



СОЮЗ СОВЕТСКИХ  
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ  
РЕСПУБЛИК

№ SU (01) 1113359 A

3650 G 01 N 31/22

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР  
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

## ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ И АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 3548928/23-26

(22) 07.02.83

(46) 15.09.84. Бюл. № 34

(72) Н.А.Классовская, А.Н.Гуськова,  
О.В.Сенкевич, Н.А.Козлов  
и Н.Н.Мурмилова

(71) Всесоюзный научно-исследователь-  
ский институт горноспасательного дела

(53) 543.272.51(088.8)

(56) 1. Патент ГДР № 18355,  
кл. 42 В 4/06, 1958.

2. Авторское свидетельство СССР  
№ 172121, кл. С 01 N 31/22, 1962.

(54)(57) СПОСОБ ПРИГОТОВЛЕНИЯ ИНДИКА-  
ТОРНОЙ МАССЫ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕР-  
ЖАНИЯ ДИОКСИДА СЕРЫ, включающий обра-  
ботку силикагеля водными растворами  
крахмала и йода в йодистом калии,  
отличающийся тем, что, с  
целью повышения чувствительности ин-  
дикаторной массы, раствор крахмала  
и йода в йодистом калии используют  
в смеси с водным раствором двузаме-  
щенного фосфорнокислого натрия и ли-  
монной кислоты с pH 3,4-3,8.

№ SU (01) 1113359 A

Изобретение относится к методам газового анализа с помощью химических индикаторов, а именно к способу приготовления индикаторной массы для определения содержания диоксида серы, и может быть использовано для изготовления индикаторных трубок, применяемых в экспресс-методе определения диоксида серы в рудничном воздухе и в воздухе промышленных предприятий.

Известен способ приготовления индикаторной массы для определения диоксида серы, заключающийся в том, что нейтральный носитель-силикагель обрабатывают йодатом калия и крахмалом с добавкой 1%-ного водного раствора карбоната натрия. Затем массу сушат при 95°C в течение 4-5 ч [1].

Недостатком этого способа является то, что чувствительность индикаторной массы колеблется в зависимости от содержания в ней влаги, что снижает достоверность результатов анализа диоксида серы.

Наиболее близким к изобретению техническим решением является способ определения содержания диоксида серы, включающий обработку силикагеля водными растворами крахмала и йода в калии йодистом. Силикагель в колбе смачивают водным раствором крахмала, высушивают, а затем обрабатывают раствором йода в йодистом калии. Затем порошок вакуумируют в течение 1-1,5 мин для более полного удаления кислорода и запаивают [2].

К недостаткам указанного способа относятся: низкая чувствительность индикаторной массы, известный способ позволяет определять объемную долю, равную 0,00035% (1 ПДК); приготовленную массу запаивают сразу в ампулы, что понижает оперативность проведения анализа, свойства индикаторной массы сохраняются 10 месяцев.

Целью изобретения является повышение чувствительности индикаторной массы.

Поставленная цель достигается тем, что силикагель обрабатывают водными растворами крахмала и йода в калии йодистом, причем раствор крахмала и йода в калии йодистом используют в смеси с водным раствором двухзамещенного фосфорнокислого натрия и лимонной кислоты с pH 3,4-3,8.

Пример. 100 г нейтрального силикагеля помещают в стеклянную банку с притертой пробкой и равномерно пропитывают 56 см<sup>3</sup> крахмала, приготовленного на смеси растворов, содержащих 0,2М раствор двухзамещенного фосфорнокислого натрия и 0,1 М раствор лимонной кислоты в соотношении (1:2,5) /раствор А/, при этом pH раствора равен 3,6. После 30 мин выдержки силикагель обрабатывают 28 см<sup>3</sup> 0,2% раствора йода в 3%-ном йодистом калии, приготовленном на растворе А.

После обработки реактивным раствором индикаторная масса спустя 1-2 мин приобретает сыпучее состояние и готова для снаряжения индикаторных трубок. В табл.1 представлены экспериментальные данные зависимости чувствительности индикаторной массы от pH раствора. Сравнительные данные по чувствительности способа и известного способа-прототипа представлены в табл.2.

Чувствительность индикаторной массы, приготовленной по предлагаемому способу, повышается за счет создания pH раствора в пределах 3,4-3,8. Именно при таком значении кислотности среды сорбционная емкость носителя-силикагеля резко снижается по отношению к диоксиду серы, следовательно, возрастает высота отработанного слоя, т.е. чувствительность индикаторной массы повышается. При значении pH 3,4-3,8 наблюдается оптимальная чувствительность индикаторной массы, которая характеризуется высотой отработанного слоя и резкой границей раздела слоев, что позволяет произвести достаточный отсчет определяемой концентрации.

При значении кислотности среды меньше 3,4 высота отработанного слоя возрастает, но наблюдается размытость граничного слоя, что значительно затрудняет отсчет концентрации.

Уменьшение кислотности среды (pH>3,8) снижает чувствительность индикаторной массы (см.табл.1), так при pH, равном 4,0 граница раздела слоев четкая, но при концентрации диоксида серы 0,0001% высота слоя мала. По известному способу возможно измерить объемную долю диоксида серы, равную 0,00035%, а по предлагаемому способу можно определить

минимальную объемную долю диоксида серы 0,0001% (см.табл.2).

Наряду с повышением чувствительности индикаторной массы, сокращается время ее приготовления и расход

электроэнергии за счет исключения операции сушки. Кроме того, полученную индикаторную массу можно сразу снаряжать в трубки, маркированные шкалой измерения, что повышает удобства в проведении анализа.

Т а б л и ц а 1

| Объемная доля диоксида серы в поверочной смеси, % | Высота отработанного слоя, мм, и характер отработки в индикаторных трубках, изготовленных по предлагаемому способу, при различных значениях, pH |     |     |     |     |
|---|---|-----|-----|-----|-----|
|   | 3,2   | 3,4 | 3,6 | 3,8 | 4,0 |
|   |   |     |     |     |     |

|         |      |                                |      |                              |      |                              |      |                              |      |                              |
|---------|------|--------------------------------|------|------------------------------|------|------------------------------|------|------------------------------|------|------------------------------|
| 0,0001  | 4,0  | Граница раздела слоев нечеткая | 3,8  | Граница раздела слоев четкая | 3,0  | Граница раздела слоев четкая | 2,5  | Граница раздела слоев четкая | 1,5  | Граница раздела слоев четкая |
| 0,00035 | 9,0  | То же                          | 8,0  | То же                        | 7,0  | То же                        | 6,0  | То же                        | 5,0  | То же                        |
| 0,00080 | 24,0 | "                              | 20,0 | "                            | 18,0 | "                            | 16,0 | "                            | 12,0 | "                            |
| 0,0011  | 38,0 | "                              | 31,0 | "                            | 24,0 | "                            | 21,0 | "                            | 18,0 | "                            |

Т а б л и ц а 2

Продолжение табл.2

| Объемная доля диоксида серы в поверочной смеси, % | Значения высот отработанного слоя индикаторной массы, мм, приготовленной по способу |   | Объемная доля диоксида серы в поверочной смеси, % | Значения высот отработанного слоя индикаторной массы, мм, приготовленной по способу |                |
|---|---|---|---|---|----------------|
|   | предлагаемому   | известному [2]                                      |   | предлагаемому   | известному [2] |
| 0,0001  | 2,3   | Индикаторная масса не чувствительна к диоксиду серы | 0,0008  | 17,8  | 14,9           |
|   | 2,6   |   |   | 17,8  | 12,5           |
|   | 2,6   |   |   | 18,2  | 12,5           |
| 0,000175*   | 3,9   |   | 0,0011  | 24,0  | 18,4           |
|   | 4,0   |   |   | 25,4  | 18,4           |
|   | 3,8   |   |   | 23,8  | 18,4           |
| 0,00035   | 6,9   | 4,2   |   |   |                |
|   | 7,5   | 3,5   |   |   |                |
|   | 7,0   | 3,8   |   |   |                |

\* 0,000175 объемных долей диоксида серы соответствует 0,5 ПДК

Составитель А.Журавлева  
Редактор М.Товтин Техред Э.Палий \* Корректор С.Шекмар

---

Заказ 8308 Тираж 822 Подписное  
ВНИИПИ Государственного комитета СССР  
по делам изобретений и открытий  
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д.4/5

---

Филиал ИИП "Патент", г.Ужгород, ул.Проектная, 4