

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.⁷
B01J 20/26
B01J 20/30



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200310115872.4

[43] 公开日 2004 年 11 月 17 日

[11] 公开号 CN 1546222A

[22] 申请日 2003.12.4

[21] 申请号 200310115872.4

[71] 申请人 中国科学院长春应用化学研究所

地址 130022 吉林省长春市人民大街 5625 号

[72] 发明人 王玉江 华凯峰 于春波 吕翔宇
李 影

权利要求书 1 页 说明书 4 页

[54] 发明名称 控制电位电解型硫化氢气体传感器
过滤剂的制备方法

[57] 摘要

本发明属于控制电位电解型硫化氢传感器过滤剂的方法。该方法是将亚硝酸钾，硝酸钾配成水的饱和溶液，将聚四氟乙烯颗粒放入此溶液中浸泡，然后取出放在搪瓷盘中在一定温度下烘干，反复浸泡，烘干便制成硫化氢传感器的过滤剂。

I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

1. 一种控制电位电解型硫化氢气体传感器过滤剂的制备方法, 称取亚硝酸钾和硝酸钾, 两者的比例为 $\text{KNO}_2:\text{KNO}_3=10:1$, 在 $20-50^\circ\text{C}$ 的范围内配成水的饱和溶液, 将粒度直径为 $2-3\text{mm}$ 的聚四氟乙烯颗粒, 放入配好的饱和溶液中, 浸泡时间为 $30-90$ 分钟, 取出放在搪瓷盘中在 $80-100^\circ\text{C}$ 下烘干, 同样的处理反复进行三次, 制得硫化氢传感器的过滤剂。

控制电位电解型硫化氢气体传感器过滤剂的制备方法

技术领域

本发明属于控制电位电解型硫化氢气体传感器过滤剂的制备方法。

背景技术

恒电位电解型硫化氢气体传感器由于具有检测浓度范围宽,体积小,价格低,可用于现场监测等优点,而得到广泛应用,但由于硫化氢传感器采用 Au 为催化剂,而 Au 催化剂在控制电位对 SO_2 气体有很好的催化活性,因此,产生很大的干扰误差,因此去除 SO_2 , 提高硫化氢传感器的选择性是关系到硫化氢传感器能否应用的关键。本发明提供了一种硫化氢传感器过滤剂的制备方法,通过对主要干扰气体 SO_2 的过滤,极大地提高了该传感器的选择性。

文献中对二氧化硫气体的去除,有很多方法,如 1985 年报道的专利 JP 85-12914 25 Jan 1985 通过活性三氧化二铝和联甲苯胺去除二氧化硫气体。还有专利报道 SU 78-2644612 780712 采用 MgI_2 , CuI_2 , CuI 的混和溶液去除二氧化硫气体。但对于硫化氢气体传感器,在二氧化硫气体去除的同时需要考虑不消耗被测物质硫化氢气体,另外由于硫化氢和二氧化硫有很多相似的性质如酸性、氧化性等,硫化氢又极易吸附在常见的载体如沸石,三氧化二铝,分子筛,活性炭等表面,所以在选择过滤物质和载体方面存在一定的难度,关于这方面的研究文献中没有报道。

发明内容

本发明的目的是提供一种控制电位电解型硫化氢气体传感器过滤剂的制备方法。

本发明的首先制备载体聚四氟乙烯颗粒，将 60%的聚四氟乙烯乳液与氧化锌混和均匀，聚四氟乙烯与氧化锌的质量比为 3: 7，通过造粒机制备直径为 2-3mm 的粒子，然后将制备好的聚四氟乙烯颗粒在红外灯下烘干，烘干后用 50%的盐酸浸泡聚四氟乙烯颗粒，至聚四氟乙烯颗粒呈现完全透明为止。透明的聚四氟乙烯颗粒用蒸馏水洗至中性，将洗至中性的透明的聚四氟乙烯颗粒在红外灯下烘干，烘干后放入丙酮中浸泡，目的是去除聚四氟乙烯乳液中的表面活性剂。经过上述处理，得到载体聚四氟乙烯颗粒，该种载体对被测气体硫化氢有较好的不吸附性能。过滤剂的制备是将亚硝酸钾，硝酸钾配成水的饱和溶液，将上面制备好的聚四氟乙烯颗粒放入此溶液中浸泡，然后取出放在搪瓷盘中在一定温度下烘干，反复浸泡，烘干便制成硫化氢传感器的过滤剂。

本发明的制备方法是：称取亚硝酸钾和硝酸钾，两者的质量比为 $\text{KNO}_2:\text{KNO}_3=10:1$ ，在 20-50℃的范围内配成水的饱和溶液，将制备好的聚四氟乙烯颗粒，粒径为 2-3mm，放入配好的饱和溶液中，浸泡时间为 30-90 分钟，取出在 80-100℃下烘干，同样的浸泡，烘干处理方法反复进行三次，便制成了硫化氢传感器的过滤剂。

用此法制备的硫化氢传感器的过滤剂对 SO_2 气体的过滤效果较好，干扰气体浓度在 $2.857 \times 10^{-4} \text{mg} \cdot \text{cm}^{-3}$ 以下时，过滤效率均可达到 95%以上。而且该过滤剂的成本低廉，操作方便，稳定性较好。

具体实施方式

实施例 1: 称取亚硝酸钾 50 克, 硝酸钾 5 克, 在 20℃ 的范围内配成水的饱和溶液. 将制备好的聚四氟乙烯颗粒放入配好的饱和溶液中, 浸泡时间为 90 分钟, 取出在 80℃ 下烘干, 同样的处理反复进行三次, 便制成了硫化氢传感器的过滤剂. 以控制电位电解型硫化氢传感器为检测器, 通入 $2.857 \times 10^{-4} \text{mg. cm}^{-3}$ 的 SO_2 气体, 传感器的响应信号为 $108.6 \mu\text{A}$. 加上过滤剂后, 再通入同样浓度的 SO_2 气体, 其响应信号为 $1 \mu\text{A}$ (响应信号为扣除底电流后的值), 过滤效率为 99%. 通入 $7.589 \times 10^{-5} \text{mg. cm}^{-3}$ 的硫化氢, 其响应信号为 $37.9 \mu\text{A}$, 加上过滤剂后, 响应信号为 $37.6 \mu\text{A}$, 说明该过滤剂对被测气体硫化氢不吸附。

实施例 2: 称取亚硝酸钾 50 克, 硝酸钾 5 克, 在 30℃ 的范围内配成水的饱和溶液. 将制备好的聚四氟乙烯颗粒放入配好的饱和溶液中, 浸泡时间为 60 分钟, 取出在 90℃ 下烘干, 同样的处理反复进行三次, 便制成了硫化氢传感器的过滤剂. 以控制电位电解型硫化氢传感器为检测器, 通入 $2.857 \times 10^{-4} \text{mg. cm}^{-3}$ 的二氧化硫气体, 其响应信号为 $107.6 \mu\text{A}$. 加上过滤剂后, 再通入同样浓度的 SO_2 气体, 其响应信号为 $0 \mu\text{A}$ (响应信号为扣除底电流后的值), 过滤效率为 100%. 通入 $7.589 \times 10^{-5} \text{mg. cm}^{-3}$ 的硫化氢气体, 其响应信号为 $37.8 \mu\text{A}$, 加上过滤剂后, 响应信号为 $37.6 \mu\text{A}$, 说明该过滤剂对被测气体硫化氢不吸附。

实施例 3: 称取亚硝酸钾 50 克, 硝酸钾 5 克, 在 50℃ 的范围内配成水的饱和溶液. 将制备好的聚四氟乙烯颗粒放入配好的饱和溶液中, 浸泡时间为 30 分钟, 取出在 100℃ 下烘干, 同样的处理反复进行三次, 便制成了硫化氢传感器的过滤剂. 以控制电位电解型硫化氢传感器为

检测器, 通入 $2.857 \times 10^{-4} \text{mg. cm}^{-3}$ 的二氧化硫气体, 其响应信号为 $108.2 \mu\text{A}$ 。加上过滤剂后, 再通入同样浓度的 SO_2 气体, 其响应信号为 $2 \mu\text{A}$ (响应信号为扣除底电流后的值), 过滤效率为 98%。通入 $7.589 \times 10^{-5} \text{mg. cm}^{-3}$ 的硫化氢, 其响应信号为 $37.7 \mu\text{A}$, 加上过滤剂后, 响应信号为 $37.6 \mu\text{A}$, 说明该过滤剂对被测气体硫化氢不吸附。