
EXPERIMENTÁLNA TECHNIKA

**AUTOMATICKÉ STANOVOVANIE KONCENTRÁCIE CS₂ V ATMOSFÉRE
CHEMICKÝCH PREVÁDZOK**

M. JAMBRICH, A. PIKLER, G. KLOKNER

Katedra chemickej technológie dreva a umelých vlákien Slovenskej vysokej školy
technickej v Bratislave

Jednou z našich najdôležitejších úloh je vytváranie zdravých a bezpečných podmienok pre prácu v chemických podnikoch.

V chemickom priemysle sa pracuje s rozličnými plynmi, látkami a parami, ktoré znečisťujú ovzdušie v pracovných miestnostiach. Znečistené pracovné ovzdušie vytvorené za určitých podmienok vplýva na zdravie a bezpečnosť práce [1]. Ľudia, ktorí pracujú v tomto ovzduší, sú vystavení nebezpečenstvu vyvolania otravy a chorôbám z povolania, a to najmä vtedy, ak koncentrácia otravných látok prestupuje bezpečnostnú hranicu [2, 3]. Z týchto dôvodov je potrebné prísne dodržiavať ochranné opatrenia založené na sústavnej kontrole ovzdušia. V závodoch, ktoré vyrábajú umelý hodváb, vyžaduje si používanie CS₂ najvyššiu opatrnosť, pretože je veľmi zápalný a jeho pary so vzduchom vytvárajú nebezpečnú explozívnu zmes [4, 5]. Okrem toho je CS₂ škodlivý pre zdravie človeka tým, že pri vdychovaní väčších množstiev poškodzuje nervovú sústavu [6]. Avšak už aj menšie množstvá môžu zapríčiniť poruchy na zdraví, a to u rozličných ľudí rozličným spôsobom. 1—2 mg CS₂ na jeden liter vzduchu spôsobuje už po ôsmich hodinách bolenie hlavy. Pri koncentrácii 6—10 mg CS₂/l vzduchu sa príznak otravy prejaví už po pol hodine. Pri vyššom stupni otrávenia sa na nervovom systéme človeka prejavia dlhotrvajúce následky.

Kontrola okrem hľadiska zdravotného má význam pre hospodárnosť, pretože umožňuje predísť stratám pri poruchách v prevádzkach [7].

V miestach, kde je chemický priemysel, býva ovzdušie zamorené odpadovými plynmi, ktoré vytvárajú nezdravú atmosféru v sídliskách.

Otázkou kontroly koncentrácie škodlivých látok v ovzduší sa zaoberajú laboratória v príslušných závodoch, ako aj zdravotnícke orgány [8, 9, 10]. Doterajšia kontrola ovzdušia sa robila v dlhších časových intervaloch a nevystihuje momentálny stav koncentrácie škodlivých látok v ovzduší.

Sústavnú kontrolu ovzdušia v čo najkratších časových intervaloch možno robiť dvoma spôsobmi:

1. súčasnou kontrolou, pravda, za zvýšenia počtu pracovných síl — chemikov,

2. vhodným prístrojom, ktorý by automaticky sústavne stanovoval a registroval koncentráciu škodlivých látok v ovzduší.

Pokiaľ ide o ekonomickú stránku týchto dvoch spôsobov, druhý je výhodnejší. Preto sme našu prácu zamerali na zostrojenie prístroja, ktorý by vyhovoval týmto podmienkam:

- a) sústavná a rýchla kontrola,
- b) dostatočná presnosť.

Ako základ pre zhotovenie prístroja na automatické stanovovanie s registráciou sme využili farebné zmeny látok po absorpcii v chemických činidlách. Automatické dávkovanie a meranie koncentrácie sme vykonali pomocou časových spínačov.

Experimentálna časť

I. Konštrukcia prístroja

Prístroj pozostáva z troch častí:

1. absorpčná časť (obr. 1);
2. elektrická časť (obr. 2):
 - a) časové spínače,
 - b) napájacie zdroje;
3. meracia časť (obr. 2 b).

II. Opis funkcie prístroja

1. Absorpčná časť

Po samočinnom otvorení uzatváracej klapky (a) naplní sa odmerka (3) absorpčným roztokom. Po naplnení odmerky sa uvoľní klapka (b) a roztok pretečie do absorpčnej a meracej kyvety (4). Nato sa zapne nasávacie čerpadielko. Plyn prechádza cez premývačky (8, 9) prietokomerom (7) a absorbuje sa v kyvete (4). Nasávanie trvá určitú nastavenú dobu. Po skončení absorpcie sa meria intenzita svetla prejdeného cez roztok.

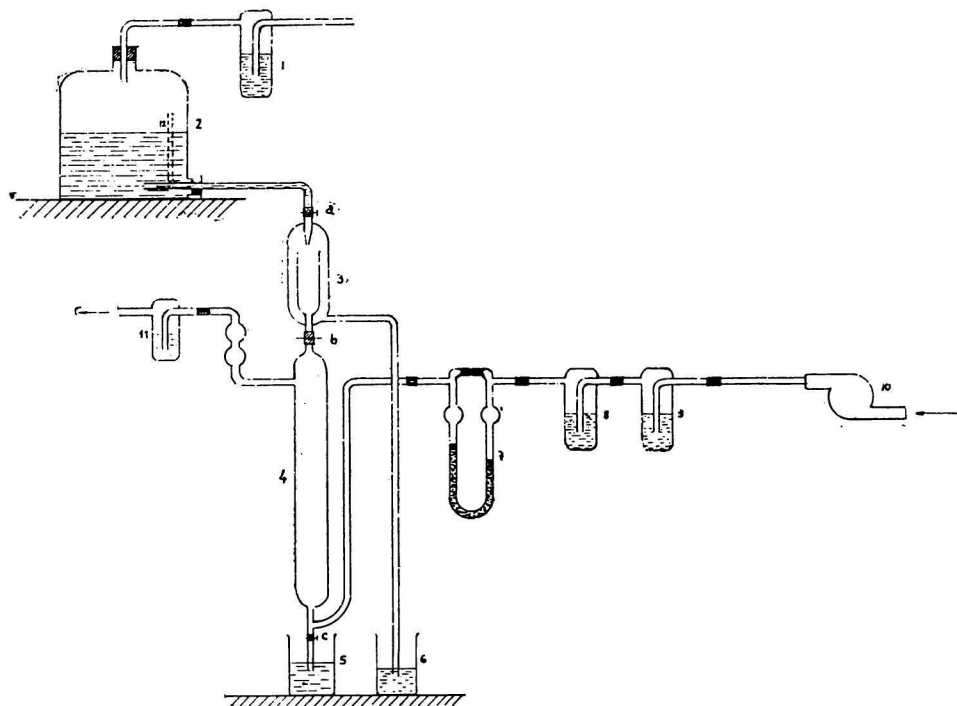
2. Elektrická časť

a) Časové spínače

Pre ovládanie jednotlivých úkonov prístroja, t. j. na čerpanie plynu, meranie, vypúšťanie a napúšťanie reagujúceho roztoku bol navrhnutý a zostrojený časový spínač schematicky znázornený na obr. 2a.

Spínače Sp 1, 2, 4, 5 sú elektrónkové časové spínače (15) pre dlhšie spínacie doby. Spínač Sp 3 pracuje na základe vybijacej konštanty kondenzátora.

Spínač Sp 1 ovláda zapínanie plynového čerpadla. Sp 2 vypne plynové čerpadlo, zapne meranie. Sp 3 preruší meranie a zapne obvod pre vypúšťanie meraného roztoku a zároveň pre napúšťanie nového roztoku do odmerky. Sp 4 preruší vypúšťací odvod a zapne napúšťanie do kyvety, Sp 5 preruší obvod pre napúšťanie do kyvety a štartuje Sp 1.



Obr. 1. 1. Nádobka s uzavierajúcim roztokom, 2. nádrž na zásobný (absorpčný) roztok, 3. odmerka roztoku, 4. absorpčná a meracia kyveta, 5. nádobka na odpadný roztok, 6. nádobka na zachytávanie prepadu z odmerky, 7. prietokomer, 8—9. premývačka na čistenie plynu, 10. nasávacie čerpadielko, a, b, c uzatváracie klapky, 11. poistrá premývačka, 12. odvzdušňovacia rúrka pre odmerku.

Časová kalkulácia spínania jednotlivých dejov:

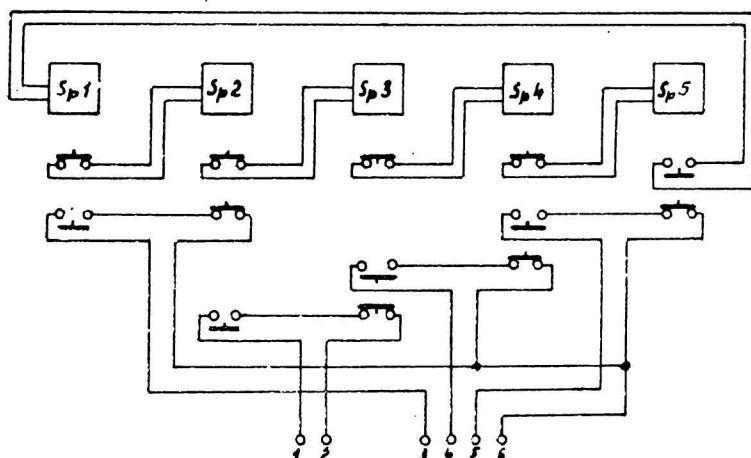
Spínač Sp 1	340 sek.
Sp 2	71 sek.
Sp 3	6 sek.
Sp 4	27 sek.
Sp 5	21 sek.

b) Napájacie zdroje

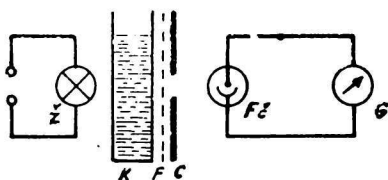
Pre napájanie ovládacieho zariadenia sme použili zdroj jednosmerného prúdu o napätí 24 V.

3. Meracia časť

Spôsob merania je schematicky znázornený na obr. 2b. Kolorimeter pre meranie bol zostrojený za použitia fotónky, neskoršie selénového článku a vhodného filtra. Fotónka použitá pri meraní bola málo citlivá, a preto sme použili selénový článok, ktorý bol vhodujúci pre naše meranie [14]. Žiarovka bola napájaná transformátorom 220/6,3 V. Celý prístroj je stabilizovaný.



a)



b)

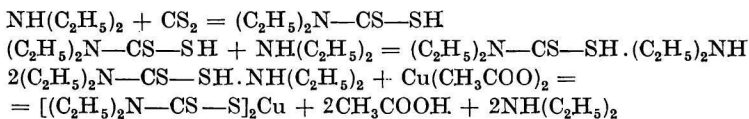
Obr. 2. Ž — osvetľovacia žiarovka, K — kyveta, F — filter, C — clonka, Fč — selénový fotočlánok, G — galvanometer.

Overenie funkcie prístroja

Na praktické overenie činnosti jednotlivých častí aparátu sme volili atmosféru CS_2 . Merali sme laboratórne a celkovú činnosť aparátu sme si overili priamo v prevádzke zariadenia. Pre vyššie hodnoty výsledkov v prevádzke bolo potrebné stanoviť citlivosť prístroja a vykonať kalibráciu.

Stanovovali sme osvedčenou kolorimetrickou metódou založenou na absorpcii CS_2 v roztoku sekundárnych amínov v prítomnosti octanu meďnatého [11]. Výsledným produktom reakcie sekundárnych amínov a CS_2 za prítomnosti solí Cu je ditiokarbamat meďnatý. Je to hnedo sfarbený roztok, ktorý umožňuje fotokolorimetrické stanovenie CS_2 .

Chemizmus stanovenia



Pri tejto metóde na výsledky merania vplýva sírovodík a kyselina tiooctová, preto metóda nie je špecifická. Prítomnosť niektorých stopových látok, ako napr. dimetyl-

sulfidu, tiofenu a merkaptánu, neovplyvňuje meranie. Pri našom meraní bol vplyv sírovodíka vylúčený zachycovaním v roztoku arzenitanu sodného. Táto metóda sa javila veľmi citlivá; možno ňou zachytiť 0,011 mg/10 ml [11, 12, 13].

Roztok použitý pre stanovenie CS₂

0,1 g (CH₃COO)₂Cu, 20 ml H₂O a 46 ml NH(CH₂CH₂OH)₂ sa doplnilo na jeden liter C₂H₅OH.

Roztok na zachytávanie H₂S

1,175 g As₂O₃ a 23,7 ml 1 N-NaOH sa po zahriatí rozpustilo v 100 ml 5 % (NH₄)₂CO₃ a doplnilo sa na jeden liter roztokom (NH₄)₂CO₃.

Na kalibrovanie sme pripravili roztoky o týchto koncentráciách CS₂ (tab. 1).

Tab. 1. Závislosť intenzity od množstva CS₂

číslo vzorky	mg CS ₂ v 1 ml roztoku	10 · 10 ⁻⁹ A
1	0	195
2	0,00246	181
3	0,00492	179
4	0,00758	176
5	0,00984	175
6	0,01230	172
7	0,01722	168
8	0,02952	158
9	0,04952	147
10	0,05956	140
11	0,06182	130
12	0,07412	123

Výsledky v tab. 1 sú merané ca s 1/6 citlivosti prístroja.

Tab. 2. Závislosť intenzity od pretečeného množstva vzduchu

doba v sek.	intenzita (18 · 10 ⁻⁹ A) pri množstvách pretečených za 70 sekúnd			
	259 cm ³	274,6 cm ³	350 cm ³	479,5 cm ³
0	183	183	183	183
70	181	170*	179	180
140	178	163*	176	177
210	176	157	172	176
280	173	155	168	159

* Zmena koncentrácie CS₂ vyvolaná vyberaním koláčov hodvábu.

Pre dokonalý priebeh absorpcie CS₂ bola nájdená optimálna prietoková doba 274,6 cm³ ovzdušia/70 sekúnd a doba nasávania 5 minút. Na tomto základe sme upravili kalibračnú krivku prepočítaním na γ -hodnotu.

Z uvedenej tabuľky vyplýva, že prístroj reaguje na veľmi malú zmenu koncentrácie CS_2 v závode.

Navrhnutý prístroj po určitých úpravách umožňuje stanovovať a registrovať všetky škodlivé plyny, ktoré po absorpcii v chemickom činidle dávajú farebnú reakciu.

Tab. 3. Závislosť intenzity od γ -hodnoty

číslo vzorky	γ -hodnota	výchylka galvanometra $18 \cdot 10^{-9}$ A
1	1,64	181
2	3,28	179
3	4,92	176
4	6,56	173
5	8,2	172
6	11,48	168
7	19,68	156
8	26,24	147
9	33,01	140
10	41,21	130
11	49,41	123

Keďže prístroj sme nastavili na pretečené množstvo 300 cm^3 ovzdušia za 71 sekúnd, automaticky stanovoval koncentráciu CS_2 v závode. Výsledky automatického stanovovania uvádzame v tab. 4.

Tab. 4. Praktické meranie v závode

číslo cyklu merania	$18 \cdot 10^{-9}$ A
1	180
2	180
3	180
4	180
5	177*
6	178
7	179
8	180
9	179
10	178

* Vyberanie koláčov hodvábu.

Súhrn

V tejto práci sa navrhol a preskúšal prístroj na automatické stanovovanie škodlivého plynu CS_2 . Prístroj sa skonštruoval na princípe fotokolorimetrie

a ovládacie zariadenie na princípe časových spínačov. Pre overenie jeho funkcie sa použil elektrónkový časový spínač.

АВТОМАТИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ CS_2 АТМОСФЕРЫ В ХИМИЧЕСКИХ ПРОИЗВОДСТВАХ

М. ЯМБРИХ, А. ПИКЛЕР, Г. КЛОКНЕР

Кафедра химической технологии дерева и искусственных волокон Словацкого ВТУЗа
в Братиславе

Выводы

Авторы в настоящей работе предложили и проверили аппарат для автоматического определения вредного сероуглеродного газа. Аппарат они сконструировали на принципе фотоколориметрии и управляющую установку на принципе выдержки с выдержкой времени. Для проверки функции аппарата авторы использовали ламповый выключатель с выдержкой времени.

Поступило в редакцию 5. I. 1956 г.

AUTOMATISCHE BESTIMMUNG DER KONZENTRATION EINER CS_2 -ATMOSPHERE IN CHEMISCHEN BETRIEBEN

M. JAMBRICH, A. PIKLER, G. KLOKNER

Lehrstuhl für chemische Technologie des Holzes und der Kunstfasern an der Slowakischen
Technischen Hochschule in Bratislava

Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit schlugen die Autoren vor und überprüften ein Gerät für die automatische Bestimmung schädlichen CS_2 -Gases. Sie konstruierten dieses Gerät auf dem Prinzip der Photokolorimetrie und die Reguliervorrichtung auf dem Prinzip der Zeitschalter. Für die Beglaubigung der Funktion des Gerätes benützten sie einen Elektronenröhren-Zeitschalter.

In die Redaktion eingelangt den 5. I. 1956

LITERATÚRA

1. *Zdravotní normy průmyslových závodů G. O. S. T.*, Praha 1951, 1324—1347.
2. *Hygienické vyhodnotenie ventilácie v spriadacích miestnostiach pri výrobe viskóзовého rajónu*, Gigena i sanitarija (1949). 3. Textil. vyhlášky MCHP z 31. I. 1953. *Předpis o nejvyšší připustné koncentraci škodlivin v ovzduší provozoven chem. průmyslu*, Pracovní lékařství 5, 103 (1953).
4. Götze K., *Chemiefasern nach dem Viskose-Verfahren*, Berlin 1951.
5. Rogovin, *Chimija i tehnologija iskustvennych volokon*, Moskva.
6. Reisok, Petráň, Teissinger, Souček, *Otravy CS_2 v továrnách na umelý hodváb*, Časopis československých lékařů 87, 937—939 (1948).
7. Klatt, Jančarik, *O problémech spát získávání chemikálií při výrobě viskóзовých vláken VÚUV-Svit I* (1955).
8. Suijders, *Zistovanie malých množstiev H_2S a CS_2 vo vzduchu*, Chem. Weekbl. 46, 343—345 (1950).
9. Zuman, Zumanová, Souček, *Polarografické stanovení H_2S vedle CS_2* , Chem.

Listy 49, 1409—1410 (1955). 10. Treiber, Koreň, *CS₂-Testen zur quantitativen Mikrobestimmung von CS₂ in der Luft*, Chem. Ing. Technik 25, 192—196 (1953).

11. Alexejeva, Andronov, Gurvic, Žitkova, *Opredelenie vrednych veščestv v vozduche proizvodstvennych pomeščenij*, Moskva 1953. 12. Fr. pat. 868 575 (5. 10. 1942). 13. Vašák, Šedivec, *Kolorimetrické stanovenie AS*, Chem. Listy 46, 341 (1952). 14. Kalandovský, Strnad, *Fotoelektrické články a jejich použití v technické praxi*, Praha 1949. 15. Plško, *Zdokonalený elektrónkový časový spínač na automatický odber destilátu*, Chem. Zvesti 9, 310 (1955).

Došlo do redakcie 5. I. 1956