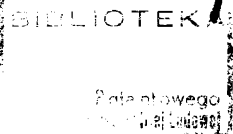


Opublikowano dnia 10 maja 1956 r.



9.01 m 21/20



## POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

# OPIS PATENTOWY

Nr 38857

Kl. 42 I, 4/13

Zakłady Przemysłu Chemicznego „Pabianice“\*)

Przedsiębiorstwo Państwowe Wyodrębnione  
Pabianice, Polska

### Kolorymetryczny sposób oznaczania chlorobenzenu w powietrzu

Patent trwa od dnia 27 maja 1954 r.

Wynalazek dotyczy kolorymetrycznego sposobu oznaczania w powietrzu chlorobenzenu, który przy jego zawartości powyżej 0,005 mg/l jest uważany za szkodliwy dla zdrowia ludzkiego.

Do oznaczania stężenia chlorobenzenu w powietrzu stosuje się kolorymetryczną metodę ketonową, opartą na nitrowaniu chlorobenzenu do dwunitrochlorobenzenu, a następnie traktowaniu dwunitrozwiązku ketonem, np. acetonem, z którym wytwarza się w środowisku zasadowym związek o zabarwieniu czerwonym. Posługując się skalą wzorcową, w zależności od intensywności zabarwienia otrzymanego roztworu, określa się stężenie chlorobenzenu w powietrzu.

Drugi znany kolorymetryczny sposób oznaczania chlorobenzenu w powietrzu polega na nitrowaniu chlorobenzenu do dwunitrochlorobenzenu, a następnie na traktowaniu mieszaniny reakcyjnej pirydyną, przy czym po dokładnym zmieszaniu i dodaniu silnej zasady, np. ługu po-

tasowego, otrzymuje się roztwór fioletowy, który bada się kolorymetrycznie, posługując się skalą wzorcową.

Pierwszy podany wyżej sposób posiada tę wadę, że nie jest swoisty, to znaczy, że w obecności innych aromatycznych związków jednopierścieniowych daje błędne wyniki wskutek tego, że związki te również tworzą z acetonem w środowisku zasadowym związki barwne.

Przy stosowaniu drugiego sposobu przepis sporządzania wzorców (M. W. Aleksiejew — P.Z.W. Ł. — 1951 — Oznaczanie szkodliwych substancji w powietrzu zakładów pracy, str. 298) jest następujący. Odmierzoną ilość chlorobenzenu poddaje się nitrowaniu do dwunitrochlorobenzenu za pomocą mieszaniny nitrującej, po czym mieszaninę reakcyjną zobojętnia się 40%owym

\*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest mgr Włodzimierz Grabowicz.

NaOH i dodaje wody w ilości stanowiącej 10-ciokrotną ilość mieszaniny nitrującej. Następnie według tabeli sporządza się z otrzymanego roztworu 5 ml-owe próbki wzorcowe o różnym stężeniu dwunitrochlorobenzenu, przy czym uzupełnienie do 5 ml uskutecznia się za pomocą 5%-owego roztworu siarczanu sodowego. Do każdej próbki wzorcowej dodaje się po 1 ml pirydyny, wyklóca i ogrzewa na łaźni wodnej w temperaturze 50 — 60°C w ciągu 10 — 15 minut. Po ostudzeniu do każdej próbki wzorcowej dodaje się 0,5 ml 40%-owego NaOH, a po odstaniu oddziela się warstwę pirydynową już zabarwioną na kolor fioletowy.

Stwierdzono, że według opisanego, znanego sposobu tylko w jednej próbce, zawierającej największą ilość wzorcowego roztworu chlorobenzenu, wydziela się po zalkalizowaniu 1 ml zabarwionej pirydyny, z pozostałych natomiast próbek skali wzorcowej wydziela się coraz to grubsza warstwa pirydyny rozcieńczonej wodą, w miarę coraz to mniejszej zawartości dwunitrochlorobenzenu. Próbką, przez którą przepuszczono powietrze badane na zawartość chlorobenzenu, w ostatecznym wyniku posiada stężenie  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  odpowiadające próbce wzorcowej o największej zawartości dwunitrochlorobenzenu, dzięki czemu pirydyna wydziela się w niej w postaci nie uwodnionej, a więc zajmuje objętość tylko 1 ml. Dzięki temu jest rzeczą niemożliwą określenia stężenia barwnika w warstwie pirydynowej, a przez to i badanie kolorymetryczne.

Stwierdzono, że przez dobranie odpowiedniego stężenia  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  dodawanego przy uzupełnianiu 5-cio ml próbek wzorcowych, otrzymuje się próbki wzorcowe, w których warstwa pirydyny zajmuje jednakową objętość — 1 ml.

Sposób według wynalazku polega na dodawaniu do przygotowywanych próbek wzorcowych roztworu siarczanu sodu, którego stężenie umożliwia całkowite wysolenie pirydyny z roztworu i który otrzymuje się np. przez zobojętnienie 10 ml mieszaniny nitrującej za pomocą 40%-owego ługu sodowego i rozcieńczenie wodą do 100 ml.

Stwierdzono również, że najkorzystniejsze warunki do wytwarzania się związku barwnego zależą od temperatury, którą należy utrzymywać w granicach 90 — 100°C w ciągu 10 — 15 minut.

W celu wyeliminowania sporządzania każdorazowo skali wzorców, co jest rzeczą bardzo kłopotliwą, stosuje się według wynalazku badanie próbki w fotometrze, którego zdolność absorbcyjną wykreśla się uprzednio w postaci krzywej, przy użyciu próbek o znanym stężeniu.

Przy posługiwaniu się fotometrem ilość 1 ml zabarwionej pirydyny jest niedostateczna do badania w nim próbki. Trudność tę eliminuje się według wynalazku przez rozcieńczenie wydzielonej i oddzielonej warstwy pirydyny rozpuszczalnikiem nie wpływającym ujemnie na zabarwienie pirydyny, np. alkoholem etylowym. Badanie roztworu w fotometrze należy przeprowadzić w ciągu 10 — 20 minut po jego sporządzeniu.

Stwierdzono, że przy oznaczaniu chlorobenzenu w powietrzu sposobem według wynalazku zawartość nawet dużej ilości benzenu w powietrzu badanym nie wpływa ujemnie na wynik oznaczania chlorobenzenu.

Stwierdzono również, że przy posługiwaniu się fotometrem najbardziej intensywny stopień zabarwienia pirydyny rozcieńczonej alkoholem etylowym otrzymuje się przy użyciu 1,5 ml pirydyny dodawanej do 5 ml-owych próbek.

Przy stosowaniu sposobu według wynalazku otrzymuje się ściśle wyniki powtarzalne, umożliwiające wykrywanie nawet 0,001 mg chlorobenzenu w 5 ml próbkach.

#### Zastrzeżenia patentowe

1. Kolorymetryczny sposób oznaczania chlorobenzenu w powietrzu przez nitrowanie zaabsorbowanego chlorobenzenu za pomocą mieszaniny nitrującej, zobojętnianie, wyklócanie z pirydyną, podgrzewanie i porównywanie z próbkami skali wzorcowej, otrzymywanymi przez nitrowanie określonych ilości chlorobenzenu, zobojętnianie, rozcieńczanie próbek o różnej zawartości dwunitrochlorobenzenu do 5 ml za pomocą roztworu siarczanu sodowego, dodawanie pirydyny i podgrzewanie, znamienny tym, że próbki skali wzorcowej rozcieńcza się roztworem  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  o stężeniu powodującym całkowite wydzielanie się pirydyny w ilości pierwotnie wziętej, przy czym tak próbkę badaną, jak i próbki skali wzorcowej podgrzewa się do temperatury 90° — 100°C w ciągu 10 — 15 minut.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że do rozcieńczania 5 ml próbek stosuje się roztwór siarczanu sodowego otrzymywany przez zobojętnienie 10 ml mieszaniny nitrującej za pomocą 40%-owego ługu sodowego i rozcieńczenie wodą do 100 ml.
3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tym, że oznaczenie przeprowadza się w fotometrze, którego krzywą absorbcji, wykreśla się przy użyciu próbek o znanym stężeniu.

4. Sposób według zastrz. 1 — 3, znamienny tym, że do 5 ml próbek dodaje się 1,5 ml pirydyny, którą po oddzieleniu rozcieńcza się do 10 ml rozpuszczalnikiem nie zmieniającym zabarwienia warstwy pirydynowej, np. alkoholem etylowym, po czym otrzymany roztwór poddaje się badaniu w fotometrze.

Zakłady Przemysłu  
Chemicznego „Pabianice“

Przedsiębiorstwo Państwowe  
Wyodrębnione

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych