

UŽITNÝ VZOR

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **2004 - 15297**
(22) Přihlášeno: **13.04.2004**
(47) Zapsáno: **07.06.2004**

(11) Číslo dokumentu:

14425

(13) Druh dokumentu: **U1**

(51) Int. Cl.⁷:
G 01 N 31/22
G 01 N 33/18

(73) Majitel:
ORITEST spol. s r. o., Praha, CZ

(72) Původce:
Pitschmann Vladimír, Praha, CZ

(54) Název užitého vzoru:
Náplň pro detekční trubičku ke stanovení chlóru

CZ 14425 U1

Náplň pro detekční trubičku ke stanovení chlóru

Oblast techniky

Technické řešení se týká složení náplně pro detekční trubičku ke stanovení chlóru ve vzduchu i aktivního chlóru ve vodě pro případ monitorování pracovního prostředí, při ekologických a průmyslových haváriích, nebo při kontrole účinnosti dekontaminačních náplní.

Dosavadní stav techniky

Na výrobu jednoduchých detekčních prostředků pro detekci chlóru typu detekčních trubiček nebo indikačních papírků jsou vhodné zejména organické redoxní indikátory. Mezi nejoblíbenější patří činidla odvozená od benzidinu (tabulka I), hlavně pak o-tolidin, který je obsažen také v náplni detekčních trubiček předních světových firem (DRÄGER, Lübeck nebo MSA-AUER, Pittsburgh-Berlin). Činidlo je kromě toho využíváno u indikačních proužků s možností vyhodnocení odraženého světla [MOMIN, S. A. NARAYANASWAMY, R.: Anal. Chim. Acta 244, 71 (1991)], nebo velice často pro spektrofotometrická stanovení v roztocích [JOHNSON, J. D. - OVERBY R.: Anal. Chem. 41, 1744 (1969)]. Podobnými analytickými vlastnostmi jako o-tolidin disponuje také o-dianisidin, používaný zejména pro spektrofotometrické stanovení aktivního chlóru ve vodách [CATALA ICARDO M. et al.: Analyst 126, 2087 (2001)], v detekčních trubičkách pak ke stanovení oxidu dusičitého (DRÄGER, Lübeck), podobně jako N,N'-difenylbenzidin, který poskytuje modré zabarvení [SCHÄFFLER, D.: Pat. DE 2030890 (1976)]. Byla navržena detekční trubička ke stanovení chlóru v ovzduší s činidlem 4,4-bis(4-dimethylaminofenyl)-1,3,3,4-tetrahydro-ftalazin-1-on za vzniku modrozeleného zabarvení [HAUPTMANN, S. - EPERLEIN, J. - HUNGER, P.: Pat. DE 132903 (1978)]. Pro indikační papírky byly navrženy aminy všeobecného vzorce $\text{Ar-CH}_2\text{-NH-CH}_2\text{-Ar}$ [RUPE, C. O. - BAUER, R.: Pat. US 4092115 (1978)]. Konečně, v poslední době se zejména ve vodárenské praxi začalo používat činidlo 3,3',5,5'-tetramethylbenzidin, jehož citlivost je srovnatelná s o-tolidinem a navíc je relativně netoxické [SERRAT, F. B.: Talanta 41, 2091 (1994)].

Tabulka I. Přehled některých činidel na chlór na bázi benzidinu.

Činidlo	Vzorec	Zabarvení	Poznámka
o-tolidin (3,3'-dimethylbenzidin)	$\text{H}_2\text{NC}_6\text{H}_3(\text{CH}_3)_6\text{H}_3(\text{CH}_3)\text{NH}_2$	Oranžové	Kancerogenní
o-dianisidin(3,3'-dimethoxybenzidin)	$\text{H}_2\text{NC}_6\text{H}_3(\text{OCH}_3)_6\text{H}_3(\text{OCH}_3)\text{NH}_2$	Červené	Kancerogenní
N,N'-difenylbenzidin	$(\text{C}_6\text{H}_5)\text{NHC}_6\text{H}_4\text{-C}_6\text{H}_4\text{NH}(\text{C}_6\text{H}_5)$	Modré	
3,3',5,5'-tetramethylbenzidin	$\text{H}_2\text{NC}_6\text{H}_3(\text{CH}_3)_2\text{-C}_6\text{H}_3(\text{CH}_3)_2\text{NH}_2$	Oranžové	
N,N,N',N'-tetramethylbenzidin	$\text{CH}_3)_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{-C}_6\text{H}_4\text{N}(\text{CH}_3)_2$	Žluté	Navrhováno

Podstata technického řešení

Podstata technického řešení spočívá ve složení náplně do detekční trubičky ke stanovení chlóru ve vzduchu i ve vodě, která obsahuje citlivé chromogenní činidlo N,N,N',N'-tetramethylbenzidin v přítomnosti minerální kyseliny, nejlépe kyseliny fosforečné, stabilizované vícesytnými alkoholy, zejména glycerolem nebo triethylenglykolem.

Mechanismus reakce neodpovídá ostatním derivátům benzidinu, jedná se pravděpodobně o vznik mezochinoidních oxidovaných struktur v rovnováze s jejich tautomerními formami nebo nezreagovaným aromatickým aminem. Reakce probíhá v kyselém prostředí a výsledné zabarvení je závislé na použitém médiu nebo typu nosiče (v roztoku vzniká žluté až oranžové zabarvení měřitelné při 465-470 nm).

Navržené činidlo má oproti některým derivátům benzidinu (benzidin, o-tolidin, o-dianisidin) výhodu v nízké toxicitě, oproti 3,3',5,5'-tetramethylbenzidinu pak v nižší pořizovací ceně a vyšší stabilitě.

Příklady provedení

5 Příklad 1

Silikagel o zrnění 0,3-0,7 mm se vyčistí zředěnou kyselinou chlorovodíkovou za varu, promyje destilovanou vodou do výluhu s pH 5-6, a dvě hodiny aktivuje sušením při teplotě 130 °C. Po vychlazení se nosič nasatí impregnačním činidlem, které obsahuje 0,1 g N,N,N',N'-tetramethylbenzidinu, 2,0 ml kyseliny fosforečné (H₃PO₄) a 2,0 ml glycerolu v 100 ml bezvodého ethanolu. Na 100 g silikagelu se spotřebuje 110 ml impregnačního činidla. Náplň se suší volně na vzduchu do sypkého stavu a dosuší v sušárně při teplotě 50 °C do zbytkového obsahu rozpouštědla maximálně 5 %. Připravená náplň je bezbarvá a lze ji okamžitě použít pro plnění do detekčních trubiček.

Příklad 2

15 Vyčištěný a aktivovaný silikagel se nasatí impregnačním činidlem, které obsahuje 0,05 g N,N,N',N'-tetramethylbenzidinu, 1,0 ml kyseliny fosforečné (H₃PO₄) a 5,0 ml triethylenglykolu v 100 ml acetonu. Na 100 g silikagelu se spotřebuje 120 ml impregnačního činidla. Náplň se suší volně na vzduchu do sypkého stavu a dosuší v sušárně při teplotě 50 °C do zbytkového obsahu rozpouštědla maximálně 2 %. Připravená náplň je bílá a lze ji okamžitě použít pro plnění do
20 detekčních trubiček.

Uvedené příklady jsou pouze ilustrativní a nepostihují všechny možné varianty složení indikační náplně. Po naplnění do detekčních trubiček jsou vhodné ke zjišťování plynného chlóru od koncentrace minimálně 1 mg/m³ nebo ke kontrole aktivního chlóru ve vodě a roztocích v koncentracích minimálně 1 ppm. Trubička se použije tak, že se do trubičky pomocí nasávacího zařízení
25 odebere vzorek zamořené atmosféry, nebo ponoří do roztoku s obsahem aktivního chlóru. Vyhodnocení je vizuální.

Na vrstvě silikagelu impregnovaného činidlem dochází k těmto barevným změnám: Při kontaktu s plynným chlórem vzniká žluté až oranžové s možným přechodem na zelenomodré zabarvení. Nasycení náplně vodou s aktivním chlórem vyvolá stabilní žlutěoranžové zabarvení.

30 Průmyslová využitelnost

Náplň pro detekční trubičku ke stanovení chlóru podle technického řešení je použitelná pro účely zjišťování chlóru v technologických procesech, při kontrole hygienických norem v pracovním prostředí nebo při provozních haváriích. Uplatnění může nalézt také ve vojenství, při zjišťování toxického chlóru v ovzduší nebo při kontrole účinnosti chloračních dekontaminačních směsí.

35 N Á R O K Y N A O C H R A N U

1. Náplň pro detekční trubičku ke stanovení chlóru ve vzduchu i ve vodě, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že obsahuje aktivovaný silikagel s imobilizovaným N,N,N',N'-tetramethylbenzidem, který je stabilizovaný kyselinou fosforečnou a vícesytnými alkoholy, přednostně glycerolem, v hmotnostním poměru jednotlivých složek 100 : 0,05 až 0,5 : 1,0 až 5,0 : 2,0 až 10,0.

Konec dokumentu
