

UŽITNÝ VZOR

(11) Číslo dokumentu:

14952

(13) Druh dokumentu: **U1**

(51) Int. Cl.⁷:
G 01 N 31/22

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **2004 - 15885**
(22) Přihlášeno: **07.10.2004**
(47) Zapsáno: **29.11.2004**

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

(72) Původce:
Pitschmann Vladimír, Praha, CZ

(54) Název užitého vzoru:
Detekční trubička k orientačnímu zjišťování chlorkyanu a chlóru

CZ 14952 U1

Detekční trubička k orientačnímu zjišťování chlorkyanu a chlóru

Oblast techniky

Technické řešení se týká konstrukce detekční trubičky k orientačnímu zjišťování přítomnosti chlorkyanu a chlóru v ovzduší a ve vodě při průmyslových haváriích, kontrole životního prostředí i ve vojenství.

Dosavadní stav techniky

K orientačnímu zjišťování chlorkyanu a chlóru v ovzduší a ve vodách se využívá celá řada jednoduchých technických prostředků konstruovaných jako indikační papírky, testovací proužky nebo detekční trubičky. Všechny tyto prostředky jsou založeny na reakcích škodliviny s vhodným činidlem za vzniku barevných produktů.

Detekce chlorkyanu

V detekčních trubičkách ke zjišťování chlorkyanu se používá reakce podle Königa, která vede k syntéze polymethinových barviv [KÖNIG, W.: J. Prakt. Chem. 69, 105 (1904)] jak bylo demonstrováno na příkladu pyridinu a derivátů benzidinu [KÖNIG, W. - BAUER, R.: J. Prakt. Chem. 83, 325 (1911)]. Klasická trubička na chlorkyan obsahuje nosič impregnovaný kyselinou barbiturovou a skleněnou ampulku s pyridinem [Dräger - Röhrchen Handbuch. 9.vydání. Lübeck 1994, s. 99]. Původní trubička československé armády ke zjišťování halogenkyanů a fosgenoximu obsahovala neimpregnovaný silikagel jako nosič a dále ampulku s roztokem 5,5-dimethyl-1,3-cyklohexandionu v pyridinu. V současné době se používají zejména suché indikační vrstvy, na niž jsou všechna činidla imobilizována. Příkladem je kombinace činidel kyselina barbiturová - 4-benzylpyridin [KOVÁŘ, V. - HORÁK, O. - MATOUŠEK, J.: Chem. Prům. 14, 663 (1964)] nebo 5,5-dimethyl-1,3-cyklohexandion - 4-benzylpyridin [PITSCHMANN, V. - HALÁMEK, E.: CZ 288125 (2001)].

Detekce chlóru

Pro detekční trubičky ke zjišťování chlóru jsou vhodné zejména náplně na bázi organických redoxních indikátorů. Mezi nejoblíbenější patří činidla odvozená od benzidinu, hlavně pak o-tolidin, který je obsažen také v náplni detekčních trubiček předních světových firem (DRÄGER, Lübeck, nebo MSA-AUER, Pittsburgh-Berlin). Srovnatelnými analytickými vlastnostmi jako o-tolidin disponuje o-dianisidin, používaný v detekčních trubičkách hlavně ke stanovení oxidu dusičitého (DRÄGER, Lübeck), podobně jako N,N'-difenylbenzidin [SCHÄFFLER, D.: Pat. DE 2030890 (1976)]. 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. Pro přípravu indikační náplně do detekční trubičky byl navržen příbuzný N,N,N',N'-tetramethylbenzidin [PITSCHMANN, V.: CZ 14445 UV (2004)].

35 Stanovení chlóru převodem na chlorkyan s pokračováním podle Königa

Barevná a citlivá reakce na polymethinová barviva podle Königa umožňuje také stanovení chlóru, který se nejdříve převede na chlorkyan působením na volné nebo komplexní kyanidy. Jako chromogenní činidlo lze použít například směs pyridinu s kyselinou barbiturovou [WEBBER, A.M. - WHEELER, E.A.: Analyst, 90(1071), 372 (1965)], směs pyridinu s deriváty pyrazolonu [KANNO, S. - OKITSU, T. - HIROSE, Y.: Chemosphere 13(1), 1221 (1984)] nebo směs 4-(p-nitrobenzyl)pyridinu s 5,5-dimethyl-1,3-cyklohexandionem [PITSCHMANN, V.: Disertační práce. VVŠ PV Vyškov, 1992].

Cílem technického řešení bylo navrhnout detekční trubičku s využitím reakce podle Königa, která by umožňovala prokázat přítomnost chlorkyanu a chlóru současně nebo vedle sebe.

Podstata technického řešení

Podstata technického řešení spočívá v konstrukci detekční trubičky k orientačnímu zjišťování chlorkyanu a chlóru v ovzduší i ve vodách. Tato trubička obsahuje jednu vrstvu pro detekci chlorkyanu doplněnou o činidlo umožňující převod chlóru na chlorkyan, případně obsahuje dvě vrstvy, z nichž jedna je určena k indikaci přítomnosti chlorkyanu a druhá k převodu chlóru na chlorkyan.

Vrstva pro detekci chlorkyanu obsahuje směs činidel podle Königa, například 4-benzylpyridin a 5,5-dimethyl-1,3-cyklohexandion (dimedon). U první varianty detekční trubičky s jedinou vrstvou je tato vrstva doplněna o thiokyanát amonný nebo thiokynát alkalického kovu, jehož funkce spočívá v převodu chlóru na chlorkyan. Druhá varianta detekční trubičky obsahuje dvě vrstvy, z nichž jedna je indikační (na chlorkyan) a druhá pomocná. Tato pomocná vrstva je v trubičce předřazena vrstvě indikační a obsahuje nosič nasycený thiokyanáty, které zajišťují převod chlóru na chlorkyan. Výhodou detekční trubičky se dvěma vrstvami je vyšší stabilita náplně (náplní) a tím i životnost technického prostředku. Další výhodou je, že volbou vstupu kontaminovaného vzduchu do trubičky je umožněno vzájemné odlišení přítomnosti chlorkyanu a chlóru.

Detekční trubička podle technického řešení je vhodná zejména jako tzv. "akční trubička" pro rychlé orientační stanovení chlorkyanu a chlóru. Vyhodnocování přítomnosti těchto škodlivin je možné na základě intenzity vzniklého zabarvení s velkým rozsahem rozlišitelnosti jednotlivých barevných odstínů.

Příklady provedení

Příklad 1

Základem detekční trubičky je indikační náplň ke zjišťování chlorkyanu a chlóru, která obsahuje silikagel s imobilizovaným thiokyanátem amonným, 4-benzylpyridinem a 5,5-dimethyl-1,3-cyklohexandionem. Příprava této indikační náplně je následující: 100 g vyčištěného a aktivovaného silikagelu se impregnuje roztokem o objemu 100 ml, který obsahuje 2 g thiokyanátu amonného, 8 ml 4-benzylpyridinu a 1 g 5,5-dimethyl-1,3-cyklohexandionu v bezvodém ethanolu. Směs se suší volně na vzduchu do sypkého stavu a plní do skleněných obalových trubic o vnitřním průměru 5 mm. Vrstva indikační náplně je dlouhá 10 mm a proti pohybu se upevní polyamidovými síťkami a polyethylenovými rozvodovými tělisky ve tvaru hvězdiček. Trubička se nakonec hermeticky uzavře zatavením.

Čištění a aktivace silikagelu: silikagel o zrnění 0,7 až 0,9 mm se vaří v zředěné kyselině chlorovodíkové (1 : 1) po dobu 2 hodin a potom důkladně promyje destilovanou vodou do hodnoty pH 6,0 až 6,5 vodního výluhu. Tento výluh nesmí obsahovat železité ionty, jejichž přítomnost je kontrolována kolorimetricky na červeně zbarvený thiokyanát železitý. Nakonec se silikagel impregnuje 0,1% siřičitanem sodným a suší při 100 °C do sypkého stavu. Takto upravený silikagel se aktivuje při 130 °C.

Příklad 2

Základem detekční trubičky je indikační náplň ke zjišťování chlorkyanu, která obsahuje silikagel s imobilizovaným 4-benzylpyridinem a 5,5-dimethyl-1,3-cyklohexandionem, a pomocná náplň, která obsahuje silikagel s imobilizovaným thiokyanátem draselným.

Příprava indikační náplně je následující: 100 g vyčištěného a aktivovaného silikagelu se impregnuje roztokem o objemu 100 ml, který obsahuje 9 ml 4-benzylpyridinu a 1,5 g 5,5-dimethyl-1,3-cyklohexandionu v bezvodém ethanolu. Směs se suší volně na vzduchu do sypkého stavu.

Příprava pomocné vrstvy je následující: 100 g vyčištěného a aktivovaného silikagelu se impregnuje nasyceným roztokem thiokyanátu draselného o objemu 100 ml. Směs se suší volně na vzduchu do sypkého stavu.

Obě náplně se sypou do skleněných obalových trubic o vnitřním průměru 5 mm. Vrstvy uložené nad sebe jsou dlouhé 10 mm a vzájemně jsou odděleny a proti pohybu zajištěny polyamidovými sítkami a polyethylenovými rozvodovými tělisky ve tvaru hvězdiček. Trubička se nakonec hermeticky uzavře zatavením.

5 Průmyslová využitelnost

Detekční trubička podle technického řešení je použitelná k orientačnímu zjišťování přítomnosti chlorkyanu a chlóru v ovzduší i ve vodě. Uplatnění může nalézt například při monitorování pracovního prostředí, při kontrole nezávadnosti vodních zdrojů nebo ve vojenství pro úkoly chemického průzkumu a chemické kontroly.

10

N Á R O K Y N A O C H R A N U

15

1. Detekční trubička k orientačnímu zjišťování chlorkyanu a chlóru v ovzduší i ve vodách, jejíž aktivní část obsahuje indikační vrstvu ze silikagelu zbaveného železitých iontů a nasyceného derivátem pyridinu, přednostně 4-benzylpyridinem a látkou s aktivním vodíkem, přednostně 5,5-dimethyl-1,3-cyklohexandionem, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že dále obsahuje přísadu tvořenou thiokyanátem amonným nebo thiokyanáty alkalických kovů, která je použita ve směsi s těmito činidly, nebo je tato přísada imobilizována na nosiči samostatně a tvoří pomocnou vrstvu předřazenou vrstvě indikační.

20

Konec dokumentu
