



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

239 862

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 12 01 84
(21) PV 267-84

(51) Int. Cl.³
G 01 N 31/22

(40) Zveřejněno 13 06 85
(45) Vydáno 01 07 87

(75) HALÁMEK EMIL doc.ing.CSc., VYŠKOV; PŘIKRYL FRANTIŠEK prof.ing.CSc., BRNO;
Autor vynálezu TESÁREK JIŘÍ ing., PRAHA; SOUČEK JAN doc. RNDr. CSc.;
KELLNER JOSEF doc.ing.CSc.; KREMLIČKA ANTONÍN;
VEVERKA VÁCLAV; KALÁŠKOVÁ OLGA, VYŠKOV

(54) Způsob detekce a stanovení aktivního chloru

Řešení spočívá v tom, že se analyzovaný vzorek obsahující aktivní chlor nechá reagovat s derivátem fenylmethanu, například s aminotetramethyldiaminodifenylmethanem v roztoku nebo na nosiči, například papíru a podle změny zbarvení a doby, která je k tomu potřeba, se určí přítomnost a koncentrace aktivního chloru ve vzorku. Indikátorový systém umožňuje rychlé a jednoduché zjištění obsahu aktivního chloru. Uvedená metoda analýzy může být využita při detekci a stanovení chloru v belicích lázních, při zpracování celulózy a papíru i v textilním průmyslu.

Vynález se týká způsobu detekce a stanovení aktivního chloru.

Pro detekci aktivního chloru byla dosud využita kolorimetrie, kdy chlor reagoval s činidlem 4-dimethylazobenzen-2-karboxylovou kyselinou, tj. methylovou červení. Změnu zbarvení vyvolával rovněž chlorovodík. Minimální stanovitelné množství bylo 100 µg chloru (Staszewski, R. - Grzybowski, W. - Strzelecki, H.: Pat. PLR. č. 112 060). Plynný chlor reaguje také s toluidinem za vzniku modrého zbarvení. Na uvedeném reakčním principu jsou založeny průkazníkové trubičky "Dräger" (Leichnitz, K.: Prüfröhrchen Taschenbuch, 5. vydání. Drägerwerke G. Lübeck 1982). Vedle barevných reakcí jsou pro detekci i stanovení chloru využity rovněž reakce srážecí, kdy chlor po redukci na chlorid dává s dusičnanem stříbrným chlorid stříbrný, který se na papíře pod zdrojem ultrafialového záření fotolyzuje na kovové stříbro a denzitometricky se vyhodnocují vznikající hnědé skvrny. Pro stanovení chloru v ovzduší byl vyvinut přístroj na principu voltametrické indikace s platinovými elektrodami (De Vale, D.P.: Pat. Velké Británie č. 1 423 314). Mezi základní způsoby stanovení aktivního chloru patří jodometrická titrace. Tento způsob analýzy je pracný, časově náročný a náročný na použitý materiál. Ostatní postupy jsou vhodné pro detekci i stanovení chloru volného i vázaného v různých oxidačních stupních. To umožňuje aplikaci zejména pro kontrolu ovzduší. Na analýzu roztoků, s výjimkou jodometrie, jsou tyto způsoby méně vhodné, především z hlediska selektivity. Detekce chloru

4-dimethylazobenzen-2-karboxylovou kyselinou je rušena přítomností minerálních kyselin a zásad. Pro stanovení chloru, který se uvolňuje po okyselení a je schopen dále oxidovat, aktivního chloru, uvedené způsoby analýzy vždy nevyhovují.

Podstata způsobu detekce a stanovení aktivního chloru záleží na tom, že se analyzovaný vzorek, obsahující aktivní chlor nechá reagovat s derivátem fenylmethanu, například s aminotetramethyldiaminodifenylmethanem v roztoku nebo na nosiči, například papíru a podle změny zbarvení a doby, která je k tomu potřeba, se určí přítomnost a koncentrace aktivního chloru ve vzorku.

Hlavní výhody způsobu detekce a stanovení aktivního chloru podle tohoto vynálezu spočívají v tom, že lze zabezpečit kontrolu chlornanových roztoků do 3 % obsahu aktivního chloru. Ve srovnání s jodometrickou titrací, kterou se dosud kontrola obsahu aktivního chloru provádí, je způsob analýzy podle tohoto vynálezu rychlejší.

Příklad 1

Byl připraven vodněacetonový roztok aminotetramethyldiaminodifenylmethanu o koncentraci 5 mg.ml^{-1} , zásobní vodný roztok chlornanu vápenatého o koncentraci $1.10^{-2} \text{ mol.l}^{-1}$ a hydrogen-ftalanové tlumivé roztoky o koncentraci $1.10^{-1} \text{ mol.l}^{-1}$ o pH 1 až 5 (Sýkora, V.: Chemickoanalytické tabulky, SNTL Praha 1976). Do temperované kyvety o délce hrany 10 mm bylo dávkováno při teplotě 20°C po 2 ml pufru o pH 1,0; 3,0 a 5,0, 0,2 ml roztoku činidla a 2 ml roztoku chlornanu vápenatého, připraveného zředěním zásobního roztoku tak, aby byla vytvořena sada dvaceti roztoků o koncentracích 1.10^{-2} do $1.10^{-4} \text{ mol.l}^{-1}$ po jedné desetině molu. Změna zbarvení v závislosti na použité koncentraci byla graficky vyhodnocena podle změny času, za který se původní roztok odbarvil.

Příklad 2

239 862

Byl připraven vodný roztok aminotetramethyldiaminodifenylmethanu o koncentraci 6 mg.ml^{-1} , zásobní vodný roztok chlornanu vápenatého o koncentraci $1.10^{-2} \text{ mol.l}^{-1}$ a acetátové tlumivé roztoky o pH 3 až 5 (Sýkora, V.: Chemickoanalytické tabulky, SNTL Praha 1976). Postupně bylo pipetováno po 2 ml tlumivého roztoku o pH 3,0 a 4,0 a 5,0, 0,2 ml činidla a 2 ml roztoku chlornanu vápenatého připraveného zředěním zásobního roztoku o koncentraci 1.10^{-2} až $5.10^{-5} \text{ mol.l}^{-1}$ po jedné desetíně molu. Změna zbarvení v závislosti na zvolené koncentraci byla graficky vyhodnocena podle změny doby, za kterou se původní roztok odbarvil.

Příklad 3

Bylo připraveno 10 roztoků chlornanu vápenatého o koncentraci od 1.10^{-1} do $1.10^{-3} \text{ mol.l}^{-1}$ po 0,2 molu. Do zkumavek bylo pipetováno po 2 ml acetátového tlumivého roztoku o koncentraci $0,1 \text{ mol.l}^{-1}$ o pH 3,4,5 (Sýkora, V.: Chemickoanalytické tabulky, SNTL Praha 1976). Bylo doplněno 0,2 ml roztoku aminotetramethyldiaminodifenylmethanu. Po přidavku 2 ml chlornanového roztoku byl na stopkách odečítán čas, za který nastala výrazná změna zbarvení. Pokud se roztok neodbarvil do 60 sekund, obsah aktivního chloru byl menší než 0,5 %. Odbarvil-li se roztok za dobu 45 ± 5 sekund obsahovala reakční směs 0,5 %. Za 20 ± 5 sekund se odbarvovaly roztoky, které obsahovaly 1 % aktivního chloru. Pro obsah aktivního chloru vyšší než 2 % odpovídá doba nutná k odbarvení, času kratšímu než 20 sekund.

Příklad 4

1 g aminotetramethyldiaminodifenylmethanu byl rozpuštěn v 50 ml acetonu a doplněn vodou na 100 ml. Připraveným roztokem byly impregnovány proužky chromatografického papíru Whatman 1 o rozměrech 10 x 50 mm tak, aby 1 g papíru obsahoval 5 mg činidla. Proužky papíru impregnovaného aminotetramethyldiaminodifenyl-

methanem byly ponořovány do roztoků chlornanu vápenatého o obsahu 0,2 až 5,0 % aktivního chloru po 0,2 %, při teplotách 10, 20, 30, 40, 50 a 60 °C. Pro každou teplotu byla provedena tři paralelní měření. Byla sledována doba, za kterou se papír odbarvil od okamžiku ponoření. Bylo zjištěno, že s teplotou roste i rychlost odbarvování indikátorového papíru. Roztoky obsahující více než 5 % aktivního chloru odbarvovaly papír v čase kratším dvou sekund.

Příklad 5

Byl připraven 2 % acetonový roztok aminotetramethyldiaminodifenylmethanu. Tím byly impregnovány proužky chromatografického papíru o rozměrech 10 x 50 mm tak, aby na 1 g papíru Whatman připadalo 5 mg činidla. Připravené, vysušené indikátorové papírky byly ponořovány do roztoků benzenchlorsulfonamidu v 1,2-dichlorethanu o obsahu 0,5; 1,0 a 3,0 % aktivního chloru. Při teplotě 20 °C byl měřen čas, za který došlo k odbarvení papírků. Pro každou zkoušku byla volena tři paralelní opakování. Roztoky obsahující 1 % aktivního chloru odbarvily indikátorový papírek do 40 sekund.

Použití barevných roztoků a impregnovaných papírků fenylmethanovými barvivy umožňuje detekci i stanovení aktivního chloru v roztoku. To při znalosti zředění a času, za který se indikátorový papírek nebo roztok odbarví, dovoluje s přesností 0,2 % určit obsah aktivního chloru a tím i jeho kvalitu.

Indikátorový systém podle tohoto vynálezu umožňuje jednoduché a rychlé zjištění kvality roztoků, obsahujících aktivní chlor. Tím je dosaženo i vyšší efektivity pracovního procesu při současném snížení materiálových nákladů.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

239 862

Způsob detekce a stanovení aktivního chloru, vyznačený tím, že se analyzovaný vzorek obsahující aktivní chlor nechá reagovat s derivátem fenylmethanu, například aminotetramethyl-diaminodifenylmethanem v roztoku nebo na nosiči, například papíru a podle změny zbarvení a doby, která je k tomu potřeba, se určí přítomnost a koncentrace aktivního chloru ve vzorku.