



90A m 34/22



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 36891

Kl. 421, 4/06

Instytut Syntezy Chemicznej*)
(Oświęcim, Polska)

Sposób przygotowywania odczynnika do wykrywania śladów tlenku węgla w powietrzu

Udzielono patentu z mocą od dnia 5 sierpnia 1953 r.

Dotychczasowe metody wykrywania śladów tlenku węgla są albo długie i niedokładne, albo wymagają stosowania skomplikowanych i kosztownych aparatów z wykwalifikowaną obsługą.

Przedmiotem wynalazku jest sposób przygotowywania odczynnika do wykrywania śladów tlenku węgla w powietrzu, za pomocą którego nawet niewykwalifikowany pracownik, przy użyciu najprostszej aparatury, np. aspiratora lub balonika z ewentualną mikropluczką, w przeciągu 1—2 minut może wykryć, na podstawie porównania ze skalą, ślady tlenku węgla, nawet poniżej granicy toksyczności.

W celu wykonania analizy powietrza umieszcza się odczynnik w kapilarach szklanych. Za pomocą tłoczka aparatury, lub ewentualnie zwykłego aspiratora z wycechowaną do 100 cm³ skalą przepycha się przez kapilarę 100 cm³ badanego powietrza,

po czym porównuje się zabarwienie odczynnika w kapilarze ze skalą załączoną do aparatury. W zależności od stężenia tlenku węgla w powietrzu występują różne zmiany barwy odczynnika. Gazy takie jak wodór, azot, tlen, dwutlenek węgla itd. nie zmieniają barwy odczynnika. Siarkowodor praktycznie biorąc, nie wpływa na oznaczenie, zmienia jednak barwę odczynnika tylko w dużych stężeniach. W celu uniknięcia ewentualnych błędów w oznaczeniu spowodowanych działaniem na odczynnik innych gazów o dużym stężeniu można zastosować przed kapilarą małą pluczkę np. z wodorotlenkiem potasu, wodą bromową itd., w której zostanie usunięty tylko składnik przeszkadzający w oznaczeniu. Według norm dolna granica toksyczności tlenku węgla wynosi 0,4 mg CO/l powietrza. Czułość odczynnika przygotowanego sposobem według wynalazku, wynosi 0,2 mg CO/l powietrza.

Sposób przygotowania odczynnika do wykrywania śladów tlenku węgla w powietrzu jest na-

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcami wynalazku są Michał Gwizdała i Adam Grycz.

stępujący: 1 g chlorku palladowego $PdCl_2$ rozpuszcza się na zimno w niewielkiej ilości wody destylowanej tak, by powstał roztwór nasycony w temperaturze pokojowej. Roztwór ten rozcieńcza się dwukrotną ilością wody destylowanej, podgrzewa do 40° i przesącza. Do przesącza dodaje się kroplami nasyconego roztworu siarczynu sodu, przy czym następuje odbarwienie się cieczy i wytrącenie białego osadu. Do odbarwionego roztworu dodaje się jeszcze 1 cm^3 nadmiaru siarczynu sodu, pozostawia na przeciąg 10 minut w temperaturze $40^\circ C$ i sączy. Osad przemywa się jednorazowo niewielką ilością alkoholu i zimnej wody, przenosi na parowniczkę i miesza się bardzo dokładnie z 50 cm^3 wody destylowanej o temperaturze $30^\circ C$ z dodatkiem 1 cm^3 1/10 n $NaHPO_4$, oraz ze 100 g nośnika. Nośnik sporządza się z ziemi krzemionkowej, którą kruszy się w moździerzu i przesiewa przez sita wyodrębniające frakcję 0,2 — 0,1 mm. Frakcję tę wytrawia się 4% kwasem solnym na gorąco przez 30 minut. Następnie szlamuje się ją małymi porcjami wody destylowanej o temperaturze około $50^\circ C$ przy czym druga porcja wody winna być lekko alkaliczna (na 100 cm^3 wody dodaje się 3 cm^3 1/10 n Na_2CO_3). Po wyszlamowaniu nośnik wypraża się przez kilka godzin w temperaturze $900^\circ C$ i po ostudzeniu przechowuje się w eksykatorze. Tak przygotowany nośnik miesza się z substancją aktywną i suszy promieniami podczerwonymi, stale mieszając i uważając na to, by aktywna substancja nie wypełzała na brzegi parowniczeki i nie przegrzała się. Po wysuszeniu całość rozciera się delikatnie, odsiewa pył, zasypuje się nią nacięte z obu stron kapilarki i zatapia.

Kompleksowy związek palladu i dobór odpowiedniego anionu wewnętrznej sfery kompleksu, oraz kationu, a następnie osadzenie tak spreparowanego związku na specjalnie przygotowanym nośniku, daje w następstwie związek niezwykle czuły na tlenek węgla. Kombinacja jednego lub grupy takich nionów jak PO_4^{3-} , SO_3^{2-} , NO_3^- daje przy odpowiednim wytrąceniu, osadzeniu na nośniku, suszeniu podczerwienią ten wysoko czuły związek. Jako kationów używać można najlepiej jonów potasu lub sodu.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób przygotowywania odczynnika do wykrywania śladów tlenku węgla w powietrzu przy zastosowaniu chlorku palladowego, znamieny tym, że wodny roztwór chlorku palladowego podgrzewa się do temperatury $40^\circ C$ i sączy, do przesącza dodaje się roztworu siarczynu sodowego aż do momentu całkowitego wytrącenia się osadu, który odsącza się i przemywa wodnym roztworem alkoholu a następnie miesza z nośnikiem oraz wodą destylowaną z dodatkiem kwaśnego fosforanu sodowego po czym suszy się go i miele.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że jako nośnik stosuje się ziemię krzemionkową o wielkości ziarn 0,2 — 0,1 mm, którą wytrawia się 4% kwasem solnym, a po odszlamowaniu w wodzie destylowanej wypraża się w temperaturze $900^\circ C$.

Instytut Syntezy Chemicznej
Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych