



Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr

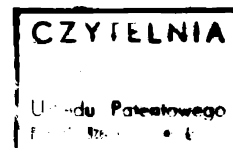
Int. Cl.² G01N 31/22

Zgłoszono: 03.08.78 (P. 208879)

Pierwszeństwo:

Zgłoszenie ogłoszono: 02.07.79

Opis patentowy opublikowano: 01.07.1982



Twórcy wynalazku: Jerzy Ciba, Henryk Stec
Uprawniony z patentu tymczasowego: Politechnika Śląska im. Wincentego Pszrowskiego,
Gliwice (Polska)

**Wskaźnik do wykrywania i ilościowego
oznaczania nadtlenków a zwłaszcza nadtlenku wodoru**

1
Przedmiotem wynalazku jest wskaźnik do wykrywania i ilościowego oznaczania nadtlenków, a zwłaszcza nadtlenku wodoru.

Znana jest kompozycja do oznaczania nadtlenku wodoru składająca się z ortotolidyny lub 2,7-dwuamino-fluorenu, jodku potasowego, molibdenianu sodu i buforu o $\text{pH} \geq 2$. Inna znana kompozycja zawiera zamiast jodku potasowego i molibdenianu sodu peroksydazę czyli enzym katalizujący reakcję nadtlenku wodoru z barwnikiem. Kompozycje te są czułe na obecność innych utleniaczy zatem wymagają stosowania środków maskujących oraz konieczne jest pozbywanie się innych utleniaczy aby się nimi posługiwać.

Wskaźnik według wynalazku do wykrywania i ilościowego oznaczania nadtlenków, a zwłaszcza nadtlenku wodoru, zawiera kompozycję o składzie w procentach wagowych 3–26% związków kobaltu, 10–62% wersenianu sodowego, 3–55% buforu o $\text{pH} \geq 10$, 5–15% polimeru ochronnego w postaci folii oraz korzystnie 0,01–0,5% detergenta niejonowego, 1–3% mocznika i 1–5% tiosiarczanu sodu. Kompozycja naniesiona jest na materiale hydrofilowym lub wymienniaczu jonowym anionoczynnym takim jak: polikondensat tioureidowy, Dowex N/CH₃⁺, Wofatyt SBW (sulfoguanidynowo-mocznikowy)

Jako materiał hydrofilowy stosuje się: bibułę, włókna celulozowe, lniane, bawełniane, wełniane, ligninę, gąbkę naturalną i poliuretanową, żel krzemionkowy.

Polimer ochronny jest to trudoprzepuszczalny dla składników atmosfery polimer, który w zetknięciu z wod-

2
nymi roztworami ulega rozpuszczeniu i podczas magazynowania wskaźników chroni je przed działaniem czynników atmosferycznych. Przykładem takiego polimeru jest: winylo-pirolidyna, rozpuszczalne w wodzie pochodne celulozy (metyloceluloza, etyloceluloza, hydroksyceluloza), rozpuszczalne w wodzie poliakryloamid, alkohol poliwinylowy, żelatyna, agar-agar, guma arabska, polioctan celulozy, polioctan winylu.

W obecności kationów tworzących z anionem wersenianowym barwne kompleksy o trwałości większej od kompleksu Co—wersenian, wskaźnikiem według wynalazku można się posługiwać pod warunkiem usunięcia tych kationów z roztworu na zasadzie reakcji wytrącania lub za pomocą wymienniacza jonowego. Do tych kationów należą Fe³⁺, Cr³⁺, Ni²⁺.

Kompozycja charakteryzuje się dobrą rozdzielczością barwy, szczególnie przy wyższych stężeniach nadtlenków oraz dużą odpornością na inne utleniacze, na przykład: nadmanganian, chromian, bromian, chloran, nadsiarczan. Wskaźnikiem można oznaczać 0,3 do 100 mg H₂O₂ w dm³, posługując się nim identycznie, jak papierkiem lakmusowym.

Opisanym wskaźnikiem można oznaczyć nadtlenki w obecności utleniaczy pod warunkiem usunięcia nadtlenków z roztworu np. przez destylację, mikrodyfuzję. Wtedy nadtlenki oznaczają się trzymając wskaźnik w przestrzeni nad roztworem.

Przykład I. Bibułę nasycano roztworem zawierającym 3% siarczanu kobaltu 10% wersenianu sodowego, 3% buforu węglanowego o $\text{pH} = 12,9$, 0,01% detergentu

dodecylofenylopolioksyetylowanego, 3% tiosiarczanu sodu. Bibulę po wysuszeniu pokryto błoną uzyskaną przez zanurzenie bibuły do 5% roztworu wodnego alkoholu poliwinylowego.

Za pomocą tego wskaźnika oznaczono 0,5 mg H_2O_2 w dm^3 próbki.

Przykład II. Bibulę nasycono roztworem zawierającym 6% siarczanu kobaltu, 62% wersenianu sodowego, 35% buforu borakowego o $pH = 10$, 0,01% dodecylofenolu polioksyetylowanego o liczbie etoksyłowania równej 14 jako detergentu niejonowego, 15% winylopirolidyny, 1% mocznika.

Za pomocą tego wskaźnika oznaczono 10 mg nadtlenu kumenu w $1 dm^3$ próbki.

Przykład III. Wymieniacz jonowy (sulfoguanidynowomocznikowy) osadzony w bibule nasycono roztworem zawierającym 26% azotanu kobaltu, 36% wersenianu sodowego, 15% buforu fosforanowego o $pH = 12,9$, 3% mocznika, 0,5% dodecylofenolu polioksyetylowanego o liczbie etylowania równej 14 jako detergentu niejonowego. Po wysuszeniu kompozycję na bibule zabezpieczono warstwą ochronną przez impregnowanie 5% roztworem polioctanu winylowego w acetonie.

Za pomocą tego wskaźnika oznaczono 20 mg H_2O_2 w $1 dm^3$ próbki.

Przykład IV. Wskaźnik jak w przykładzie I z tą różnicą, że nie zawiera ani detergentu niejonowego, ani tiosiarczanu sodowego.

Oznaczono 50 mg BaO_2 próbki.

Przykład V. Wskaźnik jak w przykładzie III z tą różnicą, że nie zawiera mocznika. Oznaczono 80 mg nadtlenu mocznika w $1 dm^3$ próbki.

Przykład VI. Postępowano identycznie jak w przykładzie I, z tą różnicą że zamiast bibuły użyto płóciennego paska. Pasek nasycono roztworem, wysuszono i pokryto błoną wodnego 1% roztworu winylopirolidyny.

Przykład VII. Postępowano identycznie jak w przykładzie II, z tą różnicą że zamiast bibuły użyto paska z gąbki poliuretanowej, który nasycono roztworem zawierającym zamiast 15% winylopirolidyny-5% żelatyny.

Przykład VIII. Postępowano identycznie jak w przykładzie III, z tą różnicą, że zamiast wymieniacza jonowego sulfoguanidynowo-mocznikowego użyto żelu krzemionkowego osadzonego na bibule. Po wysuszeniu kompozycję zabezpieczono warstwą ochronną 5% roztworu agar-agaru.

Zastrzeżenia patentowe

1. Wskaźnik do wykrywania i ilościowego oznaczania nadtlenu a zwłaszcza nadtlenu wodoru, **znamienny tym**, że zawiera kompozycję o składzie w procentach wagowych 3-26% związków kobaltu, 10-62% wersenianu sodowego, 3-55% buforu o $pH \geq 10,5$ -15% polimeru trudnoprzepuszczalnego dla składników atmosfery i rozpuszczalnego w wodnych roztworach, w postaci folii, przy czym kompozycja naniesiona jest na materiale hydrofilowym, lub wymieniaczu jonowym anionoczynnym.

2. Wskaźnik według zastrz. 1. **znamienny tym**, że zawiera 0,01-0,5% detergenta niejonowego.

3. Wskaźnik według zastrz. 1. albo 2. **znamienny tym**, że zawiera 1-5% tiosiarczanu sodu.

4. Wskaźnik według zastrz. 1 albo 2. **znamienny tym**, że zawiera 1-3% mocznika.