



СОЮЗ СОВЕТСКИХ  
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ  
РЕСПУБЛИК

(19) **SU** (11) **1239562** **A 1**

(51) 4 G 01 N 21/78

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР  
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

# ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

## К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 3778163/23-04

(22) 02.08.84

(46) 23.06.86. Бюл. № 23

(71) Всесоюзный научно-иссле-  
дательский институт техники безопас-  
ности в химической промышленности

(72) М.И. Колесник, М.М. Сидей,

М.И. Буковский и В.И. Иващенко

(53) 543.42.063 (088.8)

(56) Авторское свидетельство СССР  
№ 877425, кл. G 01 N 31/22, 1980.

Авторское свидетельство СССР  
№ 805168, кл. G 01 N 31/22, 1979.

(54) ИНДИКАТОРНЫЙ СОСТАВ ДЛЯ КОЛИ-  
ЧЕСТВЕННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛКИЛАЦЕТА-  
ТА В ВОЗДУХЕ

(57) Изобретение относится к области  
химии, а именно к способам опреде-  
ления алкилацетата в воздухе с ис-  
пользованием индикаторных составов.  
Цель - повышение чувствительности  
и точности определения. Индикатор-  
ный состав для определения алкилаце-  
тата содержит, мас. %: силикагель  
62-67; железо серно-кислородное  
0,2-0,6; алюминий серно-кислый 4,0-  
11,0; серную кислоту 16,0-18,7;  
воду - остальное. Погрешность опре-  
деления не превышает  $\pm 19,6\%$ . 7 табл.

СПТК

(19) **SU** (11) **1239562** **A 1**

Изобретение относится к аналитической химии, а именно к индикаторным составам для количественного определения концентрации этилацетата в воздухе производственных помещений предприятий химической и других отраслей промышленности.

Целью изобретения является повышение чувствительности и точности определения этилацетата в воздухе.

Пример.  $100 \pm 1$  г силикагеля соляно-кислой обработки фракции 0,250-0,315 мм смачивают 70 мл 1%-ного раствора серно-кислого закисного железа, тщательно перемешивают и прокаливают в течение 2 ч при  $950-1050^\circ\text{C}$ . Порошок охлаждают до комнатной температуры, обрабатывают 60 мл 20%-ного раствора алюминия серно-кислого и высушивают в течение двух ч при  $190-210^\circ\text{C}$ . Охлажденный порошок смачивают 30 мл окислительного раствора (готовят раствором 1,6 г хромового ангидрида в 40 мл дистиллированной воды и осторожно при перемешивании добавляют 36 мл концентрированной серной кислоты) и выдерживают при  $105-110^\circ\text{C}$  в течение  $90 \pm 5$  мин, охлаждают в эксикаторе и используют для изготовления индикаторных трубок. Для этого в один конец стеклянной трубки с внутренним диаметром 2,3-2,4 мм вкладывают тампон из стекловолокна толщиной до 2,0 мм, насыпают индикаторный состав высотой  $45 \pm 1$  мм, уплотняют его до длины  $40 \pm 2$  мм и фиксируют положение тампоном толщиной до 2 мм.

Определение этилацетата проводят с использованием осушительных трубок, заполненных безводным хлористым кальцием фракции 0,4-0,7 мм.

При протягивании через трубку исследуемого воздуха, содержащего этилацетат, наблюдается резкий переход окраски от желтой до коричневой, переходящей в зеленую, а длина слоя индикаторного состава, изменившего окраску, пропорциональна концентрации определяемого вещества.

В табл. 1 представлена характеристика реакционных свойств приготовленных составов в зависимости от содержания железа серно-кислого закисного, алюминия серно-кислого, хромового ангидрида, серной кислоты и

силикагеля (содержание этилацетата  $200 \text{ мг/м}^3$ ).

Как видно из табл. 1, оптимальное содержание железа серно-кислого закисного находится в пределах 0,2-0,6 мас.%, алюминия серно-кислого 4,0-11,0 мас.%, хромового ангидрида 0,4-0,6 мас.%, серной кислоты 16,0-18,7 мас.% и силикагеля 62-67 мас.%. 5

При повышении содержания железа серно-кислого закисного (состав 6), алюминия серно-кислого (состав 12) или хромового ангидрида (состав 16) длина прореагировавшего слоя резко уменьшается, при понижении содержания указанных компонентов (составы 2, 8 и 14) ухудшается окраска прореагировавшего слоя и граница раздела прореагировавшего и первоначального слоев. 10 15 20

Повышение содержания серной кислоты (состав 21) приводит к невозможности ее высушивания при рабочей температуре, понижение (состав 18) - к ухудшению характеристик окраски и границы раздела. 25

Способ обработки силикагеля влияет на реакционные свойства индикаторного состава.

В результате активации силикагеля при температуре в пределах  $950-1050^\circ\text{C}$  после пропитки его раствором серно-кислого железа закисного и высушивания состава при температуре в пределах  $190-210^\circ\text{C}$  после обработки 35 раствором алюминия серно-кислого получены составы с близкими индикационными характеристиками (табл. 2 и 3).

В табл. 2 представлена зависимость реакционных свойств индикаторных составов от температуры активации силикагеля обработанного железом серно-кислым закисным (концентрация этилацетата  $195 \text{ мг/м}^3$ ). 40

Обработка силикагеля железом серно-кислым закисным с последующей сушкой при температуре выше  $1050^\circ\text{C}$  резко снижает его удельную поверхность, что затрудняет нанесение окислительного раствора. Активация 45 силикагеля ниже  $950^\circ\text{C}$  удлиняет процесс приготовления индикаторного состава (при сушке в течение двух часов состав не реагирует). 50

Зависимость реакционных свойств индикаторных составов от температуры высушивания после обработки раствором алюминия серно-кислого (кон-

центрация этилацетата 192 мг/м<sup>3</sup>) представлены в табл. 3.

После обработки силикагеля раствором алюминия серно-кислого, высушивание его при температуре выше 210°C приводит к уменьшению длины изменившего окраску слоя, а ниже 190°C - к ухудшению характеристик окраски и границы раздела (табл. 3).

Для получения оптимального индикаторного состава силикагель необходимо пропитать раствором железа серно-кислого закисного, активировать при 950-1050°C, после охлаждения пропитать раствором алюминия серно-кислого, высушить при 190-210°C, охладить и обработать раствором хромового ангидрида в серной кислоте.

Определена зависимость длины изменившего окраску слоя индикаторного состава 4 при протягивании через индикаторную трубку 1200 см<sup>3</sup> анализируемой паровоздушной смеси.

Зависимость длины изменившего окраску слоя от концентраций этилацетата приведена в табл. 4.

Результаты контроля этилацетата в паровоздушных смесях индикаторным составом с применением воздухозаборного устройства газоанализатора УГ-2 (табл. 5) по сравнению со спектрофотометрическим методом показывает, что погрешность определения не превышает ±19,6% (по ГОСТ 12.1.014-79 допускается ±25%).

Погрешность определения этилацетата в контрольных смесях приведена в табл. 5.

Определена зависимость длины изменившего окраску слоя индикаторного состава при протягивании через трубку 1200 см<sup>3</sup> анализируемой паровоздушной смеси. Полученные усредненные данные приведены в табл. 6 и 7.

Зависимость длины изменившего окраску слоя от концентрации пропилацетата приведена в табл. 6.

Зависимость длины изменившего окраску слоя от концентрации бутилацетата приведены в табл. 7.

#### Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

Индикаторный состав для количественного определения алкилацетата в воздухе, содержащий хромовый ангидрид, серную кислоту, воду и инертный носитель, отличающийся тем, что, с целью повышения чувствительности и точности определения, состав содержит в качестве инертного носителя силикагель и дополнительно железо серно-кислое закисное и алюминий серно-кислый при следующем соотношении компонентов, мас. %:

Силикагель	62-67
Железо серно-кислое закисное	0,2-0,6
Алюминий серно-кислый	4,0-11,0
Серная кислота	16,0-18,7
Хромовый ангидрид	0,4-0,6
Вода	Остальное

Т а б л и ц а 1

Состав	Содержание компонентов, мас. %					Вода	Длина изменив- шего ок- раску слоя, мм	Характеристика	
	Железо серно- кислое	Алюминий серно- кислый	Хромовый ангидрид	Серная кислота	Силикагель			Границы раздела	Окраска
1	0	6,5	0,5	16,6	64,7	Осталь- ное	Состав не реагирует		
2	0,1	6,5	0,5	16,6	64,8	"	8	Размытая	Бледная
3	0,2	6,5	0,5	16,6	64,8	"	10	Четкая	Яркая
4	0,4	6,5	0,5	16,6	64,8	Осталь- ное	10	Четкая	Яркая
5	0,6	6,5	0,5	16,6	64,8	"	9	"	"
6	0,7	6,5	0,5	16,6	64,8	"	5	"	"
7	0,4	4,0	0,5	16,6	64,8	"	11	"	"
8	0,4	3,5	0,5	16,6	64,8	"	6	Размытая	Бледная
9	0,4	9,5	0,5	16,6	64,8	"	10	Четкая	Яркая
10	0,4	10,7	0,5	16,6	64,8	"	10	"	"
11	0,4	11,0	0,5	16,6	64,8	"	10	"	"
12	0,4	11,5	0,5	16,6	64,8	"	5	"	"
13	0,4	6,5	0,4	16,6	64,8	"	9	"	"

1239562

Состав	Содержание компонентов, мас.%					Вода	Длина изменив- шего ок- раску слоя, мм	Характеристика	
	Железо серно- кислое	Алюминий серно- кислый	Хромовый ангидрид	Серная кислота	Силикагель			Границы раздела	Окраска
14	0,4	6,5	0,3	16,6	64,8	—	14	Размытая	Бледная
15	0,4	6,5	0,6	16,6	64,8	—	10	Четкая	Яркая
16	0,4	6,5	0,7	16,6	64,8	—	5	—	—
17	0,4	6,5	0,5	16,0	64,8	—	10	—	—
18	0,4	6,5	0,5	15,6	64,8	—	14	Размытая	Бледная
19	0,4	6,5	0,5	18,0	64,8	—	11	Четкая	Яркая
20	0,4	6,5	0,5	18,7	64,8	—	10	—	—
21	0,4	6,5	0,5	19,0	64,8	—	Состав не реагирует		
22	0,4	6,5	0,5	16,6	62,0	—	10	Четкая	Яркая
23	0,4	6,5	0,5	16,6	61,0	—	3	—	—
24	0,4	6,5	0,5	16,6	67,0	—	11	—	—
25	0,4	6,5	0,5	16,6	68,0	—	14	Размытая	Бледная

Т а б л и ц а 2

Температура активации силикагеля, °С	Длина изменившегося окраску слоя, мм	Характеристика	
		Границы раздела	Окраска
900	—	Состав не реагирует	
950	8	Четкая	Яркая
1000	10	—	—
1050	9	—	—
1100	—	Состав не реагирует	

Т а б л и ц а 3

Температура высушивания состава, °С	Длина изменившегося окраску слоя, мм	Характеристика	
		Границы раздела	Окраска
180	12	Размытая	Бледная
190	9	Четкая	Яркая
200	10	—	—
210	8	—	—
215	5	—	—
220	4	—	—

Т а б л и ц а 4

Концентрация этилацетата, мг/м <sup>3</sup>	110	200	300	420	580	810	1020
Длина изменившегося окраску слоя, мм	6	10	12	16	19	21	23

Т а б л и ц а 5

Концентрация этилацетата, мг/м <sup>3</sup>		Относительная погрешность, %
Индикаторным составом 1	спектрофотометрическим методом (среднее значение)	
650	543	19,6
600	—	10,4
600	—	10,4
550	—	1,2
650	—	19,6
500	—	7,9
650	—	19,6
500	—	7,9
500	—	7,9

Т а б л и ц а 6

Концентрация пропилацетата, мг/м <sup>3</sup>	120	210	400	640	850	1020
---	-----	-----	-----	-----	-----	------

Длина изменившего окраску слоя, мм

6 9 12 16 19 21

Т а б л и ц а 7

Концентрация бутилацетата, мг/м <sup>3</sup>	90	210	330	450	600	810	1000	1200
--	----	-----	-----	-----	-----	-----	------	------

Длина изменившего окраску слоя, мм

5 7 10 11 13 15 17 19

Составитель С. Хованская

Редактор В. Иванова

Техред Л. Олейник

Корректор М. Максимович

Заказ 3388/42

Тираж 778

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-полиграфическое предприятие, г. Ужгород, ул. Проектная, 4

