



ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) **UA**

(11) **98206**

(13) **U**

(51) МПК

G01N 21/78 (2006.01)

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: **u 2014 10416**

(22) Дата подання заявки: **23.09.2014**

(24) Дата, з якої є чинними
права на корисну
модель: **27.04.2015**

(46) Публікація відомостей **27.04.2015, Бюл.№ 8**
про видачу патенту:

(72) Винахідник(и):

Сорока Максим Леонідович (UA)

(73) Власник(и):

**ДНІПРОПЕТРОВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ
УНІВЕРСИТЕТ ЗАЛІЗНИЧНОГО
ТРАНСПОРТУ ІМЕНІ АКАДЕМІКА В.
ЛАЗАРЯНА,**

вул. Акад. Лазаряна, 2, м. Дніпропетровськ-
10, 49010 (UA)

(54) СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ СУМАРНОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ УАЙТ-СПІРИТУ У ПРОМИСЛОВИХ ВИКИДАХ З ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧНИМ ЗАКІНЧЕННЯМ

(57) Реферат:

Спосіб визначення сумарної концентрації уайт-спіриту у промислових викидах з фотоколориметричним закінченням, у якому відібрану пробу газоповітряної суміші для аналізу пропускають через поглинальний апарат Полежаєва, заповнений індикаторним розчином калію біхромату у сірчаній кислоті, аліквоту якого після термічної обробки та охолодження аналізують фотоколориметричним методом з вимірюванням абсолютної оптичної густини індикаторного розчину. Вимірювання абсолютної оптичної густини індикаторного розчину виконують з використанням фотоелектричного колориметра у кюветі товщиною 5 мм для однієї проби при двох довжинах хвиль із діапазонів від 640 до 670 нм та від 690 до 720 нм.

UA 98206 U

Корисна модель належить до способів дослідження або аналізування матеріалів шляхом визначення їх хімічних або фізичних властивостей, а саме до дослідження та аналізування концентрацій парів та аерозолів уайт-спіриту у промислових викидах за допомогою оптичних засобів у системах, в яких уайт-спірит вступає у хімічну реакцію, хід та результат якої

досліджується шляхом спостереження за дією на хімічних індикаторах зі змінюванням кольору. Відомий спосіб визначення сумарного вмісту вуглеводнів в аналізованій суміші [Пат. 2229122 Российская Федерация, МПК⁷ G01N 30/00, G01N 30/02, Способ определения суммарного содержания углеводородов в анализируемой смеси / Л.В. Сапрыкин, Д.А. Бозин, Т.В. Аджиева; заявитель и патентообладатель Открытое акционерное общество "Научно-исследовательский и проектный институт по переработке газа" ОАО "НИПИгазпереработка". № 2003104198/282003104198/28; заявл. 11.02.2003; опубл. 20.05.2004] методами хроматографічного розділення з детектуванням вуглеводнів у вигляді нерозділеного піка за допомогою полум'яно-іонізаційного детектора.

Недоліком цього способу є необхідність складної та коштовної матеріально-технічної бази аналітичного контролю.

Відомий візуально-колориметричний спосіб визначення бензину, гасу та уайт-спіриту у промислових викидах [Методика колориметрического определения бензина, керосина и уайт-спирита / Руководство по аналитическому контролю газовых выбросов в атмосферу производств товаров бытовой химии. Сборник методик. - М: Министерство химической промышленности СССР. СОЮЗБЫТХИМ. - 1986. - С. 61-62], у якому газоповітряну суміш, що містить вуглеводні, пропускають через поглинальний апарат Полежаєва, заповнений індикаторним розчином калію біхромату у сірчаній кислоті, а кількісний вміст вуглеводнів у газоповітряній суміші визначають візуально-колориметричним порівнянням забарвлення охолодженого після термічної обробки індикаторного розчину з забарвленням градувальних розчинів стандартної кольорової шкали, а кількісний вміст уайт-спіриту у пробі газоповітряної суміші обчислюють за формулою:

$$C = \frac{a \cdot b}{c \cdot V},$$

де C - кількісний вміст уайт-спіриту у пробі газоповітряної суміші, мкг/дм³; a - загальна кількість індикаторного розчину у поглинальному апараті Полежаєва, мл; b - кількість уайт-спіриту у індикаторному розчині, визначена візуально-колориметричним порівнянням з градувальними розчинами стандартної кольорової шкали, мкг; c - аліквота індикаторного розчину, взята для визначення b , мл; V - об'єм газоповітряної суміші, яку пропустили через поглинальний апарат Полежаєва, приведений до нормальних умов, л.

Недоліком цього способу є низька чутливість та точність визначення вмісту вуглеводню через значну похибку візуального детектування аналітичного сигналу, а саме: зміни кольору поглинального розчину від світло-жовтого до темно-коричневого забарвлення за рахунок утворення продуктів окиснення поглинутих вуглеводнів.

Найближчим аналогом є спосіб кількісного визначення ненасичених вуглеводнів [Пат. 2147742 Российская Федерация, МПК⁷ G01N 21/78, Способ количественного определения непредельных углеводородов / Т.И. Ногачева, Л.А. Бондарева; заявитель и патентообладатель Орловский государственный технический университет. - № 98113282/28; заявл. 07.07.1998; опубл. 20.04.2000], який полягає у тому, що відібрану пробу газоповітряної суміші для аналізу прокачують через індикаторний водний розчин калію перманганату, який потім аналізують фотоколориметричним методом з вимірюванням абсолютної зміни оптичної щільності розчину, яку використовують для обчислення вмісту ненасичених вуглеводнів у пробі за розрахунковою формулою:

$$m_{y\pi} = \frac{1,5 \cdot M_{y\pi} \cdot V \cdot \Delta D}{\varepsilon \cdot b},$$

де $m_{y\pi}$ - кількісний вміст ненасиченого вуглеводню у пробі повітря для дослідження, г; $M_{y\pi}$ - молярна маса досліджуваного вуглеводню, г/моль; V - об'єм індикаторного розчину, л; ΔD - абсолютна зміна оптичної щільності індикаторного розчину; ε - малярний коефіцієнт екстенції водного розчину калію перманганату, л/моль·см; b - ширина кювети, см.

Недоліком цього способу є низькі метрологічні характеристики методики вимірювання через невизначеність умов фотоколориметричного детектування аналітичного сигналу та

неможливість використання водного розчину калію перманганату як індикаторного розчину для аналізу газоповітряної суміші, що містить уайт-спірит.

В основу корисної моделі поставлена задача, що полягає у підвищенні чутливості та точності визначення сумарної концентрації уайт-спіриту у промислових викидах за рахунок визначення критичних умов фотоколориметричного детектування аналітичного сигналу, зміни індикаторного розчину та зменшення впливу суб'єктивної оцінки оператора на кінцевий результат вимірювання.

1. Суть корисної моделі: спосіб визначення сумарної концентрації уайт-спіриту у промислових викидах з фотоколориметричним закінченням, у якому відібрану пробу газоповітряної суміші для аналізу пропускають через поглинальний апарат Полежаєва, заповнений індикаторним розчином калію біхромату у сірчаній кислоті, аліквоту якого після термічної обробки та охолодження аналізують фотоколориметричним методом з вимірюванням абсолютної оптичної густини індикаторного розчину, в якому, згідно з корисною моделлю, вимірювання абсолютної оптичної густини індикаторного розчину виконують з використанням фотоелектричного колориметра у кюветі товщиною 5 мм для однієї проби при двох довжинах хвиль із діапазонів від 640 до 670 нм та від 690 до 720 нм, а кількісний вміст уайт-спіриту у пробі газоповітряної суміші обчислюють за формулою:

$$C = \frac{K \cdot a \cdot C_D}{V},$$

де C - кількісний вміст уайт-спіриту у пробі газоповітряної суміші, мкг/дм^3 ; a - загальна кількість індикаторного розчину у поглинальному апараті Полежаєва, мл ; C_D - концентрація уайт-спіриту у аліквоті індикаторного розчину, обчислена за оберненою функцією залежності абсолютного значення оптичної густини індикаторного розчину від вмісту уайт-спіриту у калібрувальному розчині, мкг/см^3 ; K - кратність розведення аліквоти індикаторного розчину, взятої для вимірювання абсолютного значення оптичної густини індикаторного розчину; V - об'єм газоповітряної суміші, яку пропустили через поглинальний апарат Полежаєва, приведений до нормальних умов, дм^3 .

Також, згідно з корисною моделлю, для обчислення концентрації уайт-спіриту у аліквоті індикаторного розчину у діапазоні розрахункових значень до 700 мкг/см^3 використовують абсолютне значення оптичної густини індикаторного розчину, вимірюване при довжині хвилі від 690 до 720 нм, а в інших випадках використовують абсолютне значення оптичної густини індикаторного розчину, вимірюване при довжині хвилі від 640 до 670 нм.

Також, згідно з корисною моделлю, для вимірювання абсолютного значення оптичної густини індикаторного розчину виконують після однієї години з моменту охолодження розчину до температури 21°C .

Відмінність заявленого способу від найближчого аналога полягає у визначенні критичних умов фотоколориметричного детектування аналітичного сигналу, а саме довжини хвилі, для якої спостерігається максимальне поглинання видимого спектра світла на всьому діапазоні вимірювання концентрації уайт-спіриту у розчині, який аналізується.

На кресленні наведено графіки залежностей оптичної густини (D) від довжини хвилі спектра поглинання у модельних розчинах (з різною концентрацією уайт-спіриту), отриманих згідно з заявленим способом. Як видно з графіків залежностей, наведених на фігурі 1, для концентрацій модельних розчинів до 700 мкг/см^3 спостерігається пік у спектрі поглинання при довжині хвилі від 690 до 720 нм, а для концентрацій модельних розчинів від 700 мкг/см^3 спостерігається пік у спектрі поглинання при довжині хвилі від 640 до 670 нм. Лінійно-інтервальний характер зміни оптичної густини спостерігається у зазначених діапазонах концентрацій уайт-спіриту та характерних довжинах хвиль: для концентрацій від нуля до 700 мкг/см^3 при довжині хвилі від 690 до 720 нм, для концентрацій від 700 до 2500 мкг/см^3 при довжині хвилі від 640 до 670 нм. Цим пояснюється вибір цих специфічних діапазонів хвиль для детектування аналітичного сигналу в рамках заявленого способу.

Дані залежностей, наведені на кресленні, засвідчують можливість використання фотоколориметричного методу для детектування аналітичного сигналу у розчинах, згідно з заявленим способом.

Приклад реалізації заявленого способу.

Заздалегідь аналогічно до заявленого способу визначають залежність абсолютного значення оптичної густини індикаторного розчину від вмісту уайт-спіриту у калібрувальному розчині з відомою концентрацією уайт-спіриту від $100,0$ до $2500,0 \text{ мкг/см}^3$. За результатами виконання вимірювань отримані такі рівняння функцій:

а) при довжині хвилі 710 нм: $C_D = 5 \times 10^{-5} \times D + 0,0277$;

б) при довжині хвилі 660 нм: $C_D = 8 \times 10^{-5} \times D + 0,0163$.

На першому етапі способу виконують приготування індикаторного розчину калію біхромату у сірчаній кислоті. Для цього наважку калію біхромату масою 4 г розчинили у 1000 см^3 сірчаної кислоти, щільністю $1,84 \text{ г/см}^3$.

Далі два поглинальних апарати Полежаєва наповнюють індикаторним розчином в об'ємі 3 см^3 кожен. Після чого поглинальні апарати з'єднують послідовно до аспіраційної системи відбору проб газоповітряної суміші промислових викидів. Насичення індикаторного розчину парами та аерозолями уайт-спіриту у газоповітряній суміші виконували протягом 30 хвилини зі швидкістю руху газоповітряної суміші $0,2 \text{ дм}^3$ за хвилину у перерахунку на нормальні умови. Таким чином, в рамках прикладу, об'єм газоповітряної суміші, яку пропустили через поглинальний апарат Полежаєва, приведений до нормальних умов, складає $0,2 \times 30 = 6 \text{ дм}^3$.

Після цього насичений індикаторний розчин з обох поглинальних апаратів переносять до пробірки.

Після цього протягом 30 хвилин пробірку з насиченим індикаторним розчином термічно оброблюють на водяній бані.

Після цього пробірку з насиченим індикаторним розчином охолоджують до кімнатної температури. Після охолодження пробірку об'єм насиченого індикаторного розчину доводять поглинальним розчином до об'єму 10 см^3 . Таким чином, кратність розведення аліквоти індикаторного розчину складає $10/6$ або $1,67$. Після цього пробірку закривають притертою пробкою та залишають на одну годину.

По закінченні цього строку для аліквоти індикаторного розчину з використанням фотоколориметра КФК-3 послідовно вимірюють абсолютну оптичну густину при довжині хвилі 710 нм та 660 нм у кюветі товщиною 5 мм. В рамках прикладу середній результат вимірюваної абсолютної оптичної густини з трьох послідовних вимірювань склав:

а) $0,088$ при довжині хвилі 710 нм;

б) $0,103$ при довжині хвилі 660 нм.

Після цього за оберненими функціями залежностей абсолютного значення оптичної густини індикаторного розчину від вмісту уайт-спіриту у калібрувальному розчині обчислюють концентрацію уайт-спіриту у аліквоті індикаторного розчину, використовуючи середні результати абсолютної оптичної густини охолодженого індикаторного розчину. В рамках прикладу результат обчислення склав:

а) при довжині хвилі 710 нм $C_D = 1242,15 \text{ мкг/см}^3$;

б) при довжині хвилі 660 нм: $C_D = 1060,62 \text{ мкг/см}^3$.

Так як результат обчислення концентрації уайт-спіриту у аліквоті індикаторного розчину перевищує 700 мкг/см^3 , для подальшого обчислення кількісного вмісту уайт-спіриту у пробі газоповітряної суміші використовуємо значення C_D при довжині хвилі 660 нм.

На заключному етапі, згідно з заявленим способом, обчислюють кількісний вміст уайт-спіриту у пробі газоповітряної суміші за формулою:

$$C = \frac{K \cdot a \cdot C_D}{V} = \frac{1,67 \cdot 6 \cdot 1060,62}{6} = 1771,24,$$

де C - кількісний вміст уайт-спіриту у пробі газоповітряної суміші, $1771,24 \text{ мкг/дм}^3$; a - загальна кількість індикаторного розчину у поглинальному апараті Полежаєва, 6 мл ; C_D - концентрація уайт-спіриту у аліквоті індикаторного розчину, обчислена за оберненою функцією залежності абсолютного значення оптичної густини індикаторного розчину від вмісту уайт-спіриту у калібрувальному розчині, $1060,62 \text{ мкг/см}^3$; K - кратність розведення аліквоти індикаторного розчину, взятої для вимірювання абсолютного значення оптичної густини індикаторного розчину, $1,67$; V - об'єм газоповітряної суміші, яку пропустили через поглинальний апарат Полежаєва, приведений до нормальних умов, 6 дм^3 .

Таким чином, заявлена корисна модель забезпечує: визначення сумарної концентрації уайт-спіриту у промислових викидах, підвищення чутливості та точності визначення сумарної концентрації уайт-спіриту у промислових викидах, зменшення впливу суб'єктивної оцінки оператора на кінцевий результат вимірювання.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

1. Спосіб визначення сумарної концентрації уайт-спіриту у промислових викидах з фотоколориметричним закінченням, у якому відібрану пробу газоповітряної суміші для аналізу пропускають через поглинальний апарат Полежаєва, заповнений індикаторним розчином калію біхромату у сірчаній кислоті, аліквоту якого після термічної обробки та охолодження аналізують

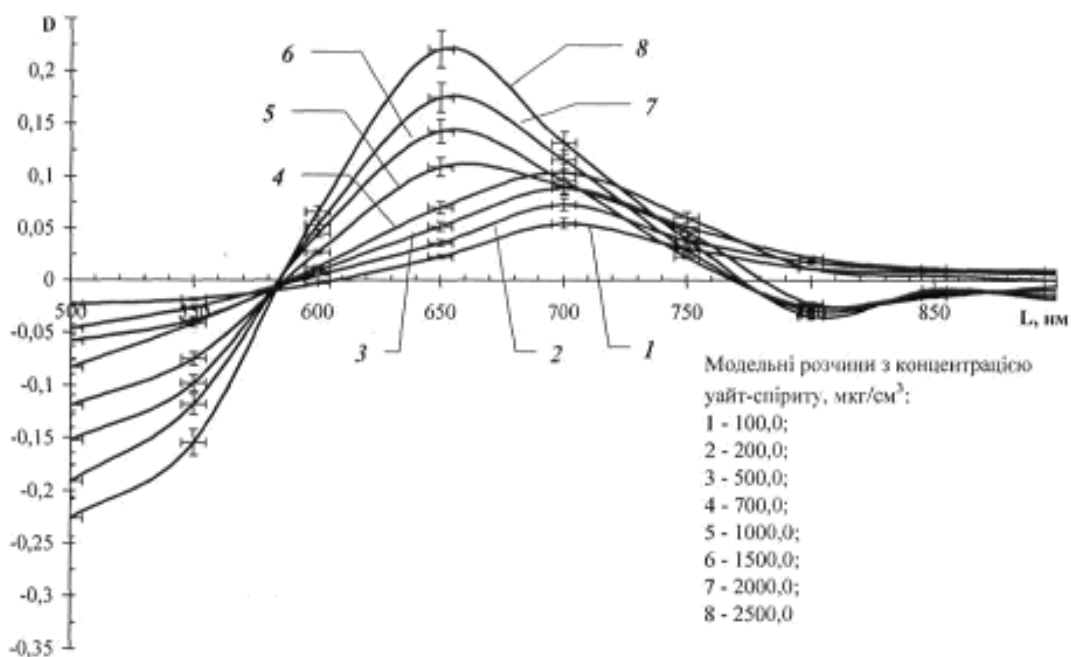
фотоколориметричним методом з вимірюванням абсолютної оптичної густини індикаторного розчину, який **відрізняється** тим, що вимірювання абсолютної оптичної густини індикаторного розчину виконують з використанням фотоелектричного колориметра у кюветі товщиною 5 мм для однієї проби при двох довжинах хвиль із діапазонів від 640 до 670 нм та від 690 до 720 нм, а кількісний вміст уайт-спіриту у пробі газоповітряної суміші обчислюють за формулою:

$$C = \frac{K \cdot a \cdot C_D}{V},$$

де C - кількісний вміст уайт-спіриту у пробі газоповітряної суміші, мкг/дм³; a - загальна кількість індикаторного розчину у поглинальному апараті Полежаєва, мл; C_D - концентрація уайт-спіриту у аліквоті індикаторного розчину, обчислена за оберненою функцією залежності абсолютного значення оптичної густини індикаторного розчину від вмісту уайт-спіриту у калібрувальному розчині, мкг/см³; K - кратність розведення аліквоти індикаторного розчину, взятої для вимірювання абсолютного значення оптичної густини індикаторного розчину; V - об'єм газоповітряної суміші, яку пропустили через поглинальний апарат Полежаєва, приведений до нормальних умов, дм³.

2. Спосіб визначення сумарної концентрації уайт-спіриту у промислових викидах з фотоколориметричним закінченням за п. 1, який **відрізняється** тим, що для обчислення концентрації уайт-спіриту у аліквоті індикаторного розчину у діапазоні розрахункових значень до 700 мкг/см³ використовують абсолютне значення оптичної густини індикаторного розчину, вимірюване при довжині хвилі від 690 до 720 нм, а в інших випадках використовують абсолютне значення оптичної густини індикаторного розчину, вимірюване при довжині хвилі від 640 до 670 нм.

3. Спосіб визначення сумарної концентрації уайт-спіриту у промислових викидах з фотоколориметричним закінченням за п. 1, який **відрізняється** тим, що вимірювання абсолютного значення оптичної густини індикаторного розчину виконують після однієї години з моменту охолодження розчину до температури 21 °С.



Комп'ютерна верстка Г. Паяльніков

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601