nebo argon, nebo helium a druhý zdroj tvoří vodík. Oba zdroje 1 a 2 plynu jsou spojeny přes směšovací potrubí s nádobou 3 pro analyzovaný vzorek, která je spojena přes chladič 4, kapiláru 5 ze slitiny palladia a stříbra, sušičku 6, ředicí komoru 7 s analyzátozem 8, například plynovým chromatografem. Ředicí komora 7 a nádoba 3 jsou umístěny ve společném termostatu 9.

Vzorek určený k analýze, například voda, nebo rostlinný materiál, vzorek půdy nebo horniny o obsahu 50 až 10 000 ml je v nádobě 3 extrahován směsí inertního plynu ze zdrojů

1 a 2, například dusíku, nebo argonu, nebo helia a vodíku ve vzájemném objemovém poměru 1:10 až 10 000 podle požadovaného stupně zkoncentrování. Směs těchto plynů spolu s extrahovanými látkami je vedena chladičem 4 přes kapiláru 2 ze slitiny palladia a stříbra, kde je vyhřívána na teplotu 100 až 500 °C, čímž dochází k selektivní difúzi vodíku z kapiláry 2 a tím ke zkoncentrování extrahovaných látek v inertním plynu.

Tato směs plynů prochází vrstvou sušicího média, například Anhydronu v sušičce 6 a přechází do ředicí komory 7, například baňky, ve které je směs plynů shromažďována za konstantních stavových podmínek, to je tlaku, objemu a teploty. Po homogenizaci je směs expandována do dávkovače v analyzátoru 8 například k analýze v plynovém chromatografu. Tato směs plynů může být přímo analyzována plynovou chromatografií v tom případě, je-li ředicí komora 7 tvořena cylindrem a pístem, který po homogenizaci směs plynů přímo přivádí do chromatografické kolony.

Způsob a zařízení k detekci těkavých látek je určeno ke zpracování vzorků zejména pitné vody a vodních pramenů, dále biologických materiálů, jako tělních tekutin, rostlinných částí, nebo půd a hornin.

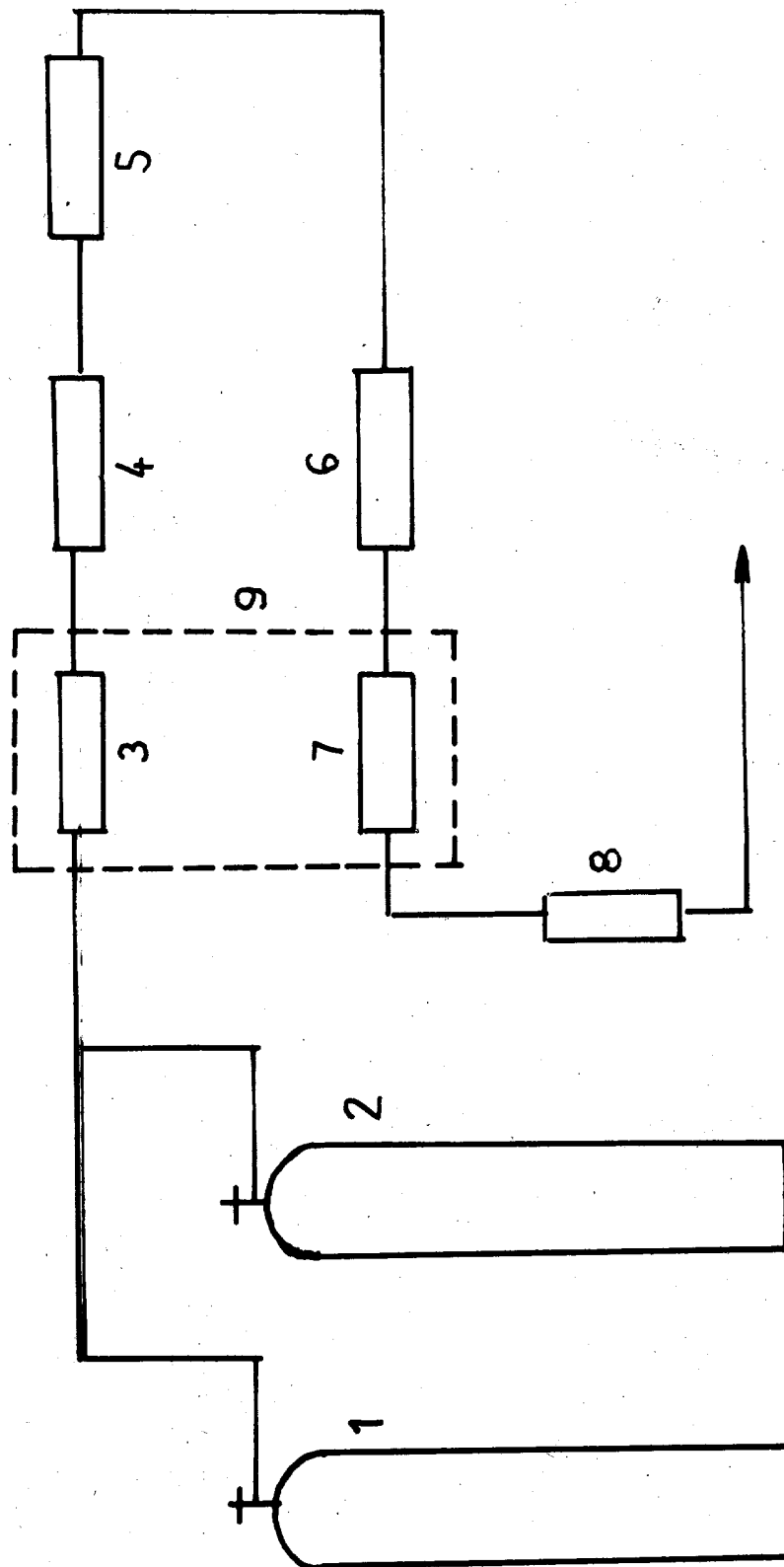
PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob extrakce a koncentrace těkavých látek z vody, biologických, nebo anorganických materiálů, vyznačený tím, že analyzovaný vzorek se extrahuje směsí inertního plynu, například helia, nebo dusíku, nebo argonu a vodíku v objemovém poměru 1:10 až 10 000, případně čistým vodíkem, načež se vodík ze směsi odděluje difúzní kapilárou nebo membránou ze slitiny palladia a stříbra za teploty 100 až 500 °C, zkoncentrované vyextrahované těkavé látky spolu s inertním plynem, případně vodíkem se shromažďují za konstantních podmínek tlaku, objemu a teploty.

2. Zařízení k realizaci způsobu podle bodu 1, vyznačené tím, že nádoba (3) pro vzorek opatřená příívodem ze zdrojů (1 a 2) plynu je výstupem spojena přes chladič (4), kapiláru (5) ze slitiny palladia a stříbra, sušičku (6) a ředicí komoru (7) s analyzáto-rem (8).

1 výkres

236713



Severografia, n. p., MOST

Cena 2,40 Kčs