



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 41450

Kl. 42 1, 4/06

Centralny Instytut Ochrony Pracy *)

Warszawa, Polska

Sposób otrzymywania rurki wskaźnikowej do oznaczania dwusiarczku węgla w powietrzu

Patent trwa od dnia 31 grudnia 1957 r.

Jak wiadomo dwusiarczki węgla pod działaniem amin drugorzędowych w obecności soli miedzi tworzy dwutiokarbaminian miedzi o żółto-brunatnym zabarwieniu. Reakcja ta jest podstawą kolorymetrycznego oznaczania dwusiarczku węgla, przy czym stosuje się zwykle 1%-owy roztwór dwuetyloaminy lub piperydyny w alkoholu etylowym z dodatkiem niewielkiej ilości 0,05%-owego roztworu octanu miedziowego.

Masa reakcyjna do rurek wskaźnikowych, przygotowana przez nasycenie aktywnego żelu krzemionkowego powyższymi odczynnikami nie daje pożądanego efektu, ponieważ czułość jej i trwałość są bardzo małe. Przy zastosowaniu do nasycania żelu roztworów o większym stężeniu czułość masy wprawdzie znacznie wzrasta i dochodzi do 0,005 mg CS₂, jednak trwałość jej w dalszym ciągu jest mała. Rurki wskaźnikowe napełnione tą masą i zatopione, już po paru

dniach nie nadają się do użytku, ponieważ warstwa reakcyjna zabarwia się na żółto i z dwusiarczkiem węgla reakcji barwnej nie daje.

W sposobie według wynalazku trudność ta została usunięta. Masa reakcyjna sporządzona w sposób poniżej podany jest trwała i nie zmienia swych własności przez dłuższy czas.

Do sporządzenia masy reakcyjnej przygotowuje się żel zawierający 2—6% wagowych alkaliów w przeliczeniu na kwaśny węglan sodowy. W celu przygotowania żelu w odpowiedniej alkaliczności wychodzi się z żelu krzemionkowego o średnicy ziaren 0,4—0,6 mm i zdolności zatrzymywania par benzenu w ilości 40—60% w stosunku wagowym, który zalewa się 0,5%-owym roztworem wodorotlenku sodowego i ogrzewa na łaźni wodnej przez około 45 minut, następnie płucze 4—5 razy wodą destylowaną i suszy w ciągu 3 godzin w temperaturze 170—180°C. Do alkaliczowania żelu można też zastosować zamiast roztworu ługu 1%-wy roztwór kwaśnego węglanu sodowego.

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest inż. mgr Aleksandra Kryńska.

Tak przygotowany żel nasycy się roztworem octanu aminomiedziowego, otrzymanym przez zmieszanie 20 części wagowych 0,05-owego roztworu octanu miedziowego $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ w alkoholu etylowym i 1 części wagowej 25%-wej wody amoniakalnej.

Żel zalewa się roztworem w ilości 1 ml roztworu na 1 g żelu, masę miesza się i suszy w temperaturze 100—130°C w ciągu 30 minut. Żel nasycy się następnie roztworem, zawierającym 10—20% piperydyny i 10% trójetanolaminy w alkoholu n-butylovym. Zamiast trójetanolaminy można też stosować roztwór wody amoniakalnej 25%-wej w ilości 8—10% objętościowych. Do nasycenia żelu używa się 3,5 ml roztworu na 5 g żelu. Po wymieszaniu masa powinna być wilgotna, ale przy nasypywaniu do rurki nie powinna przyklejać się do ścianek. Przygotowaną masę reakcyjną należy natychmiast szczelnie zamknąć aby zapobiec jej wysychaniu.

Rurki wskaźnikowe napełnione masą reakcyjną są trwałe i mogą być używane przez okres kilku miesięcy po ich sporządzeniu. Ciężość rurki wynosi 0,005 mg CS_2 .

W przypadku obecności w powietrzu siarkowodoru, który również reaguje z masą wskaźnikową można go usunąć umieszczając w rurce, przed warstwę reakcyjną, warstwę oczyszczającą, składającą się z porcelany (niepolewanej) o średnicy ziaren 0,5—0,65 mm, nasyczonej roztworem octanu aminomiedziowego otrzymanego przez zmieszanie 2 części wagowych 5%-wego wodnego roztworu octanu miedziowego z 1 częścią wagową 35%-wej wody amoniakalnej.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania rurki wskaźnikowej do oznaczania dwusiarczku węgla w powietrzu, znamieny tym, że do wypełnienia rurki stosuje się masę reakcyjną przygoto-

waną z żelu krzemionkowego zawierającego alkalia, który nasycy się roztworem octanu amino-miedziowego i po wysuszeniu masy roztworem zawierającym piperydynę i alkohol butylowy.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że do sporządzania masy reakcyjnej stosuje się żel krzemionkowy o zawartości alkaliów 2—6%, o średnicy ziaren 0,4—0,6 mm, o zdolności zatrzymywania par benzenu 40—60% w stosunku wagowym, uaktywniony przez ogrzewanie go na łaźni wodnej w ciągu 45 min, z 6—10-krotną ilością 0,5%-wego roztworu wodorotlenku sodowego, lub 1%-wego roztworu kwaśnego węglanu sodowego zlanie roztworu ługu; 4—5-krotne przemycie żelu przez dekantację wodą destylowaną i wysuszenie w temperaturze 170—180° C.
3. Sposób według zastrz. 1, 2, znamieny tym, że stosuje się roztwór octanu amino-miedziowego otrzymany przez zmieszanie 20 części wagowych 0,5%-wego alkoholowego roztworu octanu miedziowego i jednej części wagowej 25%-wej wody amoniakalnej.
4. Sposób według zastrz. 1—3, znamieny tym, że do wtórnego nasycenia masy reakcyjnej, po wysuszeniu, stosuje się roztwór składający się z 10—20% piperydyny, 8—10% trójetanolaminy (lub wody amoniakalnej 25%-wej) i 70—80% alkoholu butylowego.
5. Sposób według zastrz. 1—4, znamieny tym, że masę suszy się w temperaturze 100—130°C w ciągu 30 minut.
6. Sposób według zastrz. 1—5, znamieny tym, że w rurce przed masą reakcyjną umieszcza się masę oczyszczającą, składającą się z porcelany nie polewanej, nasyczonej odpowiednią mieszaniną octanu miedziowego i wody amoniakalnej, usuwającą siarkowodor z badanego powietrza.

Centralny Instytut Ochrony Pracy