

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

49789

Patent dodatkowy
do patentu

Kl. 42 1, 4/02

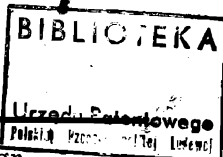
Zgłoszono: 06.V.1964 (P 104 511)

MKP G 01 n

Pierwszeństwo:

UKD

Opublikowano: 31.VIII.1965



Współtwórcy wynalazku: mgr Anna Demidowicz, mgr Alina Hutny, mgr inż. Dariusz Jamrog, mgr Zenobia Pisklak, mgr inż. Zofia Rowińska

Właściciel patentu: Ministerstwo Zdrowia i Opieki Społecznej (Departament Zaopatrzenia Materiałowo-Technicznego), Warszawa (Polska)

Sposób oznaczania zawartości czteroetylku ołowiu w powietrzu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób oznaczania zawartości czteroetylku ołowiu w powietrzu przez pochłanianie i jednocześnie rozkład w stężonym roztworze kwasu siarkowego.

Znane dotychczas sposoby oznaczania zawartości czteroetylku ołowiu w powietrzu polegają na pochłanianiu i jednocześnie hydrolizie czteroetylku ołowiu w alkoholowym roztworze jodu, w roztworze jodu w mieszaninie alkoholu i oleju rycynowego, albo przy użyciu jodu metalicznego. Sposoby te są jednak uciążliwe z powodu sublimowania jodu w strumieniu powietrza przepuszczanego przez aparaturę do pochłaniania czteroetylku ołowiu, a ich wykrywalność jest zbyt niska.

Również za zasadzie jednoczesnego pochłaniania i hydrolizy czteroetylku ołowiu oparte są sposoby, w których pochłanianie i hydroliza odbywa się w roztworach kwasów solnego lub azotowego, lecz w sposobach tych pochłanianie jest niecałkowite, zwłaszcza przy większych zawartościach czteroetylku w powietrzu.

W sposobach opartych na pochłanianiu czteroetylku ołowiu i prowadzeniu hydrolizy w dwóch oddzielnych etapach, do pochłaniania czteroetylku stosuje się albo alkohol etylowy, do którego następnie w celu rozkładu dodaje się bromu i bromowodoru, albo żel krzemionkowy, z którego wypłukuje się czteroetylek ołowiu alkoholem i następnie rozkłada roztworem jodu w alkoholu.

2

Pochłanianie czteroetylku ołowiu, na przykład na żelu krzemionkowym, bez jednoczesnego rozkładu powoduje znaczną desorpcję i straty oznaczanego związku. Ponadto większość wymienionych sposobów oznaczania czteroetylku ołowiu w powietrzu nie posiada dostatecznej wykrywalności wymaganej przy oznaczaniu tego związku w warunkach przemysłowych, na przykład w przypadku pochłaniania w roztworach jodu wykrywalność wynosi około 0,012 mg Pb/m³ (najwyższe dopuszczalne stężenie czteroetylku ołowiu wynosi 0,005 mg Pb/m³). Oznaczenie ołowiu znajdującego się już w postaci jonowej wykonuje się dowolną metodą analityczną, zwłaszcza kolorymetryczną przy pomocy ditizonu.

Wymienionych wad nie posiada sposób według wynalazku, który polega na pochłanianiu i rozkładzie czteroetylku ołowiu w stężonym roztworze kwasu siarkowego zwłaszcza o gęstości 1,84 i oznaczeniu ołowiu kolorymetrycznie przy pomocy ditizonu.

Stwierdzono również, że pochłanianie i rozkład czteroetylku ołowiu przebiegają całkowicie, zwłaszcza gdy pierwsze płuczki z roztworem kwasu siarkowego oziębi się do temperatury bliskiej 0°C lub niżej, w celu obniżenia prężności par czteroetylku ołowiu i pochłonięcia pary wodnej z powietrza.

Pochłanianie i rozkład czteroetylku ołowiu zawartego w powietrzu sposobem według wynalazku

przeprowadza się przy pomocy zestawu absorpcyjnego składającego się z kilku płuczek ze stężonym kwasem siarkowym, przy czym pierwsze dwie płuczki w szeregu oziębia się na przykład w naczyniu z lodem. W dalszych płuczkach ze stężonym kwasem siarkowym zostaje całkowicie pochłonięta reszta czteroetylku ołowiu. Przed płuczkami umieszcza się oprawkę z filtrem, w celu zatrzymania ołowiu znajdującego się w powietrzu. Natomiast za płuczkami umieszcza się dodatkową płuczkę z wodą, kolbę próżniową, miernik szybkości przepływu powietrza na przykład rotometr i pompę. Przez zestaw ten przepuszcza się 400 do 500 l powietrza.

Pobieranie próby powietrza połączone z pochłanianiem i jednoczesnym rozkładem czteroetylku ołowiu sposobem według wynalazku można wykonywać w pełnym zakresie temperatur spotykanych w warunkach przemysłowych. Szybkość przepływu powietrza przez zestaw absorpcyjny wynosi 150 do 200 l/godz., a nawet do 400 l/godz., zależnie od typu i wielkości płuczek oraz sposobu ich połączenia w zestawie. Ilość stężonego roztworu kwasu siarkowego w poszczególnych płuczkach wynosi 2 do 5 ml zależnie od ich sprawności, na przykład w przypadku płuczek Poleżajewa najkorzystniej 3 ml, bowiem przy zbyt małych ilościach kwasu para wodna pochłonięta z powietrza rozcieńczając go znacznie zmniejsza szybkość rozkładu czteroetylku ołowiu, a przy zbyt dużych ilościach kwasu proces ten wprawdzie przebiega szybko, lecz odpędzanie kwasu staje się uciążliwe i długotrwałe. Ponadto wzrasta poprawka na zawartość ołowiu w kwasie użytym do pochłaniania.

Przygotowanie do oznaczenia ołowiu polega na odpędzeniu kwasu siarkowego z roztworów pochłaniających, połączonych lub wziętych osobno z płuczek oziębionych i osobno z płuczek końcowych i spaleniu w temperaturze około 450°C. Oznaczenie ołowiu wykonuje się dowolną metodą analityczną, najkorzystniej jednak kolorymetrycznie przy pomocy ditizonu. Następnie z oznaczonej ilości ołowiu, po odjęciu poprawki na zawartość ołowiu w użytym kwasie siarkowym wylicza się zawartość czteroetylku ołowiu (w przeliczeniu na ołów) w powietrzu.

Przy oznaczaniu czteroetylku ołowiu oznacza się jednocześnie ołów zawarty w powietrzu. W tym celu filtr, na którym ołów został zatrzymany spala się w 3 ml stężonego kwasu siarkowego, odpędza, spala w temperaturze około 450°C i oznacza ilość ołowiu metodą ditizonową.

Dolna granica wykrywalności czteroetylku ołowiu w powietrzu sposobem według wynalazku wynosi 0,0004—0,0008 mg Pb/m³, a błąd względny oznaczeń wynosi $\pm 4,8\%$.

Przykład. Zestaw absorpcyjny składał się z dwóch równoległych szeregów płuczek Poleżajewa po 4 sztuki w szeregu, połączonych przy pomocy dwóch rozgałęźników trójdrożnych; metalowej oprawki z filtrem papierowym — od strony wlotu; oraz kolby Erlenmayera z wodą, pustej zabezpieczającej kolby próżniowej, rotometru i pompy powietrznej — od strony wylotu. Płuczki zawierały po 3 ml kwasu siarkowego o gęstości = 1,84, przy czym dwie pierwsze płuczki w każdym szeregu umieszczone były w pojemniku z lodem. Do zestawu, od strony filtra, połączono płuczkę zawierającą wzorcowe roztwory czteroetylku ołowiu w benzynie, przygotowane z płynu etylowego zawierającego 61,5% czteroetylku ołowiu. Przez zestaw przepuszczano 450 l powietrza z szybkością 150 l/godz.

Ołów w kwasie siarkowym z płuczek oznaczono kolorymetrycznie przy pomocy ditizonu. Uzyskane wyniki w przeliczeniu na ołów przedstawia poniższe zestawienie.

Wzięto do pochłaniania (mg)	Oznaczono (mg)
2,2	2,2
4,7	4,7
5,1	5,0
9,1	8,9
11,1	10,8
12,1	11,9
19,1	18,6
35,3	34,1
38,5	36,4
41,0	41,9
41,6	39,4
41,6	41,2

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób oznaczania czteroetylku ołowiu w powietrzu przez pochłanianie i jednocześnie hydrolizę, **znamienny tym**, że czteroetylek ołowiu pochłania się i jednocześnie rozkłada w stężonym roztworze kwasu siarkowego, zwłaszcza o gęstości 1,84.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że pierwsze płuczki w zestawie absorpcyjnym oziębia się do temperatury 0°C lub niżej, w celu obniżenia prężności par czteroetylku ołowiu.

Dokonano jednej poprawki