

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

64953

Patent dodatkowy
do patentu _____

Kl. 42 1, 4/06

Zgłoszono: 25.VI.1968 (P 127 728)

Pierwszeństwo: _____

MKP G 01 n 31/22

Opublikowano: 25.V.1972



Twórca wynalazku: Czesław Osnowski

Właściciel patentu: Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Polskie
Odczynniki Chemiczne”, Gliwice (Polska)

Sposób wytwarzania masy wskaźnikowej do oznaczania dwutlenku siarki w powietrzu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania masy wskaźnikowej do oznaczania zawartości dwutlenku siarki w powietrzu, składającej się z żelu krzemionkowego oraz wodnego roztworu jodanu potasowego i skrobi.

Znany jest sposób wytwarzania masy reakcyjnej do oznaczania dwutlenku siarki w powietrzu opisany w patencie nr 39 976. Według tego sposobu, żel krzemionkowy, nie zawierający śladów kwasu moczy się przez 20 minut w stężonym kwasie azotowym, po czym myje zimną wodą aż do obojętnego wobec metyloranżu odczynu wody i suszy w temperaturze 200—230°C. Otrzymany żel zawiera od 0,1% do 0,2% wagowych HNO_3 .

Odmianą znanego sposobu jest moczenie żelu w nadmiarze 0,12%-owego roztworu kwasu siarkowego, odciągnięcie nadmiaru kwasu i wysuszenie w temperaturze 200—230°C. Otrzymany żel zawiera 0,1% wagowych H_2SO_4 . Sporządzony żel krzemionkowy zalewa się następnie nadmiarem wodnego roztworu zawierającego 0,67% wagowych jodanu potasowego i 0,33% wagowych skrobi, odciąga nadmiar roztworu i suszy otrzymaną masę reakcyjną w temperaturze pokojowej do osiągnięcia stanu sypkiego.

Wytworzona tym sposobem masa reakcyjna wykazuje szereg niedogodności, które w poważnym stopniu utrudniają jej stosowanie do oznaczania zawartości dwutlenku siarki w powietrzu, zwa-

2

szcza w przedziale stężeń od 0,01 do 0,3 mg SO_2 na 1 l powietrza.

Sposobem tym nie można otrzymać powtarzalnych wyników w zakresie podstawowych własności mas reakcyjnych do których należą: strefowy charakter zabarwienia masy, odpowiednie długości barwnej strefy w zależności od stężenia SO_2 w powietrzu oraz stabilność masy w czasie jej przechowywania. Znaczna część mas reakcyjnych wytworzonych znanym sposobem zabarwia się w sposób ciągły, co uniemożliwia ich stosowanie do ilościowych oznaczeń, część mas daje zbyt krótkie barwne strefy, co znów poważnie obniża dokładność oznaczenia, a większość mas reakcyjnych zmienia swe własności, zwłaszcza w pierwszych kilku miesiącach ich przechowywania, co przedłuża cykl produkcyjny oraz jest przyczyną niestabilności rurek wskaźnikowych. Niektóre masy reakcyjne zabarwiają się samorzutnie w zatopionych rurkach w okresie gwarancyjnym, co dyskwalifikuje produkt.

Celem sposobu według wynalazku jest otrzymywanie stabilnych mas wskaźnikowych o powtarzalnych własnościach, dających długie strefowe zabarwienia zwłaszcza w przedziale stężeń od 0,01 do 0,3 mg SO_2 /1 litr powietrza.

Niespodziewanie okazało się, że cel ten można osiągnąć stosując do wytwarzania masy wskaźnikowej dokładnie zubożony żel krzemionkowy,

który nasycy się wodnym obojętnym roztworem wskaźnikowym.

Według wynalazku, żel krzemionkowy aktywowany uprzednio w znany sposób kwasem solnym i wymyty wodą, zobojętnia się w zawiesinie wodnej rozcieńczonym, korzystnie 1%-owym roztworem wodorotlenku sodowego i/lub potasowego na gorąco, w temperaturze 80—100°C w obecności wskaźnika acydymetrycznego — czerwieni fenolowej, aż do trwałego oranżowo-czerwonego zabarwienia fazy wodnej, myje wielokrotnie zimną i gorącą wodą i suszy w temperaturze 130—150°C, po czym zalewa się go obojętnym wobec czerwieni fenolowej roztworem wodnym jodanu potasowego i skrobi w takiej ilości i takim stężeniu, aby na 100 g żelu krzemionkowego przypadały równe ilości w zakresie od 0,45 g do 1,05 g każdego składnika i suszy w temperaturze 35°C—45°C do zawartości 20—27% wody.

Zobojętniony sposobem według wynalazku żel krzemionkowy jest całkowicie obojętny i nie zmienia po zmieszaniu z roztworem czerwieni fenolowej, oranżowego zabarwienia wskaźnika.

Masy wskaźnikowe wytwarzane sposobem według wynalazku charakteryzują się dobrą powtarzalnością swych własności i wysoką stabilnością, niezależnie od partii żelu, z którego zostały wykonane. Umieszczone w rurek wskaźnikowych dają z dwutlenkiem siarki strefowe zabarwienia, o ostrych, bardzo wyraźnie odcinających się krawędziach, a długość barwnych stref jest ściśle zależna od stężenia SO_2 w powietrzu, dzięki czemu ilościowe oznaczenia są dokładne i pewne. Masy te nie wykazują niedogodności mas reakcyjnych wytwarzanych dotychczas znanym sposobem.

Szczegółowy sposób wytwarzania według wynalazku, masy wskaźnikowej do oznaczania zawartości dwutlenku siarki w powietrzu przedstawiony jest w przykładzie wykonania.

Przykład. 2,0 kg żelu krzemionkowego o granulacji 0,3—0,6 mm i kwasowości 0,01% w przeliczeniu na HCl miesza się z trzykrotnie większą ilością wody destylowanej. Do zawiesiny dodaje się 0,02%-owego roztworu czerwieni fenolowej w ilości powodującej wyraźnie zabarwienie wody i zobojętnia 1%-owym wodnym roztworem wodorotlenku sodowego w ilości około 100 ml w temperaturze 80—90°C, ciągle mieszając. Operacja jest

zakończona, jeżeli powstałe oranżowo-czerwone zabarwienie fazy wodnej nie zmienia się w ciągu jednej godziny. Zobojętniony żel krzemionkowy przemywa się cztery razy zimną i gorącą wodą, filtruje i suszy w temperaturze 130—150°C w ciągu 8 godzin, po czym odsiewa się pył na sicie o wielkości oczek 0,3 mm. 1,6 kg zobojętnionego żelu krzemionkowego nasycy się 2,4 litra roztworu zawierającego 0,33% jodanu potasowego i 0,33% skrobi rozpuszczalnej. Roztwór ten, po dodaniu wskaźnika czerwieni fenolowej barwi się na kolor oranżowy. Nasycony żel suszy się w temperaturze 40°C do zawartości 25% roztworu. Otrzymuje się 2,135 kg gotowej masy wskaźnikowej.

Masa wskaźnikowa, badana w rurkach o wewnętrznej średnicy 4,5 mm przy szybkości przepływu skażonego powietrza wynoszącej 0,5 l/minutę, w ciągu 1 minuty dawała barwne, ciemnoniebieskie strefy o długościach:

dla stężenia SO_2	0,02 mg/l	— 3 mm
„ „ „	0,05	— 6 mm
„ „ „	0,15	— 13 mm
„ „ „	0,30	— 20 mm

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania masy wskaźnikowej do oznaczania dwutlenku siarki w powietrzu, składającej się z żelu krzemionkowego oraz roztworu wodnego jodanu potasowego i skrobi, **znamiennym** tym, że żel krzemionkowy aktywowany uprzednio w znany sposób kwasem solnym i wymyty wodą, zobojętnia się w zawiesinie wodnej rozcieńczonym, korzystnie 1%-owym roztworem wodorotlenku sodowego i/lub potasowego w obecności wskaźnika czerwieni fenolowej w temperaturze od 80 do 100°C aż do osiągnięcia trwałego oranżowo-czerwonego zabarwienia fazy wodnej, myje go zimną i gorącą wodą i suszy w temperaturze 130 do 150°C, po czym zalewa obojętnym wobec czerwieni fenolowej roztworem wodnym jodanu potasowego i skrobi, w takiej ilości i o takim stężeniu aby na 100 g żelu krzemionkowego przypadały równe ilości w zakresie od 0,45 g do 1,05 g każdego składnika i suszy w temperaturze 35°C—45°C do zawartości 20—27% wody.