

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY 129 354

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 80 06 11 /P. 233000/

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 82 03 01

Opis patentowy opublikowano: 1985 07 31

Int. Cl.³ G01N 31/22

Twórcy wynalazku: Czesław Osnowski, Anna Czekalska

Uprawniony z patentu: Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne,
Gliwice /Polska/

SPOSÓB SPORZĄDZANIA Z BŁĘKITU BROMOFENOLOWEGO MAS WSKAŹNIKOWYCH DO OZNACZANIA ZAWARTOŚCI LOTNYCH KWASÓW W POWIETRZU

Przedmiotem wynalazku jest sposób sporządzania z błękitu bromofenolowego mas wskaźnikowych do oznaczania zawartości lotnych kwasów w powietrzu.

Znane są wykrywacze lotnych kwasów zawierające masy wskaźnikowe składające się z błękitu bromofenolowego osadzonego na nośnikach, ale sposoby sporządzania tych mas nie są podane w literaturze. Nasycanie nośników roztworami błękitu bromofenolowego w tradycyjnych rozpuszczalnikach takich jak woda, alkohole, aceton nie prowadzi do uzyskania stabilnych mas wskaźnikowych.

Celem wynalazku jest znalezienie sposobu sporządzania z błękitu bromofenolowego stabilnych mas wskaźnikowych o powtarzalnych własnościach i pożądanej czułości. Stwierdzono, że błękit bromofenolowy, który w rozcieńczonych wodnych roztworach jest czułym wskaźnikiem alkacymetrycznym dobrze rozpuszczalnym w środowiskach alkalicznych i zmieniającym swe zabarwienie z niebieskiego na żółte w przedziale pH od 4,6 - 3,0, zachowuje się na powierzchniach faz stałych w różny i trudny do przewidzenia sposób.

Powierzchnie wielu związków o charakterze obojętnym, nawet rozpuszczających się w wodzie z odczynem obojętnym o pH większym od 4,6, zmieniają kolor niebieskiej formy błękitu bromofenolowego dając odcienie pośrednie między niebieskim a żółtym, co powoduje zmniejszenie czułości i zanikanie ostrości granicy indykowanych stref. Niedogodności te dodatkowo pogłębia łatwość krystalizacji kwasowej formy błękitu bromofenolowego.

Stwierdzono też nieoczekiwanie, że błękit bromofenolowy tworzy przy rozpuszczeniu go w tiodwuglikolu związki o charakterze addycyjnym z tiodwuglikolem, bardzo dobrze rozpuszczalne w nadmiarze tiodwuglikolu i wodzie, zarówno w środowisku alkalicznym jak i kwaśnym. Wyodrębniono dwa takie związki w postaci krystalicznej: trójcząsteczkowy związek tiodwuglikolu z błękitem bromofenolowym o temperaturze topnienia około 78°C i dwucząsteczkowy związek tiodwuglikolu z błękitem bromofenolowym o temperaturze topnienia około 110°C. Sam błękit bromofenolowy topi się z rozkładem w temperaturze 250°C. Związki te różnią się tak-

że od błękitu bromofenolowego postacią krystaliczną i są dość trwałe w temperaturze pokojowej, natomiast tracą powoli tiowoduglikol w podwyższonych temperaturach, nieco szybciej powyżej 120°C. Nieograniczenie trwałe są roztwory tych związków, nawet bardzo stężone w tiowoduglikolu.

Stwierdzono również, że związki błękitu bromofenolowego z tiowoduglikolem jak i roztwory tych związków w tiowoduglikolu zachowując własności wskaźnika alkacymetrycznego są trwałe nie tylko w środowisku kwaśnym, ale również w środowisku obojętnym i alkalicznym powyżej pH 4,6 i znacznie bardziej stabilne w tych warunkach na powierzchniach fazowych niż sam błękit bromofenolowy. W postaci alkalicznej nie krystalizują, zaś w postaci kwaśnej bardzo trudno a i wtedy niecałkowicie, poza tym dobrze absorbują lotne kwasy z powietrza. Stwierdzono także, że ciekłe sole wielowartościowych kwasów z trójetanoloaminą w szczególności siarczan trójetanoloaminy stabilizują na powierzchniach fazowych alkaliczną formę błękitu bromofenolowego w jego związkach z tiowoduglikolem, niedopuszczając do zmiany barwy lub odcienia oraz nieosłabiając ostrości indykacji pod wpływem kwasu. Umożliwia to precyzyjną regulację czułości, a łącznie z dodatkiem odpowiedniej ilości samej trójetanoloaminy dowolną regulację długości indykowanych stref.

Cel wynalazku osiągnięto przez pokrycie powierzchni nośnika warstwą kompozycji indykacyjnej zawierającą związki tiowoduglikolu z błękitem bromofenolowym, oraz sól wielowartościowego kwasu z trójetanoloaminą, korzystnie siarczan trójetanoloaminy z dodatkiem nadmiaru trójetanoloaminy w charakterze regulatora pH, stopnia czułości i długości indykowanych stref.

Sposób sporządzania mas wskaźnikowych do oznaczania zawartości lotnych kwasów, według wynalazku, polega na nawilżeniu powierzchni obojętnego lub alkalicznego nośnika na przykład szkła, polimerów organicznych, roztworem trój- lub dwuczęsteczkowego związku tiowoduglikolu z błękitem bromofenolowym i/lub mieszaniny tych związków w tiowoduglikolu użytym w ilości od 0,5 g do 5 g na 1 kg nośnika, korzystnie od 1 g do 2 g na 1 kg nośnika, oraz roztworem soli wielowartościowych kwasów z trójetanoloaminą, korzystnie siarczanem trójetanoloaminy z nadmiarem trójetanoloaminy, dokładnym wymieszaniu aż do uzyskania jednolitego niebieskiego zabarwienia i wysuszeniu do stanu sypkiego. Czułość masy wskaźnikowej i długości indykowanych stref reguluje się wielkością ziaren nośnika oraz ilością siarczanu trójetanoloaminy i nadmiarem samej trójetanoloaminy, które stabilizują pH i pojemność buforową masy wskaźnikowej.

Sposób według wynalazku umożliwia sporządzanie trwałych mas wskaźnikowych do oznaczania zawartości lotnych kwasów w powietrzu, w bardzo szerokim praktycznie dowolnym zakresie stężeń, w szczególności w obrębie najwyższych dopuszczalnych stężeń w miejscach pracy, jest prosty, tani i opiera się na łatwo dostępnych surowcach i materiałach.

P r z y k ł a d. 2 kg szkła neutralnego o granulacji 0,3 do 0,6 mm, wymytego uprzednio kwasem solnym i wodą, miesza się z 2,0 g 10 % roztworu błękitu bromofenolowego w tiowoduglikolu do uzyskania jednolitego zabarwienia, po czym dodaje stopniowo przy równoczesnym mieszaniu 30 cm³ 4 % wodnego roztworu siarczanu trójetanoloaminy i 4 cm³ 2 % wodnego roztworu trójetanoloaminy, i suszy w temperaturze około 30°C do stanu sypkiego. Otrzymana masa wskaźnikowa nadaje się do oznaczania zawartości chlorowodoru w powietrzu w zakresie stężeń od 5 mg/cm³ do 50 mg/cm³. Daje ona przy 10 ruchach pompki harmonijkowej następujące długości stref indykowanych: dla stężeń 5, 10, 20, 30, 40 i 50 mg/cm³ kolejno 6, 10, 16, 21, 26, 32 mm.

Masy wskaźnikowe sporządzone według wynalazku stosuje się jako wypełnienie wykrywaczy rurkowych chlorowodoru, kwasu azotowego i innych lotnych mocnych kwasów, amidów kwasowych i innych związków dających się rozłożyć z wydzielaniem lotnego kwasu.

Z a s t r z e ż e n i e p a t e n t o w e

Sposób sporządzania z błękitu bromofenolowego mas wskaźnikowych do oznaczania zawartości lotnych kwasów w powietrzu, przez osadzanie go na nośnikach, z n a m i e n n y t y m że powierzchnię nośnika o charakterze obojętnym lub alkalicznym, zwłaszcza szkła lub polimerów organicznych, pokrywa się przez nawilżenie, roztworem trój-, lub dwucząsteczkowego związku tiodwuglikolu z błękitem bromofenolowym i/lub ich mieszaniny w tiodwuglikolu, użytym w ilości od 0,5 g do 5 g na 1 kg nośnika, korzystnie od 1 g do 2 g na 1 kg nośnika, oraz roztworem zawierającym sól trójetanoloaminy z wielowartościowym kwasem lub mieszaninę takich soli, korzystnie siarczan trójetanoloaminy, z nadmiarem trójetanoloaminy, po czym suszy do stanu sypkiego.