



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200410011271.3

[43] 公开日 2005 年 7 月 6 日

[11] 公开号 CN 1634631A

[22] 申请日 2004. 11. 26

[21] 申请号 200410011271.3

[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 徐建波 华凯峰 吕翔宇  
李 影

权利要求书 1 页 说明书 6 页

[54] 发明名称 控制电位电解型光气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光气传感器过滤剂的制备方法。 该方法是配制酸性高锰酸钾的饱和溶液，将多孔聚四氟乙烯颗粒作为载体，放入此溶液中浸泡，然后取出利用烘箱在 90 - 130℃ 下烘干后反复浸泡、烘干三次便制成光气传感器的过滤剂。用此法制备的光气传感器的过滤剂对  $\text{COCl}_2$  不吸附，对  $\text{SO}_2$  和  $\text{H}_2\text{S}$  气体的过滤效果非常好，干扰气体浓度在 0.02% 以下，过滤效率均可达到 98% 以上。

1. 一种控制电位电解型光气传感器过滤剂的制备方法，其特征在于，选用直径 2-3mm 的多孔聚四氟乙烯颗粒作为过滤剂载体，试剂采用 5%-10%的硫酸、饱和高锰酸钾溶液，二者体积比为 1: 100 至 1: 20；制备步骤：1) 载体处理：将多孔聚四氟乙烯颗粒依次用自来水、丙酮、二次蒸馏水清洗，利用烘箱在 90-130℃下烘干；2) 溶液配制：室温下配制酸性高锰酸钾的饱和溶液；3) 过滤剂制备：将烘干的多孔聚四氟乙烯颗粒加入到配好的酸性高锰酸钾饱和溶液中，浸泡两小时后取出，利用烘箱在 80-100℃下烘干后再进行浸泡烘干三次制得光气传感器的过滤剂。

## 控制电位电解型光气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光气传感器过滤剂的制备方法。

### 背景技术

控制电位电解型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。但是由于光气传感器在工作电位下对SO<sub>2</sub>和H<sub>2</sub>S等干扰气体均有响应信号,影响测试结果的准确性。国内外没有相应光气传感器过滤剂及制备方法的专利,因此,研制光气传感器过滤剂是提高其选择性的一个重要内容。

### 发明内容

本发明的目的是提供一种控制电位电解型光气传感器过滤剂的制备方法。

多孔聚四氟乙烯颗粒具有微孔结构且耐强酸、强碱、性能稳定、防水性能好、不吸附气体,可做任何气体过滤剂的载体。

本发明选用直径2-3mm的多孔聚四氟乙烯颗粒作为过滤剂载体,试剂采用5%-10%的硫酸、饱和高锰酸钾溶液,二者体积比为1:100至1:20。

制备步骤为:1)载体处理:将多孔聚四氟乙烯颗粒依次用自来水、丙酮、二次蒸馏水清洗,利用烘箱在90-130℃下烘干。2)溶液配制:室温下配制酸性高锰酸钾的饱和溶液。3)过滤剂制备:将烘干的多孔聚四氟乙烯颗粒加入到配好的酸性高锰酸钾饱和溶液中,浸

泡两小时后取出，利用烘箱在 80-100℃下烘干后再进行浸泡烘干三次，便制成光气传感器的过滤剂。

用此法制备的光气传感器的过滤剂对  $\text{COCl}_2$  不吸附，对  $\text{SO}_2$  和  $\text{H}_2\text{S}$  气体的过滤效果非常好，干扰气体浓度在 0.02% 以下，过滤效率均可达到 98% 以上。而且，该过滤剂的成本低，操作方便，稳定性好。

#### 具体实施方式

实施例 1：1) 载体处理：将 20g 多孔聚四氟乙烯颗粒依次用自来水、丙酮、二次蒸馏水清洗，利用烘箱在 90℃ 下烘干。2) 溶液配制：室温下配制高锰酸钾的饱和溶液 200ml、5% 的硫酸溶液 5ml，混匀。3) 过滤剂制备：将烘干的多孔聚四氟乙烯颗粒加入到配好的酸性高锰酸钾饱和溶液中，浸泡两小时后取出，利用烘箱在 80℃ 下烘干后再进行浸泡烘干三次便制成光气传感器的过滤剂。以控制电位电解型光气传感器为检测器，不加过滤剂时通入 0.01% 的  $\text{COCl}_2$  气体，其响应信号为  $60\mu\text{A}$ ；通入 0.1% 的  $\text{SO}_2$  气体，其响应信号为  $500\mu\text{A}$ 。加上过滤剂后，通入 0.01% 的  $\text{COCl}_2$  气体，其响应信号为  $60\mu\text{A}$ ；再通入 0.1% 的  $\text{SO}_2$  气体，其响应信号为 0，此结果说明该过滤剂对  $\text{COCl}_2$  不吸附对  $\text{SO}_2$  过滤效率可达 100%。

实施例 2：1) 载体处理：将 30g 多孔聚四氟乙烯颗粒依次用自来水、丙酮、二次蒸馏水清洗，利用烘箱在 110℃ 下烘干。2) 溶液配制：室温下配制高锰酸钾的饱和溶液 300ml、10% 的硫酸溶液 3ml，混匀。3) 过滤剂制备：将烘干的多孔聚四氟乙烯颗粒加入到配好的酸性高锰酸钾饱和溶液中，浸泡两小时后取出，利用烘箱在 85℃ 下烘干后再进行浸泡烘干三次便制成光气传感器的过滤剂。以控制电位电解型光气传感器为检测器，不加过滤剂时通入 0.01% 的  $\text{COCl}_2$  气体，其

响应信号为  $60\mu\text{A}$ ；通入 0.1% 的  $\text{SO}_2$  气体，其响应信号为  $500\mu\text{A}$ 。加上过滤剂后，通入 0.01% 的  $\text{COCl}_2$  气体，其响应信号为  $60\mu\text{A}$ ；再通入 0.1% 的  $\text{SO}_2$  气体，其响应信号为  $50\mu\text{A}$ ，此结果说明该过滤剂对  $\text{COCl}_2$  不吸附对  $\text{SO}_2$  过滤效率为 90%。

实施例 3：1) 载体处理：将 40g 多孔聚四氟乙烯颗粒依次用自来水、丙酮、二次蒸馏水清洗，利用烘箱在  $120^\circ\text{C}$  下烘干。2) 溶液配制：室温下配制高锰酸钾的饱和溶液 400ml、10% 的硫酸溶液 5ml，混匀。3) 过滤剂制备：将烘干的多孔聚四氟乙烯颗粒加入到配好的酸性高锰酸钾饱和溶液中，浸泡两小时后取出，利用烘箱在  $90^\circ\text{C}$  下烘干后再进行浸泡烘干三次便制成光气传感器的过滤剂。以控制电位电解型光气传感器为检测器，不加过滤剂时通入 0.01% 的  $\text{COCl}_2$  气体，其响应信号为  $60\mu\text{A}$ ；通入 0.1% 的  $\text{SO}_2$  气体，其响应信号为  $500\mu\text{A}$ 。加上过滤剂后，通入 0.01% 的  $\text{COCl}_2$  气体，其响应信号为  $60\mu\text{A}$ ；再通入 0.1% 的  $\text{SO}_2$  气体，其响应信号为  $100\mu\text{A}$ ，此结果说明该过滤剂对  $\text{COCl}_2$  不吸附对  $\text{SO}_2$  过滤效率为 80%。

实施例 4：1) 载体处理：将 20g 多孔聚四氟乙烯颗粒依次用自来水、丙酮、二次蒸馏水清洗，利用烘箱在  $130^\circ\text{C}$  下烘干。2) 溶液配制：室温下配制高锰酸钾的饱和溶液 200ml、10% 的硫酸溶液 2ml，混匀。3) 过滤剂制备：将烘干的多孔聚四氟乙烯颗粒加入到配好的酸性高锰酸钾饱和溶液中，浸泡两小时后取出，利用烘箱在  $80^\circ\text{C}$  下烘干后再进行浸泡烘干三次便制成光气传感器的过滤剂。以控制电位电解型光气传感器为检测器，不加过滤剂时通入 0.005% 的  $\text{COCl}_2$  气体，其响应信号为  $30\mu\text{A}$ ；通入 0.05% 的  $\text{H}_2\text{S}$  气体，其响应信号为  $250\mu\text{A}$ 。加上过滤剂后，通入 0.005% 的  $\text{COCl}_2$  气体，其响应信号为  $30\mu\text{A}$ ；再通

入 0.05% 的  $\text{H}_2\text{S}$  气体, 其响应信号为 0, 此结果说明该过滤剂对  $\text{COCl}_2$  不吸附对  $\text{H}_2\text{S}$  过滤效率可达 100%。

实施例 5: 1) 载体处理: 将 50g 多孔聚四氟乙烯颗粒依次用自来水、丙酮、二次蒸馏水清洗, 利用烘箱在  $130^\circ\text{C}$  下烘干。2) 溶液配制: 室温下配制高锰酸钾的饱和溶液 500ml、10% 的硫酸溶液 6ml, 混匀。3) 过滤剂制备: 将烘干的多孔聚四氟乙烯颗粒加入到配好的酸性高锰酸钾饱和溶液中, 浸泡两小时后取出, 利用烘箱在  $95^\circ\text{C}$  下烘干后再进行浸泡烘干三次便制成光气传感器的过滤剂。以控制电位电解型光气传感器为检测器, 不加过滤剂时通入 0.005% 的  $\text{COCl}_2$  气体, 其响应信号为  $30\mu\text{A}$ ; 通入 0.05% 的  $\text{H}_2\text{S}$  气体, 其响应信号为  $250\mu\text{A}$ 。加上过滤剂后, 通入 0.005% 的  $\text{COCl}_2$  气体, 其响应信号为  $30\mu\text{A}$ ; 再通入 0.05% 的  $\text{H}_2\text{S}$  气体, 其响应信号为  $25\mu\text{A}$ , 此结果说明该过滤剂对  $\text{COCl}_2$  不吸附对  $\text{H}_2\text{S}$  过滤效率为 95%。

实施例 6: 1) 载体处理: 将 20g 多孔聚四氟乙烯颗粒依次用自来水、丙酮、二次蒸馏水清洗, 利用烘箱在  $120^\circ\text{C}$  下烘干。2) 溶液配制: 室温下配制高锰酸钾的饱和溶液 300ml、5% 的硫酸溶液 8ml, 混匀。3) 过滤剂制备: 将烘干的多孔聚四氟乙烯颗粒加入到配好的酸性高锰酸钾饱和溶液中, 浸泡两小时后取出, 利用烘箱在  $100^\circ\text{C}$  下烘干后再进行浸泡烘干三次便制成光气传感器的过滤剂。以控制电位电解型光气传感器为检测器, 不加过滤剂时通入 0.005% 的  $\text{COCl}_2$  气体, 其响应信号为  $30\mu\text{A}$ ; 通入 0.05% 的  $\text{H}_2\text{S}$  气体, 其响应信号为  $250\mu\text{A}$ 。加上过滤剂后, 通入 0.005% 的  $\text{COCl}_2$  气体, 其响应信号为  $30\mu\text{A}$ ; 再通入 0.05% 的  $\text{H}_2\text{S}$  气体, 其响应信号为  $100\mu\text{A}$ , 此结果说明该过滤剂对  $\text{COCl}_2$  不吸附, 对  $\text{H}_2\text{S}$  过滤效率为 60%。

实施例 7: 1) 载体处理: 将 60g 多孔聚四氟乙烯颗粒依次用自来水、丙酮、二次蒸馏水清洗, 利用烘箱在 100℃ 下烘干。2) 溶液配制: 室温下配制高锰酸钾的饱和溶液 600ml、8% 的硫酸溶液 10ml, 混匀。3) 过滤剂制备: 将烘干的多孔聚四氟乙烯颗粒加入到配好的酸性高锰酸钾饱和溶液中, 浸泡两小时后取出, 利用烘箱在 80℃ 下烘干后再进行浸泡烘干三次便制成光气传感器的过滤剂。以控制电位电解型光气传感器为检测器, 不加过滤剂时通入 0.002‰ 的  $\text{COCl}_2$  气体, 其响应信号为 12 $\mu\text{A}$ ; 通入 0.05‰ 的  $\text{SO}_2$  气体时, 其响应信号为 250 $\mu\text{A}$ ; 然后通入 0.1‰ 的  $\text{H}_2\text{S}$  气体, 其响应信号为 500 $\mu\text{A}$ 。加上过滤剂后, 通入 0.002‰ 的  $\text{COCl}_2$  气体, 其响应信号为 12 $\mu\text{A}$ ; 通入 0.05‰ 的  $\text{SO}_2$  气体时, 其响应信号为 0。再通入 0.1‰ 的  $\text{H}_2\text{S}$  气体, 其响应信号为 0, 此结果说明该过滤剂对  $\text{COCl}_2$  不吸附对  $\text{H}_2\text{S}$  和  $\text{SO}_2$  过滤效率可达 100%。

实施例 8: 1) 载体处理: 将 20g 多孔聚四氟乙烯颗粒依次用自来水、丙酮、二次蒸馏水清洗, 利用烘箱在 115℃ 下烘干。2) 溶液配制: 室温下配制高锰酸钾的饱和溶液 300ml、6% 的硫酸溶液 15ml, 混匀。3) 过滤剂制备: 将烘干的多孔聚四氟乙烯颗粒加入到配好的酸性高锰酸钾饱和溶液中, 浸泡两小时后取出, 利用烘箱在 90℃ 下烘干后再进行浸泡烘干三次便制成光气传感器的过滤剂。以控制电位电解型光气传感器为检测器, 不加过滤剂时通入 0.002‰ 的  $\text{COCl}_2$  气体, 其响应信号为 12 $\mu\text{A}$ ; 通入 0.05‰ 的  $\text{SO}_2$  气体时, 其响应信号为 250 $\mu\text{A}$ ; 然后通入 0.1‰ 的  $\text{H}_2\text{S}$  气体, 其响应信号为 500 $\mu\text{A}$ 。加上过滤剂后, 通入 0.002‰ 的  $\text{COCl}_2$  气体, 其响应信号为 12 $\mu\text{A}$ ; 通入 0.05‰ 的  $\text{SO}_2$  气体时, 其响应信号为 120 $\mu\text{A}$ , 过滤效率为 52%; 再通入 0.1‰ 的  $\text{H}_2\text{S}$  气体, 其响应信号为 100 $\mu\text{A}$ , 过滤效率为 80%。

实施例 9: 1) 载体处理: 将 20g 多孔聚四氟乙烯颗粒依次用自来水、丙酮、二次蒸馏水清洗, 利用烘箱在 105℃ 下烘干。2) 溶液配制: 室温下配制高锰酸钾的饱和溶液 200ml、5% 的硫酸溶液 4ml, 混匀。3) 过滤剂制备: 将烘干的多孔聚四氟乙烯颗粒加入到配好的酸性高锰酸钾饱和溶液中, 浸泡两小时后取出, 利用烘箱在 80℃ 下烘干后再进行浸泡烘干三次便制成光气传感器的过滤剂。以控制电位电解型光气传感器为检测器, 不加过滤剂时通入 0.01% 的  $\text{COCl}_2$  气体, 其响应信号为  $60\mu\text{A}$ ; 通入 0.1% 的  $\text{Cl}_2$  气体, 其响应信号为  $500\mu\text{A}$ 。加上过滤剂后, 通入 0.01% 的  $\text{COCl}_2$  气体, 其响应信号为  $60\mu\text{A}$ ; 再通入 0.1% 的  $\text{Cl}_2$  气体, 其响应信号为 0, 此结果说明该过滤剂对  $\text{COCl}_2$  不吸附对  $\text{Cl}_2$  过滤效率可达 100%。

实施例 10: 1) 载体处理: 将 20g 多孔聚四氟乙烯颗粒依次用自来水、丙酮、二次蒸馏水清洗, 利用烘箱在 120℃ 下烘干。2) 溶液配制: 室温下配制高锰酸钾的饱和溶液 200ml、6% 的硫酸溶液 4ml, 混匀。3) 过滤剂制备: 将烘干的多孔聚四氟乙烯颗粒加入到配好的酸性高锰酸钾饱和溶液中, 浸泡两小时后取出, 利用烘箱在 80℃ 下烘干后再进行浸泡烘干三次便制成光气传感器的过滤剂。以控制电位电解型光气传感器为检测器, 不加过滤剂时通入 0.005% 的  $\text{COCl}_2$  气体, 其响应信号为  $30\mu\text{A}$ ; 通入 0.05% 的  $\text{NO}$  气体, 其响应信号为  $250\mu\text{A}$ 。加上过滤剂后, 通入 0.005% 的  $\text{COCl}_2$  气体, 其响应信号为  $30\mu\text{A}$ ; 再通入 0.05% 的  $\text{NO}$  气体, 其响应信号为 0, 此结果说明该过滤剂对  $\text{COCl}_2$  不吸附对  $\text{NO}$  过滤效率可达 100%。