



Patent dodatko-
wy do patentu: _____

Zgłoszono: 24. VI. 1963 (P 106 138)

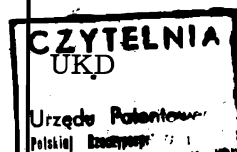
Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 8. I. 1966

Kl. 42 1, 4/06

MKP G 01 n

31/22



Współtwórcy wynalazku: mgr inż. Ludwik Lipiński, Zygmunt Dębowski

Właściciel patentu: Fabryka Sprzętu Ratunkowego i Lamp Górniczych,
Tarnowskie Góry (Polska)

Sposób wytwarzania masy wskaźnikowej do oznaczania siarkowodoru

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania masy wskaźnikowej przeznaczonej do wykrywania i oznaczania siarkowodoru.

Dotychczas stosowane do produkcji rurkowych wykrywaczy siarkowodoru masy wskaźnikowe oparte są na barwnej reakcji siarkowodoru z solami kadmu lub ołowiu. Miara stężenia siarkowodoru jest długość zabarwionej masy wskaźnikowej umieszczonej w rurce wykrywacza.

W pierwszym przypadku powstały w wyniku reakcji kanarkowo-żółty siarczek kadmu słabo kontrastuje z częścią niezabarwioną masy wskaźnikowej co zwłaszcza w trudnych warunkach pomiaru (podziemie kopalni, niedostateczne oświetlenie) wpływa ujemnie na dokładność i pewność oznaczeń.

W drugim przypadku wskutek niejednorodnej aktywności masy wskaźnikowej brunatne zabarwienie siarczku ołowiu jest nietrwałe a zabarwiona część masy nie odcina się ostro od części niezabarwionej co wpływa również ujemnie na dokładność i pewność oznaczeń.

Masa wskaźnikowa wytwarzana według wynalazku dzięki zastosowaniu aktywatora reakcji i stabilizatora zabarwienia siarczku ołowiu w postaci chlorku baru oraz nasyceniu ziarenek żelu krze-

2

mowego roztworem wskaźnikowym pod zmniejszonym ciśnieniem, pozwala na pewne i natychmiastowe wykrywanie obecności H_2S w badanej atmosferze i bezpośredni odczyt zawartości H_2S w procentach objętościowych w zakresie 0,0007—0,0070%. Masę tę umieszcza się w zamkniętej rurce, przez którą po odłamaniu zatopionych końców, dla dokonania oznaczenia, przepuszcza się badane powietrze. Masa ma tę właściwość, że w zależności od ilości H_2S zawartego w powietrzu, ulega trwałemu i jednolitemu zabarwieniu na odpowiedniej długości. Długość zabarwienia, a tym samym wielkość stężenia H_2S odczytuje się w procentach ze skali umieszczonej na szklanej rurce.

Sposób otrzymywania masy wskaźnikowej według wynalazku polega na tym, że żel krzemowy najpierw suszy się w próżni w temperaturze 100—150°C przez okres około 2 godzin, a następnie po ochłodzeniu utrzymuje się pod zmniejszonym ciśnieniem i nasycza mieszaniną dwóch roztworów, z których pierwszy składa się z 0,35%-go roztworu octanu ołowiu w 2%-wym roztworze kwasu octowego, a drugi z 2%-go roztworu chlorku baru, po czym całość miesza się aż do uzyskania jednolitej sproszkowanej masy i poddaje sezonowaniu w przeciągu 24 godzin.

Chlorek baru działa aktywująco na octan ołowiu dzięki czemu zabarwienie masy wskaźnikowej jest trwałe co najmniej kilkanaście godzin po wykona-

niu oznaczenia, a zabarwiona część masy wskaźnikowej odcina się wyraźnie na skali.

Nasycenie żelu krzemowego w próżni sprzyja jednolitemu rozprowadzeniu roztworu, a tym samym daje w efekcie jednolite zabarwienie masy wskaźnikowej co w sumie gwarantuje pewność wskazań wykrywacza.

Przykład. Żel krzemowy otrzymany znany-
mi metodami o granulacji 0,40—0,75 mm w ilości
1250 g umieszcza się w kolbie próżniowej o po-
jemności około 2 litrów i po podłączeniu do pom-
py próżniowej parowa się przez 2 godziny w tem-
peraturze 100—150°C. Następnie po ochłodzeniu,
wprowadza się w próżni z wkraplacza mieszaninę
złożoną z 500 ml 0,35%-go roztworu $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$
w 2%-wym roztworze kwasu octowego i 500 ml
2%-go roztworu $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Następnie kolbę
wstrząsa się tak długo aż masa staje się sypka.

Po 24 godzinach sezonowania, otrzymana w ten
sposób masa wskaźnikowa nadaje się do wypeł-
niania rurek przeznaczonych do wykrywania siar-
kowodoru.

Zastrzeżenia patentowe

Sposób wytwarzania masy wskaźnikowej do o-
znaczania siarkowodoru, **znamienny tym**, że żel
krzemowy wysuszony pod zmniejszonym ciśnie-
niem w temperaturze 100—150°C, ochładza się
i utrzymując próżnię nasycza mieszaniną dwóch
roztworów, z których pierwszy składa się
z 0,35%-go roztworu octanu ołowiu w 2%-wym
kwasie octowym, a drugi z 2%-go roztworu chlor-
ku baru, po czym całość miesza się aż do uzy-
skania jednolitej sproszkowanej masy i poddaje
sezonowaniu w przeciągu 24 godzin.