

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

140403

Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 83 09 12 (P. 243743)

Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono: 85 03 26

Opis patentowy opublikowano: 1987 09 25

Int. Cl.⁴ G01N 31/22

CZYTELNIA

Urząd Patentowy
P. 4 87 4 1987

Twórcy wynalazku: Czesław Osnowski, Anna Czekalska

Uprawniony z patentu: Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe
„POLSKIE ODCZYNNIKI CHEMICZNE”,
Gliwice (Polska)

Masa wskaźnikowa do oznaczania zawartości chloru i dwutlenku azotu w powietrzu

1

Przedmiotem wynalazku jest masa wskaźnikowa do oznaczania zawartości chloru i dwutlenku azotu w powietrzu, dająca barwne strefy o długościach będących funkcją stężenia oznaczanych związków. Masa ta oparta jest na reakcji chloru i dwutlenku azotu z o-dwuanyzydyną.

Znane wykrywacze chloru zawierają masy wskaźnikowe, w których składnikiem reaktywnym jest o-tolidyna dająca z chlorem żółte zabarwienie, znacznie mniej intensywne i kontrastowe aniżeli rudo-brunatne zabarwienie z o-dwuanyzydyną. W znanych wykrywaczach dwutlenku azotu stosowana jest jako składnik reaktywny N,N'-dwufenylobenzydyna dająca z dwutlenkiem azotu szare lub niebiesko-szare zabarwienie o nieostrych granicach barwnej strefy. W niektórych rodzajach wykrywaczy gazów nitrozowych stosowana jest do oznaczania wysokich stężeń dwutlenku azotu masa wskaźnikowa zawierająca o-dwuanyzydynę, lecz brak jest danych literaturowych o sposobie jej sporządzania. Ponadto, masa ta posiada szare zabarwienie pogłębiające się z czasem przy równoczesnym zmniejszaniu się czułości reakcji co znacznie osłabia intensywność i kontrastowość indykowanego przez dwutlenek azotu czerwono-brunatnego zabarwienia i czyni ją nieprzydatną do oznaczania stężeń w obrębie najwyższego dopuszczalnego stężenia (NDS).

Celem wynalazku jest znalezienie takich składników mas wskaźnikowych, które w kompozycji

2

z o-dwuanyzydyną dawałyby bezbarwne i trwałe masy wskaźnikowe umożliwiające oznaczanie zawartości chloru i dwutlenku azotu w powietrzu w szerokim zakresie stężeń. Stwierdzono, że oczyszczona, bezbarwna o-dwuanyzydyna nie jest trwała w rozpuszczalnikach organicznych zazwyczaj stosowanych w praktyce laboratoryjnej i szybko się zabarwia w wyniku samorzutnego utleniania. Masy wskaźnikowe sporządzone z takich roztworów ciemnieją i tracą aktywność najdalej po paru miesiącach. Stwierdzono następnie, że roztwory o-dwuanyzydyny w trójetylenoglikolu bardzo powoli się utleniają, a masy wskaźnikowe z nich sporządzone są reaktywne i trwałe przez wiele miesięcy, jednak zabarwienie jakie dawały z chlorem było niejednorodne, różnokolorowe i szybko zanikało, zaś z dwutlenkiem azotu zbyt długie i nieostre strefy barwne.

Stwierdzono, że dodanie do masy wskaźnikowej niewielkiej ilości pylistego tlenku magnezu przyczepnego do miki stabilizuje zabarwienie z chlorem i czyni je jednorodnym oraz zwiększa ostrość i kontrastowość zabarwienia masy z dwutlenkiem azotu. Stwierdzono wreszcie, że dodatek małej ilości trójetanoluaminy do roztworu o-dwuanyzydyny w trójetylenoglikolu zwiększa jeszcze stabilność mas wskaźnikowych zapobiegając powstawaniu nawet słabych odcieni niepożądanego żółtego lub różowego zabarwienia, oraz zwiększa zdolność absorpcyjną masy wskaźnikowej w stosunku do dwutlenku

azotu, umożliwiając dzięki temu korzystną regulację długości barwnych stref, również w wykrywaczach dla dużych stężeń chloru. Roztwory trójetylenoglikolowe posiadają jednak zbyt dużą lepkość co utrudnia ich równomierne rozprowadzanie na powierzchni nośnika, korzystne okazało się więc, zastosowanie odpowiedniego rozcieńczalnika, który nie wywierał szkodliwego wpływu na kompozycję wskaźnikową. Stwierdzono, że takim rozcieńczalnikiem może być aceton, usuwany następnie z masy wskaźnikowej przez odparowanie w temperaturze pokojowej.

Cel wynalazku osiągnięto przez opracowanie kompozycji wskaźnikowej służącej do oznaczania zawartości chloru i dwutlenku azotu w powietrzu, która zawiera o-dwuanizydynę, trójetylenoglikol, trójetanoloaminy oraz tlenek magnezu. Masa wskaźnikowa według wynalazku składa się z 98,3—99,993% wagowych nośnika, korzystnie szkła mielonego o granulacji 0,1—0,9 mm, 0,001—0,25% wag. o-dwuanizydyny, 0,005—0,5% wag. trójetylenoglikolu, 0,000—0,4% wag. trójetanoloaminy oraz 0,001—0,5% wag. tlenku magnezu.

Masa wskaźnikowa według wynalazku umożliwia sporządzanie trwałych wykrywaczy chloru, dwutlenku azotu, a także tych związków chemicznych, które można utlenić do chloru lub dwutlenku azotu przy pomocy dodatkowej masy utleniającej umieszczonej przed masą wskaźnikową, jak na przykład tlenek azotu i niektóre chlorowęgłowodory. Masy wskaźnikowe według wynalazku przedstawione są w przykładach wykonania.

Przykład I. Do 830 g szkła o granulacji 0,3—0,6 mm wlewa się świeżo sporządzony roztwór zawierający 0,375 g trójetylenoglikolu i 0,030 g o-dwuanizydyny w 10 cm³ acetonu, miesza w temperaturze pokojowej do zaniku zapachu acetonu, po czym dodaje 0,050 g tlenku magnezu przyczepnego do miki, miesza dokładnie przez 0,5 godziny

i pakuje do szczelnego słoja ze szkła oranżowego i przechowuje w ciemnym miejscu. Otrzymana biała masa wskaźnikowa daje przy 10 ruchach pompki harmonijkowej i stężeniach chloru: 1,5; 3; 6; 9; 12; 15 mg/m³ jasno-brunatne strefy o długościach kolejno: 5, 9, 13, 18, 23, 28 mm.

Przykład II. Do 1 kg szkła o granulacji 0,3—0,6 mm wlewa się świeżo przyrządzony roztwór zawierający 0,5 g trójetylenoglikolu, 0,27 g trójetanoloaminy i 0,167 g o-dwuanizydyny w 20 cm³ acetonu, miesza w temperaturze pokojowej do zaniku zapachu acetonu, po czym dodaje 0,45 g tlenku magnezu przyczepnego do miki, miesza przez 0,5 godziny, pakuje i przechowuje jak w przykładzie I. Otrzymana masa wskaźnikowa obejmuje zakres stężeń chloru od 10—100 mg/m³.

Przykład III. Do 1 kg szkła o granulacji 0,15—0,30 mm wlewa się świeżo sporządzony roztwór zawierający 1,2 g trójetylenoglikolu, 0,6 g trójetanoloaminy i 0,080 g o-dwuanizydyny w 20 cm³ acetonu, po czym postępuje jak w przykładzie I, dodając 1,0 g tlenku magnezu przyczepnego do miki. Otrzymana biała masa wskaźnikowa daje po 10 ruchach pompki harmonijkowej jasno-brunatne strefy indykacyjne o długościach: dla stężeń dwutlenku azotu 5, 10, 20, 30, 40, 50 mg/m³ odpowiednio 5, 10, 15, 20, 25, 30 mm.

Zastrzeżenie patentowe

Masa wskaźnikowa do oznaczania zawartości chloru i dwutlenku azotu w powietrzu zawierająca nośnik powleczony o-dwuanizydyną, **znamiennie tym**, że składa się z o-dwuanizydyny w ilości 0,001—0,25% wagowych, trójetylenoglikolu w ilości 0,005—0,5% wagowych, trójetanoloaminy w ilości 0,000—0,4% wagowych, tlenku magnezu w ilości 0,001—0,5% wagowych oraz nośnika, korzystnie szkła mielonego o granulacji 0,1—0,9 mm w ilości 98,3—99,993% wagowych.