

3458

60

MINISTERSTWO OBRONY NARODOWEJ
SZEFOSTWO WOJSK CHEMICZNYCH W N E

~~2858~~

~~POUENIE~~

Chem. 218/70

2645

Egz. nr 78



PF27



BADANIE ŚRODKÓW WSKAŹNIKOWYCH



WYDAWNICTWO MINISTERSTWA OBRONY NARODOWEJ
1971

ZARZĄDZENIE Nr 043/Chem.

Zatwierdzam i z dniem 1 grudnia 1971 r. wprowadzam do użytku instrukcję „Badanie środków wskaźnikowych” Chem. 218/70.

SZEF WOJSK CHEMICZNYCH MON
 płk dr inż. Czesław KRZYSZOWSKI



022

TRESC

WSTĘP	7
Rozdział I — KRÓTKA CHARAKTERYSTYKA BOJOWYCH ŚRODKÓW TRUJĄCYCH	10
Tlenek węgla	10
Fosgen i dwifosgen	11
Chloroacetonon	13
Bromocyjanek benzylenu	14
Dwunitryl kwasu o-chlorobenzylidenomalonowego	16
Cyanowodor	17
Chlorocyan	19
Chloropikryna	21
Fosgenooksym	23
Iperyty azotowe	25
Siarkowodor	27
Iperyty: siarkowy, tlenowy i sesqui	28
Arsenowodor	31
Nasycone arsenoorganiczne środki trujące	33
Luizyl	36
Adamsyl	38
Fosforowodor	40
Związki fosforoorganiczne	41
Chlorowce	47
Rozdział II — SPRZĘT DO WYTWARZANIA WZORCOWYCH MIESZANIN BOJOWYCH ŚRODKÓW TRUJĄCYCH	51
Komora statyczna do wytwarzania niskich stężeń środków trujących	51
Aparatura do badania rurek wskaźnikowych sposobem dynamicznym	61
na środki trujące dozowane z kaczki	61
Aparatura do badania rurek wskaźnikowych sposobem dynamicznym	65
(do wytwarzania śladowych stężeń FoST)	65
Aparatura do badania oporu rurek wskaźnikowych	67
Rozdział III — ŚRODKI DO WYKRYWANIA BST I METODY ICH	69
BADAN	69
Papierki wskaźnikowe	70
Wiadomości ogólne	70
Papierek wskaźnikowy KU-1	71

Papierek wskaźnikowy K-7a	71
Papierek wskaźnikowy nr 570	73
Papierek wskaźnikowy na tabun	74
Papierek wskaźnikowy na fosgen i dwufosgen	75
Papierek wskaźnikowy do badania odporności środków ochron- nych na krople ST	77
Papierek bromotłocziowy na arenowodor (fosforowodor)	78
Papierek wskaźnikowy na cyjanowodor	79
Papierek wskaźnikowy na tlenek węgla	80
Papierek wskaźnikowy ołowiony	81
Papierek wskaźnikowy na brom	81
Papierek wskaźnikowy na jon fluorkowy	82
Papierek wskaźnikowy jodokrobiowy	83
Papiereki lakmusowe niebieski i czerwony	83
Papierek wskaźnikowy Kongo	85
Papierek wskaźnikowy fenolftaleinowy	85
Zmiłana barwy papierków wskaźnikowych	86
Wata, proszki wskaźnikowe i odczynnik T-135	89
Wata wskaźnikowa do wykrywania par trwałych ST	89
Proszki wskaźnikowe IP-1 i IP-2	90
Odczynnik T-135	91
Rurki wskaźnikowe	93
Wiadomości ogólne	93
Rurka wskaźnikowa RW-13 oznaczona dwoma żółtymi pierście- niami	96
Badanie rurki RW-13	97
Rurka wskaźnikowa RW-37 oznaczona trzema żółtymi pierście- niami	99
Badanie rurki RW-37	100
Rurka wskaźnikowa RW-15 oznaczona dwoma białymi pierście- niami	103
Badanie rurki RW-15	104
Rurka wskaźnikowa RW-30 oznaczona jednym białym pierścieniem Badanie rurki RW-30	106
Rurka wskaźnikowa RW-24 oznaczona dwoma czarnymi pierście- niami	107
Badanie rurki RW-24	111
Rurka wskaźnikowa RW-28 oznaczona trzema czarnymi pierście- niami	112
Badanie rurki RW-28	115
Rurka wskaźnikowa RW-32 oznaczona jednym czerwonym pierś- ciem	116
Badanie rurki RW-32	118
Badanie rurki RW-32	120

Str.

Rurka wskaźnikowa RW-36 oznaczona jednym żółtym pierścieniem Badanie rurki RW-36	126
Rurka wskaźnikowa RW-44 oznaczona jednym czerwonym pierś- ciem i czerwoną kropką	127
Badanie rurki RW-44	130
Nabój ochronny do rurek wskaźnikowych RW-44	132
Badanie naboju ochronnego	137
Rurka wskaźnikowa RW-45 oznaczona trzema zielonymi pierście- niami	137
Badanie rurki RW-45	139
Charakterystyka porażeni środkami trującymi	144
Automatyczny sygnalizator skażeń GSP-1	149
Opis sygnalizatora	153
Środki wskaźnikowe	153
Przygotowanie sygnalizatora do pracy	156
Badanie zestawu środków wskaźnikowych	167
Automatyczny sygnalizator skażeń GSP-11	167
Opis sygnalizatora	170
Środki wskaźnikowe	170
Przygotowanie sygnalizatora do pracy	175
Badanie zestawu środków wskaźnikowych	192
Rozdział IV — BADANIE PRZYDATNOŚCI ŚRODKÓW WSKAZNI- KOWYCH W WARUNKACH POŁOŻYCH	193
Rurki kontrolne	197
Wiadomości ogólne	198
Metodyka badań przydatności rurek wskaźnikowych przy użyciu rurek kontrolnych	198
Rurka kontrolna RK-1 oznaczona jednym czerwonym pierścieniem Rurka kontrolna RK-2 oznaczona jednym żółtym pierścieniem Rurka kontrolna RK-5 oznaczona jednym czarnym pierścieniem Rurka kontrolna RK-6 oznaczona jednym zielonym pierścieniem Rurka kontrolna RK-11 oznaczona jednym czerwonym pierście- niem i czerwoną kropką	199
Małe świece o zapachu środków trujących	200
Przeznaczenie	201
Budowa świecy	202
Sposób użycia	202
Przeznaczenie	203

Str.

Ostrzeżenie wojsk przed rażącym działaniem broni masowego rażenia oraz zapewnienie im bezpośredniego bezpieczeństwa to jedno z podstawowych zadań rozpoznania skażeń. Wagę tych zadań podnosi fakt, że w arsenatach państw kapitalistycznych pojawiają się coraz groźniejsze związki chemiczne nie dające się już wykryć organoleptycznie. Takie połączenia, jak np. organiczne pochodne kwasu fosforowego mogą być wykryte tylko za pomocą specjalnych reakcji z użyciem sprzętu chemicznego, stanowiącego wyposażenie nowoczesnej armii.

Środki i metody, wykorzystywane do wykrywania skażeń chemicznych, pozwalają obecnie na natychmiastowe wykrycie i przeprowadzenie analizy środków trujących bezpośrednio na polu walki.

W razie konieczności szybkiego określenia rodzaju skażenia nie jest wymagana duża dokładność analizy i pełna identyfikacja indywiduum chemicznego, lecz tylko stwierdzenie jego obecności i faktu przekroczenia dopuszczalnego stężenia. Cel taki można zrealizować zarówno prostymi, jak i bardziej skomplikowanymi środkami detekcji — są nimi rurki i proszki wskaźnikowe oraz nowoczesne zautomatyzowane sygnalizatory skażeń.

Sprawne działanie sprzętu rozpoznania chemicznego jest zapewnione przez ustawiczne sprawdzanie jego jakości i przydatności używanych środków wskaźnikowych, których metody badań podaje niniejsza instrukcja.

Tematycznie instrukcja podzielona została na cztery rozdziały. W rozdziale I zostały omówione własności fizyczne i chemiczne środków trujących, działanie na organizm ludzki oraz metody wykrywania. Kolejność, w jakiej środki trujące zostały omówione, przyjęta została na podstawie ich podziału pod względem chemicznym.

Jest ona następująca:

1) Pochodne karbonylowe:

— tlenek węgla;

— fosgen;

— dwufosgen.

- 2) Pochodne chlorowcowe o działaniu lakrymogennym:
— chloroacetofenon;
— bromocyjanek benzyloenu;
— substancja CS (dwunitryl) kwasu o-chlorobenzylidenomalonowego.
- 3) Związki zawierające azot:
a) pochodne cyjanowe:
— cyjanowodór;
— chlorowococyjany;
b) pochodne nitrowe i nitrozowe:
— chloropikryna;
— fosgenooksym;
c) chlorowcoalokiloaminy:
— iperyty azotowe.
- 4) Pochodne siarkowe:
— siarkowodór;
— iperyt siarkowy;
— iperyt tlenowy;
— iperyt sesqui.
- 5) Pochodne arsenowe:
a) arsenowodór;
b) organiczne pochodne arsenu:
— metylo-, etylo-, fenylodwuchloroarsyna;
— dwufenylochloaroarsyna;
— dwufenylocyjanoarsyna;
— luizyt;
— adamsyt.
- 6) Związki zawierające fosfor:
a) fosforowodór;
b) związki fosforoorganiczne:
— tabun;
— sarin;
— soman;
— V-gazy.

W rozdziale II została omówiona aparatura służąca do badań środków wskaźnikowych.

Rozdział III podzielony został na pięć części. Pierwsza dotyczy papierków wskaźnikowych uwzględniając ich przeznaczenie, sposób wykonania, chemizm reakcji zachodzących podczas wykrywania odpowiedniego środka trującego oraz metody sprawdzenia przydatności papierka do celów wskaźnikowych. Analogiczną treść przedstawia sobą część druga dotycząca waty i proszków wskaź-

nikowych oraz odczytnika T-135. W części trzeciej omówione są rurki wskaźnikowe. W odniesieniu do każdej z nich podane zostało jej przeznaczenie, sposób użycia, skład wskaźnika i chemizm reakcji zachodzących podczas wykrywania środków trujących oraz metody badań rurki przy użyciu aparatury opisanej w rozdziale II. Część czwarta i piąta dotyczą automatycznych sygnalizatorów skażeń GSP-1 i GSP-11. W sposób informacyjny podane tu zostały: przeznaczenie, dane taktyczno-techniczne, budowa i zasada działania sygnalizatora, a obszerniej — badanie środków wskaźnikowych.

Rozdział IV został poświęcony omówieniu rurek kontrolnych oraz małych świec o zapachu środków trujących, które wykorzystywane są do badań przydatności rurek wskaźnikowych i sygnalizatora GSP-1 w warunkach polowych.

R O Z D Z I A Ł 1
KRÓTKA CHARAKTERYSTYKA
BOJOWYCH ŚRODKÓW TRUJĄCYCH

TLENEK WĘGLA

CO ciężar cząsteczkowy 28,011

WŁASNOŚCI FIZYCZNE

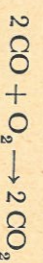
1. Jest to bezbarwny gaz bez zapachu. W temp. —191,3°C tlenek węgla kondensuje się w bezbarwną ciecz o ciężarze właściwym 0,793 g/cm³.

Temperatura krzepnięcia: —207°C.

Tlenek węgla w wodzie rozpuszcza się źle (20 cm³ w 1 dm³ w temp. 20°C), w rozpuszczalnikach organicznych — nieco lepiej. Tlenek węgla źle pochłania się na stałych sorbentach (węgiel, krzemionka i inne).

WŁASNOŚCI CHEMICZNE

2. Tlenek węgla jest związkiem aktywnym chemicznie. W powietrzu pali się niebieskim płomieniem:



Tlenek węgla jest reduktorem:



Reakcje te wykorzystywane są podczas wykrywania tlenku węgla. W obecności różnych katalizatorów tlenek węgla może utleniać się tlenem z powietrza. Np. mieszanina tlenków miedzi i manganu z dodatkiem tlenków kobaltu i nikiel osadzona na węglu aktywnym (hopkality) wykorzystywana jest w maskach przeciwgazowych do ochrony przed tlenkiem węgla.

DZIAŁANIE FIZJOLOGICZNE I TOKSYCZNOŚĆ

3. Tlenek węgla jest środkiem o działaniu ogólnotrującym. Działanie trujące tlenku węgla polega na tworzeniu kompleksu z żelazem hemoglobiny krwi, w wyniku czego krew traci zdolność przenoszenia tlenu, co może doprowadzić do śmierci. Stężenia 4,7—5,7 mg/dm³ w czasie ekspozycji 10 min są śmiertelne.

WYKRYWANIE TLENKU WĘGLA

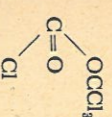
4. Reakcja z chlorkiem palladu zamieszczona jest w dalszej części instrukcji w punkcie poświęconym omówieniu papierka wskaźnikowego na tlenek węgla.

5. Reakcja z pięciołotkiem jodu zamieszczona jest w dalszej części instrukcji w punkcie poświęconym omówieniu rurki wskaźnikowej RW-28.

FOSGEN I DWUFOSGEN



fosgen: chlorek karbonylu
dwuchlorek kwasu węglowego
ciężar cząsteczkowy 98,92



dwufosgen: ester trójchlorometylowy
kwasu chlorowęglowego
ciężar cząsteczkowy 197,85

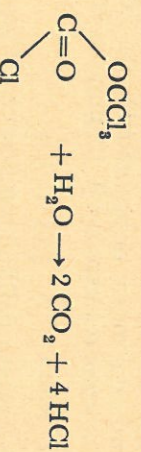
WŁASNOŚCI FIZYCZNE

6. Fosgen w normalnej temperaturze jest bezbarwnym gazem o charakterystycznym zapachu zgnitych jabłek lub zleżałego siana (w małych stężeniach). Dwufosgen jest bezbarwną oleistą cieczą.

	Fosgen	Dwufosgen
Gęstość par w stosunku do powietrza w temp. 20°C	3,48	6,9
Ciężar właściwy	1,435 przy 0°C	1,653 przy 14°C
Temperatura topnienia	—118°C	—57°C
Temperatura wrzenia	8,3°C	128°C
Prężność par w temp. 20°C	1180 mm Hg	10,3 mm Hg
Maksymalne stężenie par w temp. 20°C mg/dm ³	6370	120

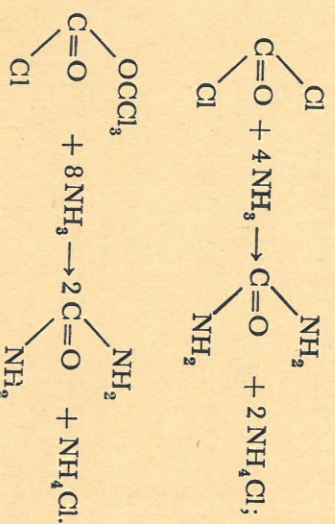
Fosgen i dwufosgen dobrze rozpuszczają się w rozpuszczalnikach organicznych, trudno — w wodzie.

7. Fosgen i dwufosgen ulegają powolnej hydrolizie pod wpływem wody z wydzieleniem kwasu solnego i dwutlenku węgla:



Podczas ogrzewania, a także w obecności alkaliów hydroliza przebiega bardzo szybko.

Fosgen i dwufosgen łatwo reagują z amoniakiem dając mocznik i chlorek amonowy:



DZIAŁANIE FIZJOLOGICZNE I TOKSYCZNOŚĆ

8. Fosgen i dwufosgen są środkami o działaniu duszącym. Objawy zatrucia pojawiają się zwykle po 6—10 godzinach: występuje kaszel, zadyszka, a następnie obrzęk płuc. Graniczne dopuszczalne stężenie wymienionych związków w czasie ekspozycji 60 min wynosi około 0,009 mg/dm³. Stężenie 3,5 mg/dm³ w czasie ekspozycji 2 min jest śmiertelne.

WYKRYWANIE FOSGENU I DWUFOSGENU

9. Wykrywanie fosgenu i dwufosgenu oparte jest na reakcji kondensacji p-dwumetyloaminobenzaldehydu z dwumetyloaminą, która zachodzi pod działaniem wymienionych ST i prowadzi do powstania leukozasady fioletu krystalicznego. Reakcje te zamieszczone są w dalszych częściach instrukcji w punktach poświęconych omówieniu papierka wskaźnikowego na fosgen i dwufosgen oraz rurki wskaźnikowej RW-45.

CHLOROACETOFENON

$\text{C}_6\text{H}_5\text{COCH}_2\text{Cl}$ chlorometylofenyloketon
ciężar cząsteczkowy 154,59

WŁASNOŚCI FIZYCZNE

10. Jest to bezbarwna substancja krystaliczna o zapachu kwiatów czereemchy (produkt techniczny ma zabarwienie beżowe).

Ciężar właściwy w temp. 20°C: 1,321 g/cm³.

Temperatura topnienia: 58,5°C.

Temperatura wrzenia: 266°C.

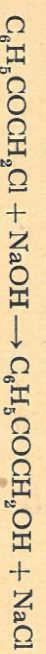
Gęstość par w stosunku do powietrza: 5,2.

Maksymalne stężenie par w temp. 20°C wynosi 0,11 mg/dm³.

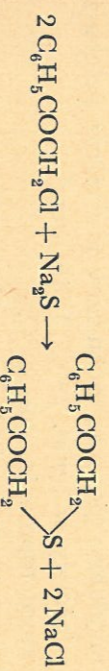
Chloroacetofenon dobrze rozpuszcza się w rozpuszczalnikach organicznych, w wodzie — bardzo źle (0,1% w temp. 16°C).

WŁASNOŚCI CHEMICZNE

11. Chloroacetofenon pod działaniem wody i wodnych roztworów alkaliów praktycznie nie hydrolizuje. Pod działaniem alkoholowych roztworów alkaliów (szczególnie przy ogrzewaniu) zachodzi prawie ilościowe odcięcie atomu chloru od cząsteczki chloroacetofenonu:

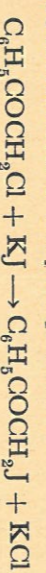


Z siarczkami alkaliów chloroacetofenon reaguje łatwo z wydzieleniem dwufenylosiarczku, który nie ma własności drażniących:



Wodno-alkoholowe roztwory siarczku sodowego mogą więc być wykorzystywane do niszczenia chloroacetofenonu.

Jodek potasowy w roztworze acetonowym daje z chloroacetofenonem jodoacetofenon o temp. topnienia 28—30°C:

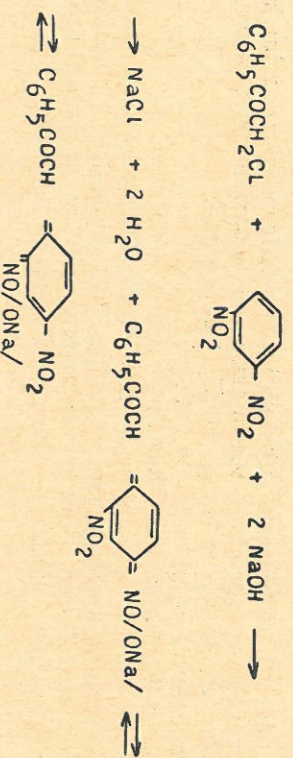


DZIAŁANIE FIZJOLOGICZNE I TOKSYCZNOŚĆ

12. Chloroacetofenon jest środkiem o bardzo silnym działaniu trawiącym. Najniższe odczuwalne stężenie w czasie ekspozycji 2 min wynosi 0,0001 mg/dm³. Chloroacetofenon o stężeniach 0,002 mg/dm³ i wyższych powoduje nie tylko silne trawienie, lecz również podrażnienie błon śluzowych nosa i gardła oraz skóry twarzy.

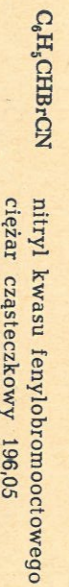
WYKRYWANIE CHLOROACETOFENONU

13. Wykrywanie chloroacetofenonu przeprowadza się za pomocą metadwinitrobenzenu w obecności alkaliów. Przyпуска się, że w reakcji tej powstaje aci-sól benzoilokarbinołu o wiśniowym zabarwieniu:



Podobną reakcję daje bromocyjanek benzylenu.

BROMOCYJANEK BENZYLIENU



ciężar cząsteczkowy 196,05

WŁASNOŚCI FIZYCZNE

14. Jest to bezbarwna krystaliczna substancja o słabym zapachu gorzkich migdałów (produkt techniczny jest cieczą koloru żółtego).

Cieężar właściwy w temp. 20°C: 1,516 g/cm³.

Temperatura topnienia: 26—29°C.

Temperatura wrzenia: 247°C z rozkładem.

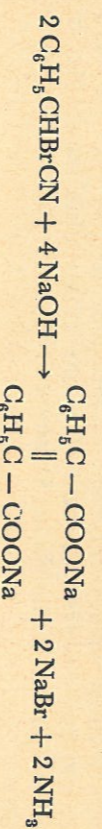
Temperatura wrzenia pod ciśnieniem 12 mm Hg: 132—134°C.

Maksymalne stężenie par w temp. 20°C wynosi 0,05 mg/dm³.

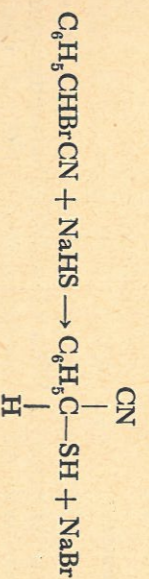
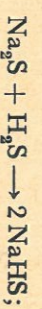
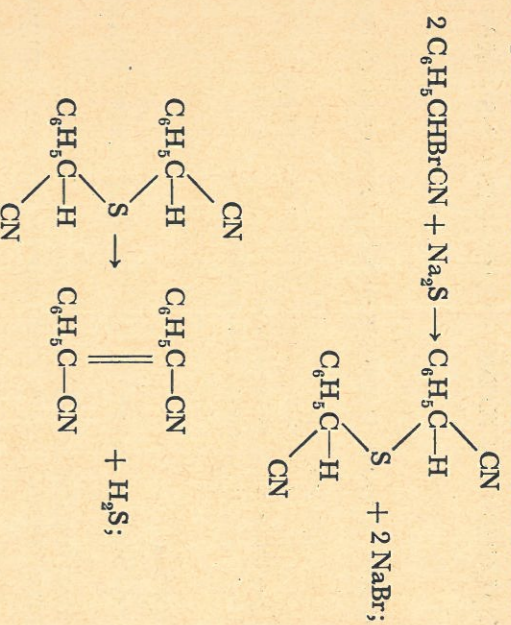
Bromocyjanek benzylenu dobrze rozpuszcza się w rozpuszczalnikach organicznych, a źle w wodzie.

WŁASNOŚCI CHEMICZNE

15. Bromocyjanek benzylenu w wodzie nie rozkłada się. Gotowanie z alkoholowymi roztworami alkaliów powoduje odcięcie nie bromowodoru i powstanie soli kwasu dwufenylomalenitrowego:



Bromocyjanek benzylenu reaguje energicznie (również na zimno) z alkoholowymi i wodno-alkoholowymi roztworami siarczków alkaliów z wydzieleniem szeregu nietoksycznych produktów:



Alkoholowe roztwory siarczku sodowego mogą więc być wykorzystywane do niszczenia bromocyjanu benzylenu.

Silne utleniacze (nadmanganian potasowy, wapno chlorowane i in.) trudno utleniają bromocyjanek benzylenu.

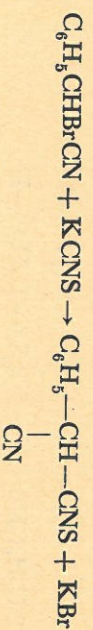
DZIAŁANIE FIZJOLOGICZNE I TOKSYCZNOŚĆ

16. Bromocyjanek benzylenu jest środkiem o działaniu trwałym. Najniższe odczuwalne stężenie w czasie ekspozycji 2 min wynosi 0,0001 mg/dm³. Na skórę środek ten nie działa, działanie ogólnotrujące jest nieznaczne.

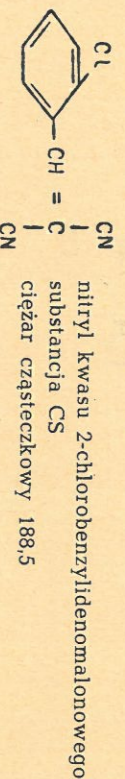
WYKRYWANIE BROMOCYJANKU BENZYLIENU

17. Bromocyjanek benzylenu w reakcji z metadwinitrobenzenem w roztworze alkoholowym w obecności alkaliów zabarwia mieszaninę reakcyjną na kolor wiśniowoczerwony. Podaną reakcję dają chloroacetofenon, niektóre ketony i aldehydy.

18. W wyniku reakcji bromocyjanku benzylnu z rodankiem potasowym powstaje rodanek fenylacetonyliu o temp. topnienia 63—65°C:



DWUNITRYL KWASU O-CHLOROBENZYLIDENOMALONOWEGO



WŁASNOŚCI FIZYCZNE

19. Jest to biała substancja krystaliczna ciemniejąca podczas ogrzewania.

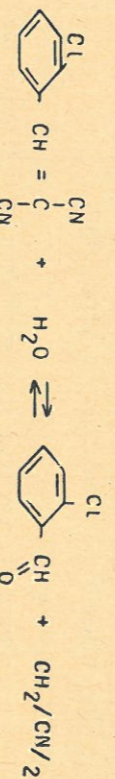
Temperatura topnienia: 95°C.

Temperatura wrzenia pod ciśnieniem atmosferycznym: 310—315°C.

W temperaturze 25°C rozpuszcza się w acetonie, benzenie i innych rozpuszczalnikach organicznych, słabiej w alkoholu. W wodzie rozpuszcza się umiarkowanie.

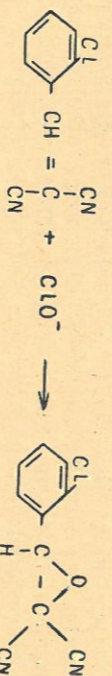
WŁASNOŚCI CHEMICZNE

20. Substancja CS jest umiarkowanie odporna na hydrolizę. W mieszaninie złożonej z 95% etanolu i 5% wody czas połowicznej hydrolizy wynosi w temperaturze 30°C 95 min. w 40°C 40 min. 99% substancji hydrolizuje w temp. 30°C po czasie 635 min. Obecność jonów H⁺ hamuje proces hydrolizy; jony OH⁻ hydrolyzję przyspieszają. Proces hydrolizy przebiega następująco:



Związki utleniające działają na podwójne wiązanie. W efekcie końcowym reakcji powstają różne produkty utlenienia.

W wyniku działania na substancję CS podchlorynów powstaje epi-tlenek (epoksyd):



DZIAŁANIE FIZJOLOGICZNE I TOKSYCZNOŚĆ

21. Substancja CS jest środkiem o działaniu drażniącym. Działanie na organizm objawia się łzawieniem, ślinotokiem, oziężatością i utrudnionym oddechem oraz silnym pieczeniem skóry.

Stężenie 0,005 mg/dm³ w czasie ekspozycji 1 min jest nie do zniesienia. Stężenia 0,01 mg/dm³ i 0,034 mg/dm³ są nie do zniesienia odpowiednio w czasie 12 i 6 sekund.

WYKRZYWANIE DWUNITRYLIU KWASU O-CHLOROBENZYLIDENOMALONOWEGO

22. Dwunitryl kwasu o-chlorobenzylidenomalonowego w reakcji z metadwunitrobenzenem w roztworze alkoholowym w obecności alkaliów zabarwia mieszaninę reakcyjną na kolor czerwono-pomarańczowy. Podobną reakcję dają chloroacetofenon, bromocyjanek benzylnu, niektóre ketony i aldehydy.

CYJANOWODÓR

HCN kwas pruski
ciężar cząsteczkowy 27,02

WŁASNOŚCI FIZYCZNE

23. Jest to bezbarwna ruchliwa ciecz o słabym zapachu migdałów.

Gęstość par w stosunku do powietrza: 0,93.

Ciężar właściwy w temp. 20°C: 0,6884 g/cm³.

Temperatura topnienia: -13,9°C.

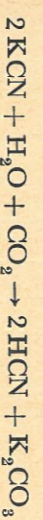
Temperatura wrzenia: 26°C.

Prężność par w temp. 20°C: 607 mm Hg, co odpowiada stężeniu 873 mg/dm³.

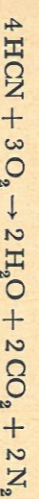
Cyjanowodór miesza się w każdym stosunku z wodą, benzenem, toluenem, eterem, dwuchloroetanem i szeregiem innych rozpuszczalników organicznych. W produktach naftowych cyjanowodór praktycznie nie rozpuszcza się.

WŁASNOŚCI CHEMICZNE

24. Cyjanowodór jest bardzo słabym kwasem; nawet kwas węglowy wypiera go z jego soli:

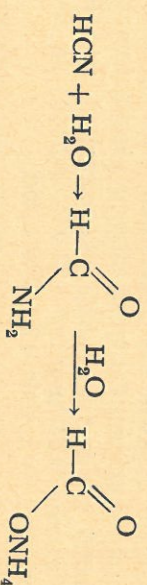


W powietrzu cyjanowodór pali się niebieskim płomieniem dając wodę, dwutlenek węgla i azot:



2 — Badanie środków wskaźnikowych.

W roztworach wodnych cyjanowodoru ulega stopniowo hydrolizie z wydzieleniem mrowczanu amonowego:



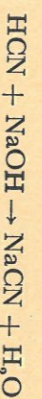
Analogiczna reakcja zachodzi podczas reagowania cyjanowodoru ze stężonymi kwasami nieorganicznymi.

W obecności alkalicznych domieszek cyjanowodor polimeryzuje na twardą, prawie czarną masę o złożonym składzie. W zależności od warunków proces ten przebiega z różną szybkością. Polimeryzacja może być niekiedy przerywana nagłego podwyższenia ciśnienia w opakowaniu prowadzącą do rozerwania go. Jako stabilizatorów cyjanowodoru używa się substancji o charakterze kwasowym (kwasy, chlorobezwodniki kwasów organicznych i nieorganicznych).

Działanie na zimno chloru na wodne roztwory cyjanowodoru powoduje powstawanie chlorocyjanu:



Z alkaliami cyjanowodor reaguje tworząc cyjanki:



Sole cyjanowodoru są związkami silnie trującymi. Największe znaczenie mają cyjanki potasu, sodu i wapnia. Są one bezbarwnymi kryształami dobrze rozpuszczalnymi w wodzie, wolno hydrolizującymi w wodnych roztworach.

DZIAŁANIE FIZJOLOGICZNE I TOKSYCZNOŚĆ

25. Cyjanowodor jest środkiem o działaniu ogólnotrującym. Działanie cyjanowodoru i jego soli polega na unieczynnieniu enzymów żywiających żelazo, katalizujących wewnątrzkomórkowe procesy utleniania. Jako odtrutki używane są estry kwasu azotawego (azotyn amylowy, azotyn propylowy), powodujące powstawanie w krwi methemoglobiny wiążącej cyjanowodor w nietrującą cyjanomethemoglobinę.

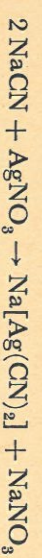
Dopuszczalne stężenie cyjanowodoru w czasie ekspozycji 15 min wynosi 0,02 mg/dm³. Stężenia przewyższające 0,8 mg/dm³ w czasie ekspozycji 2 min są śmiertelne.

18

WYKRYWANIE CYJANOWODORU I CYJANKÓW

26. Reakcje zachodzące podczas wykrywania cyjanowodoru zamieszczone są w dalszych częściach instrukcji w punktach poświęconych omówieniu papierka wskaźnikowego na cyjanowodor i rurki wskaźnikowej RW-45.

27. Ilościowe oznaczenie cyjanowodoru i jego soli może być przeprowadzone metodą objętościową opartą na miareczkowaniu roztworu cyjanunku azotanem srebrowym. Procesy zachodzące podczas miareczkowania można scharakteryzować reakcjami:



W punkcie równoważnikowym powstaje nierozpuszczalny w wodzie cyjanek srebrowy:



CHLOROCYJAN

ClCN ciężar cząsteczkowy 61,48

WŁAŚNOŚCI FIZYCZNE

28. Jest to bezbarwna, ruchliwa, bardzo lotna ciecz o ostrym zapachu.

Gęstość par w stosunku do powietrza: 1,98.

Cieężar właściwy w temp. 0°C: 1,22 g/cm³.

Temperatura topnienia: od —5 do —6,5°C.

Temperatura wrzenia: 13°C.

Prężność pary nasyconej w temp. 20°C: 1010 mm Hg.

Maksymalne stężenie w temp. 20°C: 3300 mg/dm³.

Rozpuszczalność w temp. 15°C:

— w wodzie 79/0;

— w eterze 169/0;

— w alkoholu 400/0.

Z cyjanowodorem chlorocyjan miesza się w każdym stosunku.

WŁAŚNOŚCI CHEMICZNE

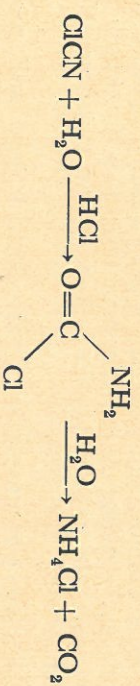
29. W środowisku alkoholowym chlorocyjan jest nietrwały. W roztworach wodnych ulega powolnej hydrolizie z wydzieleniem kwasów cyjanowego i solnego:



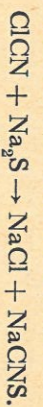
W obecności alkaliów hydroliza przebiega znacznie szybciej. Pod wpływem wodnych roztworów kwasu solnego chlorocyjan

19

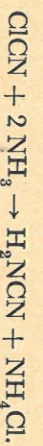
hydrolizuje z wydzieleniem chlorku amonowego i kwasu węglowego:



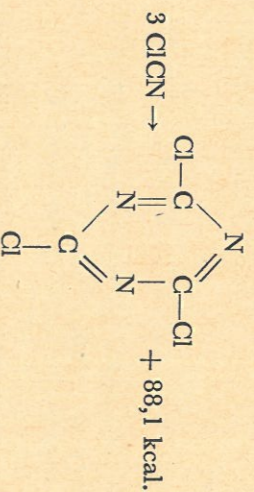
W wyniku reakcji z roztworem wodnym siarczku sodowego (potasowego) w obecności tęgą sodowego (potasowego) powstają sole kwasów solnego i rodanowodorowego:



Z amoniakiem w roztworach wodnych chlorocyjan daje nietrujące substancje: cyjanamid i chlorek amonowy:



Chlorocyjan podczas składowania w obecności wody, kwasu i związków żelaza ulega polimeryzacji z powstaniem chlorku cyjanowego:



Proces polimeryzacji przebiega z wydzieleniem znacznych ilości ciepła, co prowadzi do podwyższenia temperatury i ciśnienia w opakowaniu. Jako stabilizatorów używa się pirofosforanu sodowego i cyjanowodoru (5—10%/o).

DZIAŁANIE FIZJOLOGICZNE I TOKSYCZNOŚĆ

30. Chlorocyjan jest środkiem o działaniu ogólnotrującym, duszącym i łzawiącym. Dopuszczalne stężenie w czasie ekspozycji 15 min wynosi 0,04 mg/dm³. Stężenie 3,03 mg/dm³ w czasie ekspozycji 1 min jest śmiertelne.

WYKRYWANIE CHLOROOCYJANU

31. Chlorocyjan tworzy barwnik polimetinowy w reakcji z pirydyną i związkami zawierającymi ruchomy atom wodoru. Reakcje te zamieszczone są w dalszej części instrukcji w punkcie poświęconym omówieniu rurki wskaźnikowej RW-45.

CHLOROPIKRYNA

CCl_3NO_2 trójchloronitrometan
ciężar cząsteczkowy 164,39

WŁASNOŚCI FIZYCZNE

32. Świeżo przestywowana chloropikryna jest ruchliwą bezbarwną oleistą cieczą stopniowo zabarwiającą się pod wpływem światła na kolor żółty.

Ciepła właściwy w temp. 20°C: 1,6576 g/cm³.

Gęstość par w stosunku do powietrza: 5,7.

Temperatura wrzenia: 112°C.

Temperatura krzepnięcia: —69°C.

Prężność par w temp. 20°C wynosi 18,3 mm Hg.

Maksymalne stężenie w temp. 20°C wynosi 165 mg/dm³.

Chloropikryna miesza się we wszystkich stosunkach z benzenem i dwusiarczkiem węgla. W wodzie nie rozpuszcza się (w 25°C 0,16%/o).

WŁASNOŚCI CHEMICZNE

33. W wyniku nierozpuszczalności w wodzie chloropikryna trudno ulega hydrolizie pod wpływem wody i wodnych roztworów alkaliów.

Alkoholowe roztwory alkaliów rozkładają chloropikrynę dość szybko; szybkość hydrolizy zwiększa się przy oświetleniu:



Pod wpływem światła ultrafioletowego chloropikryna ulega rozpadowi na fosgen i chlorek nitrozyli:



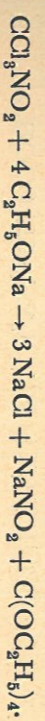
Analogiczny rozpad przebiega także przy ogrzewaniu chloropikryny.

Wodór in statu nascendi redukuje chloropikrynę do metylamininy:

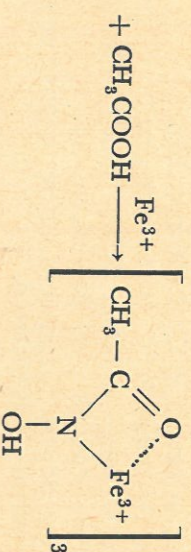
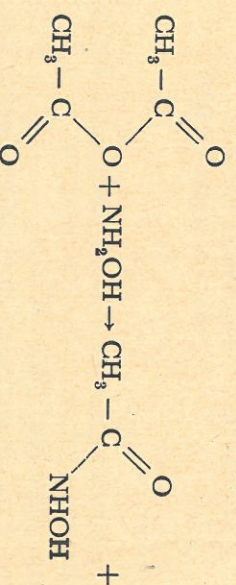


Proces ten przebiega podczas długotrwałego przechowywania chloropikryny w żelaznym opakowaniu w obecności wilgoci.

Pod działaniem alkoholu sodowego chloropikryna daje sole kwasu azotawego:

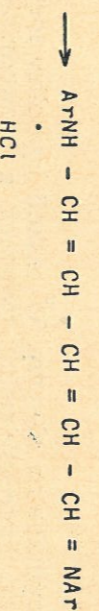
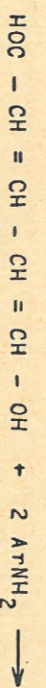
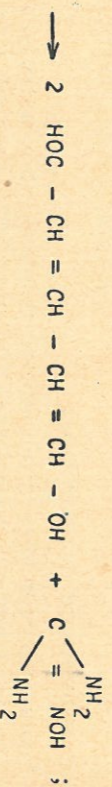
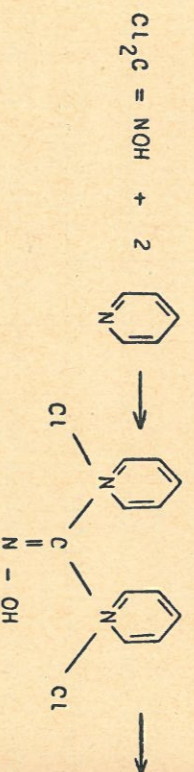


octowym kwas acetylohydroksamowy, który z solami Fe^{3+} daje charakterystyczny czerwony chelat soli żelaza kwasu acetylohydroksamowego:

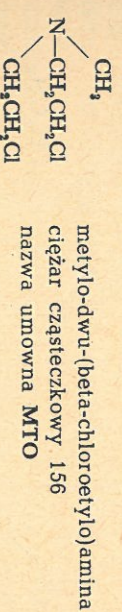
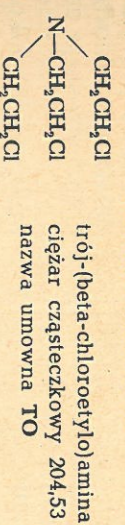


Czułość: 0,01 mg w próbce.

40. Z pirydyną i aminami (benzydyna, o-dwuanizydyna, p-toluidyna) fosgenooxym tworzy barwnik polimetynowy — produkt zabarwiony na pomarańczowo-czerwony kolor:



IPERYTY AZOTOWE



WŁASNOŚCI FIZYCZNE

41. Są to bezbarwne oleiste cieczce o ledwo wyczuwalnym zapachu. Produkty techniczne zabarwione są na kolor żółty.

	TO	MTO
Cieźar właściwy w temp. 20°C	1,237	1,15
Temperatura topnienia w °C	4—4,5	—60,5
Temperatura wrzenia pod ciśnieniem atmosferycznym w °C	230	190
Temperatura wrzenia pod ciśnieniem 15 mm Hg w °C	137—138	z rozkładem
Temperatura wrzenia pod ciśnieniem 14 mm Hg w °C		85
Prężność pary nasyconej w temp. 20°C w mm Hg	0,00684	0,3
Maksymalne stężenie par w temp. 20°C mg/dm ³	0,07	

Iperyty są słabo rozpuszczalne w wodzie, dobrze w rozpuszczalnikach organicznych.

WŁASNOŚCI CHEMICZNE

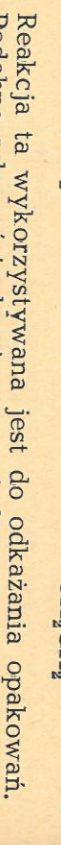
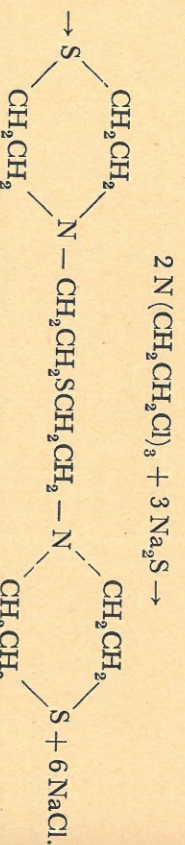
42. Trój-(beta-chloroetylo)amina pod wpływem wody hydroлізуje bardzo powoli, przy czym powstaje nietoksyczna trójetanoloamina. W obecności rozcieńczonych wodnych roztworów alkaliów hydroлиза przebiega znacznie szybciej. Podczas reagowania trój-(beta-chloroetylo)aminy ze stężonymi (60%/o) roztworami ługów zachodzi powstawanie polimeru trójwinyloaminy:



Z kwasami nieorganicznymi trój-(beta-chloroetylo)amina tworzy krystaliczne sole dobrze rozpuszczalne w wodzie. Z kwasem

pikrynowym tworzy nierozpuszczalny w wodzie pikrynian o temperaturze topnienia 136,5—137°C. Pod działaniem chloroaminy utlega całkowitemu rozpadowi, w wyniku czego powstaje cały szereg nietoksycznych produktów chlorowania.

Podczas ogrzewania łatwo reaguje z wodnymi lub alkoholowymi roztworami siarczku sodowego:



Reakcja ta wykorzystywana jest do odkazania opakowań. Podobne własności chemiczne posiada metylo-dwu(beta-chloroetylo)amina.

DZIAŁANIE FIZJOLOGICZNE I TOKSYCZNOŚĆ

43. Iperyty azotowe są środkami o działaniu parzącym i ogólnotrującym. Wdychanie par lub mgły wywołuje ciężkie porażenia dróg oddechowych i płuc. Dostanie się iperytu do wnętrza organizmu wywołuje porażenie organów trawiennych, a przy większych ilościach — ogólne zatrucie organizmu charakteryzujące się porażeniem układu sercowo-naczyniowego i nerwowego.

Minimalna dawka iperytów azotowych powodująca zaczernienie skóry wynosi 0,005—0,02 mg/cm². Dawka równa 20 mg/kg wagi ciała przy działaniu naskórnym jest śmiertelna.

Graniczne dopuszczalne stężenie par w czasie ekspozycji 3 godz wynosi:

- dla trój-(beta-chloroetylo)aminy 0,004 mg/dm³,
- dla metylo-dwu(beta-chloroetylo)aminy 0,02 mg/dm³.

WYKRZYWANIE IPERYTÓW AZOTOWYCH

44. Reakcja z pikrynianem pinawerdolu zamieszczona jest w dalszej części niniejszej instrukcji w punkcie poświęconym omówieniu papierka wskaźnikowego nr 570.

45. Z alkoholowo-alkalicznymi roztworami tymolofaleiny iperyty azotowe tworzą estry etanoloamin i tymolofaleinę zabarwioną na kolor żółtopomarańczowy.

Pod działaniem kwasu fosforowolframowego estry te dają w środowisku kwaśnym połączenia rozpuszczalne w dwuchloroetanale i zabarwiające go na kolor bzu lub fioletowy.

46. Reakcja z kwasem jodobizmutynowym zamieszczona jest w dalszej części instrukcji w punkcie poświęconym omówieniu rurki wskaźnikowej RW-13.

WŁASNOŚCI FIZYCZNE

47. Jest to bezbarwny gaz o zapachu zgnitych jaj. Gęstość par w stosunku do powietrza wynosi 1,19.

Temperatura topnienia: —85,6°C.

Temperatura wrzenia: —81°C.

Gęstość ciekiego siarkowodoru w temp. —81°C: 0,938 g/cm³.

Gęstość ciekiego siarkowodoru w temp. —81°C: 0,938 g/cm³.

Rozpuszczalność w wodzie pod ciśnieniem atmosferycznym:

— w temp. 0°C 0,694^{0/10} wagowo

— w temp. 20°C 0,378^{0/10} wagowo

— w temp. 40°C 0,232^{0/10} wagowo

— w temp. 0°C 4,37 dm³ w 1 dm³ H₂O

— w temp. 20°C 2,91 dm³ w 1 dm³ H₂O

Rozpuszczalność w rozpuszczalnikach organicznych jest większa, np.:

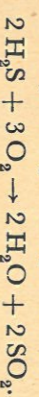
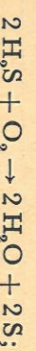
— w temp. 0°C 17,89 dm³ w 1 dm³ C₂H₅OH

— w temp. 20°C 7,42 dm³ w 1 dm³ C₂H₅OH

WŁASNOŚCI CHEMICZNE

48. Siarkowodor w roztworze wodnym jest bardzo słabym kwasem beztlenowym. W stanie gazowym i w roztworze wodnym jest silnym reduktorem.

W powietrzu pali się niebieskim płomieniem z wydzielaniem:



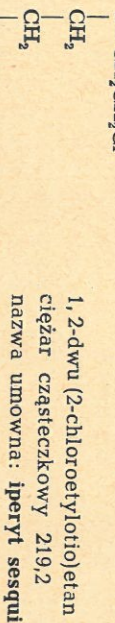
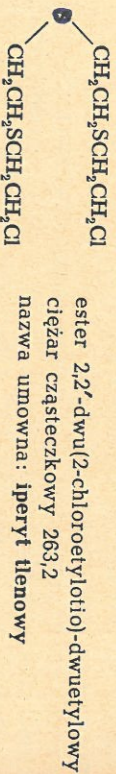
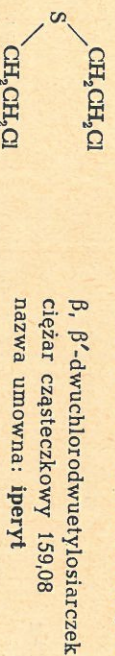
DZIAŁANIE FIZJOLOGICZNE I TOKSYCZNOŚĆ

49. Siarkowodor jest środkiem o działaniu duszącym i ogólnotrującym. Wchłonięty do organizmu nawet w małych stężeniach, łącząc się łatwo z metalami, wiąże i blokuje działanie enzymów zawierających metale, przede wszystkim enzymów oddechowych. Dopuszczalne stężenie siarkowodoru w powietrzu wynosi 0,01 mg/dm³. Siarkowodor w stężeniach przekraczających 0,03 mg/dm³ działa drażniąco na spojówkę oczu i nabłonek rogówki powodując obrzęki i przekrwienia spojówek. Stężenia wyższe powodują występowanie zawrotów głowy, objawów duszenia się, po czym następuje utrata świadomości, drgawki i porażenia oddechu. Stężenia 1,2—1,8 mg/dm³ powodują natychmiastową śmierć.

WYKRZYWANIE SIARKOWODORU

50. Reakcja z octanem ołowiu zamieszczona jest w dalszej części instrukcji w punkcie poświęconym omówieniu papierka wskaźnikowego ołowianawego.

IPERYTY: SIARKOWY, TIENOWY I SESQUI



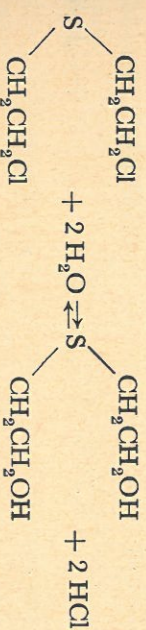
WŁASNOŚCI FIZYCZNE

51. Dwa pierwsze związki są bezbarwnymi, olejnymi cieczami, trzeci — krystalicznym ciałem stałym. Iperyty techniczne są ciemnożółtymi lub brązowymi cieczami o specyficznym zapachu przypominającym zapach gorczycy lub czosnku.

	Iperyt	Iperyt tienowy	Iperyt sesqui
Ciepota właściwa w temp. 20°C	1,2740	1,2311	54—55
Temperatura topnienia w °C	14,4 czysty; 5—11 techniczny	—30 do —38	
Temperatura wrzenia pod ciśnieniem atmosferycznym w °C	217,5		
Temperatura wrzenia pod ciśnieniem 2 mm Hg w °C		174 z rozkładem	140
Prężność par w temp. —17,8°C w mm Hg	0,004		
Prężność par w temp. 0°C w mm Hg	0,035		
Prężność par w temp. 20°C w mm Hg	0,115		
Prężność par w temp. 40°C w mm Hg	0,450		
Maksymalne stężenie par w temp. 20°C mg/dm ³	0,625		
Gęstość par w stosunku do powietrza	5,5		

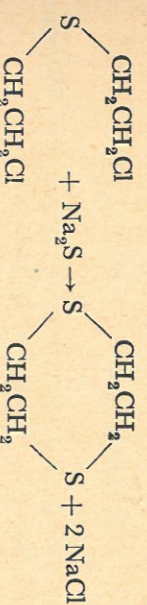
WŁASNOŚCI CHEMICZNE

52. W normalnej temperaturze iperyty hydroлизują w wodzie bardzo powoli. Mieszanie, stosowanie emulgatorów i podwyższenie temperatury zwiększają szybkość hydrolyzy. Hydrolyza iperytu przebiega w zasadzie w kierunku powstawania tioglikolu i kwasu solnego:

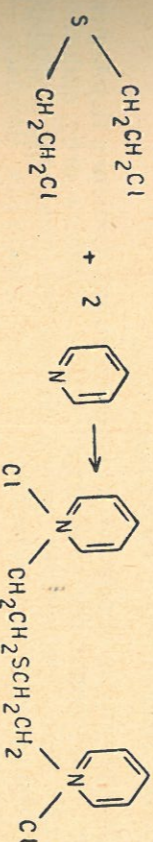


W przypadku małej ilości wody (2—6 razy więcej wody niż iperytu) hydrolyza przebiega inaczej, przy czym powstają mieszaniny złożonych i trudno rozpuszczalnych soli sulfoniowych.

Iperyt bardzo energicznie reaguje z alkoholowymi roztworami siarczków alkalicznych. W roztworze wodnym na zimno reakcja przebiega wolno, przy podgrzewaniu i mieszaniu — szybko. W wyniku powstaje ditiian i polimer łańcuchowy, który pod wpływem ogrzewania przekształca się w ditiian. Reakcja ta wykorzystywana jest do odkażania opakowań:



Iperyt łatwo reaguje z pirydyną:



Na podstawie powyższej reakcji opracowana została metoda wykrywania iperytów.

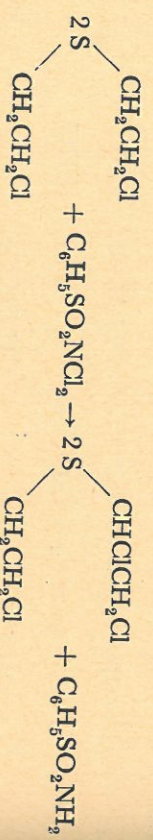
Nadłiżenie wodoru, nadmanganian potasowy, kwas azotowy i chlorowy oraz inne silne utleniacze utleniają iperyt do sulfoilenu lub sulfonu.

Iperyt w zwykłych warunkach nie ulega działaniu tlenu z powietrza.

Wapno chlorowane reaguje z iperytami bardzo energicznie. W wyniku reakcji powstają różne produkty utlenienia i chlorowa-

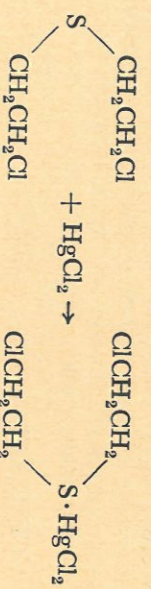
nia oraz smoły i gazy. Wapno chlorowane, podchloryn wapniowy i chlorek sulfurylu są podstawowymi środkami odkażania terenu skażonego iperytem.

Chloroaminy w roztworze dwuchloroetanu i innych rozpuszczalników energicznie reagują z iperytem według schematu:



Chloroaminy wykorzystywane są do usuwania iperytów ze skóry ludzi i zwierząt oraz do odkażania broni i sprzętu.

Iperyt jest bardzo aktywnym związkiem kompleksotwórczym. Tworzy on kompleksy z solami platyny, złota, rtęci, miedzi i innych metali ciężkich:



Kompleksy te są nierozpuszczalne w wodzie. Własność ta wykorzystywana jest do wykrywania iperytu.

Własności chemiczne iperytów tlenowego i sesqui poznane są jeszcze niedostatecznie.

DZIAŁANIE FIZJOLOGICZNE I TOKSYCZNOŚĆ

53. Iperyty są środkami o wielostronnym działaniu fizjologicznym. Wdychanie par wywołuje ciężkie porażenia dróg oddechowych i płuc. Dostanie się iperytu do wnętrza organizmu powoduje porażenie organów trawiennych, a przy większych ilościach — ogólne zatrucie charakteryzujące się porażeniem układu sercowo-naczyniowego i nerwowego. Charakterystycznym dla działania iperytu jest występowanie ukrytego czasu działania wynoszącego od 2 do 24 godzin w zależności od ilości ST i indywidualnych właściwości zatrutego. W przypadkach cięższego porażenia iperytem występuje zaczerwienienie skóry. W miejscach tych powstają pęcherze wypełnione przezroczystą żółtą cieczą, pod którymi tworzą się trudno gojące rany.

Minimalna dawka powodująca zaczerwienienie skóry wynosi 0,01 mg/cm². Dawka równa 70 mg/kg wagi ciała przy działaniu

naskórnym jest śmiertelna. Graniczne dopuszczalne stężenie par w czasie ekspozycji 1—3 godz wynosi 0,00012—0,00007 mg/dm³.

Toksyczność iperytów tlenowego i sesqui jest 3—5 razy wyższa od toksyczności iperytu siarkowego.

WYKRYWANIE IPERYTÓW

54. Reakcja z alkalicznymi solami tymolofaleiny zamieszczona jest w dalszej części instrukcji w punkcie poświęconym omówieniu odczynnika T-135.

55. Reakcje z kompleksowym roztworem ketonu Michlera i chloroku rtęciowego zamieszczona jest w dalszej części instrukcji w punkcie poświęconym omówieniu odczynnika KU-1.

56. Reakcja z kompleksowym roztworem czteroehtylodwuamino-benzofenonu i chlorku rtęciowego zamieszczona jest w dalszej części instrukcji w punkcie poświęconym omówieniu rurki wskaźnikowej RW-36.

57. Iperyt pod działaniem wodoru ulega redukcji do siarkowodoru:



Powstaający siarkowódor wykrywa się przy pomocy reakcji z oclanem ołowiu.

ARSENOWODÓR

AsH₃ ciężar cząsteczkowy 77,93

WŁASNOŚCI FIZYCZNE

58. Jest to bezbarwny gaz o nieprzyjemnym zapachu czosnku.

Gęstość par w stosunku do powietrza wynosi 2,695.

Temperatura topnienia: —113,5°C.

Temperatura wrzenia: —55°C.

Prężność par w temp. 20°C wynosi 13,7 mm Hg.

Arsenowódor dobrze rozpuszcza się w rozpuszczalnikach organicznych, źle — w wodzie (1 objętość gazu w 5 objętościach wody).

59. Pod działaniem wody arsenowodor przechodzi w tlenek arsenowy:



Współdziałanie arsenowodoru z alkaliarni daje sole kwasu arsenowego:

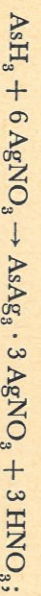


Z halogenkami rtęci arsenowodor tworzy związki o zabarwieniu żółtym i brązowym. Reakcje tego typu wykorzystywane są do wykrywania arsenowodoru.

W powietrzu arsenowodor pali się jasnoniebieskim płomieniem z wydzielaniem tlenku arsenowego:



W reakcji z azotanem srebrowym arsenowodor wydziela metaliczne srebro:



DZIAŁANIE FIZJOLOGICZNE I TOKSYCZNOŚĆ

60. Arsenowodor jest środkiem o działaniu ogólnotrującym. Działanie trujące arsenowodoru polega na niszczeniu czerwonych ciałek krwi i silnym oddziaływaniu na układ nerwowy.

Stężenia 9—11 mg/dm³ w czasie ekspozycji 30 s lub 0,85—0,9 mg/dm³ w czasie ekspozycji 15 min są śmiertelne.

WYKRYWANIE ARSENOWODORU

61. Wykrywanie arsenowodoru w roztworach i w powietrzu oparte jest na reakcji powstawania barwnych związków w wyniku działania arsenowodoru na bromek rtęciowy. Reakcje te zamieszczane są w dalszych częściach instrukcji w punktach poświęconych omówieniu papierka wskaźnikowego bromortęciowego i rurki wskaźnikowej RW-24.

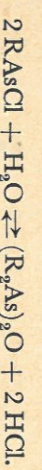
CH_3AsCl_2	metylodwuchloroarsyna ciężar cząsteczkowy 160,86
$\text{C}_2\text{H}_5\text{AsCl}_2$	etylodwuchloroarsyna ciężar cząsteczkowy 174,88
$\text{C}_6\text{H}_5\text{AsCl}_2$	fenyldwuchloroarsyna ciężar cząsteczkowy 222,91
$(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{AsCN}$	dwufenylocyanoarsyna ciężar cząsteczkowy 255,13
$(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{AsCl}$	dwufenylochloroarsyna ciężar cząsteczkowy 264,57

WŁASNOŚCI FIZYCZNE

62. Trzy pierwsze substancje są bezbarwnymi olejnymi cieczkami, dwie pozostałe to substancje krystaliczne.

WŁASNOŚCI CHEMICZNE

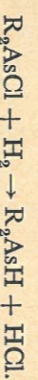
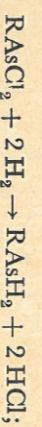
63. Woda hydrolizuje omawiane chlorowcoarsyny do odpowiednich tlenków arsynu:



Hydroliza alifatycznych chlorowcoarsyn przebiega nawet na zimno.

Aromatyczne chlorowcoarsyny hydrolizują bardzo powoli. Hydrolizę można przyspieszyć przez mieszanie, ogrzewanie i dodawanie alkaliów.

Redukcja chlorowcoarsyn z wodorem prowadzi do powstawania odpowiednich arsyn:



Reakcja redukcji wykorzystywana jest do grupowego wykrywania chlorowcoarsyn.

	CH ₃ AsCl	C ₂ H ₅ AsCl ₂	C ₆ H ₅ AsCl ₂	(C ₆ H ₅) ₂ AsCN	(C ₆ H ₅) ₂ AsCl
Ciężar właściwy w temp. 20°C w g/cm ³	1,8359	1,6595	1,625	1,316 w temp. 52°C	1,363 w temp. 45°C
Temp. topnienia w °C	-42,5	-65	-20	31,5	43,5
Temp. wrzenia w °C	132,5	155,3	256	346 z rozkładem	333 z rozkładem
Prężność par w temp. 20°C w mm Hg	7,7	2,29	0,021	0,0002	0,00049
Maksymalne stężenie par w temp. 20°C w mg/dm ³	74,4	20	0,4	0,00015	0,00058
Rozpuszczalność w rozpuszczalnikach organicznych	dobra	dobra	dobra	dobra	dobra
Rozpuszczalność w wodzie	30 g w 100 cm ³	5 g w 100 cm ³	nierozpuszczalna	bardzo słabo	0,2 g w 100 cm ³
Gęstość par względem powietrza w temp. 20°C mg/dm ³	5,6	6,1			

Pod wpływem kwasu azotowego, nadtlenu wodoru i chloroaminy chlorowcoarsynny utleniają się do odpowiednich kwasów arsenowych:



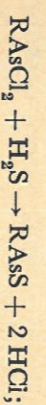
Reakcje utleniania mogą być wykorzystywane do likwidowania skażeń chlorowcoarsynami.

DZIAŁANIE FIZJOLOGICZNE I TOKSYCZNOŚĆ

64. Nasycone chlorowcoarsynny są środkami o działaniu parzącym, ogólnotłującym i drażniącym podobnym do działania lizyżu. Najsilniejszym działaniem drażniącym charakteryzuje się dwufenylocyjanoarsyna. Najniższe odczuwalne stężenie drażniące dwufenylocyjanoarsynny wynosi 0,00006 mg/dm³.

WYKRYWANIE NASYCONYCH ARSENOORGANICZNYCH ŚRODKÓW TRUJĄCYCH

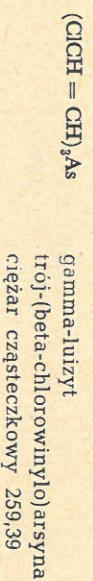
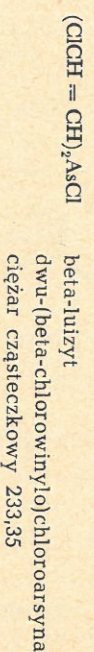
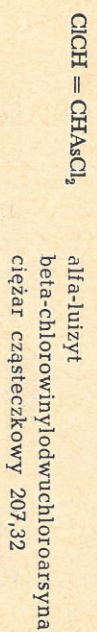
65. Istniejące sposoby wykrywania nasyconych związków zawierających arsen są metodami grupowymi przystosowanymi do wykrywania wszystkich chlorowcoarsyn. Wykrywanie przeprowadza się przy pomocy siarkowodoru. Pod działaniem siarkowodoru na roztwory chlorowcoarsyn powstają nierozpuszczalne w wodzie alkilo-(arylo-)arsenosiarczki:



Ponieważ siarkowodor w roztworach jest nietrwały stosuje się go w postaci soli kompleksowej z hydrochinonem 3 HOCC₆H₄OH.H₂S.

LUIZYT

66. Techniczny luitzt jest mieszaniną następujących związków:



Zawartość wymienionych związków w mieszaninie zależy od sposobu jej otrzymywania.

WŁASNOŚCI FIZYCZNE

67. Luitzt jest bezbarwną oleistą cieczą o zapachu pelargonii przyjmującą z czasem ciemno-purpurowe zabarwienie.

Ciężar właściwy w temp. 20°C: 1,89 g/cm³.

Temperatura topnienia: -17,2°C.

Temperatura wrzenia pod ciśnieniem atmosferycznym: 190°C z rozkładem.

Temperatura wrzenia pod ciśnieniem 10 mm Hg: 76°C.

Prężność par w temp. 20°C wynosi 0,39 mm Hg, co odpowiada

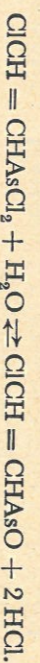
stężeniu 4,5 mg/dm³.

Luitzt dobrze rozpuszcza się w rozpuszczalnikach organicznych,

a źle w wodzie.

WŁASNOŚCI CHEMICZNE

68. Alfa-luitzt łatwo hydrolizuje pod wpływem wody z wydzielaniem tlenku, który posiada analogiczne własności trujące jak sam luitzt:



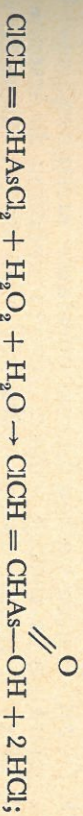
Beta-luitzt hydrolizuje w analogiczny sposób; ogrzewanie przyspiesza szybkość hydrolizy.

Gamma-luitzt nie posiadający w cząsteczce ruchomego (aktywnego) atomu chloru jest odporny na hydrolizę.

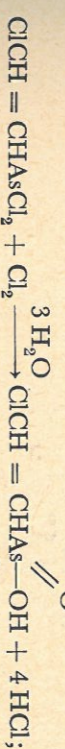
Roztwory wodne alkaliów rozkładają alfa-luitzt do acetylenu:



Beta-luitzt ulega rozkładowi do acetylenu tylko podczas działania stężonych ługów (18—20%) i przy ogrzewaniu. Kwas azotowy, nadtlenek wodoru, nadmanganian potasowy i monochloramina utleniają luitzt do nietrujących kwasów chlorowinyloarsenowych:



Podobne produkty powstają podczas utleniania luitzta chlorem w roztworze wodnym:



DZIAŁANIE FIZJOLOGICZNE I TOKSYCZNOŚĆ

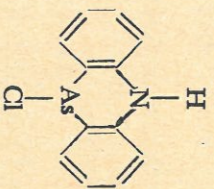
69. Luitzt jest środkiem o działaniu parzącym, ogólnotrującym i drażniącym. Oznakami zatrucia są: podrażnienie błon śluzowych nosa i gardła wywołujące kichanie i kaszel, bóle w pierśsiach, mdłości, wymioty, bóle głowy, a przy wyższych stężeniach — drgawki na skutek porażenia centralnego układu nerwowego, utrata świadomości i śmierć. Stężenie 0,45 mg/dm³ w czasie ekspozycji 2 min oraz 0,001—0,005 mg/dm³ w czasie ekspozycji 3 godz są śmiertelne.

Zaczerwienie skóry występuje przy stężeniach par luitztu 2 mg/dm³ w czasie ekspozycji 60 min. Powstawanie pęcherzy na skórze występuje przy dawce 0,15—0,2 mg/cm².

70. Alfa-luizyt reagując z solami jednowartościowej miedzi tworzy acetylenek miedziawy zabarwiony na czerwono. Reakcje te zamieszczone są w dalszej części instrukcji w punkcie poświęconym omówieniu rurki wskaźnikowej RW-37.

71. Luizyt oznacza się również na podstawie arsenowodoru. Metoda opiera się na reakcji redukcji luizytu wodorem do arsenowodoru, który z solami dwuwartościowej rtęci daje połączenia zabarwione na żółto lub brązowo. Reakcje te zamieszczone są w dalszych częściach instrukcji w punktach poświęconych omówieniu papierka wskaźnikowego bromotęciowego i rurki wskaźnikowej RW-24.

ADAMSYT



dwiwentyloaminochloroarsyna
ciężar cząsteczkowy 277,57

WŁASNOŚCI FIZYCZNE

72. Jest to krystaliczna substancja koloru żółtego lub żółtozielonego (produkt techniczny jest zielony).

Ciężar właściwy w temp. 20°C: 1,65 g/cm³.

Temperatura topnienia: 193—195°C.

Temperatura wrzenia pod ciśnieniem atmosferycznym: 410°C z częściowym rozkładem.

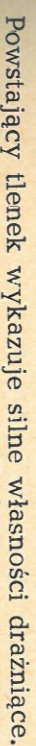
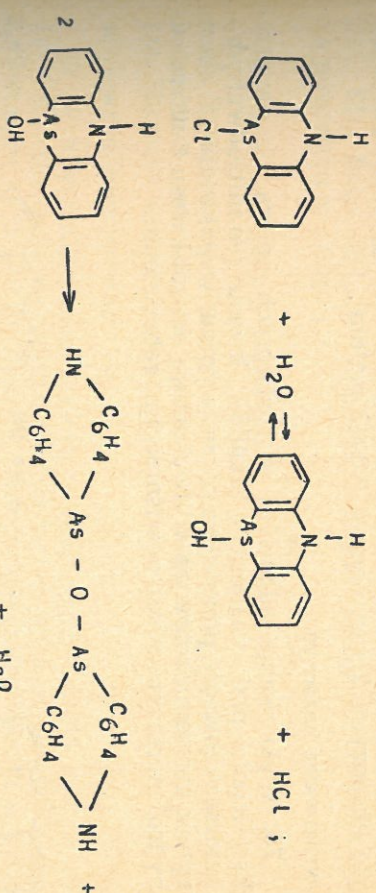
Maksymalne stężenie par w temp. 20°C wynosi 2 · 10⁻⁵ mg/dm³.
Prężność par w temp. 20°C mm Hg: 2 · 10⁻¹³.

Adamsyt dobrze rozpuszcza się w acetonie. W normalnej temperaturze słabo rozpuszcza się w chloroformie, benzynie, toluenie, słabym kwasie octowym oraz w alkoholu etylowym. Przy ogrzewaniu rozpuszczalność zwiększa się. W wodzie adamsyt nie rozpuszcza się.

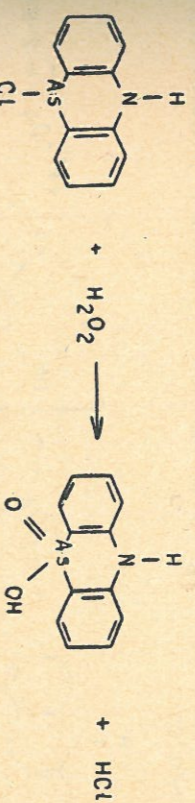
WŁASNOŚCI CHEMICZNE

73. W wyniku nierozpuszczalności w wodzie adamsyt trudno ulega hydrolizie pod wpływem wody i wodnych roztworów alkaliów.

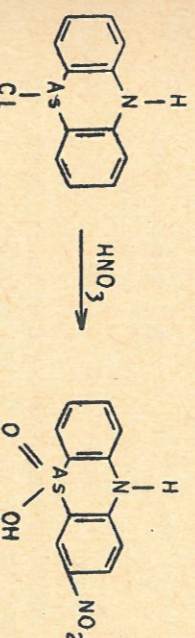
Rozpuszczony w acetonie szybko ulega hydrolizie pod wpływem wody z wydzieleniem tlenku dwuhydrofenaarsazynowego:



Powstający tlenek wykazuje silne własności drażniące. Utleniające (nadłtlenek wodoru, alkaliczne roztwory nadmanganianu, wodne roztwory chloroamin, podchlorynów i inne) utleniają adamsyt do kwasu hydrofenaarsazynowego:



Pod działaniem stężonego kwasu azotowego przy słabym ogrzewaniu adamsyt ulega nitrowaniu i utlenianiu z wydzieleniem jako głównego produktu kwasu paranitrodwuhydrofenaarsazynowego:



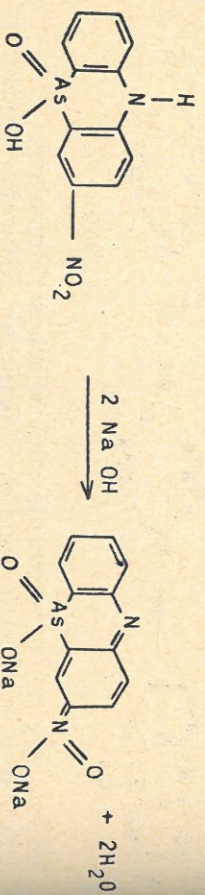
DZIAŁANIE FIZJOLOGICZNE I TOKSYCZNOŚĆ

74. Adamsyt jest środkiem o działaniu drażniącym drogi oddechowe. Podrażnienie objawia się silnym kichaniem, kaszlem i katarrem. Długotrwałe przebywanie w powietrzu skażonym adamsy-

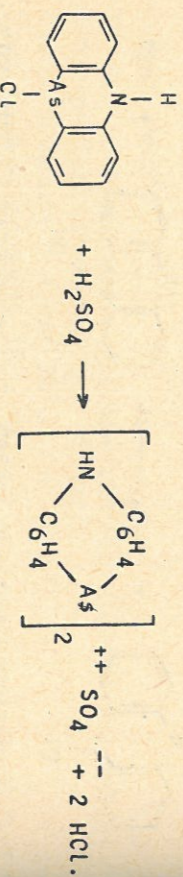
tem powoduje ponadto wystąpienie silnych bólów w klatce piersiowej, bólów zębów, dźwięt i głowy, mdłości oraz innych znak ogólnego zatrucia. Najniższe odczuwalne stężenie adamsytu w cząsteczkach wynosi 2 mln wynosi 0,0002 mg/dm³.

WYKRYWANIE ADAMSYTU

75. Wykrywanie adamsytu w roztworach opiera się na przekształceniu pod działaniem alkaliów kwasu paranitrodwuhydrofenarsazynowego powstającego w wyniku współdziałania adamsytu z kwasem azotowym w dwusodową aci-sól kwasu 8-nitrodwuhydrofenarsazynowego o wismiolowym zabarwieniu:



76. Pod działaniem stężonego kwasu siarkowego przy słabym ogrzewaniu adamsyt daje połączenie typu soli o jasnoczerwonym zabarwieniu:



FOSFOROWODÓR

PH₃

inne nazwy: fosforiak, fosfina
ciężar cząsteczkowy 33,97

WŁAŚNOŚCI FIZYCZNE

77. Jest to bezbarwny gaz o zapachu zgniłych ryb.

Gęstość par w stosunku do powietrza: 1,2.

Temperatura wrzenia: —87,74°C.

Temperatura topnienia: —133,78°C.

Fosforowódor słabo rozpuszcza się w wodzie. W temp. 25°C pod ciśnieniem atmosferycznym w 1 objętości H₂O rozpuszcza się 0,25 objętości PH₃.

WŁAŚNOŚCI CHEMICZNE

78. Fosforowódor jest silnym reduktorem; ma własności słabo zasadowe (słabsze od amoniaku). Tworzy sole podwójne, np.: PH₃ · BF₃; PH₃J; PH₃Cl. W stanie czystym zapala się samorzutnie na powietrzu w temp. 150°C:



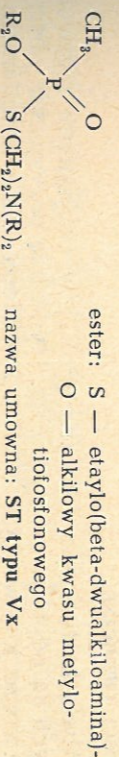
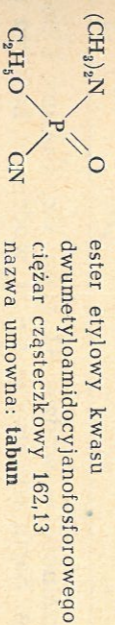
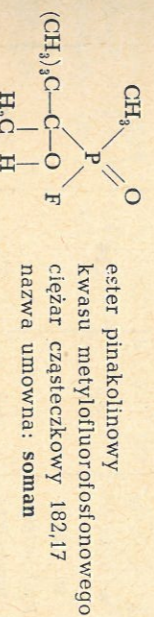
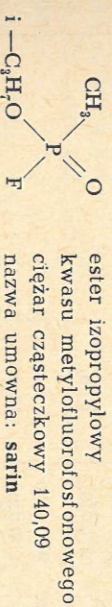
DZIAŁANIE FIZJOLOGICZNE I TOKSYCZNOŚĆ

79. Fosforowódor jest gazem silnie toksycznym. Najniższe niebezpieczne stężenie jest równe 1—10 części na 10⁶ części powietrza. Stężenie 3 mg/dm³ powietrza jest śmiertelne.

WYKRYWANIE FOSFOROWODORU

80. Wykrywanie fosforowodoru w roztworach oparte jest na reakcji powstawania barwnych związków w wyniku działania fosforowodoru na bromek rtęciowy, mianowicie fosforowódor w reakcji z solami dwuwartościowej rtęci daje połączenie zabarwione na żółto lub brązowo. Zachodzące reakcje są analogiczne do reakcji zamieszczonych w punkcie poświęconym omówieniu papierka wskaźnikowego bromoręciowego na arsenowódor.

ZWIĄZKI FOSFOROORGANICZNE



gdzie: OR₂ — grupa alkoksy;
R — alkil.

81. W normalnych warunkach związki fosforoorganiczne są cieczami (substancje czyste są bezbarwne, techniczne — zabarwione na kolor żółty lub brązowy).

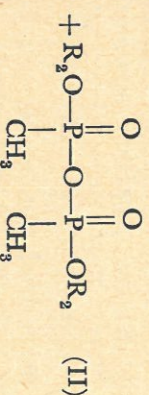
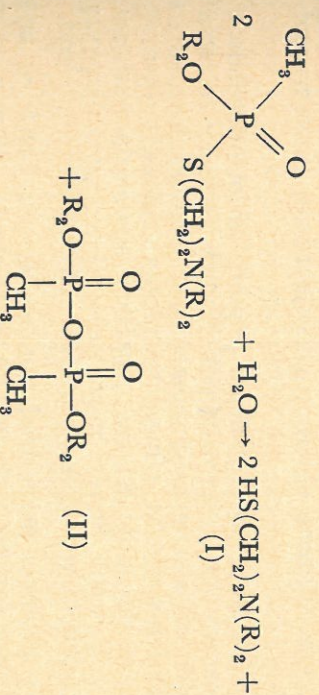
	Sarin	Soman	Tabun	Vx
Ciepota właściwa w g/cm ³	1,0980	1,0443	1,0823	1,0—1,1
Temp. topnienia w °C	—57	—80	—30	—50
Temp. wrzenia pod ciśnieniem atmosferycznym w °C	147,3 z rozkładem	190 z rozkładem	237	powyżej 300 z rozkładem
Temp. wrzenia pod ciśnieniem 6 mm Hg w °C	39	64—65	99	80/0,06
Max. stężenie par w temp. —40°C w mg/dm ³	0,104	0,012		1 · 10 ⁻³
Max. stężenie par w temp. 0°C w mg/dm ³	2,08	0,43		
Max. stężenie par w temp. 20°C w mg/dm ³	11,3	2,71	0,6	1 · 10 ⁻²
Max. stężenie par w temp. 40°C w mg/dm ³	53,3	9,24		
Gęstość par w temp. 20°C w mg/dm ³ w stosunku do powietrza	4,9	6,3	5,6	5,9

Rozpuszczalność w wodzie ST typu Vx, somanu i tabunu jest ograniczona. Sarin rozpuszcza się w wodzie w każdym stosunku.

WŁASNOŚCI CHEMICZNE

82. Związki fosforoorganiczne (FoST) w obojętnych roztworach wodnych są odporne na hydrolizę. Hydrolizę przyspiesza obecność w roztworze jonów H₃O⁺ i OH⁻. Przebiega ona z powstaniem odpowiedniego estru kwasu metylofosfinowego, a w przypadku tabunu — estru kwasu cyjanofosforowego (w środowisku kwaśnym) lub amidu kwasu fosforowego (w środowisku alkalicznym).

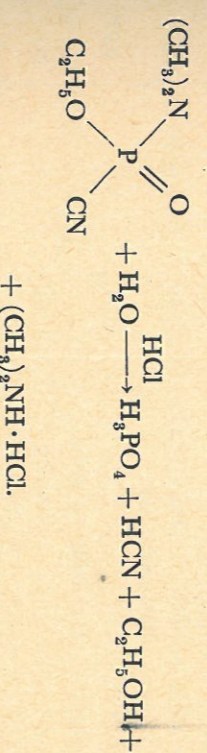
Hydroлиза ST typu Vx przy niedostatecznej ilości wody przebiega w kierunku powstawania aminomerkaptanu (I) i pirofosfonianu (II):



W obecności amoniaku, ługów, a w przypadku sarinu także silnych kwasów nieorganicznych, szybkość hydrolizy znacznie wzrasta. Właściwość ta wykorzystywana jest do niszczenia FoST z wyjątkiem ST typu Vx, których produkty hydrolizy są trujące. Całkowite odkażenie ST typu Vx osiąga się przy działaniu na nie wodnego roztworu podchlorynu wapniowego zawierającego nie mniej niż 1% chloru aktywnego przy pH równym 8—11.

W środowisku alkalicznym związki fosforoorganiczne utleniają się pod wpływem nadtlenu wodoru przechodząc w połączenia nadtlencowe.

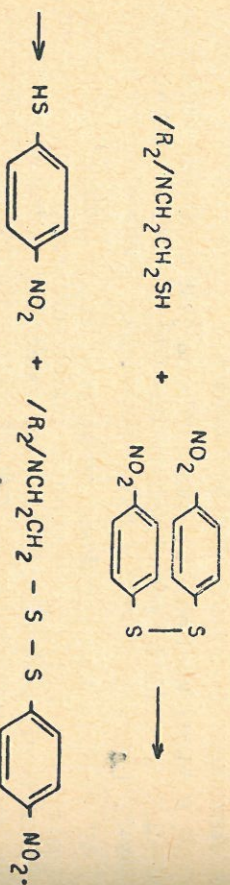
W czasie stapienia FoST z nadtlentkiem sodu zachodzi całkowita ich mineralizacja, w wyniku której powstaje kwas fosforowy. Tabun ulega rozkładowi do kwasu fosforowego podczas długotrwałego gotowania go z kwasem solnym:



Ze znacznie większymi szybkościami reagują FoST w środowisku alkalicznym z grupami hydroksylowymi fenoli, aldoksymów, kwasów hydroksamowych oraz z aktywnymi centrami niektórych enzymów (cholinesterazy, kodehydrazy, lipazy i innych).

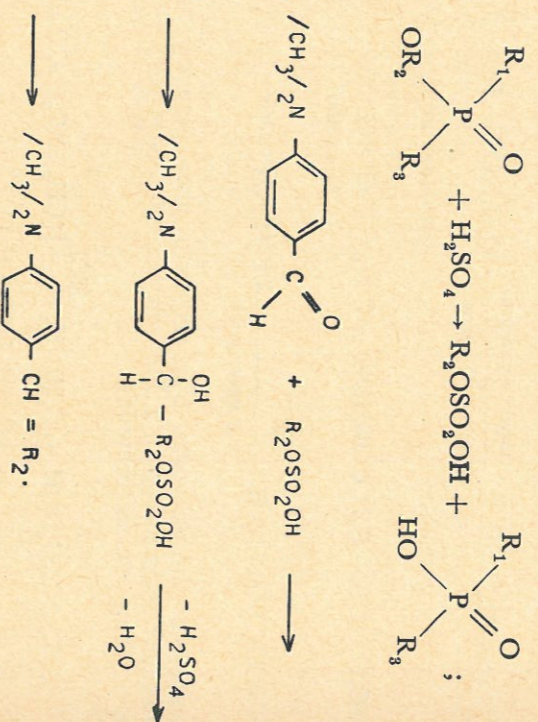
Wymienione reakcje oraz reakcję nadtlencową wykorzystuje się do grupowego oznaczania FoST.

87. Reakcja na wykrywanie aminomerkaptanu. Środki trujące typu Vx przy rozpadzie wydzielają aminomerkaptan reagujący z bis — (paranitrofenylo)-dwusiarczkiem. W wyniku reakcji powstaje paranitrofenol, który w słabo alkalicznym środowisku zabarwiony jest na żółto:

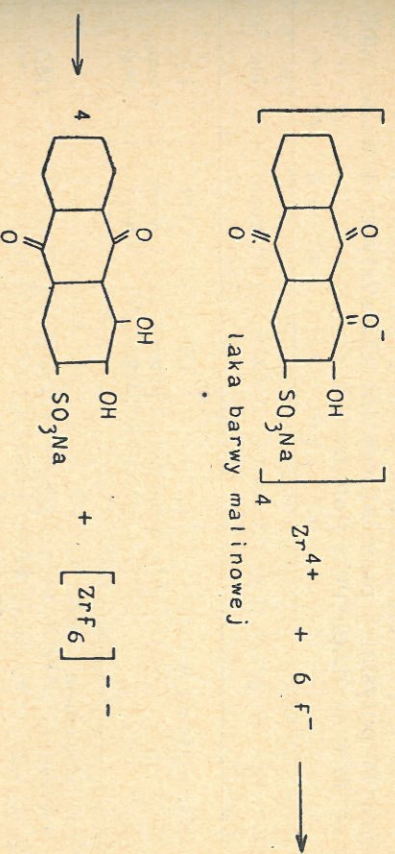


88. Reakcja na azot trzeciorzędowy. Działając na środki trujące typu Vx kwasem jodobizmutowym HBiI₄ otrzymuje się trudno rozpuszczalny w wodzie kompleks o czerwono-pomarańczowym zabarwieniu.

89. Reakcja na grupę alkoksylogową. Działając na środki trujące typu Vx stężonym kwasem siarkowym w obecności paradwumetyloaminobenzaldehydu otrzymuje się połączenie zabarwione na kolor wiśniowy:

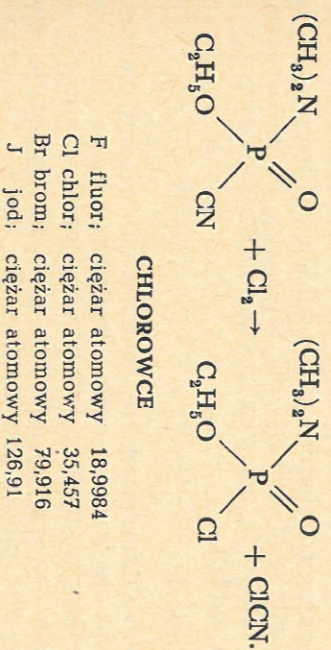


90. Reakcja na jon fluorkowy. W wyniku hydroлізу FoST zawierających fluor powstaje jon fluorkowy. W obecności tego jonu kompleks powstający w wyniku reakcji alizarynosulfonianu sodowego z solami cyrkonu lub toru rozpada się z wydzielaniem alizarynosulfonianu sodowego, który w środowisku kwaśnym zabarwia się na żółto, natomiast jony Zr⁴⁺ lub Th⁴⁺ dają z jonem fluorkowym trwałe bezbarwne kompleksy:



91. Reakcja na grupę alkoksylogową. Podczas reagowania sarinu ze stężonym kwasem siarkowym i paradwumetyloaminobenzaldehydem powstaje 1-(paradwumetyloaminofenylo)-1,3-butadien o ceglastoczerwonym zabarwieniu.

92. Tabun reaguje z chlorowcami i chloroaminami z wydzielaniem chlorowococyanu. Chlorocyan w obecności pirydyny i aminy aromatycznej tworzy barwnik z rzędu barwników polimetynowych:



93. W temperaturze pokojowej:

— fluor jest gazem o zielonożółtej barwie skrapiającym się bardzo niskich temperaturach na żółtawą ciecz;
 — chlor jest gazem o zielonożółtej barwie i ostrym, duszącym zapachu skrapiającym się na żółtą ciecz;
 — brom jest lotną cieczą o czerwono-brunatnej barwie i ostrym, duszącym zapachu;
 — jod jest ciałem stałym w postaci szaroczarnej łusek o metalicznym połysku i przenikliwej charakterystycznej woni, sublimującym z wydzieleniem fioletowych par.

	Fluor	Chlor	Brom	Jod
Ciepota właściwy w g/cm ³	1,11	1,56	3,119	4,93
Temperatura topnienia pod ciśnieniem atmosferycznym w °C	-187°C	-33,6°C	20°C	20°C
Temperatura wrzenia pod ciśnieniem atmosferycznym w °C	-223	-101,6	-7,3	113,5
Rozpuszczalność w H ₂ O: ilość gramów rozpuszczająca się w 100 ml H ₂ O w temperaturze 0°C	-187,9	-34,6	58,78	184,35
Gęstość par względem powietrza w temp 20°C mg/dm ³		4,61	4,22	0,0162
		2,49		

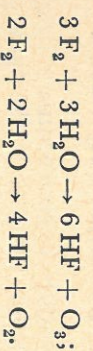
Ponadto chlor rozpuszcza się w alkaliach, brom — w alkoholu etylowym, eterze dwuetylowym, alkaliach i dwusiarczku węgla, a jod — w alkoholu etylowym, eterze dwuetylowym i w roztworach jodku potasu.

WŁASNOŚCI CHEMICZNE

94. Chlorowce nazywane są również halogenami dla podkreślenia, iż łącząc się bezpośrednio z metalami tworzą one odpowiednie sole (w języku greckim halogen oznacza — tworzący sole).

A. Fluor tworzy związki, w których występuje wyłącznie jako jednowartościowy jon ujemny F⁻. łączy się bezpośrednio

ze wszystkimi pierwiastkami z wyjątkiem tlenu i azotu. Oprócz energetycznego reagowania z większością pierwiastków zapala drewno, gumę, rozżarza azbest i powoli koroduje platynę. Fluor energicznie rozkłada wodę z wydzieleniem ozonu i tlenu:



Z niemetalami fluor tworzy lotne i nielotne fluorki. Z wodorem łączy się na fluorowodor HF, którego roztwór wodny stanowi niezbyt mocny kwas fluorowodorowy. Fluorowodor odciąga wodór od związków wodorowych innych pierwiastków, rozkłada większość tlenków wypierając z nich tlen, z którym łączy się na fluorek tlenu OF₂ (odporne są jedynie CO i CO₂), wypiera chlor, brom i jod z ich soli.

B. Chlor może występować jako Cl⁻, Cl⁺, Cl₃⁺, Cl₅⁺ oraz Cl⁷⁺. Jako pierwiastek bardzo reaktywny występuje jedynie w postaci związków, przede wszystkim z litowcami i berylowcami. Rzadziej występuje w postaci chlorków metali ciężkich. Z wodorem chlor tworzy chlorową mieszaninę piorunującą, która wybuchła po zapaleniu lub wystawieniu na działanie światła słonecznego, przy czym wodór łączy się z chlorem na chlorowodor HCl.

Chlor wypiera brom i jod z ich soli. W wodzie rozpuszcza się tworząc roztwór zwany wodą chlorową. Chlor tworzy słabe kwasy: podchlorawy HOCl i chlorawy HClO₂ oraz mocniejszy kwas chlorowy HClO₃ i bardzo mocny kwas nadchlorowy HClO₄, od których pochodzą odpowiednio następujące sole: podchloryny MeOCl, chloryny MeClO₂, chloryny MeClO₃ i nadchloryny MeClO₄.

C. Brom może tworzyć związki, w których występuje jako Br⁻ (bromki), Br⁺ (podbrominy) lub Br⁵⁺ (bromiany). Jako pierwiastek również reaktywny jak chlor występuje jedynie w postaci związków przede wszystkim z litowcami i berylowcami.

Brom jest bardzo czynny chemicznie. Z większością pierwiastków reaguje już w temperaturze pokojowej lub po ogrzaniu, z aktywnością niewiele mniejszą niż chlor. Ogrzewany z wodorem tworzy bromowodor HBr, który rozpuszczony w wodzie tworzy mocny kwas bromowodorowy. Równie energicznie brom łączy się bezpośrednio z licznymi metalami na bromki metali, a także z niektórymi niemetalami. Brom wypiera jod z jego soli. W wodzie rozpuszcza się tworząc wodę bromową.

Analogicznie jak chlor tworzy kwasy tlenowe: HOBr, HBrO₂, HBrO₃ i ich sole: podbrominy MeOBr, brominy MeBrO₂ i bromiany MeBrO₃, które mają własności utleniające.

D. Jod występuje w związkach jako J^- (jodki), J^+ (podjodyny), J^{5+} (jodany) i J^{7+} (nadjodany). Jod należy do dość aktywnych niemetalii. Z wodą reaguje łatwiej niż chlor według reakcji:



Stabiej niż brom reaguje bezpośrednio z licznymi metalami i niemetalami, np. z fosforem, tworząc jodki tych pierwiastków.

Z wodorem tworzy jodowodór HJ łatwiej jednak dysocjujący niż inne halogenowodory i dający po rozpuszczeniu w wodzie kwas jodowodorowy HJ o silnych własnościach redukcyjnych.

Do najważniejszych związków jodu należą:

- pięciotlenek J_2O_5 i tlenki J_2O_4 oraz J_4O_{9i} ;
- kwas podjodanowy HOJ i podjodyny $MeOJ$ o silnych własnościach utleniających;
- kwas jodowy HJO_3 (silnie utleniający i o dużej mocy) i jodany $MeJO_3$ stanowiące silne utleniacze;
- kwas nadjodowy H_5JO_6 oraz nadjodany Me_3JO_6 , mezonad-jodany Me_3JO_5 , dwunad-jodany $Me_4J_2O_9$, metanad-jodany $MeJO_4$ — również silne utleniacze;
- związki z innymi fluorowcami, jak JCl , JCl_3 , JBr oraz JF_5 i JF_7 , służące do fluorowania.

Jod jest stosowany do dezynfekcji w postaci 30% roztworu alkoholowego pod nazwą jodyny.

DZIAŁANIE FIZJOLOGICZNE I TOKSYCZNOŚĆ

95. Halogeny, nawet w dużym rozcieńczeniu, są substancjami trującymi. Działanie toksyczne polega na reakcji halogenów z wodą zawartą w tkankach organizmów, co np. w przypadku chloru prowadzi do powstania kwasu podchloraowego rozkładającego się następnie na kwas solny i aktywny tlen atomowy:



Toksyczne działanie chlorowców zmniejsza się w tym samym porządku, w jakim maleje ich aktywność chemiczna, tzn. najbardziej toksyczny jest fluor, najmniej (stosunkowo) — jod. Również pochodne chlorowców działają toksycznie, między innymi nawet sole kwasów halogenowodorowych stosowane w dużych dawkach mogą wywołać uszkodzenia nerek.

WYKRYWANIE CHLOROWCÓW

96. Wykrywanie chlorowców opisane jest w dalszej części instrukcji w punktach poświęconych omówieniu papierków wskaźnikowych: jodoskrobiowego, na jon fluororkowy oraz na brom.

50

ROZDZIAŁ II

SPRZĘT DO WYTWARZANIA WZORCOWYCH MIESZANIN BOJOWYCH ŚRODKÓW TRUJĄCYCH

97. Do wytwarzania wzorcowych mieszanin BST należy następujący sprzęt:

- komora statyczna do wytwarzania niskich stężeń środków trujących;
 - aparatura do badania rurek wskaźnikowych sposobem dynamicznym na środki trujące dozowane z kaczki;
 - aparatura do badania rurek wskaźnikowych sposobem dynamicznym (do wytwarzania śladowych stężeń FoST).
- W rozdziale tym omówiona jest również aparatura do badania oporu rurek wskaźnikowych.

KOMORA STATYCZNA DO WYTWARZANIA NISKICH STĘŻEŃ ŚRODKÓW TRUJĄCYCH

PRZEZNACZENIE

98. Komora statyczna służy do wytwarzania niskich stężeń środków trujących przy badaniach indykacji rurek i papierków wskaźnikowych oraz automatycznych sygnalizatorów skażeń.

ZASADNICZE CZĘŚCI I UKŁADY KOMORY

99. Ogólny schemat komory statycznej przedstawiony jest na rysunku 1.

Ponadto komora posiada pulpit kontrolny, tablicę pomiarową i drabinkę dostawną.

100. W komorze wyróżnić można następujące układy:

- filtrowentylacyjny;
- termostatujący;
- elektryczny pulpitu kontrolnego;
- powietrzany do rozpylania roztworów ST;
- indykujący.

51

101. Komora statyczna posiada kształt kuli. Zbudowana jest z dwu współśrodkowych kul wykonanych z płyt winidurowych. Kula wewnętrzna (komora właściwa) zawieszona jest w kuli zewnętrznej (płaszcz ochronny) przy pomocy wsporników. Średnica komory właściwej wynosi około 1,6 m, pojemność — 2025 dm³. W górnej części komory właściwej i płaszczu ochronnego znajdują się po dwa okienka wziernikowe z szybkami wykonanymi z pleksiglasu.

Na szczycie komory właściwej i płaszczu ochronnego znajduje się zawór główny zamknięty i otwierany przy pomocy śruby i pokręta. Zawór zamontowany jest na przewodzie ssącym urządzenie filtrowentylacyjne FWKPM-1. Zamknięcie i otwieranie zaworu dotyczy wyłącznie komory właściwej. Płaszcz ochronny stale jest omiany czystym powietrzem podczas pracy urządzenia filtrowentylacyjnego.

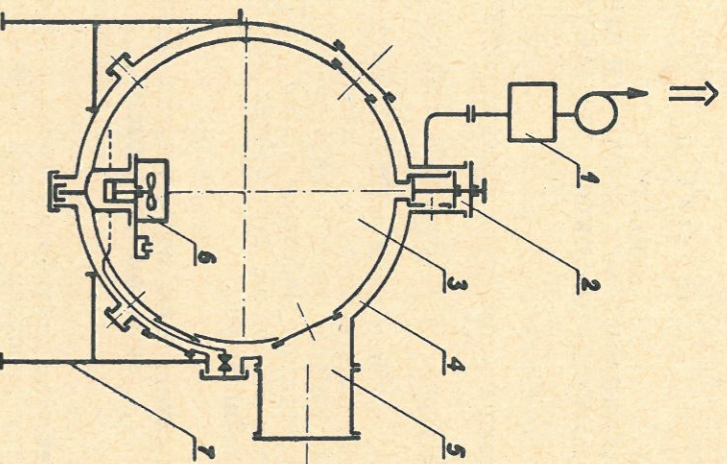
Komora manipulacyjna ma kształt cylindra zamkniętego przy komorze właściwej płytą przedmiotową, na której zainstalowano:

- króciec manometryczny łączący wnętrze komory właściwej z manometrem U-rurkowym;
- króciec probierczy, którym następuje odsysanie próbek skazonego powietrza przy wykorzystaniu układu indukującego;
- rozpylacz szklany służący jako atomizator roztworów ST;
- dławikowe gniazdo kolankowego termometru rtęciowego mierzącego temperaturę wnętrza komory właściwej;
- dławikowe gniazdo termometru kontaktowego, według wskazań którego odbywa się sterowanie urządzeniem termostatującym wnętrze komory właściwej.

Druga strona komory manipulacyjnej zamknięta jest płytą czółową zaopatrzoną w parę długich rękawic gumowych. Wewnątrz komory manipulacyjnej znajdują się wysuwany stołek, na którym zamontowano urządzenia niezbędne podczas wykonywania pomiarów (płuczka indukcyjna przesłoku, manometr, złącza z kranem do podłączenia rurek wskaźnikowych i pochłaniaczy).

Wszystkie prace przygotowawcze wykonuje się po zdjęciu płyty czółowej (ustawienie termometru kontaktowego, połączenie z rozpylaczem pojemnika z roztworem ST, wstawienie i przygotowanie rurek wskaźnikowych itp.). W czasie pomiarów bezpośredni kontakt z otoczeniem jest odcięty i czynności pomiarowe w komorze manipulacyjnej wykonuje się za pośrednictwem gumowych rękawic.

Wnętrze komory manipulacyjnej stanowi część przestroni płaszczu ochronnego. Cylinder komory manipulacyjnej wsparty jest na nastawnym wsporniku zamocowanym na stojaku komory statycznej. Po lewej stronie komory manipulacyjnej znajduje się zawór wentylacyjny doprowadzający powietrze do przedmuchiwania ko-



Rys. 1. Ogólny schemat komory statycznej:
1 — urządzenie filtrowentylacyjne; 2 — zawór główny (połączenie komory właściwej z układem filtrowentylacyjnym); 3 — komora właściwa; 4 — płaszcz ochronny; 5 — komora manipulacyjna; 6 — zespół mieszadła; 7 — stojak

mory właściwej po zakończeniu serii pomiarów. Zawór posiada odpowiednią budowę, która połączona jest z przestrzemią płaszcz ochronnego.

Do komory pomiarowej przymocowana jest tablica pomiarowa, na której znajdują się:

— manometr wodny U-rurkowy, który wskazuje ciśnienie panujące w płaszczu ochronnym przy pracującym urządzeniu filtrówentylacyjnym;

— termometr rtęciowy służący do pomiaru temperatury zasysanej próbki powietrza. Termometr osadzony jest w szklanym gniaździe, którego końcówka połączona jest węzłem z mosiężnym łącznikiem łączącym się z płuczką indykacyjną znajdującą się w komorze manipulacyjnej;

— manometr rtęciowy U-rurkowy podłączony do przewodu ssącego powietrze z komory. Wskazuje on wartość ciśnienia, pod jakim płynie zasysane powietrze;

— przepływomierz z kompletem wymiennych zwężek kapilarnych. Ilość zasysanego powietrza mierzy się wg różnicy wychylenia manometru przepływomierza;

— szklany kran do regulacji przepływu zasysanego z komory powietrza. Dolny koniec kranu połączony jest gumowym węzłem z pompą ssącą.

W dolnej części komory właściwej i płaszcz ochronnego znajduje się wąż, który zamyka się płytami z pleksylasu dopasowanymi do ścian komory i płaszczka przy pomocy uszczelk gumowych, kohnierzy i nakrętek.

W dolnej części komory właściwej zainstalowano:

— silnik mieszadła ze śmigłem;

— grzałkę termostatu;

— odparowalnik środków trujących;

— dziurkowaną rurę połączoną z zaworem wentylacyjnym doprowadzającą czyste powietrze.

W najniższym miejscu komory właściwej znajdują się dwie rurki ściekowe, którymi odpływa ciecz w czasie odkazania komory. Obie rurki łączą się w jeden króciec ściekowy, który wprowadzony jest do innego szerokiego króćca dopasowanego do płaszczki ochronnego i zamkniętego kapturem.

W dolnej części płaszczki ochronnego znajdują się trzy króćce wentylacyjne doprowadzające powietrze atmosferyczne do przestrzemi płaszczki. Obok wjazdu znajduje się puszka łącznikowa zamknięta wieczkiem. Wewnątrz puszki znajdują się bolce z gwintowanymi końcówkami, do których podłączone są przewody elektryczne.

Komora statyczna umieszczona jest na specjalnym stojaku wykonanym z kątowników stalowych. Posiada on sześć nóg połączonych z dwiema obręczami, na których spoczywa komora. Z boku

komory do dwu nóg stojąca przymocowany jest pulpit kontrolny, na którym znajdują się wyłączniki do uruchomienia urządzenia filtrówentylacyjnego, termostatu, odparowalnika i mieszadła oraz kolorowe lampki sygnalizujące o pracy danego urządzenia. W celu regulacji ilości obrotów mieszadła oraz stopnia ogrzewania odparowalnika zamontowano na pulpicie dwa woltomierze i dwa autotransformatory. Prąd elektryczny do pulpitu, a jednocześnie do całej komory statycznej, doprowadzany jest jednym trójżyłowym przewodem z gniazdka prądu trójfazowego.

OPIS FUNKCJONALNY KOMORY STATYCZNEJ

102. Układ filtrowentylacyjny. W układzie filtrowentylacyjnym komory można wyróżnić dwa obiegi: pracy i przedmuchiwanie.

A. Obieg pracy wytwarza się następująco:

— uruchomić urządzenie filtrowentylacyjne;

— zamknąć zawór główny;

— zamknąć zawór wentylacyjny;

— otworzyć króćce wentylacyjne;

— wytworzyć w komorze właściwej odpowiednie stężenie ST;

— zamknąć komorę manipulacyjną płytą czołową.

Podczas obiegu pracy w komorze właściwej znajduje się skażone powietrze, natomiast przez wolną przestrzem w płaszczu ochronnym stale przepływa czyste powietrze atmosferyczne. Ciśnienie w płaszczu ochronnym jest w tym przypadku niższe od atmosferycznego. Stan ten uniemożliwia wydestawanie się szkodliwych substancji z komory właściwej do otoczenia.

B. Obieg przedmuchiwania kończy dany pomiar lub jest okresem przygotowawczym do pomiaru. W celu przejścia od obiegu pracy do przedmuchiwania należy:

— nie wyłączać urządzenia filtrowentylacyjnego;

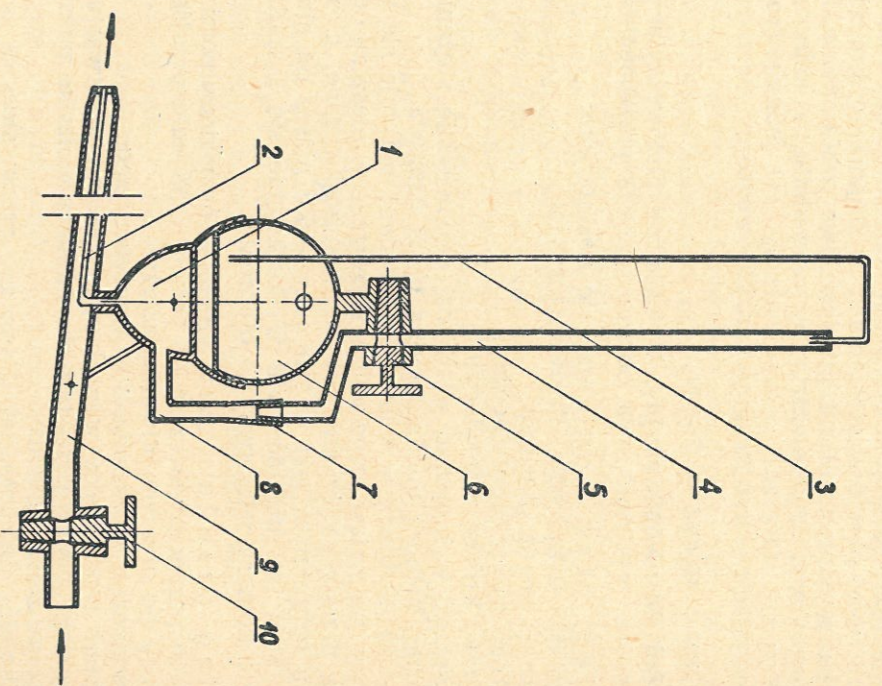
— zamknąć trzy króćce wentylacyjne. Pozostaje otwarty króciec, który doprowadza powietrze do chłodzenia silnika mieszadła;

— otworzyć zawór główny;

— uruchomić mieszadło, jeżeli ono nie pracowało;

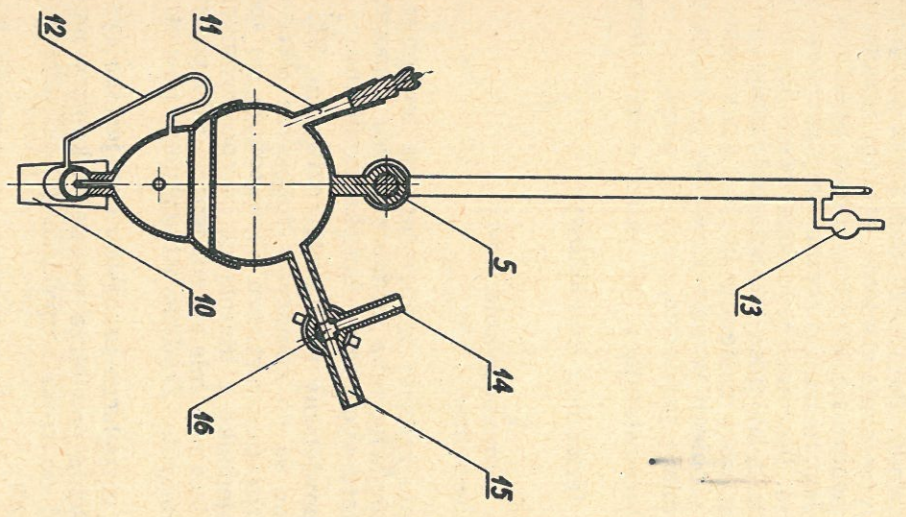
— otworzyć zawór wentylacyjny.

Podczas obiegu przedmuchiwania następuje stopniowe usuwanie z komory powietrza skażonego i wymiana na powietrze atmosferyczne. Ilość powietrza przepływającego w jednostce czasu przez płaszcz ochronny może być zmniejszona. Powietrze usuwane z komory przed wydaleniem na zewnątrz przepływa przez pochłaniacz, w którym zostaje oczyszczone. Usunięcie resztek zaabsorbowanego ST na ściankach komory właściwej przeprowadza się drogą desorpcji przy podwyższonej temperaturze i obniżonym ciśnieniu. Odbywa się to w sposób następujący: po zamknięciu zaworu wentylacyjnego włącza się odparowalnik i podnosi temperaturę do



Rys. 2. Rozpylacz (przekrój w płaszczyźnie przechodzącej przez pionową oś komory właściwej i oś komory manipulacyjnej):

- 1 — pojemnik rozpylacza; 2 — kapilarna rozpylacza; 3 — kapilarna biureta;
- 4 — biureta; 5 — kran; 6 — pojemnik na ST; 7 — połączenie szlifowe;
- 8 — rurka łącząca; 9 — rurka rozpylacza; 10 — kran



Rys. 3. Rozpylacz (przekrój w płaszczyźnie prostopadłej do płaszczyzny poprzedniego przekroju i przechodzącej przez pionową oś pojemnika 6):

- 11 — wlew ST; 12 — kapilarna ciśnieniowa; 13 — zbiornik odpowietrzający biureta (4); 14 — rurka odpowietrzająca pojemnik (6); 15 — końcówka kranu; 16 — kran trójdrożny

około 35°C. Następnie zamyka się zawór główny i przez obniżenie temperatury osiąga się spadek ciśnienia w komorze rzędu 150 mm słupa wody. Po 15—20 min przez podgrzewanie doprowadza się do wyrównania ciśnienia, otwiera zawory główne i wentylacyjny i prowadzi się ponowny obieg przedmuchiwania przez około 30 min. Jest to bardzo ważne przy pracy ze środkami wysokotoksycznymi. Pomieważ wydajność wentylatora wynosi około 90 m³ pow./godz, a objętość płaszcza ochronnego — 0,9 m³, więc w czasie obiegu pracy następuje około 1,6 wymiany powietrza na minutę. Podczas obiegu przedmuchiwania w ciągu minuty następuje jedna wymiana powietrza.

103. Układ termostatujący. W skład układu termostatującego wchodzi:

- nastawny termometr kontaktowy;
- grzałka;
- przekaźnik;
- kontrolny termometr kolankowy;
- lampka kontrolna;
- włącznik.

Po nastawieniu żądanej temperatury na termometrze kontaktowym i włączeniu włącznika termostat działa samoczynnie. O włączeniu termostatu sygnalizuje lampka kontrolna.

104. Układ powietrzny rozpylania roztworów ST. Środki trujące wprowadzane są do komory w roztworze alkoholowym przez rozpylanie. Rozpylanie roztworu ST dokonuje się specjalnym rozpylaczem z pojemnika z biuretą za pomocą wdmuchiwanego powietrza. Rozpylacz napełnia się roztworem ST z pojemnika poprzez automatyczną biuretę. Źródłem wtłaczanego powietrza jest odkurzac.

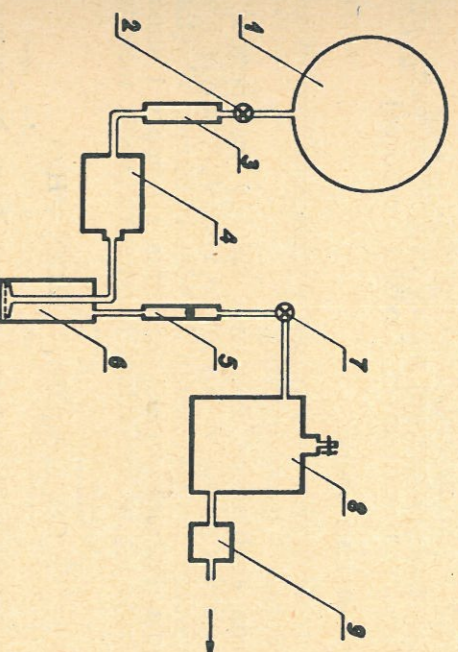
Konstrukcja rozpylacza przedstawiona jest na rysunkach 2 i 3.

W celu skazenia powietrza wewnątrz komory należy:

- podłączyć do rurki rozpylacza (9) odkurzac przy pomocy węży gumowego;
- wstawić do gniazda w rozpylaczu pojemnik (6) z biuretą (4) napełniony odpowiednim roztworem ST;
- podłączyć do końcówki (15) kranu trójdrożnego (16) gruszkę fryzjerską;
- napełnić biuretę roztworem ST przez powolne ściskanie gruszki fryzjerskiej;
- napełnić pojemnik rozpylacza (1) żądaną ilością roztworu ST z biurety otwierając kran (5);
- zamknąć kran (5);
- otworzyć kran (10) w rozpylaczu;
- włączyć odkurzac (na tłoczenie);
- po rozpyleniu roztworu ST zamknąć kran w rozpylaczu.

105. Układ indykujący. Zasadniczym przeznaczeniem układu indykującego jest badanie rurek i papierków wskaźnikowych, automatycznych sygnalizatorów skażeń itp. Schemat układu przedstawiony jest na rysunku 4.

Powietrze o określonym siężeniu ST zasysane z komory (1) pompą ssącą (9) przepływa kolejno przez wąż gumowy, rurkę z kranem odcinającym (2), rurkę wskaźnikową (3) lub inne urządzenie, pochłaniacz (4) maski przeciwgazowej, płuczkę indykacyjną przesko-ku (6), rotametr (5), rurkę szklaną z kranem regulacji przepływu (7), butlę manostatuującą (8) wyrównującą pulsację pompy i poprzez pompę (9) wypływa na zewnątrz układu.



Rys. 4. Schemat układu indykującego:
1 — komora statyczna; 2 — kran odcinający; 3 — rurka wskaźnikowa lub inne urządzenie; 4 — pochłaniacz; 5 — rotametr; 6 — płuczka indykacyjna przesko-ku; 7 — kran regulacji przepływu; 8 — butla manostatuująca; 9 — pompa ssąca

106. Warunki bezpieczeństwa i higieny pracy. Komora właściwa jest tak zbudowana, że zapewnia bezwzględnie szczelność zarówno na częściach łączonych spawem windurowym, jak i na wszystkich niezbędnych otworach. Komora obudowana jest płaszczem ochronnym, w którym w czasie pracy ze środkami trującymi zawsze panuje podciśnienie. Ponadto w płaszczu ochronnym zachodzi ciągła wymiana powietrza. Skażone powietrze zasysane z komory po przejściu przez rurkę wskaźnikową (lub inne badane urządzenie) jest oczyszczone w pochłaniaczu maski przeciwgazowej. Usuwane z komory właściwej powietrze skażone jest przed wydalaniem oczyszczone w pochłaniaczu urządzenia filtrwenty-

lacyjnego, do którego komora jest podłączona przewodem ssącym. Wszelkie czynności związane z otrzymaniem w komorze skażonego powietrza, badaniem zdolności indykacyjnej rurek wskaźnikowych itp. odbywają się w komorze manipulacyjnej. Instalacja elektryczna została wykonana w sposób zabezpieczający przed możliwością porażenia prądem elektrycznym. W pomieszczeniu, w którym znajduje się komora statyczna powinna być „Krótka instalacja BHP przy pracy z ST”, zestaw odkażalników oraz indywidualne środki ochrony. Wszelkie prace przygotowawcze związane z przygotowaniem roztworu ST o odpowiednim stężeniu należy wykonywać pod dyktandem.

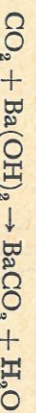
W czasie pracy ze środkami trującymi w pomieszczeniu powinny znajdować się co najmniej dwie osoby.

Wnętrze komory właściwej należy czyścić w masce przeciwgazowej, rękawicach ochronnych i odzieży roboczej.

WYZNACZANIE OBJĘTOŚCI KOMORY

107. Objętość komory statycznej wyznaczono przy pomocy metody analitycznej i geometrycznej.

A. **Metoda analityczna.** Podstawą metody jest pomiar różnicy stężeń dwutlenku węgla w powietrzu atmosferycznym i w komorze po uprzednim wprowadzeniu do komory znanej objętości dwutlenku węgla. Pobrane próbki powietrza z komory i atmosferycznego analizuje się na zawartość dwutlenku węgla metodą opartą na reakcji:



Nadmiar nieprzereagowanego wodorotlenku barowego odmiareczkownie się kwasem solnym. Wykonując analogiczne pomiary dla powietrza pobranego z komory i atmosferycznego oblicza się stężenie dwutlenku węgla z różnicy ilości zużytego do miareczkowania kwasu solnego. Przeliczając otrzymane wyniki na warunki normalne i podstawiając do wzoru wyznacza się objętość komory:

$$V = \frac{V_{\text{CO}_2} \cdot 100}{C - C_0}$$

gdzie: V — objętość komory w litrach;

V_{CO_2} — objętość w litrach wliczonego do komory CO_2 przeliczona na warunki normalne;

C — stężenie CO_2 w powietrzu z komory w ‰ obj.;

C_0 — stężenie CO_2 w powietrzu atmosferycznym w ‰ obj.

W wyniku pomiarów otrzymano średnią wartość objętości komory wynoszącą 2025 litrów.

B. **Metoda geometryczna.** Komora stanowi „idealną” kulę o znany promieniu równym 786 mm. Wartość objętości kuli o wymienionym promieniu wynosi:

$$V = \frac{3}{4} \pi r^3 = \frac{3}{4} 3,14 \cdot 78,6^3 = 2\,030\,000 \text{ cm}^3$$

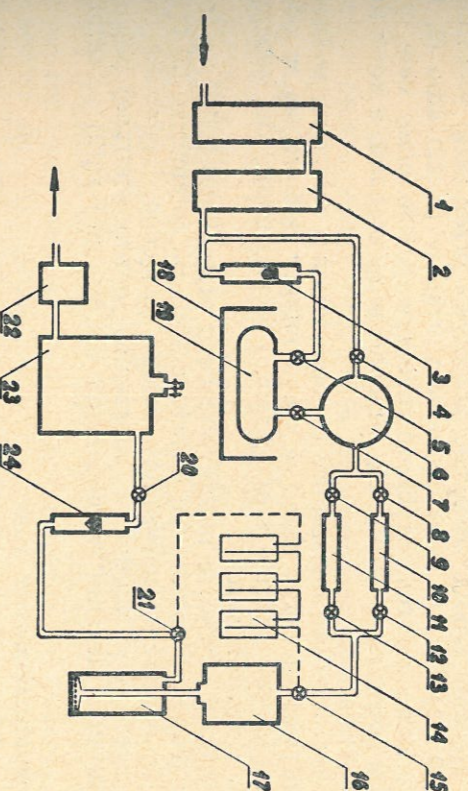
$$V = 2030 \text{ l}$$

Ze względu na dokładność metody analitycznej uwzględniającej nierówności komory (włazy, zawory itp.) przyjęto wartość objętości komory wynoszącą 2025 litrów.

APARATURA DO BADAŃ RUREK WSKAŹNIKOWYCH SPOSOBEM DYNAMICZNYM NA ŚRODKI TRUJĄCE DOZOWANE Z KACZKI

OPIS APARATURY

108. Sposób dynamiczny oznaczania czułości rurek polega na przepuszczaniu przez nie z określoną szybkością i w określonej temperaturze mieszanki gazo- lub paropowietrznej środka trującego albo innej mało lotnej substancji o znanym stężeniu. Aparatura stosowana do tego celu przedstawiona jest na rysunku 5.



Rys. 5. Aparatura do badania rurek wskaźnikowych sposobem dynamicznym na ST dozowane z kaczki:

- 1 — kolumna pochłaniająca wypełniona mieszaniną wodorotlenku sodowego i krzemionki; 2 — kolumna wypełniona węglem aktywnym i wala higroskopijną;
- 3 — rotametr; 4 — Kran; 5 — Kran; 6 — mieszalnik; 7 — Kran; 8 — Kran; 9 — Kran; 10 — rurka wskaźnikowa; 11 — rurka wskaźnikowa; 12 — Kran; 13 — Kran; 14 — puszka; 15 — Kran; 16 — pochłaniacz; 17 — wskaźnik przesłoku ST; 18 — układ termostatuujący; 19 — kaczka; 20 — Kran; 21 — Kran; 22 — pompa ssąca; 23 — butla manostatująca; 24 — rotametr;

Kolumny (1) i (2) tworzą system oczyszczający powietrze z par kwasów i alkaliów, pyłów itp. Pochłaniacz (16) oraz wskaźnik przeskoku — bełkotka (17) z indykatorem na dany środek trujący tworzą system pochłaniający. Pochłaniacz służy do pochłaniania nadmiaru mieszaniny gazopowietrznej środka trującego, a bełkotka do wykazywania zużycia pochłaniacza. Kaczka (19) — zbiornik na środki trujące o odpowiednim kształcie — jest miejscem, w którym następuje zetknięcie się określonych ilości powietrza z parami środka trującego, które następnie ulegają wymieszaniu i rozcieńczeniu w mieszalniku (6). Rotametr (3) określa ilość powietrza płynącego do kaczki, a tym samym wielkość stężenia środka trującego, rotametr (24) określa ilość powietrza przepływającego przez cały układ, a tym samym i przez badaną rurkę wskaźnikową.

OPIS PRACY APARATURY

109. Powietrze po przepłynięciu przez układ oczyszczający rozdziela się na dwa strumienie. Jeden, o mniejszym natężeniu, przepływa przez rotametr (3) do kaczki (19), nasyca się parami środka trującego i przepływa do mieszalnika (6). Drugi, o większym natężeniu, poprzez kran (4) płynie bezpośrednio do mieszalnika. Powstająca w mieszalniku mieszanina gazopowietrzna o określonym stężeniu środka trującego przepływa przez rurki wskaźnikowe (10, 11) lub, po zamknięciu pary kranów (8, 12) albo (9, 13), przez jedną z rurek. Szybkość przepływającego przez całe urządzenie powietrza reguluje się odpowiednimi kranami, a kontroluje rotametrem (24).

Całkowitą ilość mieszaniny gazopowietrznej mierzoną w litrach przepływającą przez układ w ciągu minuty dobiera się w odpowiedni sposób zgodnie z przepisami i wymaganiami dla badanych rurek wskaźnikowych.

Szybkość powietrza przepływającego przez kaczkę (19) ze środkiem trującym dobiera się doświadczalnie na rotametrze (3) drogą analizy odbieranej mieszaniny środka trującego. Zawartość środka trującego w mg/dm³ w mieszaninie gazopowietrznej powinna odpowiadać stężeniu wymaganemu dla badanej rurki wskaźnikowej.

CECHOWANIE APARATURY

110. Opisana wyżej aparatura służy do badania własności rurek wskaźnikowych przeznaczonych do wykrywania par ciekłych związków trujących.

Jednym z ciekłych związków trujących jest iperyt siarkowy, a rurką przeznaczoną do wykrywania tego typu iperytu jest RW-36. Metoda cechowania aparatury zostaje więc opisana w odniesieniu do iperytu siarkowego.

111. Zgodnie z warunkami technicznymi dla RW-36 stężenie iperytu siarkowego winno wynosić 0,01 mg/dm³ powietrza przy przepływie 2 dm³/min w czasie 25 min. Z przybliżenia wynika, że ilość iperytu pochłonięta w 100 ml alkoholu etylowego wynosi 0,5 mg (500 ν), czyli w 1 cm³ zawartość iperytu wynosi 0,005 mg (5 ν). W związku z tym zaistniała potrzeba wykonania skali wzorców o stężeniach iperytu od 0,002 do 0,01 mg/cm³ (od 2 do 10 ν /cm³).

Przygotowanie wzorców odbywa się w sposób następujący: na wadze analitycznej odważa się z dokładnością do 4-go miejsca po przecinku dwie krople iperytu (w przybliżeniu 0,0355 g) i rozpuszcza się je w 100 cm³ alkoholu etylowego czystego w kolbie miarowej. Z otrzymanego roztworu pobiera się 3 cm³ i rozcieńcza do 100 cm³ alkoholem etylowym czystym w nowej kolbie miarowej. Z tak otrzymanego roztworu roboczego o stężeniu iperytu 0,0118 mg/cm³ (11,8 ν /cm³) pobiera się strzykawką do naczyniek wagowych odpowiednią ilość cm³ w celu otrzymania roztworów wzorcowych. Np. sporządzenie roztworu wzorcowego o stężeniu 0,009 mg/cm³ (9 ν /cm³):

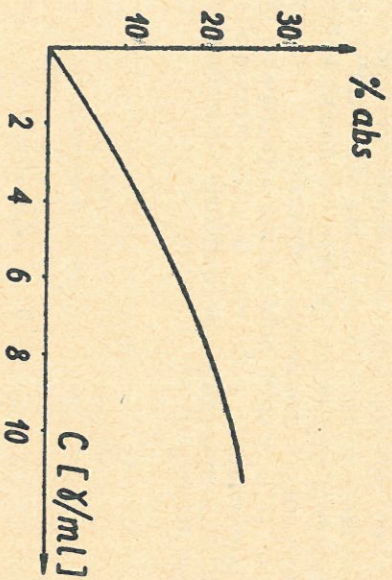


Schemat ten oznacza, że w celu otrzymania roztworu o stężeniu 9 ν /cm³ należy pobrać 9 cm³ roztworu roboczego i 2,8 cm³ alkoholu etylowego.

Po wykonaniu roztworów wzorcowych należy kolejno pobrać pipetą po 5 cm³ każdego z nich do próbek o pojemności 25 cm³, dodać do każdej po 2,5 cm³ odczynnika T-135 (sposób przygotowania odczynnika T-135 opisano w rozdz. III) i 2,5 cm³ alkoholu rektyfikowanego. Po wymieszaniu próbówki wstawia się do łaźni wodnej o temperaturze 70—80°C na okres 25 min. Następnie próbówki wyjmuje się, studzi i dodaje do każdej z nich po 3 krople kwasu octowego lodowatego. Uzyskane w ten sposób żółto zabarwione roztwory nadejają się do kolorymetrowania. Równocześnie wykonuje się ślepa próbę przez zmieszanie 7,5 cm³ alkoholu etylowego i 2,5 cm³ odczynnika T-135 postępując w sposób podany wyżej.

Kolorymetrowanie przeprowadza się w sposób następujący: do kuwety kolorymetru nalewa się kolejno po 5 cm³ roztworów barwnych i mierzy absorpcję światła przez roztwór względem próby ślepej. Na podstawie otrzymanych wyników wykreśla się krzywą wzorcową zależności absorpcji światła od stężenia iperytu.

Orientacyjny przebieg krzywej przedstawiony jest na rysunku 6. Czynnoscia konczaca cechowanie aparatury jest wykonanie wykresu zaleznosci stężenia iperytu w dm^3 powietrza od wskazan rotametr (3). W tym celu do kazdej z trzech pluczek (14) podłączonych szeregowo do aparatury między krany (15) i (21) wlewa się po 25 cm^3 alkoholu etylowego i włącza pompę (22) regulując kranem (20) predkosć przeplywu mierzoną rotametrem (24) tak, aby wynosila ona $2 \text{ dm}^3/\text{min}$. Operując kranem (4) ustala się predkosć przeplywu powietrza przez rotametr (3), włączając pompę, na-



Rys. 6. Orientacyjny przebieg krzywej wzorcowej zaleznosci absorpcji swiatla od stężenia iperytu. Kolorymetr B. Lange, filtr zielony

pełnia kaczkę (19) iperytem (w przyblizeniu do połowy jej objętości), ponownie włącza pompę i po sprawdzeniu, że wskazania rotametrów są identyczne jak przed napełnieniem kaczki przesyca się przez układ powietrze w czasie 25 min, licząc od momentu włączenia pompy. Następnie zawartość pluczek przelewa się do kolby miarowej o pojemności 100 cm^3 , każdą pluczkę przemycywa się 7 cm^3 alkoholu etylowego dołączając go do kolby miarowej i całosc uzupełnia alkoholem etylowym do 100 cm^3 . Po wymieszaniu zawartości kolby do probówki o pojemności 25 cm^3 pobiera się 5 cm^3 roztworu i postępuje analogicznie jak z roztworami wzorcowymi. Użytkany barwny roztwór kolorymetruje się również analogicznie jak roztwory wzorcowe i na podstawie znalezionego wyniku absorpcji z krzywej wzorcowej odczytuje się odpowiadającą mu stężenie iperytu w mililitrze badanego roztworu. Powyższe czynności wykonuje się nie dla jednej wartości predkosci przeplywu powietrza przez rotametr (3), lecz dla kilku.

W celu obliczenia stężenia iperytu w dm^3 przepływającego przez układ powietrza należy postugiwać się wzorem:

$$S = \frac{C \cdot 100}{50} \text{ (mg/dm}^3 \text{ powietrza),}$$

gdzie: C — znalezione na podstawie krzywej wzorcowej stężenie iperytu w mg/cm^3 .

Na podstawie otrzymanych wyników wykonuje się wykres zaleznosci stężenia iperytu w dm^3 powietrza przepływającego przez układ od wskazan rotametr (3), czyli od predkosci przeplywu powietrza w dm^3/min nad powierzchnią iperytu w kaczce. Wycechowana w powyższy sposób aparatura nadaje się do badań dynamicznych czułości rurek wskaźnikowych.

U w a g a. Po każdej zmianie iperytu siarkowego w kaczce cechowanie powinno być powtorzone. Dotyczy to również wypadku, gdy badania mają być przeprowadzone w innych zakresach temperatur.

APARATURA DO BADANIA RUREK WSKAŹNIKOWYCH SPOSOBEM DYNAMICZNYM (DO WYTWARZANIA ŚLADOWYCH STĘŻEŃ OST)

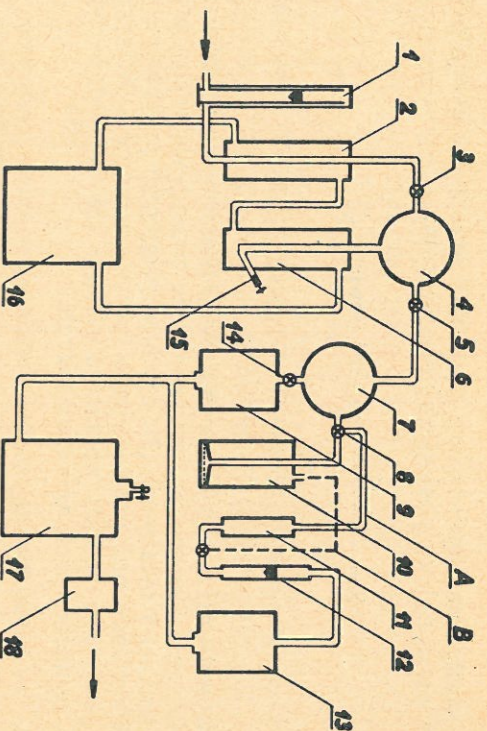
OPIS APARATURY

112. Wymieniona aparatura służy do wytwarzania niskich stężeń sarinu w powietrzu przesykanym następnie przez rurkę wskaźnikową przeznaczoną do wykrywania powyzszego środka trującego. Skażenie powietrza odbywa się parami sarinu dyfundującymi w rurce kapilarnej w kierunku zbiornika, przez który przepływa strumień powietrza. Schemat aparatury przedstawiony jest na rysunku 7.

Mieszalnik (4) jest miejscem, w którym następuje zetknięcie się określonych na podstawie wskazan rotametr (1) ilości powietrza z parami sarinu dyfundującymi w kapilarze umieszczonej w chłodnicy (6). Rotametr (12) określa ilość powietrza przepływającego przez badaną rurkę wskaźnikową (11) w jednostce czasu. Pochłaniacze (9) i (13) tworzą system oczyszczający wypływające z układu powietrze.

OPIS PRACY APARATURY

113. Powietrze zasysane do układu pompką wirnikową (18) przepływa przez rotametr (1) do mieszalnika (4), gdzie nasycy się parami środka trującego. Skażone powietrze wpływa do odbieralnika (7) i rozdziela się na dwa strumienie. Jeden drogą oznaczoną literą A przepływa przez badaną rurkę wskaźnikową (11) (plucz-



Rys. 7. Aparatura do badania rurek wskaźnikowych sposobem dynamicznym:

1 — rotametr; 2 — chłodnica; 3 — kran; 4 — mieszalnik; 5 — kran; 6 — chłodnica; 7 — odbieralnik; 8 — kran; 9 — pochłaniacz; 10 — płuczka; 11 — rurka wskaźnikowa; 12 — rotametr; 13 — pochłaniacz; 14 — kran; 15 — wlew ST do rurki Kapiłanej; 16 — układ termostatu; 17 — butla manostatu; 18 — pompa ssąca

ka (10) jest wyłączona z układu), rotametr (12), pochłaniacz (13) i poprzez butlę manostatu (17) i pompę (18) wydostaje się na zewnątrz układu. Drugi strumień wydostaje się na zewnątrz poprzez pochłaniacz (9), butlę manostatu (17) i pompę.

Ilość skażonego powietrza przepływającego przez badaną rurkę wskaźnikową w jednostce czasu reguluje się kranem (8), a kontroluje rotametrem (12). Ilość tę dobiera się w odpowiedni sposób zgodnie z przepisami i wymaganiami dla badanych rurek. Szybkość powietrza przepływającego przez mieszalnik (4), w którym znajdują się pary sarinu reguluje się kranem (3), a kontroluje rotametrem (1). Dobiera się ją doświadczalnie analizując odbieraną w płuczce (10) mieszaninę środka trującego. Zawartość sarinu w mg/dm^3 w skażonym powietrzu powinna odpowiadać stężeniu wymaganemu dla danej rurki wskaźnikowej.

CECHOWANIE APARATURY

114. Podczas cechowania kran (14) jest zamknięty (powietrze przez pochłaniacz (9) nie przepływa) a kran (8) jest w takim położeniu, że cały strumień skażonego powietrza płynie przez płuczke (10) (rurka wskaźnikowa (11) jest wyłączona z układu) i drogą oznaczoną literą B dostaje się do rotametru (12), skąd poprzez po-

chłaniacz (13), butlę manostatu (17) i pompę (18) wydostaje się na zewnątrz. Przy pewnej ustalonej wartości prędkości V przepływu powietrza przez mieszalnik (4) mierzonej rotametrem (1) przesyca się w ciągu czasu t min przez płuczke (10) powietrze skażone parami sarinu. Płuczka wypchniona jest 1 cm^3 $20\%_0$ wodnego roztworu alkoholu metylowego. Po zakończeniu przesycaenia wykonuje się ilościową analizę sarinu zawartego w płuczce.

Sposób przygotowania roztworów koniecznych do wykonania analizy oraz metodyka przeprowadzenia analizy opisane są w rozdziale III instrukcji w punkcie poświęconym omówieniu badania własności indykacyjnych rurki wskaźnikowej RW-44 (pkt 300). Stężenie środka trującego w 1 dm^3 powietrza przepływającego przez układ wyraża się wzorem:

$$S = \frac{4 \cdot C}{V \cdot t} \text{ (mg/dm}^3 \text{ powietrza),}$$

gdzie: V — prędkość przepływu powietrza mierzona rotametrem (1) w dm^3/min ;

t — czas przesycaenia powietrza przez płuczke (10) w minutach;

C — stężenie ST wyrażone w $\text{mg}/0,5 \text{ cm}^3$ próbki odpowiadające obliczonej średniej wartości procentu unieczyszczenia esteryzacji cholinowej; wartość C odczytuje się z tabeli zamieszczonej w cytowanym wyżej punkcie.

Ustalając wartość czasu t wykonuje się opisane czynności dla kilku wartości prędkości V przepływu powietrza przez układ otrzymując w ten sposób odpowiednią ilość wartości stężenia S . Na podstawie otrzymanych wyników wykonuje się wykres zależności stężenia S sarinu w dm^3 powietrza przepływającego przez układ od wskazań rotametru (1), czyli od prędkości V przepływu powietrza w dm^3/min przez mieszalnik (4).

Cechowanie aparatury i badanie rurek wskaźnikowych powinny odbywać się w jednakowej temperaturze.

APARATURA DO BADANIA OPORU RUREK WSKAŹNIKOWYCH

OPIS APARATURY

115. Dokumentacja techniczna przewiduje, że opór większości rurek wskaźnikowych będących na wyposażeniu wojsk winien być zawarty w granicach $120\text{--}220 \text{ mm Hg}$ przy przepływie $3 \text{ dm}^3/\text{min}$. Aparatura stosowana do badania oporu rurek przedstawiona jest na rysunku 8.

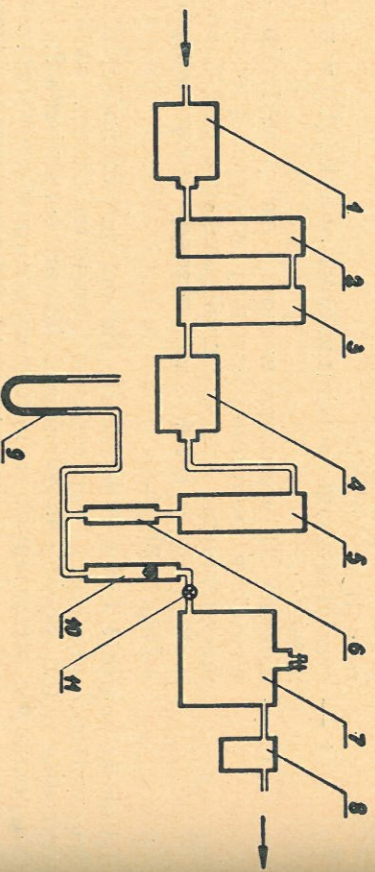
114. Podczas cechowania kran (14) jest zamknięty (powietrze przez pochłaniacz (9) nie przepływa) a kran (8) jest w takim położeniu, że cały strumień skażonego powietrza płynie przez płuczke (10) (rurka wskaźnikowa (11) jest wyłączona z układu) i drogą oznaczoną literą B dostaje się do rotametru (12), skąd poprzez po-

Pochłaniacze (1) i (4) oraz kolumny (2), (3) i (5) tworzą system oczyszczający powietrze z gazów, par i pyłów. Manometr (9), rotametr (10) i kran (11) regulujący szybkość przepływającego powietrza tworzą układ pomiarowy. Butla manostatująca (7) wytlumacza ewentualne skoki i pulsacje urządzenia ssącego (8).

OPIS PRACY APARATURY

116. Powietrze wpływające do aparatury przepływa przez układ oczyszczający, rurkę wskaźnikową i poprzez rotametr i manostat wpływa na zewnątrz. Opór stawiany zasysanemu powietrzu przez rurkę wskaźnikową powoduje, że poza rurką powstaje spadek ciśnienia proporcjonalny do oporu rurki wskaźnikowej powodującej zmianę położenia słupa rtęci w ramionach manometru. Wychylenie manometru odczytuje się na podziatce milimetrowej w górę i w dół od punktu zerowego.

Szybkość powietrza przepływającego przez rurkę wskaźnikową reguluje się kranem (11), a kontroluje rotametrem (10).



Rys. 8. Aparatura do badania oporu rurek wskaźnikowych:
1 — pochłaniacz; 2, 3 — dwie kolumny z chlorkiem wapnia; 4 — pochłaniacz hopkalitowy; 5 — kolumna z węgla hydruskopijnego; 6 — rurka wskaźnikowa; 7 — butla manostatująca; 8 — pompa; 9 — manometr rtęciowy; 10 — rotametr; 11 — kran

OZNACZANIE OPORU RUREK WSKAŹNIKOWYCH

117. Do układu przedstawionego na rys. 8 wstawia się aktualnie badaną rurkę wskaźnikową z uprzednio nadłamanymi końcami umieszczając ją oznakowaniem ku górze (przepływ powietrza w rurce ma następować od końca oznakowanego do końca bez znakowania). Następnie kranem (11) reguluje się prędkość przepływu powietrza przez układ tak, by rotametr (10) wskazywał zadaną wartość. Opór badanej rurki w mm Hg odczytuje się na manometrze licząc w górę i w dół od punktu zerowego.

R O Z D Z I A Ł I I I
ŚRODKI DO WYKRYWANIA BST
I METODY ICH BADAŃ

118. Do wykrywania BST służą:

- papierki wskaźnikowe;
- wata wskaźnikowa, proszki wskaźnikowe i odczynnik T-135;
- rurki wskaźnikowe;
- automatyczne sygnalizatory skażeń.

119. Do papierków wskaźnikowych należą:

- papierek wskaźnikowy KU-1;
- papierek wskaźnikowy K-7a;
- papierek wskaźnikowy nr 570;
- papierek wskaźnikowy na tabun;
- papierek wskaźnikowy na fosgen i dwufosgen;
- papierek wskaźnikowy do badania odporności środków ochronnych na krople ST;

- papierek bromortęciowy na arsenowodor (fosforowodor);
- papierek wskaźnikowy na cyjanowodór;
- papierek wskaźnikowy na tlenek węgla;
- papierek wskaźnikowy ołowiowy;
- papierek wskaźnikowy na brom;
- papierek wskaźnikowy na jon fluorkowy;
- papierek wskaźnikowy jodokrobiowy;
- papierki lakmusowe niebieski i czerwony;
- papierki wskaźnikowy Kongo;
- papierki wskaźnikowy fenolftaleinowy.

120. Do drugiej grupy środków do wykrywania BST należą:

- wata wskaźnikowa do wykrywania par trwałych ST przy badaniu środków ochronnych;
- proszki wskaźnikowe IP-1 i IP-2;
- odczynnik T-135 do wykrywania iperytów.

121. W wojsku używane są następujące rurki wskaźnikowe:

- RW-13 oznaczona dwoma żółtymi pierścieniami;
- RW-37 oznaczona trzema żółtymi pierścieniami;
- RW-15 oznaczona dwoma białymi pierścieniami;
- RW-30 oznaczona jednym białym pierścieniem;

- RW-24 oznaczona dwoma czarnymi pierścieniami;
 - RW-28 oznaczona trzema czarnymi pierścieniami;
 - RW-32 oznaczona jednym czerwonym pierścieniem;
 - RW-36 oznaczona jednym żółtym pierścieniem;
 - RW-44 oznaczona jednym czerwonym pierścieniem i czerną kropką;
 - RW-45 oznaczona trzema zielonymi pierścieniami.
122. Do automatycznych sygnalizatorów skażeń należą:
- automatyczny sygnalizator skażeń GSP-1;
 - automatyczny sygnalizator skażeń GSP-11.

PAPIERKI WSKAZNIKOWE

Wiadomości ogólne

123. Papierki wskaźnikowe to paski lub kraczki bibuły filtracyjnej nasyczonej odpowiednimi odczynnikami chemicznymi. Służą one do jakościowego określenia obecności środka trującego w badanym środowisku. W warunkach laboratoryjnych i przy zastosowaniu specjalnej techniki pomiarowej niektóre z nich mogą być również wykorzystywane do ilościowego oznaczania ST.

Pod względem przeznaczenia papierki wskaźnikowe podzielić można na trzy grupy:

- papierki zmieniające barwę pod działaniem ciekłych środków trujących;
 - papierki przeznaczone do wykrywania środków trujących występujących w postaci pary lub gazu. Papierki takie reagują z ST bądź w warunkach statycznych, bądź przy wymuszonej cyrkulacji skażonego powietrza — z zastosowaniem specjalnych urządzeń;
 - papierki przeznaczone do wykrywania środków trujących rozpuszczonych w wodzie.
- Podczas kontaktu papierka wskaźnikowego ze środkiem trującym następuje zmiana barwy papierka. Przyczyny tej zmiany mogą być następujące:
- rozpuszczenie się barwnika, którym nasycony jest papierek w ciekłym ST;
 - reakcja chemiczna, której produkty mają charakter kwasowy lub zasadowy i powodują zmianę barwy wskaźnika;
 - reakcja chemiczna zachodząca pomiędzy ST a związkami, którymi nasycony jest papierek i prowadząca do powstania barwnych produktów.

70

Papierek wskaźnikowy KU-1

PRZEZNACZENIE

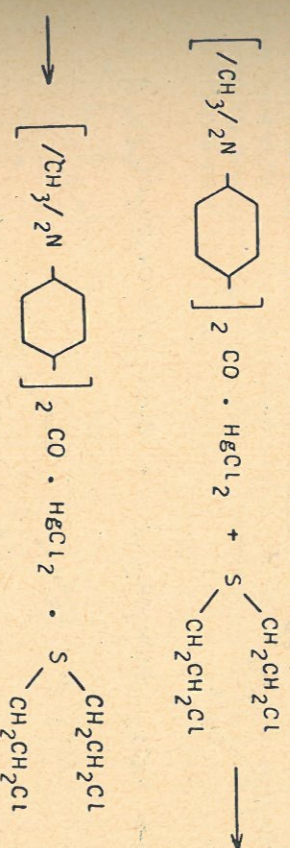
124. Papierek wskaźnikowy KU-1 służy do wykrywania ciekłego iperytu.

WYKONANIE PAPIERKA

125. Przygotowuje się równe objętości nasyconych roztworów ketonu Michlera (czterometylodwuaminoobenzofenonu) w mieszaninie alkoholu i benzenu (1 : 1) i chlorku rtęciowego w alkoholu. Otrzymane roztwory miesza się. Paski bibuły filtracyjnej o szerokości 8—10 mm nasycą się mieszaną roztworów i suszy na powietrzu w zaciemnionym miejscu. W czasie suszenia na papierku miejscami występują czerwono-brązowe plamy na żółtym tle. Nasycanie papierków przeprowadza się 3—4 razy, aż do chwili, gdy po wysuszeniu uzyskają one równomierną żółtą barwę. Powstałych na papierku kryształów nie usuwa się. Papierki należy przechowywać w butelce ze szkła oranżowego z korkiem na szlif.

WYKRYWANIE IPERYTU

126. Kompleksowy roztwór ketonu Michlera i chlorku rtęciowego reagując z iperytem daje połączenie kompleksowe o intensywnie czerwonym kolorze:



SPRAWDZENIE PAPIERKA

127. Po zwilżeniu papierka kroplą iperytu powstaje krwistoczerwona plama. Iperytt azotowy daje podobne zabarwienie, lecz dopiero po upływie 5—10 min. Od kropli tabunu powstaje pomarańczowa plama, od dwutlenku i bromocyanu benzylenu — zielona, a od lizyту — słabe pozielenienie. Rozpuszczalniki nie powodują zmiany barwy papierka.

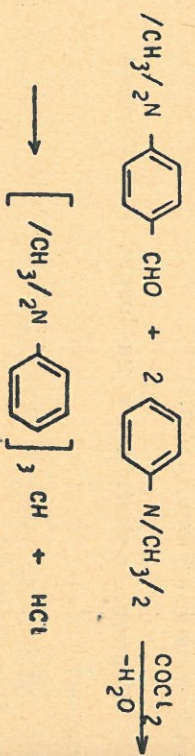
Papierek wskaźnikowy K-7a

PRZEZNACZENIE

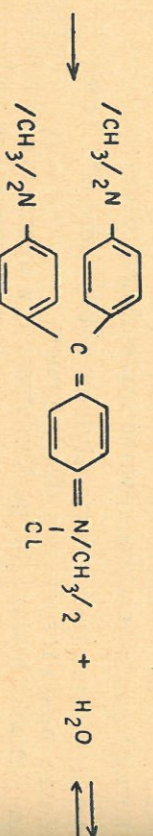
128. Papierek wskaźnikowy K-7a służy do wykrywania lizyту i trwałych środków trujących.

71

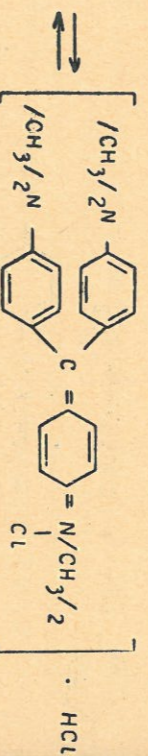
B. Kondensacja p-dwumetyloaminobenzaldehydu z dwumetyloaniłą pod działaniem fosgenu i dwufosgenu w leukozasade fiolelu krystalicznego:



która w środowisku kwaśnym utleniona tlenem z powietrza daje barwnik — fiolel krystaliczny w postaci soli:



fiolel krystaliczny



sól fiolelu krystalicznego — zielona

SPRAWDZENIE PAPIERKA

143. Do ręcznej pompki np. z przyrządu PChR wstawia się szklaną rurkę zawierającą pasek papierka wskaźnikowego. Drugi koniec rurki łączy się węzłem gumowym z rurką napełnioną pumeksem nasyconym roztworem $Na_2S_2O_3$ i NaJ. Rurka ta jest filtrem chroniącym papierek wskaźnikowy przed Cl_2 i HCl. Następnie przez rurkę przesysa się z szybkością 50 cm^3/min od 50 do 500 cm^3 przygotowanej uprzednio mieszaniny powietrza ze środkiem tru-

76

jącym. Mieszaninę tę przygotowuje się przez wprowadzenie do butli o pojemności 10 dm^3 naważki fosgenu lub dwufosgenu dającej siężenie 0,4 mg ST/ dm^3 powietrza. Jeżeli podczas przesysania skażonego powietrza natychmiast pojawi się niebieskie zabarwienie papierka, świadczy to o jego przydatności.

Filtr przygotowuje się w sposób następujący: 50 g $Na_2S_2O_3$ i 20 g NaJ rozpuszcza się w 40 cm^3 ciepłej wody. Do roztworu wsupuje się na kilka minut 70 g pumeksu (ziarna 2—4 mm), który następnie suszy się w termostacie z płaszczem wodnym (lub w temp. niższej od 100°C). Wysuszonym pumeksem napełnia się rurki szklane długości 100 mm i średnicy 19—20 mm umieszczając z obu stron warstwę pumeksu tampony z waty szklanej. Jeżeli podczas sprawdzania papierka warstwa pumeksu stanie się brązowa, należy ją usunąć, a rurkę napełnić nową warstwą filtrującą.

Papierek wskaźnikowy

do badania odporności środków ochronnych na krople ST

PRZEZNACZENIE

144. Wymienione papierki wskaźnikowe służą do określenia czasu ochronnego działania środków ochronnych (odzieży ochronnej) skażonych ciekłym iperytem lub somanem.

WYKONANIE PAPIERKA

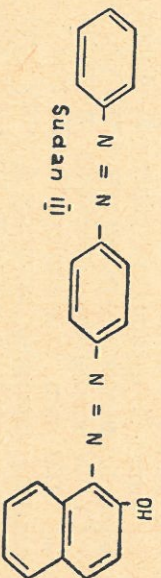
145. Odważa się na wadze analitycznej 9,5 części wagowych tlenku cynku i 0,5 części wagowych barwnika bordo natyloaminy przy badaniu odporności środków ochronnych na iperyt lub 0,5 części wagowych barwnika sudan III przy badaniu odporności na soman. Wymienione składniki wprowadza się do moździerza porcelanowego i dokładnie rozciera do momentu otrzymania drobnego jednorodnego proszku. Otrzymany proszek nanosi się przy pomocy niewielkiego tamponu z waty na jedną ze stron arkusza bibuły filtracyjnej w takiej ilości, by wzrost ciężaru bibuły w wyniku naniesienia proszku wynosił 0,7—1,2% ciężaru bibuły.

WYKRYWANIE ST

146. Papierek wskaźnikowy podkłada się pod próbkę wyciętą z badanego materiału (zabarwiona strona papierka powinna stykać się z materiałem) i następnie na próbkę nanosi się kroplę ST o ciężarze ok. 5 mg. Obserwacje przeszkoku ciekłego ST przeprowadza się z przerwami nie przekraczającymi 5 min. Pojawienie się na białym tle papierka wskaźnikowego barwniej plamy świadczy o początku przeszkoku ST. Czas ochronnego działania materiału oblicza się w minutach od momentu naniesienia kropli ST na próbkę do momentu przeszkoku.

77

147. Przy nakrapianiu na zabarwioną stronę papierka niewielkiej kropli ST barwnik rozpuszcza się w ST i przenika przez papierek. Na białym jego tle w przypadku iperytu powstaje różowa lub czerwona plama, a w przypadku somanu — pomarańczowa.



Papierek bromotłociowy na arsenowodor (fosforowodor)

PRZEZNACZENIE

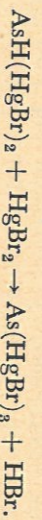
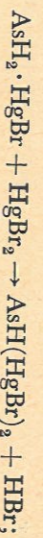
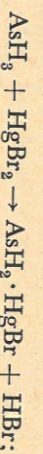
148. Papierek bromotłociowy służy do wykrywania arsenowodoru (fosforowodoru) w roztworach.

WYKONANIE PAPIERKA

149. Rozpuszcza się 10 g bromku rtęciowego w 100 cm³ alkoholu metylowego. Otrzymanym roztworem nasycza się paski bibuły filtracyjnej, które następnie suszy się na powietrzu. Papierki przechowuje się w szczelnych naczyniach.

WYKRYWANIE ARSENOWODORU

150. Wykrywanie arsenowodoru w roztworach oparte jest na reakcji powstawania barwnych związków w wyniku działania arsenowodoru na bromek rtęciowy, mianowicie arsenowodor w reakcji z solami dwuwartościowej rtęci daje połączenie zabarwione na żółto lub brązowo:



Podobną reakcję dają I rzędowe chlorowcoarsyny i połączenia zawierające As^{+++} .

SPRAWDZENIE PAPIERKA

151. Pod działaniem arsenowodoru (fosforowodoru) bezbarwne papierki zmieniają barwę od żółtej do brązowej.

PRZEZNACZENIE

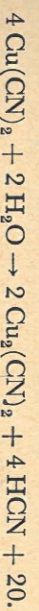
152. Wymieniony papierek wskaźnikowy służy do wykrywania cyjanowodoru.

WYKONANIE PAPIERKA

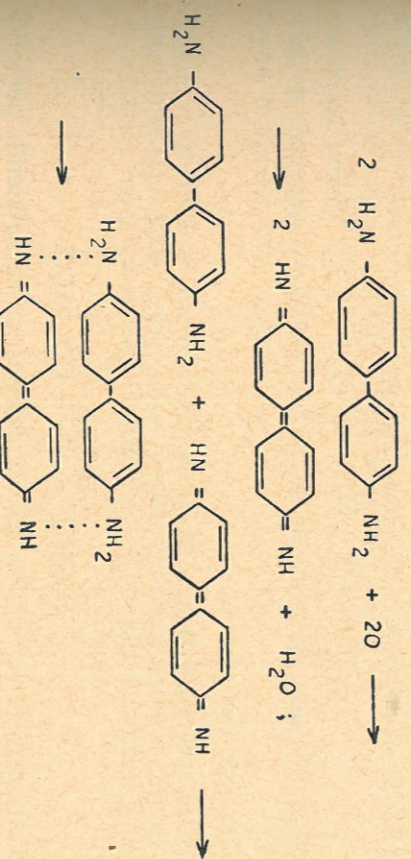
153. 3 g octanu miedziowego rozpuszcza się w 1000 cm³ wody destylowanej i otrzymanym roztworem nasycza się paski bibuły filtracyjnej, które następnie suszy się na powietrzu. Wykonane w ten sposób papierki powinny mieć słaby niebieskozielonkawy kolor. Przed przystąpieniem do wykrywania cyjanowodoru papierki należy lekko zwilżyć 10% alkoholowo-wodnym (1 : 1) roztworem zasady benzydynamowej.

WYKRYWANIE CYJANOWODORU

154. Wykrywanie cyjanowodoru oparte jest na reakcji powstawania błękitu benzydynamowego o szaroniebieskim zabarwieniu:



Powstaający w wyniku powyższej reakcji tlen in statu nascendi posiada bardzo silne własności utleniające. Utlenia on benzydynamę do dwufenylochlonodwunaminy, która wiążąc się z benzydynamą, tworzy błękit benzydynamowy:



Reakcja nie jest specyficzna. Podobną reakcję dają silne utleniacze, np. Cl_2 .

155. Do próbówki wprowadza się 1 cm³ wodnego roztworu cyjanku potasowego o zawartości cyjanowodoru 0,005 mg/cm³, następnie 1—2 granulki metalicznego cynku i 1 cm³ kwasu siarkowego rozcieńczonego w stosunku 1 : 5. Probówkę szybko zamyka się korkiem (ale nie szczelnie) ze wstawionymi paskami papierka wskaźnikowego i zwykłej bibuły filtracyjnej (papierki wstawia się do korka rozciętego wzdłuż na części). Końce papierków uprzednio lekko zwilżone 10% alkoholowo-wodnym (1 : 1) roztworem zasady benzydynowej powinny znajdować się w odległości 3—4 cm od poziomu cieczy. Podczas działania par cyjanowodoru papierek zabarwia się na szaroniebieski kolor.

Papierek wskaźnikowy na tlenek węgla

PRZEZNACZENIE

156. Wymieniony papierek wskaźnikowy służy do wykrywania tlenku węgla.

WYKONANIE PAPIERKA

157. Paski bibuły filtracyjnej nasycza się 10% roztworem chlorku palladowego i suszy na powietrzu. Następnie paski nasycza się 5% roztworem wodnym octanu sodowego i ponownie suszy na powietrzu. Papierki są wrażliwe na światło i działanie reduktorów, w związku z czym przechowywać je należy w słoikach z ciemnego szkła z korkiem na szlif. Zaleca się przygotować papierki na krótko przed wykrywaniem tlenku węgla.

WYKRYWANIE TIENKU WĘGLA

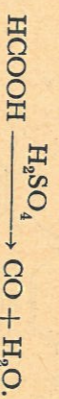
158. Tlenek węgla jest reduktorem:



Wydzielający się metaliczny pallad zabarwia papierek na brązowo.

SPRAWDZENIE PAPIERKA

159. Papierki wykłada się w pomieszczeniu, w którym występuje tlenek węgla, np. w komorze statycznej, gdzie otrzymywany jest w wyniku rozkładu kwasu mrówkowego kwasem siarkowym:



Przy zawartości 0,05% CO w powietrzu zabarwienie papierka następuje natychmiast, przy 0,01% — w czasie 12—24 godz. W wykryciu tlenku węgla przeszkadzają siarkowodor i amoniak, które wywołują czernienie papierka wskaźnikowego.

Papierek wskaźnikowy ołowiony

PRZEZNACZENIE

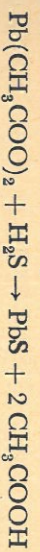
160. Wymieniony papierek wskaźnikowy służy do wykrywania obecności siarkowodoru H₂S.

WYKONANIE PAPIERKA

161. Paski bibuły filtracyjnej nasycza się 10% roztworem wodnym octanu ołowiu Pb(CH₃COO)₂ cz. i suszy na powietrzu w atmosferze wolnej od siarkowodoru. Papierek ołowiony powinien mieć białą barwę. Dopuszczalny jest lekko żółty odcień.

WYKRYWANIE SIARKOWODORU

162. W obecności siarkowodoru papierek czernieje w wyniku powstawania siarczku ołowitowego PbS:



SPRAWDZENIE PAPIERKA

163. Papierek powinien zmieniać barwę nad roztworem wodnym siarkowodoru o stężeniu 1 : 1000 i 1 : 10 000.

Papierek wskaźnikowy na brom

PRZEZNACZENIE

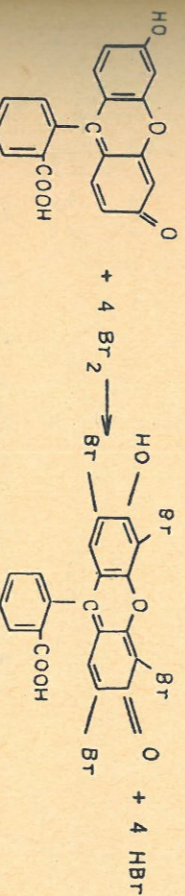
164. Wymieniony papierek wskaźnikowy służy do wykrywania bromu.

WYKONANIE PAPIERKA

165. Paski bibuły filtracyjnej nasycza się 10% roztworem alkoholowym fluoresceiny i następnie suszy się je na powietrzu. Papierki przechowuje się w szczelnych naczyniach.

WYKRYWANIE BROMU

166. W wyniku oddziaływania fluoresceiny z bromem powstaje eozyna (czterobromofluoresceina):



SPRAWDZENIE PAPIERKA

167. Przy wprowadzeniu papierka do próbówki, z której wydzielają się pary bromu, żółta barwa papierka zmienia się na różową lub pomarańczową.

Papierek wskaźnikowy na jon fluorkowy

PRZEZNACZENIE

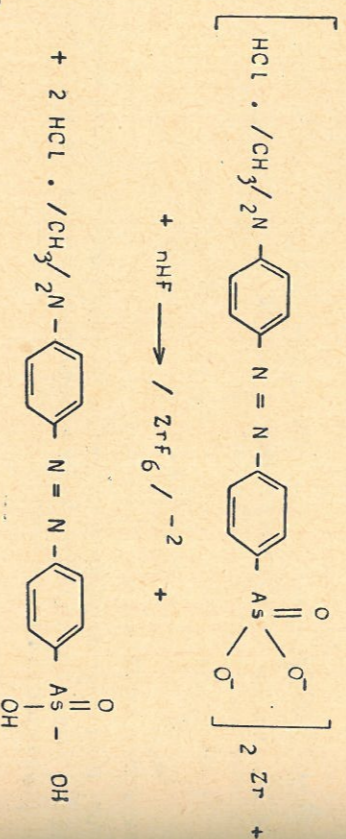
168. Wymieniony papierek wskaźnikowy służy do wykrywania związków zawierających jon fluorkowy (fluorooctany, związki fosforoorganiczne).

WYKONANIE PAPIERKA

169. Paski bibuły filtracyjnej zanurza się na 10 min do 0,025% roztworu kwasu p-dwumetyloaminoazofenyloarsenowego w mieszaninie składającej się z 9 części (objęściowych) alkoholu rektyfikowanego i jednej części stężonego kwasu solnego (o ciężarze właściwym 1,18—1,19). Po nasyceniu papierki suszy się na powietrzu bez dostępu światła słonecznego. Suche papierki zabarwione na kolor jasnoczerwony zanurza się na 10 min do 0,1% roztworu tlenochlorku cyrkonowego w 1 n kwasie solnym. Papierki przyjmują w tym czasie żółtawe zabarwienie. Po upływie 10 min papierki wyjmuje się i przepłukuje przez 5 min początkowo zimnym, a następnie przez ten sam czas podgrzany do 50°C 2 n kwasem solnym, potem alkoholem i w końcu eterem etylowym. Papierki suszy się w eksykatorze próżniowym, a w przypadku braku eksykatora na powietrzu z dala od promieni słonecznych. Suche papierki posiadają żółtoróżowe zabarwienie. Po dłuższym przechowywaniu zabarwienie papierków zmienia się na kolor różowy, jednak przez zanurzenie w 6—7% roztworze kwasu solnego papierki przyjmują swoją pierwotną barwę. Papierki przechowuje się w naczyniach z pomarańczowego szkła z korkiem naszlif.

WYKRYWANIE JONU FLUORKOWEGO

170. Papierki wskaźnikowe nasyczone solą cyrkonową kwasu p-dwumetyloaminoazofenyloarsenowego o starej barwie w obecności jonu fluorkowego przyjmują kolor różowoczerwony w wyniku wyodrębnienia się wolnego kwasu p-dwumetyloaminoazofenyloarsenowego:



SPRAWDZENIE PAPIERKA

171. Na powierzchnię papierka nanosi się 1 kroplę 5—7% roztworu kwasu solnego i z chwilą, gdy tylko kropla wsiąknie w to samo miejsce nanosi się kroplę roztworu zawierającego 0,01 mg/cm³ jonu fluorku. Po upływie 2—4 min na nawilżonej części papierka powstaje różowa plamka lub różowa obwódka. Podczas ślepej próby różowa plamka (obwódka) nie występuje.

Papierek wskaźnikowy jodoskrobiowy

PRZEZNACZENIE

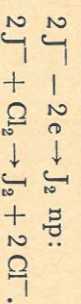
172. Papierek jodoskrobiowy służy do wykrywania utleniaczy (w szczególności wolnych chlorowców).

WYKONANIE PAPIERKA

173. 3 g skrobi rozpuszcza się w 25 cm³ zimnej wody i całość wlewa do 225 cm³ wrzącej wody. Następnie dodaje się 1 g KJ, 1 g krystalicznego Na₂CO₃, dopełnia wodą do 500 cm³ i otrzymanym roztworem nasycza się paski miękkiej bibuły filtracyjnej, które następnie suszy się w zaciemnionym miejscu. Otrzymane papierki wskaźnikowe powinny mieć białą barwę. Przechowywać je należy w szklach z ciemnego szkła lub w kopertach z czarnego papieru.

WYKRYWANIE UTENIACZY

174. Po wprowadzeniu papierka do wodnego roztworu zawierającego utleniacz następuje dysocjacja KJ, w wyniku której tworzą się aniony jodu J⁻. W środowisku kwaśnym utleniacze utleniają anion jodkowy do wolnego jodu:



Wolny jod wnika do wnętrza struktury skrobi tworząc kompleks zabarwiony na niebiesko.

SPRAWDZENIE PAPIERKA

175. Po namiesieniu na papierek jednej kropli 0,01 n roztworu NaNO₂ w kwasie solnym rozcieńczonym wodą w stosunku 1 : 10 objęściowo powinno pojawić się niebieskie zabarwienie. Po namiesieniu na papierek jednej kropli kwasu solnego (1 : 10) niebieskie zabarwienie nie powinno wystąpić.

Papierki lakmusowe niebieski i czerwony

PRZEZNACZENIE

176. Wymienione papierki służą do określenia odczynu środowiska. Niebieskofiioletowy (niebieski) lub fioletoworóżowy (czerwony) papierek zmienia swą barwę w środowisku kwaśnym (za-

czzerwienienie) i w środowisku alkalicznym (zniebieszczenie). Zmiana barwy następuje przy $\text{pH} = 6-7$.

WYKONANIE PAPIERKÓW

177. 2 g drobno rozartej azolitminy rozpuszcza się w 200 cm^3 wody, przesącza i do przesącza dodaje 50 cm^3 czystego alkoholu. Otrzymany roztwór rozdziela się na dwie części. Do pierwszej dodaje się 6—8 cm^3 0,1 n NaOH do uzyskania niebieskiej barwy, do drugiej — 6—9 cm^3 0,1 n H_2SO_4 do uzyskania różowej barwy. Obie części pozostawia się na kilka dób, przesącza i otrzymanymi roztworami nasycza paski bibuły filtracyjnej, otrzymując w ten sposób odpowiednio papierki lakmusowe niebieskie i czerwone. Papierki suszy się w zaciemnionym miejscu w atmosferze wolnej od par kwasnych lub alkalicznych.

178. W celu przygotowania niebieskiego papierka lakmusowego należy 1 część wagową lakmusu rozpuścić w 6 częściach wagowych wody intensywnie mieszając, następnie roztwór przesączyć i przesącz rozdzielić na dwie części. Do pierwszej dodaje się rozcieńzonego H_3PO_4 (w wyjątkowym przypadku H_2SO_4) do uzyskania lekko różowej barwy. Następnie obie części łączy się i otrzymanym roztworem nasycza się paski bibuły filtracyjnej. Suszyć je należy w zaciemnionym miejscu w atmosferze wolnej od par kwasnych lub alkalicznych. Papierki lakmusowe przechowuje się w szczelnie zamkniętych słoikach.

WYKRYWANIE ST

179. Kwaśną reakcję na lakmus (zabarwienie niebieskiego papierka lakmusowego na kolor czerwony) daje większość środków trujących zawierających w swoim składzie chlorowec. Neutralną reakcję dają niektóre środki trujące nie zawierające chlorowca np. kwas cyjanowodorowy.

180. Zasadową reakcję (zabarwienie czerwonego papierka lakmusowego na kolor niebieski) dają substancje o zasadowym charakterze, do których należą: trójchlorotrójetyloamina (iperyt azotowy) i alkaloidy. Wymienione reakcje nie są reakcjami specyficznymi.

SPRAWDZENIE PAPIERKÓW

181. Po namiesieniu na czerwony papierek jednej kropli 0,01 n roztworu NaOH barwa papierka powinna zmienić się od różowej (czerwonej) do bladoniebieskiej.

182. Po namiesieniu na niebieski papierek jednej kropli 0,1 n roztworu HCl barwa papierka powinna zmienić się od niebieskiej do bladoróżowej.

Papierek wskaźnikowy Kongo

PRZEZNACZENIE

183. Papierek Kongo służy do określenia odczynu środowiska. W środowisku kwaśnym papierek przyjmuje kolor niebieski, a w alkalicznym — ponownie staje się czerwony. Przejście od barwy niebieskiej do czerwonej zachodzi przy $\text{pH} = 2-3$.

WYKONANIE PAPIERKA

184. 3 g czwienieni Kongo rozpuszcza się w 400 cm^3 wody i otrzymanym roztworem nasycza się paski bibuły filtracyjnej, które następnie suszy się. Papierek powinien mieć czerwoną barwę.

WYKRYWANIE ST

185. Większość środków trujących zawierających w swoim składzie chlorowec to substancje o charakterze kwaśnym. Roztwory ich zabarwiają papierek Kongo na kolor niebieski. Roztwory substancji o charakterze zasadowym, do których należą: trójchlorotrójetyloamina (iperyt azotowy) i alkaloidy zabarwiają papierek na kolor czerwony. Reakcje te nie są specyficzne.

SPRAWDZENIE PAPIERKA

186. Po namiesieniu na papierek jednej kropli roztworu buforowego o $\text{pH} = 5,6$ barwa papierka nie powinna się zmienić. Po namiesieniu na papierek jednej kropli roztworu buforowego o $\text{pH} = 2,6$ barwa papierka powinna zmienić się z czerwonej na niebieską.

Papierek wskaźnikowy fenolofaleinowy

PRZEZNACZENIE

187. Wymieniony papierek wskaźnikowy służy do stwierdzenia alkalicznego odczynu środowiska.

WYKONANIE PAPIERKA

188. 1 g fenolofaleiny rozpuszcza się w 100 cm^3 95% alkoholu dolewając podczas mieszania 100 cm^3 wody. Otrzymanym roztworem nasycza się paski bibuły filtracyjnej, które następnie się suszy. Papierki powinny posiadać białą barwę.

WYKRYWANIE ST

189. Biały papierek fenolofaleinowy w środowisku alkalicznym staje się malinowoczerwony. Pozwala on wykrywać obecność środków trujących o charakterze zasadowym, do których należą: trójchlorotrójetyloamina i alkaloidy.

SPRAWDZENIE PAPIERKA

190. Po namiesieniu na papierek jednej kropli roztworu buforowego o $\text{pH} = 10$ barwa papierka powinna zmienić się z białej na różową.

Zmiana barwy papierków wskaźnikowych

191. Zmiana barwy papierków wskaźnikowych pod wpływem ciekłych fosforoorganicznych i trwałych środków trujących przedstawiona jest w tabeli 1.

U w a g i:

A. Techniczne ST zawierające substancje smoliste mogą zabarwiać papierki

Zmiana barwy papierków wskaźnikowych pod wpływem

Przeznaczenie papierków i ich początkowe zabarwienie	Zabarwienie papierków pod			
	typu Vx	soman	sarin	tabun
Na iperyt; KU-1 żółte	brak	pomarańczowe	pomarańczowe	pomarańczowe
Na luizyt; K-7a; jasno-fioletowe	brak	ciemnoniebieskie; po wyschnięciu na skraju niebieska obwódka, w środku bezbarwna plamka	fioletowe; po wyschnięciu słabe odbarwienie się	ciemnofioletowe
Na iperyt; azotowe; nr 570; jasno-żółte	wiśniowe	brak	brak	czerwone
Na tabun; białe	brak	brak	brak	krwawoczerwone; od technicznego ST brudna plama z fioletową ob-

86

na czarny lub ciemnoszary kolor maskujący charakterystyczne zabarwienie wywołane ST podanymi w tabeli.

B. Dwufosgen i bromocyjanek benzylenu zabarwiają papierek wskaźnikowy KU-1 na zielono.

192. Zmiana barwy pozostałych (nie wymienionych w tabeli 1) papierków wskaźnikowych przedstawiona jest w tabeli 2.

Tabela 1

ciekłych fosforoorganicznych i trwałych środków trujących

wplywem ST i ich mieszanin				
iperyt	luizyt	iperyt azotowy	mieszana iperytu i luizytu	mieszana iperytu siarkowego i iperytu azotowego
krwawoczerwone	słabe zaziełnienie	stopniowe powstawanie czerwonego zabarwienia	czerwone	czerwone
ciemnofioletowe	zielona plama w środku odbarwiona	ciemnofioletowe	zielona plama z fioletową ob-	ciemnofioletowe
brak	brak	malinowe	brak	malinowe
brak	brak	brak	brak	brak

87

Zmiana zabarwienia pozostałych papierków wskaźnikowych

Nazwa papierka wskaźnikowego	Barwa początkowa	Barwa końcowa
Na fosgen i dwufosgen		po skażeniu przyjmuje kolor niebieskozielony
Do badania odporności środków ochronnych na krople ST		po skażeniu iperytem powstaje różowa lub czerwona plama; po skażeniu somanem — pomarańczowa
Bromotęciowy na arsenowodor (fosforowodor)	biała	od żółtej do brązowej
Na cyjanowodor	niebieskozielonkawa	szaroniebieska
Na tlenek węgla		brązowa
Ołowiowy	biała (lekko żółtawy odcień)	w obecności siarkowodoru papierek czernieje
Na brom	żółta	różowa lub pomarańczowa
Na jon fluorkowy	żółtoróżowa	różowoczerwona
Jodoskrobiowy	biała	pod wpływem utleniaczy papierek zabarwia się na kolor niebieski
Lakmusowy niebieski	niebieskioletowa	w środowisku kwaśnym przyjmuje barwę bladoróżową; zmiana barwy przy pH = 6—7
Lakmusowy czerwony	fioletoworóżowa	w środowisku alkalicznym przyjmuje barwę bladoniebieską; zmiana barwy przy pH = 6—7

Nazwa papierka wskaźnikowego	Barwa początkowa	Barwa końcowa
Kongo	czerwona	w środowisku kwaśnym przyjmuje barwę niebieską, w alkalicznym — ponownie staje się czerwony; zmiana barwy przy pH = 2—3
Fenolftaleinowy	biała	w środowisku alkalicznym staje się malnowoczerwony; zmiana barwy przy pH = 8,2—10

WATA, PROSZKI WSKAŹNIKOWE I ODCZYNNIK T-135 Wata wskaźnikowa do wykrywania par trwałych ST

PRZEZNACZENIE

193. Wymieniona wata wskaźnikowa służy do wykrywania par trwałych środków trujących podczas badań środków ochronnych.

WYKONANIE WATY

194. Czystą watę operacyjną przemycza się ciepłym roztworem alkoholowo-wodnym 1 : 1 i po wyżęciu zanurza się na okres 60 min do przefiltrowanego 0,1% roztworu alkoholowo-wodnego (1 : 1) czerwieni Kongo mającego temperaturę 40°C. W 1 dm³ roztworu zanurza się 20 g waty. Następnie watę przemycza się przez zanurzenie w 1 dm³ wody destylowanej w temperaturze około 25°C w czasie 2—3 min, lekko wyczyma się i suszy w temp. 40—60°C w powietrzu pozabawionym pyłu oraz substancji kwaśnych i alkalicznych. Z kolei watę nasycza się 3% roztworem chloroaminy nr 2 w benzenie cz.d.a. lub w chloroformie cz.d.a. Gdy roztwór nie jest przezroczysty, należy go przesażyć. Watę zanurza się w roztworze chloroaminy na okres 2—3 min używając na 10 g waty 300 cm³ roztworu. Uaktywnioną w ten sposób watę wyczyma się i suszy w temp. 18—20°C w ciemnym miejscu pod kloszem lub w termostacie. Do uaktywnienia waty należy stosować chloraminę nr 2 zawierającą co najmniej 25% czynnego chloru. Wata wskaźnikowa powinna posiadać zabarwienie czerwone. Zniebieszczenie waty świadczy o jej zepsuciu. Watę przechowuje się w słoju z ciemnego szkła ze szlifowanym korkiem.

195. Pod badany materiał kładzie się białą tkaninę, a pod nią cienką warstwę waty wskaźnikowej. Nad powierzchnią materiału w odległości około 20 mm umieszcza się naczynko z ciekłym ST. Całość umieszcza się w specjalnym przyrządzie, dzięki czemu dostęp par ST do waty wskaźnikowej jest możliwy jedynie poprzez badany materiał. Zniebieszczenie waty wskaźnikowej świadczy o przeniknięciu par ST przez badany materiał.

SPRAWDZENIE WATY

196. Do szklanego naczynka o wysokości około 30 mm i średnicy około 35 mm nalewa się około 1 g iperytu destylowanego (przykryć dno naczynka). Naczynko zakrywa się wieczkiem i przetrzymuje przez 10—15 min w temperaturze w temp. 24—26°C. Następnie bierze się skrawek gazy o średnicy 40 mm, nakłada się na nią cienką warstwę naktywnionej waty wskaźnikowej, przykrywa szklanym krążkiem i nakrywa naczynko uprzednio zdjąwszy wieczko. Watę uważa się za dostatecznie czułą, jeżeli jej zniebieszczenie zachodzi w czasie 25—45 s.

Proszki wskaźnikowe IP-1 i IP-2

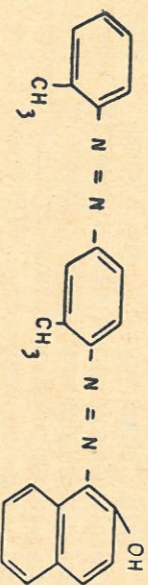
PRZEZNACZENIE

197. Proszki wskaźnikowe służą do wykrywania ciekłych trwałych środków trujących.

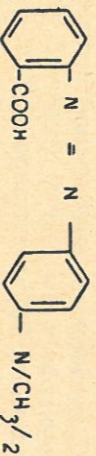
WYKONANIE PROSZKÓW

198. Drobno zmielony piasek kwarcowy lub jakikolwiek inny odpowiedni krzemian miesza się z rozpuszczalnym w tłuszczu barwnikiem, którego dodaje się w granicach od 0,1 do 10%,

Proszek IP-1 nasycony jest barwnikiem sudan IV:



Proszek IP-2 nasycony jest barwnikiem czterwienią metylową:



Proszek wskaźnikowy IP-1 ma barwę żółtosłomkową, IP-2 — bladoróżową.

199. Istota działania proszków wskaźnikowych polega na tym, że znajdujący się w proszku barwnik przy zetknięciu z kroplą TST rozpuszcza się w niej powodując zabarwienie właściwe dla danego barwnika. Pojawienie się wskutek działania ciekłego lizytu bardziej wyraźnego zabarwienia, niż od działania innych trwałych środków trujących, tłumaczy się zachodzeniem wtórnych procesów (np. możliwością tworzenia się soli barwników itp.).

Zmiane barwy proszków wskaźnikowych podczas wykrywania ciekłych TST podaje zamieszczona niżej tabela 3.

Tabela 3

Zabarwienie proszków wskaźnikowych

Nazwa proszku wskaźnikowego	Zmiana barwy proszków pod wpływem działania:					mieszany iperytu i lizytu
	tabunu	iperytu	lizytu	iperytu azotowego	fiioletowa	
IP-1	ciemnopomarańczowa	ceglastoczerwona	niebieska	czterwona	fiioletowa	
IP-2	pomarańczowa	czterwonawo-ceglasta	jaszkrawo-łilowa	pomarańczowa	łilowa	

Zmiana zabarwienia następuje po upływie pewnego czasu: przy świeżym skażeniu terenu po upływie 0,5—2 minut, przy dawniejszym skażeniu — po upływie 10—15 minut.

SPRAWDZENIE PROSZKÓW

200. Lekko wilgotnym piaskiem napętnia się szklaną lub porcelanową wianienkę i na powierzchnię piasku nanosi się przy pomocy wkraplacza krople różnych TST oraz innych substancji (np. oliwy, dwuchloroetanu itp.). Następnie skażoną powierzchnię posypuje się cienką warstwą proszku wskaźnikowego i obserwuje zmianę koloru proszku, porównując pojawiające się barwy z barwaniami zamieszczonymi w powyższej tabeli.

Proszki wskaźnikowe nie są specyficzne. Analogiczne zmiany barwy wywołują organiczne rozpuszczalniki, smary, płynne paliwo itp.

Odczynnik T-135

PRZEZNACZENIE

201. Odczynnik T-135 służy do wykrywania iperytów azotowego i siarkowego w ekstraktach alkoholowych, wodnych i eterowych.

202. 0,5 g tymolofaleiny rozpuszcza się w 75 cm³ alkoholu rektyfikowanego, dodaje się 25 cm³ 0,1 n roztworu wodorotlenku sodowego i całość dobrze miesza. Odczynnik przydatny jest do oznaczenia małych stężeń (0,01 mg/cm³ i niższych).

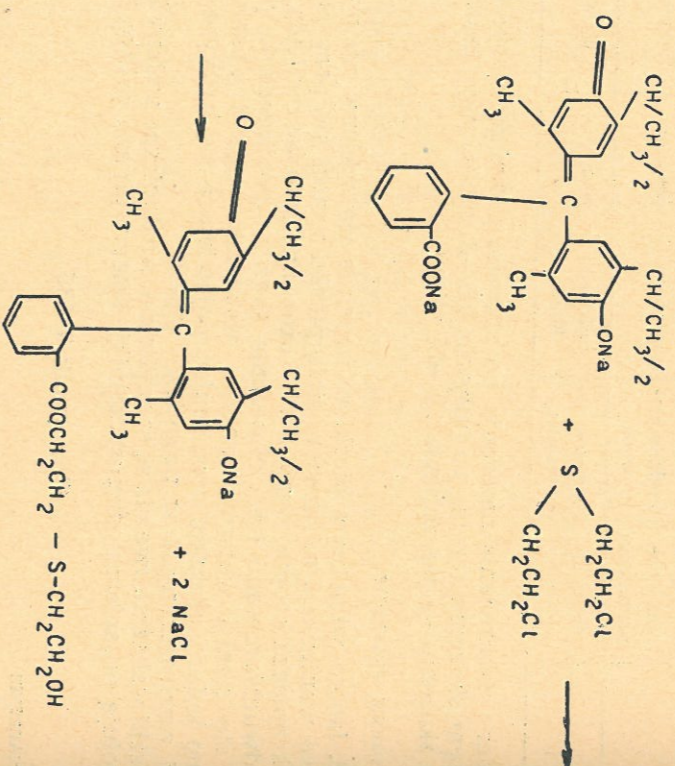
203. 2 g tymolofaleiny rozpuszcza się w 75 cm³ alkoholu rektyfikowanego, dodaje 12,5 cm³ 1 n roztworu wodorotlenku sodowego, całość uzupełnia się wodą destylowaną do 100 cm³ i dobrze miesza.

Odczynnik przydatny jest do oznaczenia większych stężeń (0,01 mg/cm³ i wyższych).

Odczynnik przechowuje się w butelce z korkiem na szlif. Dopuszczalne węglanów obniżają jego czułość w stosunku do iperytów.

WYKRYWANIE IPERYTÓW

204. Przy współdziałaniu iperytu z alkalicznymi solami tymolofaleiny zabarwionymi na intensywnie niebieski kolor powstaje ciemnopomarańczowy ester tymolofaleiny i glikolu:



Analogiczna reakcję dają iperyty azotowe i chlorocyjan.

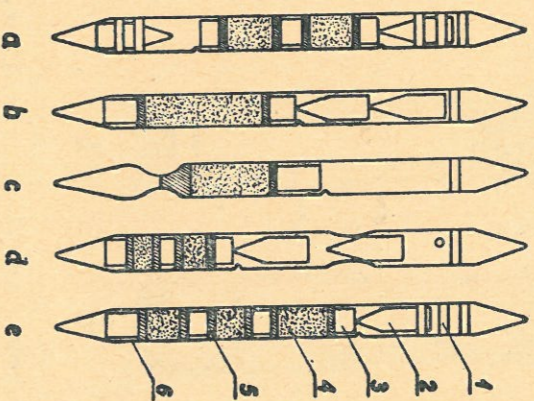
205. Do próbowki z 1 cm³ odczynnika dodaje się 1 cm³ alkoholu rektyfikowanego i mieszaninę ogrzewa na łaźni wodnej przez 20—25 min w temp. 70—75°C. Następnie mieszaninę ochładza się, dodaje 1—2 krople stężonego kwasu octowego i zawartość próbowki wstrząsa. Roztwór w próbówce powinien być bezbarwny.

RURKI WSKAŹNIKOWE

Wiadomości ogólne

206. Rurki wskaźnikowe służą do wykrywania obecności środków trujących w powietrzu. Są to rurki szklane z zatopionymi końcami, w których wnętrzu znajduje się substancja wypełniająca oraz jedna lub dwie szklane ampułki z odczynnikami. Niektóre z typów rurek wskaźnikowych nie posiadają ampulki.

Rys. 9. Rurki wskaźnikowe:
a) dwie rurki wskaźnikowe umieszczone w jednej szklanej rurce (np. RW-13-37);
b) rurka wskaźnikowa z dwoma ampulkami (RW-32); c) rurka wskaźnikowa bez ampulki (np. RW-36); d) rurka wskaźnikowa z dwoma ampulkami i trzema warstwami wypełniacza (RW-44); e) rurka wskaźnikowa z jedną ampulką i trzema warstwami wypełniacza (RW-45); 1 — znakowanie rurki; 2 — ampulka; 3 — odciekacz; 4 — wypełniacz; 5 — tampon z waty; 6 — kadłub (szklana rurka)

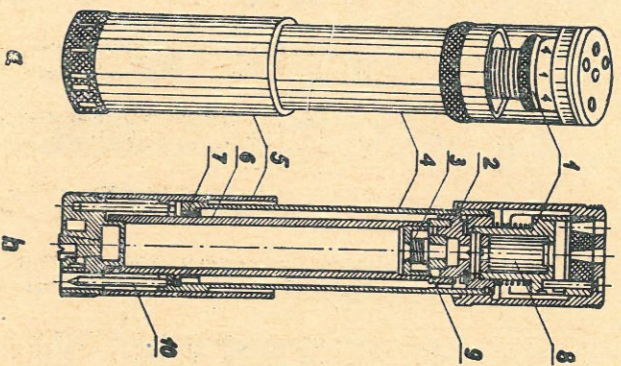


Każda rurka ma umowne znakowanie, które określa jej przeznaczenie. Znakowanie w postaci jednego lub kilku kolorowych pierścieni umieszczonych jest w górnej części rurki. Rurki wskaźnikowe o jednakowym znakowaniu umieszczone są w kasetach po 10 szt. Na przedniej stronie kasety znajduje się kolorowy wzorec przedstawiający zabarwienie wypełniacza rurki powstające w wyniku działania odpowiedniego środka trującego oraz przepis postępowania się rurką. U dołu kasety umieszczona jest data wyprodukcowania rurki oraz data ważności.

Budowę poszczególnych rurek wskaźnikowych przedstawia rysunek 9.

Szczegółowe omówienie rurek wskaźnikowych przeznaczonych do wykrywania obecności poszczególnych środków trujących w analizowanym powietrzu zamieszczone jest w dalszych częściach instrukcji.

207. Do przesyłania przez rurki wskaźnikowe badanego powietrza służy pompa kolektorowa przedstawiona na rys. 10. Przy 50—60 ruchach tłokiem pompy w ciągu minuty przez rurkę wskaźnikową przepływa około 2 dm³ powietrza. Rurki umieszcza się



Rys. 10. Pompa ręczna kolektorowa:
a) widok ogólny; b) przekrój; 1 — kolektor; 2 — tłoczek gumowy (lub skórzany); 3 — sprężyna; 4 — kadłub pompy; 5 — rączka pompy; 6 — przelotnik do ampułki; 7 — rączka tłoczyska; 8 — nakrętka prowadząca; 9 — naboń ochronny; 10 — kołce przelotnika

w kolektorze (1) pompy, którego konstrukcja pozwala na umieszczenie od jednej do pięciu rurek wskaźnikowych. Wewnątrz kolektora znajduje się naboń ochronny (8), zapobiegający zamieściwieniu pompy parami substancji żrących oraz rozpuszczalnikami z rurek wskaźnikowych. Naboń ochronny to żelazna łuska wypełniona suchym napełniaczem. W rączce pompy (5) umieszczony jest przelotnik służący do rozbijania ampułek znajdujących się w rurkach wskaźnikowych. Składa się on z ośmiu stalowych kołców (10) zamocowanych na stalowym pierścieniu nakładanym na tłoczek (6) kadłuba pompy (4). Na zewnątrz rączki pompy w pobliżu otworów, w których umieszczone są kołce znajdują się wgłębnie-

nia oznaczone kolorami odpowiadającymi oznakowaniem rurek wskaźnikowych. Wskazują one, którymi kołcami należy rozbić ampułki używanych rurek wskaźnikowych. Ponadto w głowicy rączki pompy umieszczony jest obcinak do nadpływania i oblamywania końców rurek wskaźnikowych. Składa się on z noża do nadpływania rurek i gniazda do oblamywania ich końców.

208. Ponieważ rurki wskaźnikowe przepływającemu przez nie powietrzu stawiają pewien opór, ruchy wykonywane tłokiem pompy nie mogą następować po sobie zbyt szybko. Po energicznym wykonanym ruchu tłokiem pompy w kierunku od kolektora ku rączce pompy należy przed wykonaniem ruchu tłokiem w kierunku przeciwnym odczekać pewien okres czasu (w przybliżeniu 1 s), aby wytworzone w przestrzeni między kolektorem a tłokiem podciśnienie zrównało się z ciśnieniem atmosferycznym, a więc by przez rurkę zdążyło przepłynąć powietrze o objętości równej objętości przestrzeni roboczej pompy.

Podczas przesyłania powietrza przez rurkę czas pomiędzy jednym ruchem tłoka pompy a drugim łatwo można określić doświadczalnie w następujący sposób: otwartą rurkę wskaźnikową wstawia się do kolektora nieoznakowanym kołcem i trzymając pompkę w ten sposób, by rurka była skierowana ku dołowi wykonuje się zassanie powietrza. Przepływające przez rurkę powietrze unosi ku górze znajdującą się w rurce ampułkę (lub dwie — jeżeli rurka ma dwie ampułki). Ampułka pozostaje w górnym położeniu tak długo, jak długo następuje wyrównywanie się ciśnień atmosferycznego i ciśnienia w przestrzeni roboczej pompy, a więc jak długo następuje przepływ powietrza przez rurkę. Dopiero po opadnięciu ampułki ku dołowi wykonuje się ruch tłokiem pompy w kierunku od rączki pompy do kolektora i natychmiast po nim — ponowne zassanie.

Taki sam okres czasu między zassaniem powietrza a powrotem tłoka pompy do położenia wyjściowego należy również odczekać podczas przesyłania powietrza przez rurki nie posiadające ampułki.

209. Podczas omawiania rurek wskaźnikowych w punktach dotyczących sposobu użycia poszczególnych rurek podane zostaną ilości ruchów tłokiem pompy konieczne do wykonania podczas indykacji określonych środków trujących. Ponieważ konstrukcja kolektora pompy pozwala na równoczesne umieszczenie w nim od jednej do pięciu rurek wskaźnikowych, przy użyciu więcej niż jednej rurki należy odpowiednio zwiększyć ilość wykonanych ruchów tłokiem pompy. Np. przy jednoczesnym zassaniu powietrza przez trzy rurki: na iperyt siarkowy (RW-36), azotowy (RW-13) i lutozylt (RW-37) należy wykonać 120 pełnych ruchów tłokiem. Przy jednoczesnym zassaniu powietrza przez trzy rurki: na fosgen i dwulfosgen, cyjanowodor oraz chlorowocycjan (a więc

przez trzy rurki RW-45) należy wykonać 50 pełnych ruchów tłokiem. Przy jednoczesnym zasysaniu powietrza przez dwie rurki na chloroacetalofenon (RW-30) i adamsylt (RW-15) należy wykonać 50 ruchów tłokiem. Rurki wskaźnikowe na sarin i jego analogi stosuje się pojedynczo.

Rurka wskaźnikowa RW-13 oznaczona dwoma żółtymi pierścieniami

PRZEZNACZENIE

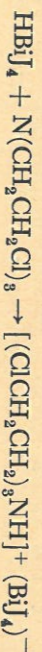
210. Rurka wskaźnikowa RW-13 służy do wykrywania obecności iperytu azotowego i jego analogów w analizowanym powietrzu. Sposób użycia

211. Otworzyć rurkę, wstawić w pompkę, wykonać 60 ruchów tłokiem pompki, zbić ampułkę i porównać zabarwienie wypełniacza rurki ze wzorcem umieszczonym na kasecie. W obecności iperytu azotowego pierwotnie białe (przy zwilżeniu roztworem z ampułki — żółte) zabarwienie wypełniacza rurki zmienia się na czerwone.

Czułość rurki wynosi 0,002 mg/dm³ przy zasysaniu 2 dm³ powietrza.

SKŁAD WSKAŹNIKA I CHEMIZM REAKCJI

212. Wypełniacz: żel krzemionkowy. W ampułce znajduje się roztwór kwasu jodobizmutynowego HBiJ₄. W wyniku oddziaływania iperytu azotowego z odczynnikami powstaje sól o czerwono-nopomarańczowym zabarwieniu:



Dla identyfikacji poszczególnych przedstawicieli klasy iperytów azotowych nie opracowano specyficznych reakcji.

SPECYFICZNOŚĆ RURKI

213. Zabarwienie wypełniacza rurki RW-13 od par innych środków trujących:

- 1) iperyt przy dużych stężeniach — czerwone. Zabarwienie wypełniacza rurki RW-13 od substancji obojętnych o stężeniu 2 mg/dm³ i wyższych;
- 1) gazy spalinowe — od żółtego do brązowego;
- 2) pirydyna — czerwone;
- 3) tlenki azotu — od żółtego do brązowego;
- 4) dym papierosowy — jasnobrązowe.

96

Badanie rurki RW-13

214. Uwaga: rurka wskaźnikowa RW-13 oraz omawiana w dalszej części instrukcji rurka RW-37 zostały połączone w jedną całość, tworząc rurkę wskaźnikową RW-13-37. W wyniku tego połączenia powstała rurka posiada dwie warstwy wypełniacza i dwie ampułki (rozdz. III, rys. 9). Badanie oporu odnosi się więc będzie do RW-13-37 jako całości, natomiast pozostałe badania dotyczące rurki RW-13 polegać będą na badaniu jednej warstwy wypełniacza i jednej ampułki, odpowiadających rurce w RW-13-37.

215. Badanie oporu przeprowadza się na urządzeniu do badania oporu rurek wskaźnikowych opisanym w rozdz. II. Opór rurek RW-13-37 przy przesyłaniu przez nie powietrza z prędkością 3 dm³/min powinien mieścić się w granicach 120—220 mm Hg.

216. Badanie działalności indykacyjnych. Badanie przeprowadza się przy użyciu urządzenia do badania rurek wskaźnikowych sposobem dynamicznym na ST dozowane z kaczki, opisanego w rozdz. II.

Warunki badań:

- a) stężenie iperytu ($\beta\beta'$ -trójchlorotrijetylaminy) — 0,01 mg/dm³;
- b) czas przesyłania skażonego powietrza — 1 min;
- c) prędkość przesyłania skażonego powietrza — 2 dm³/min;
- d) temp. otoczenia nie niższa od +15°C.

Sposób wytwarzania powietrza skażonego parami iperytu azotowego jest analogiczny do sposobu wytwarzania powietrza skażonego parami iperytu siarkowego, który opisany jest dokładnie w punkcie poświęconym cechowaniu wymienionego wyżej urządzenia. Metoda określenia takiej prędkości przepływu powietrza przez kaczkę, by uzyskane stężenie iperytu azotowego w powietrzu przepływającym przez rurkę wskaźnikową było równe żądanemu, tzn. by wynosiło 0,01 mg/dm³, jest również analogiczna do metody opisanej we wspomnianym punkcie. Mianowicie w celu uzyskania stężenia iperytu azotowego wynoszącego 0,01 mg/dm³ powietrza przepływającego przez rurkę należy z odpowiednią prędkością mierzoną rotametrem (3) (rozdz. II rys. 5) przesyłać powietrze ponad powierzchnią iperytu azotowego zawartego w kaczce (19). Prędkość tę dobiera się doświadczalnie drogą analizy odbieranej w płuczkach (14) mieszaniny środka trującego. Metodę prowadzenia analizy oraz cały przebieg cechowania aparatury uzyskać można w ten sposób, że w miejsce pojęć „iperyt stary” wstawia się pojęcie „iperyt azotowy”.

217. Oznaczenie zawartości substancji podstawowej w iperycie azotowym. Do badań własności wskaźnikowych RW-13 stosuje się iperyt azotowy oczyszczony destylacją próżniową i stabilizowany mocznikiem o zawartości substancji podstawowej ($\beta\beta'$ -trójchlo-

rotrojętyloaminy) nie niższej od 96^o/_o. W związku z tym przed przystąpieniem do badań rurki należy określić procentową zawartość substancji podstawowej w posiadanym iperycie azotowym. Analizę tę wykonuje się w sposób następujący: bardzo dokładnie zważoną naważkę iperytu azotowego mieszczącą się w granicach 0,1—0,15 g rozpuszcza się w 15 cm³ alkoholu etylowego w kolbie stożkowej o pojemności 150—200 cm³ i do roztworu dodaje się ściśle odmierzoną ilość (30—35 cm³) mianowanego 0,1 n roztworu tiosiarczanu sodowego. Następnie łączy się kolbę z powietrzną chłodnicą zwrotną i ogrzewa w ciągu 20—40 min na wrzącej łaźni wodnej. Po upływie tego czasu mieszaninę ochładza się, dodaje 50 cm³ wody destylowanej, 2—3 cm³ roztworu skrobi i nadmiar nieprzeregowanego tiosiarczanu sodowego odmiareczkuje 0,1 n roztworem jodu do wystąpienia niebieskiego zabarwienia roztworu. Zawartość procentowa ββ'β''-trójchlorotrójetyloaminy w analizowanym iperycie azotowym wyraża się wzorem:

$$X = \frac{(a \cdot k - b \cdot k_1) \cdot 0,006818 \cdot 100}{N} (\%)$$

gdzie: a — ilość cm³ 0,1 n roztworu tiosiarczanu sodowego użytego do miareczkowania;

k — poprawka miana roztworu tiosiarczanu sodowego;

b — ilość cm³ 0,1 n roztworu jodu użytego do miareczkowania;

k₁ — poprawka miana roztworu jodu;

N — naważka iperytu azotowego w gramach;

0,006818 — ilość ββ'β''-trójchlorotrójetyloaminy wyrażona w gramach równoważna 1 cm³ 0,1 n roztworu tiosiarczanu sodowego.

218. Po stwierdzeniu, że posiadany iperyt azotowy można stosować do badań własności wskaźnikowych RW-13 w urzędzeniu do badań własności indykacyjnych rurek wskaźnikowych sposobem dynamicznym na ST dozowane z kaczki wytwarza się powielzone skażone parami iperytu azotowego o żądanym stężeniu ST równym 0,01 mg/dm³. Następnie rurkę wskaźnikową RW-13-37 otwiera się z obu końców nadpływając ją na stożkach zatopienia i po wstawieniu do układu przesyła przez nią skażone powietrze z prędkością 2 dm³/min w czasie 1 min. Po upływie tego czasu rozbija się ampulkę znajdującą się w końcu rurki oznaczonymi dwoma żółtymi pierścieniami i po zwilżeniu roztworem z ampulki warstwy wypelnacza odpowiadającej rurce RW-13 obserwuje zmiany zabarwienia tej warstwy, porównując je z barwnym wzorcem umieszczonym na kasecie.

219. Przeprowadzenie ślepej próby. Po przessaniu przez rurkę wskaźnikową RW-13-37 nieskażonego powietrza z prędkością

2 dm³/min w czasie 1 min i rozbić ampulkę odpowiadającej rurce RW-13 pierwotnie białe zabarwienie wypelnacza odpowiadającego rurce RW-13 zmienia się w żółte.

Rurka wskaźnikowa RW-37 oznaczona trzema żółtymi pierścieniami

PRZEZNACZENIE

220. Rurka wskaźnikowa RW-37 służy do wykrywania obecności luizytu w analizowanym powietrzu.

sposób użycia

221. Otworzyć rurkę, wstawić w pompę, wykonać 60 ruchów tłokiem pompy, zbić ampulkę i porównać zabarwienie wypelnacza rurki ze wzorcem umieszczonym na kasecie. W obecności luizytu pierwotnie białe zabarwienie wypelnacza rurki zmienia się na czerwone. Czujność rurki wynosi 0,003 mg/dm³ przy zassaniu 2 dm³ powietrza.

SKŁAD WSKAŹNIKA I CHEMIZM REAKCJI

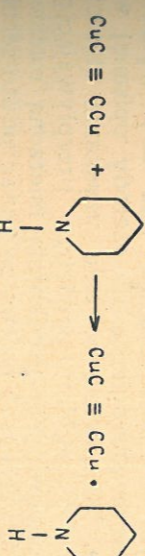
222. Wypelnacz: żel krzemionkowy aktywowany kwasem solnym i nasycony dwoma roztworami:

a) wodorotlenku potasowego w alkoholu metylowym;

b) tiosiarczanu sodowego i soli kompleksowej miedzi w wodzie destylowanej.

W ampulce znajduje się roztwór wodorotlenku potasowego w mieszaninie złożonej z wody destylowanej, piperydyny i alkoholu etylowego.

W wyniku oddziaływania luizytu z odczynnikami znajdującymi się w rurce zachodzą procesy, w wyniku których powstają acetylenek miedzi o czerwonym zabarwieniu oraz związek kompleksowy acetylenku miedzi i piperydyny również o czerwonym zabarwieniu:



SPECYFICZNOŚĆ RURKI

223. Zabarwienie wypelnacza rurki RW-37 od par innych środków trujących:

1) chloroacetofenon (przy dużych stężeniach) — żółto-brązowe.

Zabarwienie wypełniacza rurki RW-37 od substancji obojętnych o stężeniu 2 mg/dm³ i wyższych:

- 1) dymny mieszanek chlorowco-metalicznych — szare;
- 2) dymny kwasne (mgfy) — brudnożółte;
- 3) dym papierosowy — jasnobrązowe.

Badanie rurki RW-37

224. Uwaga: rurka wskaźnikowa RW-37 oraz omówiona wcześniej rurka RW-13 zostały połączone w jedną całość tworząc rurkę wskaźnikową RW-13-37. W wyniku tego połączenia powstała rurka posiadająca dwie warstwy wypełniacza i dwie ampulki (rozdz. III, rys. 9). Badanie oporu odnosić się więc będzie do RW-13-37 jako całości, natomiast pozostałe badania dotyczące rurki RW-37 polegać będą na badaniu jednej warstwy wypełniacza i jednej ampulki odpowiadających wymienionej rurce w RW-13-37.

225. Badanie oporu przeprowadza się na urządzeniu do badania oporu rurek wskaźnikowych opisanym w rozdz. II. Opór rurek RW-13-37 przy przesyśnieniu przez nie powietrza z prędkością 3 dm³/min powinien mieścić się w granicach 120—220 mm Hg.

226. Badanie własności Indykacyjnych. Badanie przeprowadza się przy użyciu urządzenia do badania rurek wskaźnikowych sposobem dynamicznym na ST dozowane z kaczki, opisanego w rozdz. II.

Warunki badań:

- a) stężenie lizyту — 0,005 mg/cm³;
- b) czas przesyśniania skażonego powietrza — 1 min;
- c) prędkość przesyśniania skażonego powietrza — 2 dm³/min;
- d) temp. otoczenia nie niższa od +15°C.

Sposób wytwarzania powietrza skażonego parami lizyту jest analogiczny do sposobu wytwarzania powietrza skażonego parami iperytu siarkowego, który opisany jest dokładniej w punkcie poświęconym cechowaniu wymienionego wyżej urządzenia. Metoda określenia takiej prędkości przepływu powietrza przez kaczkę, aby uzyskane stężenie lizyту w powietrzu przepływającym przez rurkę wskaźnikową było równe żądanemu, tzn. aby wynosiło 0,005 mg/dm³ jest również analogiczna do metody opisanej we wspomnianym punkcie. Mianowicie w celu uzyskania stężenia lizyту wynoszącego 0,005 mg/dm³ powietrza przepływającego przez rurkę należy z odpowiednią prędkością mierzoną rotameterem (3) (rozdz. II, rys. 5) przesyssać powietrze ponad powierzchnią lizyту zawartego w kaczce (19). Prędkość tę dobiera się doświadczalnie drogą analizy odbieranej w płuczkach (14) mieszaniny środka trującego.

227. Ilościowe oznaczenie lizyту w powietrzu. Alkoholowy roztwór z płuczek absorpcyjnych, przez które przesyśnane było po-

wietrze skażone parami lizyту pochodzącymi z kaczki przelewa się do kolby miarowej o pojemności 50 cm³. Płuczki przemycwa się trzykrotnie niewielkimi porcjami alkoholu etylowego rektyfikowanego o łącznej objętości 10 cm³ dołączając je do roztworu podstawowego i ogólną objętość uzupełnia się alkoholem do 50 cm³. 25 cm³ tego roztworu przenosi się do kolby stożkowej o pojemności 500 cm³, dodaje 14 cm³ lodowatego kwasu octowego, 200 cm³ wody destylowanej i 5 cm³ 10% roztworu skrobi. Otrzymany roztwór miareczkuje się 0,002 n roztworem jodu do wystąpienia zmiany barwy nie znikającej w ciągu 1 min. W tych samych warunkach przeprowadza się miareczkowanie próby ślepej (nie zawierającej lizyту). Stężenie lizyту w mg/cm³ roztworu wyjściowego (a więc o objętości 50 cm³) wyraża się wzorem:

$$C = \frac{2 \cdot k(a - b) \cdot 0,207}{V \cdot t} \quad (\text{mg/cm}^3),$$

gdzie:

- a — ilość cm³ 0,002 n roztworu jodu zużyta do miareczkowania próbki;
- b — ilość cm³ 0,002 n roztworu jodu zużyta do miareczkowania próby ślepej;
- k — poprawka miana roztworu jodu;
- V — objętość w dm³ powietrza przepływającego przez płuczki w czasie 1 minuty;
- t — czas w minutach przesyśniania powietrza przez płuczki;
- 2 — współczynnik przeliczeniowy na całkowitą objętość skażonej próbki;
- 0,207 — ilość mg lizyту odpowiadająca 1 cm³, ściśle 0,002 n roztworu jodu.

Ilość lizyту wyrażona w mg zawarta w całej objętości roztworu wyjściowego jest więc równa 50 · C mg. Ponieważ przez płuczki przepłynęło V · t dm³ skażonego powietrza, więc stężenie środka trującego w 1 dm³ powietrza przepływającego przez układ jest równe:

$$S = \frac{50 \cdot C}{V \cdot t} \quad (\text{mg/dm}^3 \text{ powietrza}).$$

228. Ustalając prędkość przepływu powietrza przez płuczki wskazywaną przez rotametr (24) V = 2 dm³/min wykonuje się powyższe czynności nie dla jednej wartości prędkości przepływu powietrza przez rotametr (3), lecz dla kilku. Na podstawie otrzymanych wyników wykonuje się wykres zależności stężenia lizyту w dm³ powietrza przepływającego przez układ od wskazań rotametu (3), czyli od prędkości przepływu powietrza w dm³/min nad powietrz-

nią luitzytu w kaczce. Wycechowana w ten sposób aparatura nadaje się do badań dynamicznych czułości rurki RW-37.

U w a g a: po każdej zmianie luitzytu w kaczce cechowanie powinno być powtórzone. Dotyczy to również wypadku, gdy badania mają być przeprowadzone w innych zakresach temperatur.

229. Oznaczenie zawartości substancji podstawowej w luitzycie.
Do badań własności rurki wskaźnikowej RW-37 stosuje się luitzyt o zawartości substancji podstawowej (α -luitzytu) nie niższej od 90%. W związku z tym przed przystąpieniem do badań rurki należy określić procentową zawartość substancji podstawowej w posiadanym luitzycie. Analizę tę przeprowadza się następująco: bardzo dokładnie zważoną naważkę luitzytu mieszczącą się w granicach 0,2—0,3 g rozpuszcza się w 5 cm³ lodowatego kwasu octowego w kolbie miarowej o pojemności 500 cm³. Następnie do kolby dodaje się 200 cm³ wody destylowanej i 2—3 cm³ 1% roztworu skrobi i miareczkuje 0,1 n roztworem jodu do trwałego niebieskiego zabarwienia.

W tych samych warunkach przeprowadza się miareczkowanie próby ślepej (nie zawierającej luitzytu). Zawartość procentowa substancji podstawowej w analizowanym luitzycie wyraża się wzorem:

$$X = \frac{k \cdot (a - b) \cdot 0,01036 \cdot 100}{N} (\%),$$

gdzie: a — ilość cm³ 0,1 n roztworu jodu zużyta do miareczkowania próbki;

b — ilość cm³ 0,1 n roztworu jodu zużyta do miareczkowania próby ślepej;

k — poprawka miana roztworu jodu;

N — naważka luitzytu w gramach;

0,01036 — ilość luitzytu wyrażona w gramach odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1 n roztworu jodu.

230. Po stwierdzeniu, że posiadany luitzyt można stosować do badań własności wskaźnikowych RW-37 w urzędzeniu do badania własności indykacyjnych rurek wskaźnikowych sposobem dynamicznym na ST dozowane z kaczki wytwarza się powietrze skazone parami luitzytu o zadanym stężeniu ST równym 0,005 mg/dm³. Następnie rurkę wskaźnikową RW-13-37 otwiera się z obu końców nadpływając ją na stożkach zatopienia i po wstawieniu do układu przesysa przez nią skazone powietrze z prędkością 2 dm³/min w czasie 1 min. Po upływie tego czasu rozbija się ampulkę znajdującą się w końcu rurki oznaczonym trzema żółtymi pierścieniami i po zwilżeniu roztworem z ampulki warstwy wypelnacza odpowiadającej rurce RW-37 obserwuje zmiany zabarwienia tej war-

stwy, porównując je z barwnym wzorcem umieszczonym na kaselce.

231. Przeprowadzenie ślepej próby. Po przessaniu przez rurkę wskaźnikową RW-13-37 nieskażonego powietrza z prędkością 2 dm³/min w czasie 1 min i rozbićci ampulki odpowiadającej rurce RW-37 pierwotnie białe zabarwienie wypelnacza odpowiadającego rurce RW-37 nie powinno się zmienić.

Rurka wskaźnikowa RW-15

oznaczona dwoma białymi pierścieniami

PRZEZNACZENIE

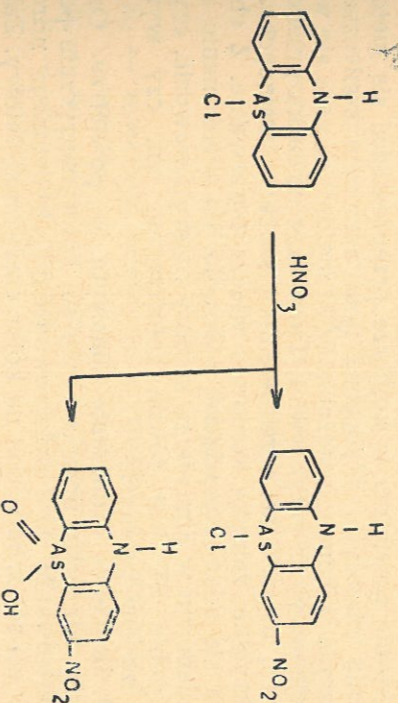
232. Rurka wskaźnikowa RW-15 służy do wykrywania obecności adamsytu w analizowanym powietrzu.

sposób użycia

233. Otworzyć rurkę, wstawić w pompkę, wykonać 30 ruchów tłokiem pompki, rozbić ampulkę i porównać zabarwienie wypelnacza ze wzorcem umieszczonym na kaselce. W obecności adamsytu pierwotnie biała barwa wypelnacza rurki zmienia się na zieloną. Czułość rurki wynosi 0,0003 mg/dm³.

SKŁAD WSKAŹNIKA I CHEMIZM REAKCJI

234. Wypelniaacz: rozdrobione szkło. W ampule znajduje się azotan rtęciowy w stężonym kwasie siarkowym. Podczas wykrywania adamsyt pod działaniem stężonego kwasu azotowego ulega nitrowaniu i utlenianiu z wydzieleniem jako głównego produktu kwasu paranirodwuhydrofenarsazynowego o zielonym zabarwieniu:



235. Zabarwienie wypełniacza rurki RW-15 od substancji obojętnych o stężeniu 2 mg/dm³ i wyższych:

- 1) dymy mieszanek chlorowco-metalicznych — od żółtego do brązowego;
- 2) dymy świec antracenowych — żółtozielone;
- 3) gazy spalinowe — żółte;
- 4) pary benzynny i nafty — od żółtego do brązowego;
- 5) dym papierosowy — żółto-brązowe.

Badanie rurki RW-15

236. Uwaga: rurka wskaźnikowa RW-15 oraz omawiana w dalszej części instrukcji rurka RW-30 zostały połączone w jedną całość, tworząc rurkę wskaźnikową RW-15-30. W wyniku tego połączenia powstała rurka posiadająca dwie warstwy wypełniacza i dwie ampułki (rozdz. III, rys. 9). Badania oporu odnosić się więc będą do RW-15-30 jako całości, natomiast pozostałe badania dotyczące RW-15 polegać będą na badaniu jednej warstwy wypełniacza i jednej ampułki odpowiadających wymienionej rurce w RW-15-30.

237. Badanie oporu przeprowadza się na urządzeniu do badania rurek wskaźnikowych opisanym w rozdz. II. Opór rurek RW-15-30 przy przesyłaniu przez nie powietrza z prędkością 3 dm³/min powinien mieścić się w granicach 120—220 mm Hg.

238. Badanie własności indykacyjnych. Badanie przeprowadza się przy użyciu komory statycznej opisannej w rozdz. II.

Warunki badań:

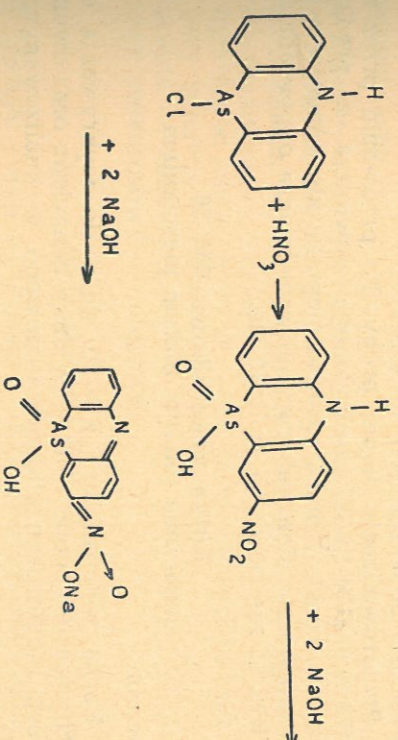
- a) stężenie adamsytu — 0,004 mg/dm³;
- b) czas przesyłania skażonego powietrza — 1 min;
- c) prędkość przesyłania skażonego powietrza — 2 dm³/min;
- d) temp. otoczenia nie niższa od +15°C.

Skażenie powietrza w komorze przeprowadza się metodą odparowania adamsytu. Wyznaczoną ilość adamsytu konieczną do wytworzenia w komorze stężenia 0,004 mg/dm³ odważa się w tygielku porcelanowym z przykrywką. Tygielkę z naważką przenosi się do komory, usiłując na odparowalniku środków trujących, zdejmując przykrywkę, zamyka komorę i włącza ogrzewanie. Z chwilą stopienia się adamsytu włącza mieszadło. Po wyrównaniu się stężenia adamsytu w atmosferze komory należy sprawdzić, czy powstałe stężenie ST jest równe założonemu, tzn. czy wynosi ono 0,004 mg/dm³ powietrza.

239. Ilościowe oznaczenie adamsytu w powietrzu. Oznaczenie stężenia adamsytu przeprowadza się kolorymetrycznie po uprzednim nitrowaniu go i przeprowadzeniu utworzonego nitropołączenia w aci-sól zabarwioną na kolor czerwono-fioletowy. Zabarwienie

roztwory są trwałe podczas przechowywania. Czułość metody — 0,002 mg w próbce; dokładność oznaczenia $\pm 10\%$. Pobieranie próby skażonego powietrza przeprowadza się w czasie 5 minut przy przepływie skażonego powietrza równym 5 dm³/min w jednej płucce absorpcyjnej z porowatym filtrem nr 2—3 wypełnionej 20 cm³ alkoholu etylowego rektyfikowanego. Następnie zawartość płuczki przenosi się ilościowo do cylindra miarowego o pojemności 50 cm³, w którym objętość roztworu uzupełnia się do 25 cm³. Równolegle z alkoholowego roztworu adamsytu o stężeniu 0,004 mg/cm³ przygotowuje się roztwór wzorcowy.

Wykonanie oznaczenia. Po 5 cm³ badanej próbki i roztworu wzorcowego przenosi się do zwykłych probówek i dodaje po 5 kropli czystego kwasu azotowego o ciężarze właściwym nie niższym od 1,4. Następnie próbki mieszcza się w statywie i ogrzewa zawartość na wrzącej łaźni wodnej do momentu całkowitego odparowania alkoholu (do sucha). Po ochłodzeniu suchą pozostałość rozpuszcza się w 5 cm³ 5% wodnego roztworu wodorotlenku sodowego. Podczas wykonywania analizy zachodzą następujące reakcje:



Orzeczane roztwory porównuje się kolorymetrycznie. Stężenie adamsytu w powietrzu komory wyraża się wzorem:

$$S = \frac{S_0 \cdot h_0}{h} \text{ (mg/dm}^3 \text{ powietrza),}$$

gdzie: S_0 — zawartość adamsytu wyrażona w mg w 1 cm³ wzorca;

h_0 — wskazanie w mm skali kolorymetru dla wzorca;

h — wskazanie w mm skali kolorymetru dla badanej próbki.

240. Jeżeli wyznaczone podaną metodą stężenie adamsyту w komorze jest równe założonemu, należy środek trujący z komory usunąć, napełnić ją ponownie i rozpocząć badania rurki wskaźnikowych. Jeśli jednak wyznaczona wartość stężenia adamsyту w komorze jest różna od założonej, ponowne napełnienie przeprowadza się po uwzględnieniu poprawek. Komorę ze skażonym powietrzem wykorzystuje się do badań w ciągu 15—20 min od momentu całkowitego odparowania środka trującego.

241. Do badań własności wskaźnikowych RW-15 stosuje się adamsyt oczyszczony przez krystalizację produktu technicznego z wrzącego toluenu lub ksyłenu. Badania własności wskaźnikowych przeprowadza się po zmontowaniu układu przedstawionego w rozdz. II, na rys. 4. Rurkę wskaźnikową RW-15-30 otwiera się z obu końców naddiłowując ją na stożkach zatopienia i po podłączeniu do jednego z króćców komory przesyła przez nią skażone powietrze z prędkością 2 dm³/min w czasie 1 minuty. Po upływie tego czasu rozbija się ampułkę znajdującą się w końcu rurki oznaczonymi dwoma białymi pierścieniami i po zwilżeniu roztworem z ampułki warstwy wypełniacza odpowiadającej rurce RW-15 obserwuje zmiany zabarwienia tej warstwy porównując je z barwnym wzorcem umieszczonym na kasecie.

242. Przeprowadzenie ślepej próby. Po przessaniu przez rurkę wskaźnikową RW-15-30 nieskażonego powietrza z prędkością 2 dm³/min w czasie 1 min i rozbiću ampułki odpowiadającej rurce RW-15 pierwotnie białe zabarwienie wypełniacza odpowiadającego rurce RW-15 nie powinno zmienić się.

**Rurka wskaźnikowa RW-30
oznaczona jednym białym pierścieniem**

PRZEZNACZENIE

243. Rurka wskaźnikowa RW-30 służy do wykrywania obecności chloroacetofenonu i bromocyjanu benzylenu oraz dwunitylwieltrzu.

sposób użycia

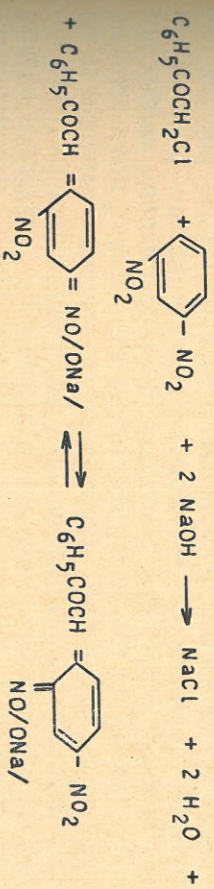
244. Otworzyć rurkę, wstawić w pompkę, wykonać 30 ruchów łokciem, zbić ampułkę i porównać barwę wypełniacza ze wzorcem umieszczonym na kasecie. W obecności chloroacetofenonu pierwotnie białe zabarwienie wypełniacza rurki przyjmuje kolor od różowego do malinowego, w obecności bromocyjanu benzylenu — od różowego do ciemnofioletowego lub liliiowego.

Czułość rurki przy zassaniu 2 dm³ powietrza wynosi:

- w przypadku chloroacetofenonu 0,0002 mg/dm³,
- w przypadku bromocyjanu benzylenu 0,001 mg/dm³.

SKŁAD WSKAŹNIKA I CHEMIZM REAKCJI

245. Wypełniacz: żel krzemionkowy zmieszany z rozrartym na proszek meta-dwunitrobenzenem. W ampułce znajduje się rozwór wodorołtenku sodowego (lub potasowego) w mieszaninie złożonej z wody destylowanej i alkoholu etylowego. Przypuszcza się, że podczas wykrywania chloroacetofenonu zachodzi następująca reakcja, w wyniku której powstaje aci-sól o wiśniowym zabarwieniu:



Podobną reakcję daje bromocyjanek benzylenu C₆H₅CHBrCN.

SPECYFICZNOŚĆ RURKI

246. Zabarwienie wypełniacza rurki RW-30 od substancji obojętnych o stężeniu 2 mg/dm³ i wyższych:

- 1) dym mieszanek chlorowco-metalicznych — od jasnożółtego do brązowego;
- 2) dym świec antracenowych — od jasnożółtego do brązowego;
- 3) pary benzynny i nafty — żółtoróżowe;
- 4) aceton — malinowe;
- 5) dym papierosowy — brązowe.

Badanie rurki RW-30

247. Uwaga: rurka wskaźnikowa RW-30 oraz omówiona wcześniej rurka RW-15 zostały połączone w jedną całość tworząc rurkę wskaźnikową RW-15-30. W wyniku tego połączenia powstała rurka posiadająca dwie warstwy wypełniacza i dwie ampułki (rozdz. III, rys. 9). Badania oporu odnosić się więc będą do RW-15-30 jako całości, natomiast pozostałe badania dotyczące RW-30 polegać będą na badaniu jednej warstwy wypełniacza i jednej ampułki, odpowiadających wymienionej rurce w RW-15-30.

248. Badanie oporu przeprowadza się na urządzeniu do badania oporu rurek wskaźnikowych opisanym w rozdz. II. Opór rurek RW-15-30 przy przesyłaniu przez nie powietrza z prędkością 3 dm³/min powinien mieścić się w granicach 120—220 mm Hg.

249. Badanie własności Indykacyjnych. Badanie przeprowadza się przy użyciu komory statycznej opisanej w rozdz. II.

Warunki badań:

- stężenie chloroacetofenonu — 0,002 mg/dm³;
- czas przesymania skażonego powietrza — 1 min;
- prędkość przesymania skażonego powietrza — 2 dm³/min;
- temp. otoczenia nie niższa od +15°C.

Skażenie powietrza w komorze przeprowadza się poprzez rozpylenie alkoholowego roztworu chloroacetofenonu przy użyciu specjalnego rozpylacza. Nawazkę chloroacetofenonu mieszczącą się w przedziale 10—12 mg rozpuszcza się w takiej ilości alkoholu etylowego, aby 1 cm³ przygotowanego roztworu zawierał 2 mg chloroacetofenonu. Obliczoną ilość przygotowanego roztworu konieczną do uzyskaniażądanego stężenia ST w powietrzu komory umieszcza się w rozpylaczu i za pomocą silnego strumienia powietrza rozpyla roztwór. Następnie rozpylacz spłukuje się 1—1,5 cm³ alkoholu etylowego rozpylając go również do komory. Mieszadło komory powinno pracować bez przerwy zarówno w czasie rozpylania roztworu, jak i w czasie badania RW.

250. Oznaczenie zawartości substancji podstawowej w chloroacetofenonie. Do badań własności indykacyjnych RW-30 stosuje się chloroacetofenon oczyszczony przez krystalizację z gorącego alkoholu etylowego. Zawartość substancji podstawowej w stosowanym chloroacetofenonie nie powinna być niższa od 95%. W związku z tym przed przystąpieniem do skażenia komory zachodzi konieczność określenia procentowej zawartości substancji podstawowej w posiadanym chloroacetofenonie. Upřednio jednak należy określić procentowe zawartości kwasu solnego oraz chloru w analizowanym chloroacetofenonie.

A. Oznaczenie procentowej zawartości kwasu solnego przeprowadza się w następujący sposób. Bardzo dokładnie zważoną nawazkę chloroacetofenonu mieszczącą się w granicach 10—15 g rozpuszcza się w 50 cm³ chloroformu w rozdzielaczu o pojemności 200—250 cm³, dodaje 100 cm³ wody destylowanej i całość dobrze miesza. Po rozdzieleniu się cieczy warstwę wodną zlewa się do kolby stożkowej o pojemności 300 cm³, a do rozdzielacza ponownie dolewa 100 cm³ wody destylowanej, znów dobrze miesza i po rozdzieleniu się cieczy warstwę wodną zlewa do tej samej kolby. Do wyciągu wodnego dodaje się 2—3 krople fenoloftaleiny i miareczkuje 0,1 n roztworem wodorotlenku sodowego do wystąpienia

108

różowego zabarwienia. Zawartość kwasu solnego wyrażoną w % oblicza się według wzoru:

$$A = \frac{a \cdot k \cdot 0,003646 \cdot 100}{N} (\%),$$

gdzie: a — ilość cm³ 0,1 n roztworu wodorotlenku sodowego zużyta do miareczkowania;
k — poprawka miiana 0,1 n roztworu wodorotlenku sodowego;
N — nawazka chloroacetofenonu w gramach;
0,003646 — ilość kwasu solnego w gramach odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1 n roztworu wodorotlenku sodowego.

U w a g a: przy mniejszej wartości nawazki miareczkowanie przeprowadza się 0,01 n roztworem wodorotlenku sodowego.

B. Oznaczenie procentowej zawartości chloru przeprowadza się w sposób następujący. 3 g chloroacetofenonu rozpuszcza się w kolbie stożkowej o pojemności 250 cm³ w 5—6 cm³ alkoholu etylowego i dolewa 40 cm³ wodnoalkoholowego roztworu nadtlenu sodowego (1,2—1,5 g nadtlenu rozpuszcza się chłodząc w 40 cm³ mieszaniny złożonej z równych objętości 96% alkoholu etylowego i wody destylowanej). Kolbę ogrzewa się (na siatce azbestowej) w ciągu 3—4 min, dodaje 30—40 cm³ wody destylowanej i gotuje 6—10 min. Następnie mieszaninę ochładza się, zakwasza 2 n roztworem kwasu azotowego (do kwaśnej reakcji), dodaje 35—40 cm³ 0,1 n roztworu azotanu srebra i dobrze miesza. Po wymieszaniu dodaje się 2—3 cm³ nasyconego roztworu amonu żelazowo-amonowego i miareczkuje 0,1 n roztworem rodanku amonu do wystąpienia słabo ceglastego zabarwienia. Zawartość chloru wyrażoną w % oblicza się według wzoru:

$$B = \frac{(a \cdot k - b \cdot k_1) \cdot 0,003546 \cdot 100}{N} (\%),$$

gdzie: a — ilość cm³ 0,1 n roztworu azotanu srebra;
k — poprawka miiana 0,1 n roztworu azotanu srebra;
b — ilość cm³ 0,1 n roztworu rodanku amonowego zużyta do miareczkowania;
k₁ — poprawka miiana 0,1 n roztworu rodanku amonowego;
N — nawazka chloroacetofenonu w gramach;
0,003546 — ilość chloru w gramach odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1 n roztworu azotanu srebra.

109

Procentowa zawartość substancji podstawowej w analizowanym chloroaceto-fenonie wyraża się wzorem:

$$X = (B - A \cdot 0,9671) \cdot 4,3554 \quad (\%),$$

gdzie: B — oznaczona zawartość chloru wyrażoną w ‰;
A — oznaczona zawartość kwasu solnego wyrażoną w ‰;
0,9671 — współczynnik przeliczenia kwasu solnego na chlor;
4,3554 — współczynnik przeliczenia chloru na chloroaceto-fenon.

251. Ilościowe oznaczenie chloroaceto-fenonu w powietrzu. Po stwierdzeniu, że posiadany chloroaceto-fenon można stosować do badań własności wskaźnikowych RW-30 przeprowadza się skazanie powietrza w komorze i po upływie 2—3 min sprawdza, czy powstałe stężenie ST jest równe założonemu, tzn. czy wynosi 0,002 mg/dm³ powietrza zawartego w komorze. Ilościowe oznaczenie chloroaceto-fenonu w powietrzu komory przeprowadza się kolorymetrycznie w oparciu o reakcję z meta-dwunitrobenzenem w środowisku alkalicznym. Zabarwione roztwory są trwałe w czasie 1—2 godzin, w związku z czym porównanie kolorymetryczne przeprowadza się natychmiast po zadaniu ługiem. Dokładność oznaczenia jest równa $\pm 10\%$, a granica czułości — 0,002 mg ST w próbce. Pobieranie próby skazonego powietrza przeprowadza się w czasie 5 min przy przepływie skazonego powietrza równym 5 dm³/min w jednej płucze adsorpcyjnej z porowatym filtrem nr 2—3 zawierającej 30 cm³ 0,5% alkoholowego roztworu meta-dwunitrobenzenu. Następnie zawartość płuczki przenosi się ilościowo do cylindra miarowego o pojemności 50 cm³ z doszlifowanym korkiem, w którym objętość roztworu uzupełnia się 0,5% alkoholowym roztworem metadwunitrobenzenu do 25 cm³.

Wykonanie oznaczenia: po 10 cm³ badanej próbki przenosi się do probówek o pojemności 25—30 cm³ z doszlifowanym korkiem zawierającym po 2 cm³ 0,5 n wodnego roztworu wodorotlenku sodowego i dobrze się miesza. Po zakończeniu mieszania intensywność powstałych zabarwień porównuje się przy użyciu kolorymetru z roztworami wzorcowymi.

Roztwory wzorcowe przygotowuje się następująco: 1 cm³ alkoholowego roztworu chloroaceto-fenonu o stężeniu 0,05 mg/cm³ przenosi się do cylindra miarowego o pojemności 50 cm³ zawierającego 24 cm³ 0,5% alkoholowego roztworu meta-dwunitrobenzenu i ostrożnie miesza. Jako wzorca używa się 10 cm³ wykonanego roztworu, z którym postępuje się w sposób analogiczny, jak z próbą badaną.

Stężenie chloroaceto-fenonu w powietrzu komory wyraża się wzorem:

$$S = \frac{S_0 \cdot h_0}{h} \quad (\text{mg/dm}^3 \text{ powietrza}),$$

gdzie: S₀ — zawartość chloroaceto-fenonu wyrażona w mg w 1 cm³ wzorca;
h₀ — wskazanie w mm skali kolorymetru dla wzorca;
h — wskazanie w mm skali kolorymetru dla badanej próbki.

252. Jeżeli wyznaczone podaną metodą stężenie chloroaceto-fenonu w komorze jest równe założonemu należy środek trujący z komory usunąć, napełnić ją ponownie i rozpocząć badanie rurką wskaźnikowych. Natomiast, jeśli wyznaczona wartość stężenia chloroaceto-fenonu jest różna od założonej, ponowne napełnienie przeprowadza się po uwzględnieniu poprawek. Komorę ze skazonym powietrzem wykorzystuje się do badań w ciągu 30 min licząc od momentu rozpylenia roztworu z ST.

253. Badania własności wskaźnikowych rurek RW-30 przeprowadza się po zmontowaniu układu przedstawionego w rozdz. II na rys. 4. Rurkę wskaźnikową RW-15-30 otwiera się z obu końców nadsztywając ją na stożkach zatopienia i po podłączeniu do jednego z króćców komory przesyła przez nią skazone powietrze z prędkością 2 dm³/min w czasie 1 minuty. Po upływie tego czasu rozbija się ampulkę znajdującą się w końcu rurki oznaczonym jednym białym pierścieniem i po zwłóczeniu roztworem z ampulki warstwy wypelniacza odpowiadającej rurce RW-30 obserwuje zmiany zabarwienia tej warstwy, porównując je z barwnym wzorcem umieszczonym na kasetce.

254. Przeprowadzenie ślepej próby. Po przessaniu przez rurkę wskaźnikową RW-15-30 nieskazzonego powietrza z prędkością 2 dm³/min w czasie 1 minuty i rozbić ampulkę odpowiadającej rurce RW-30 pierwotnie białe zabarwienie wypelniacza odpowiadające rurce RW-30 nie powinno zmienić się.

Rurka wskaźnikowa RW-24 oznaczona dwoma czarnymi pierścieniami

PRZEZNACZENIE

255. Rurka wskaźnikowa RW-24 służy do wykrywania obecności arsenowodoru w analizowanym powietrzu.

SPOSÓB UŻYCIA

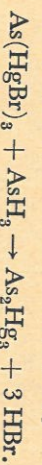
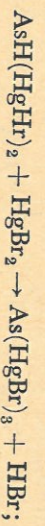
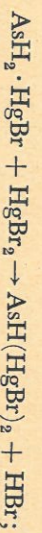
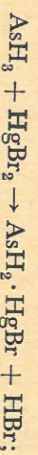
256. Otworzyć rurkę, wstawić w pompę, wykonać 15 ruchów tłokiem i porównać zabarwienie wypelniacza ze wzorcem umiesz-

czonym na kaselce. W obecności arsenowodoru pierwotnie białe zabarwienie wypełniacza rurki zmienia się na kolor od żółtego do brązowego.

Czułość rurki wynosi 0,005 mg/dm³ przy zassaniu 2 dm³ powietrza.

SKŁAD WSKAZNIKA I CHEMIZM REAKCJI

257. Wypełniacz: żel krzemionkowy nasycony roztworem bromku rtęciowego. Rurka wskaźnikowa nie posiada ampulki. Zabawienie wypełniacza rurki powstaje w wyniku oddziaływania arsenowodoru z solami dwuwartościowej rtęci prowadzącego do powstania połączeń zabarwionych na żółto lub brązowo:



SPECYFICZNOŚĆ RURKI

258. Wymieniona reakcja jest niespecyficzna. Podobną reakcję dają i rzędowe chlorowcoarsyny i połączenia zawierające As⁺⁺⁺. Zabarwienie wypełniacza rurki wskaźnikowej:

a) od par innych środków trujących:

1) fosforowodor — od żółtego do brązowego.

b) od substancji obojętnych o stężeniu 2 mg/dm³ i wyższych:

1) dymy mieszanek chlorowo-metalicznych — szare (warstwa górna);

2) gazy spalinowe — pomarańczowobrazowe;

3) siarkowodor — od żółtego do brązowego;

4) dym papierosowy — jasnożółte.

Badanie rurki RW-24

259. Badanie oporu przeprowadza się na urządzeniu do badania oporu rurek wskaźnikowych opisanym w rozdz. II. Opór rurek RW-24 przy przesyłaniu przez nie powietrza z prędkością 3 dm³/min powinien mieścić się w granicach 120—220 mm Hg.

260. Badanie własności indykacyjnych. Badanie przeprowadza się przy użyciu komory statycznej opisanej w rozdz. II.

Warunki badań:

a) stężenie arsenowodoru — 0,005 mg/dm³;

b) czas przesyłania skażonego powietrza — 1 min;

c) prędkość przesyłania skażonego powietrza — 2 dm³/min;

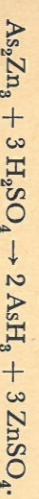
d) temp. otoczenia nie niższa od +15°C.

Skazenie powietrza w komorze przeprowadzić można dwoma sposobami:

A. Za pomocą arsenowodoru otrzymanego przez działanie na sól sodową kwasu arsenowego cynkiem metalicznym w środowisku kwasu siarkowego. W tym celu niezbędną ilość cm³ roztworu arsenianu sodowego zawierającego około 0,5% As₂O₃ (określoną na podstawie znajomości objętości komory, potrzebnego stężenia AsH₃ w powietrzu i zawartości As₂O₃ w roztworze) umieszcza się w zlewce o pojemności 100 cm³ i dodaje 15% kwas mrówkowy w takiej ilości, aby na każdy cm³ roztworu arsenianu sodowego przypadało 3 cm³ kwasu. Do otrzymanego roztworu dodaje się następnie parę kryształków siarczynu miedziowego. Zlewkę z zawartością ustawia się w komorze na grzejniku elektrycznym, dodaje cynk metaliczny (bez arsenu) w ilości 1 grama na każdy cm³ roztworu arsenianu sodowego, prędko zamyka się komorę i włącza mieszadło. Po upływie 20 min włącza się grzejnik na 3—5 min i po zakończeniu reakcji (40—45 min) przystępuje się do badania rurek.

U w a g a. Dopuszcza się stosowanie zamiast arsenianu sodowego trójtlenek arsenu po uprzednim przeprowadzeniu go w sól sodową.

B. Za pomocą arsenowodoru otrzymanego przez działanie na arsenek cynku kwasem siarkowym w stosunku 1 : 1:



Ponieważ stężenie ma wynosić 0,005 mg/dm³ powietrza, więc w komorze powinno znajdować się:

$$2025 \cdot 0,005 = 10,125 \text{ mg AsH}_3 \text{ 100\%};$$

ciężar cząsteczkowy As₂Zn₃ jest równy 345,96, ciężar cząsteczki-
wy AsH₃ jest równy 77,91.

Z reakcji wynika, że z 345,96 mg As₂Zn₃ powstaje 2 · 77,91 mg

AsH₃.

Ilość 100% As₂Zn₃, z której powstanie 10,125 mg AsH₃, jest na-

stępująca:

$$\frac{345,96 \cdot 10,125}{2 \cdot 77,91} = 22,48 \text{ mg.}$$

Mając do dyspozycji arsenek cynku inny niż 100% należy wyznaczyć jego zawartość procentową. Wykonuje się to w sposób następujący: około 5 g arsenku cynku (ale odważoną bardzo dokładnie) rozpuszcza się w gorącym roztworze zawierającym 300 cm³ wody i 25 cm³ stężonego kwasu solnego. Oziębiony roz-

twór rozcięta się do 500 cm³ i pobiera 100 cm³ do analizy. Kwas zobojętnia się częściowo wodorotlenkiem amonu i dodaje 50 cm³ nasyconego roztworu szczawianu amonowego (aby zapobiec strącaniu się cynku jako ZnCO₃) oraz dodaje się nadmiar kwasnego węglanu sodu i miareczkuje 0,02 n roztworem jodu. Procentową zawartość arsenku cynku wylicza się ze wzoru:

$$X = \frac{a \cdot k \cdot 0,68 \cdot 100}{N} (\%),$$

gdzie: a — ilość cm³ 0,02 n roztworu jodu zużyta do miarecz-

kowania;

k — poprawka miana roztworu jodu;

N — naważka arsenku cynku w gramach.

Mając do dyspozycji np. 60% arsenek cynku należy wziąć go w ilości nie 22,48 mg, lecz

$$\frac{22,48 \cdot 100}{60} = 37,46 \text{ mg.}$$

aby stężenie arsenowodoru w komorze wynosiło 0,005 mg/dm³ powietrza.

Ponieważ do badań stosuje się 20% nadmiar ST, naważka As₂Zn₃ wynosi 44,95 mg.

261. Ilościowe oznaczenie arsenowodoru w powietrzu. Po wytworzeniu w komorze arsenowodoru należy sprawdzić, czy powstałe stężenie ST jest równe założonemu, tzn. czy wynosi ono 0,005 mg AsH₃ na dm³ powietrza. Metoda polega na pochłanianiu arsenowodoru przez wodny roztwór chlorku rtęciowego, utlenianiu jodem powstających przy tym połączeń rtęciowoarsenowych do kwasu arsenowego i odmiareczkowaniu nadmiaru jodu tiosiarczanem sodu w obecności skrobi. Pobieranie prób skażonego powietrza wykonuje się za pomocą jednej szklanej płuczki pochłaniającej z filtrem porowatym, zawierającej 20 cm³ 3% roztworu chlorku rtęciowego. Prędkość przesyłania powietrza — 5 dm³/min; czas pobierania próby — 20 min. Po pobraniu próby do płuczki pochłaniającej dodaje się dokładnie 15 cm³ 1/50 n (0,02 n) roztworu jodu i około 1 g jodku potasowego. Zawartość płuczki wstrząsa się do całkowitego rozpuszczenia osadu, po czym przenosi ilościowo do kolby stożkowej o pojemności 200 cm³ z doszlifowanym korkiem. Kolbę zamyka się korkiem i odstawia na 15—20 min, po czym odmiareczkuje nadmiar jodu 1/50 n (0,02 n)

114

roztworem tiosiarczanu w obecności skrobi. Stężenie (S) arsenowodoru w powietrzu oblicza się wg następującego wzoru:

$$S = \frac{(a \cdot k - b \cdot k_1) \cdot 0,195}{V} \text{ (mg/dm}^3 \text{ powietrza),}$$

gdzie: a — ilość cm³ 1/50 n (0,02 n) roztworu jodu danego

do próbki;

k — poprawka miana roztworu jodu;

b — ilość cm³ 1/50 n (0,02 n) roztworu tiosiarczanu zużytego do odmiareczkowania;

k₁ — poprawka miana roztworu tiosiarczanu;

V — ilość dm³ powietrza pobranego do analizy;

0,195 — ilość miligramów arsenowodoru odpowiadająca 1 cm³ ściśle 1/50 n (0,02 n) roztworu jodu.

262. Jeśli wyznaczone w ten sposób stężenie arsenowodoru w komorze jest równe założonemu należy środek trujący z komory usunąć, napełnić ją ponownie i rozpocząć badanie rurek wskaźnikowych. Natomiast, jeśli wyznaczona wartość stężenia arsenowodoru w komorze jest różna od założonej, ponowne napełnienie przeprowadza się po uwzględnieniu poprawek.

263. Badanie własności wskaźnikowych rurek RW-24 przeprowadza się po zmontowaniu układu przedstawionego w rozdz. II, rys. 4. Rurkę wskaźnikową otwiera się z obu końców nadpływując ją na stożkach zatopienia i po podłączeniu do jednego z króćców komory przesyła przez nią skażone powietrze. Powstające przy tym zabarwienie wypelnacza rurki porównuje się z barwnym wzorcem umieszczonym na kasetce.

264. Przeprowadzenie ślepej próby. Po przessaniu przez rurkę wskaźnikową nieskażonego powietrza z prędkością 2 dm³/min w czasie 1 min biała barwa wypelnacza nie powinna się zmienić.

Rurka wskaźnikowa RW-28
oznaczona trzema czarnymi pierścieniami

PRZEZNACZENIE

265. Rurka wskaźnikowa RW-28 służy do wykrywania obecności tlenku węgla. Wykrywanie tlenku węgla przeprowadza się tylko w pomieszczeniach zamkniętych.

sposob uzycia

266. Otworzyć rurkę, nieoznaczony koniec wstawić w pompkę, do oznaczonego końca rurki podłączyć rurkę gumową rurkę ochronną wypelnioną węglem aktywowanym, wykonać 30 ruchów

115

łokiem i porównać zabarwienie wypełniacza ze wzorcem umieszczonym na kasetcie. W obecności tlenku węgla pierwotnie białe zabarwienie wypełniacza rurki zmienia się na kolor zielononiebieski.

Minimalne stężenie tlenku węgla wykrywalne za pomocą rurki (czułość rurki) wynosi 0,008 mg/dm³.

SKŁAD WSKAZNIKA I CHEMIZM REAKCJI

267. Wypełniacz: żel krzemionkowy nasycony pięcioletniem jodu i oleum (kwas siarkowy nasycony tlenkiem siarki). Rurka wskaźnikowa nie posiada ampułki. Zabarwienie wypełniacza rurki powstaje w wyniku wydzielenia się na powierzchni żelu krzemionkowego wolnego jodu według reakcji:



Oleum w tej reakcji odgrywa rolę katalizatora, ponieważ przedstawiona reakcja odbywa się zwykle tylko w podwyższonej temperaturze. Prawdopodobnie oleum wskutek współdziałania z wilgocią powietrza powoduje zwiększenie się temperatury w rurce.

SPECYFICZNOŚĆ RURKI

268. Wymieniona reakcja jest niespecyficzna. Zabarwienie wypełniacza rurki od substancji obojętnych o stężeniu 2 mg/dm³ i wyższych jest następujące:

- 1) gazy spalinowe — żółtozielone;
- 2) dym papierosowy — brudnozielone;
- 3) benzyna — część górna przyjmuje zabarwienie żółte, a część dolna — brudnozielononiebieskie.

Badanie rurki RW-28

269. Badanie oporu przeprowadza się na urządzeniu do badania oporu rurek wskaźnikowych opisanym w rozdz. II. Opór rurek RW-28 przy przesyłaniu przez nie powietrza z prędkością 2 dm³/min powinien mieścić się w granicach 150—240 mm Hg.

270. Badanie własności indykacyjnych. Badanie przeprowadza się przy użyciu komory statycznej opisanej w rozdz. II.

Warunki badań:

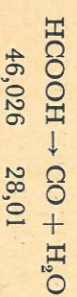
- a) stężenie tlenku węgla — 0,02 mg/dm³;
- b) czas przesyłania skażonego powietrza — 1 min;
- c) prędkość przesyłania skażonego powietrza — 2 dm³/min;
- d) temp. otoczenia nie niższa od +15°C.

Skażenie powietrza w komorze przeprowadza się tlenkiem węgla otrzymanym przez rozkład kwasu mrówkowego kwasem siarkowym o ciężarze właściwym 1,83. Do parowniczek porcelanowej wlewa się obliczoną ilość kwasu mrówkowego, dodaje 10 cm³ kwasu siarkowego (1,83), szybko zamyka wąż komory i ogrzewa. Po rozłożeniu kwasu mrówkowego wyłącza się grzejnik i uruchamia mieszkadło w celu wyrównania stężenia w komorze. W czasie badania RW mieszkadło pracuje bez przerwy. Skażoną komorę wykorzystuje się do badań w ciągu 20—25 min.

271. Obliczenie ilości kwasu mrówkowego potrzebnej do uzyskania dokumentacyjnego stężenia CO; zakłada się 100% wydajność reakcji rozkładu HCOOH. Ponieważ stężenie ma wynosić 0,02 mg CO/dm³ powietrza, więc w komorze powinno wytworzyć się

$$2025 \cdot 0,02 \text{ mg} = 40,5 \text{ mg CO}$$

Przez odwodnienie HCOOH kwasem siarkowym otrzymuje się CO z reakcji:



$$46,026 \quad 28,01$$

28,01 mg CO otrzymuje się z 46,026 mg HCOOH, więc 40,5 mg CO otrzyma się z

$$\frac{40,5 \cdot 46,026}{28,01} = 65,86 \text{ mg HCOOH } 100\%$$

Ponieważ stosuje się 20% naddatek, naważka na komorę wynosi 79,03 mg HCOOH.

272. Badania własności wskaźnikowych rurek RW-28 przeprowadza się po zmontowaniu układu przedstawionego w rozdziale II na rys. 4.

Rurkę wskaźnikową otwiera się z obu końców nadpiłowując ją na stożkach zatopienia i po podłączeniu do jednego z króćców komory przesyła przez nią skażone powietrze z komory. Powstałące przy tym zabarwienie wypełniacza rurki porównuje się z barwnym wzorcem umieszczonym na kasetcie.

273. Przeprowadzenie ślepej próby. Po przesyłaniu przez rurkę wskaźnikową nieskażonego powietrza z prędkością 2 dm³/min w czasie 1 min biała barwa wypełniacza nie powinna się zmienić.

Rurka wskaźnikowa RW-32
oznaczona jednym czerwonym pierścieniem

PRZEZNACZENIE

274. Rurka wskaźnikowa RW-32 służy do wykrywania fosforoorganicznych środków trujących (sarin, tabun).

SPOSÓB UŻYCIA

275. Otworzyć rurkę, wstawić do pompki, wykonać 60 ruchów hakiem pompki, zbić ampułki i porównać zabarwienie wypełnacza z wzorcem umieszczonym na kasetcie. W obecności sarinu lub tabunu pierwotnie biała barwa wypełniacza rurki zmienia się od jasnożółtej do żółtej.

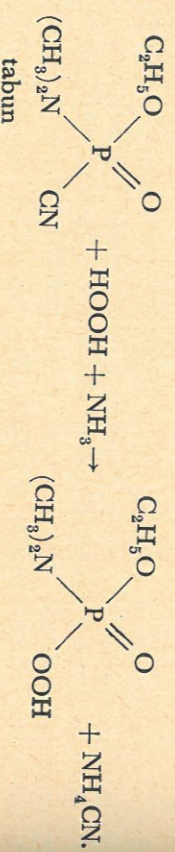
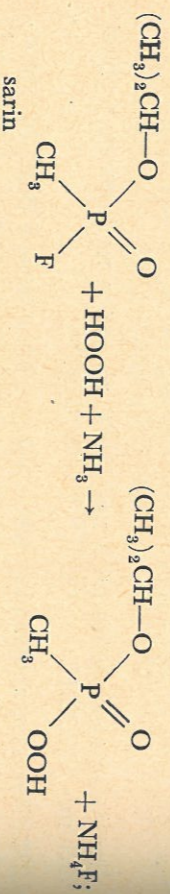
Czułość rurki wynosi 0,001 mg/dm³ przy zassaniu 2 dm³ powietrza.

SKŁAD WSKAZNIKA I CHEMIZM REAKCJI

276. Wypełniacz: żel krzemionkowy SiO₂ nasycony gazowym amoniakiem. W ampułkach znajdują się:

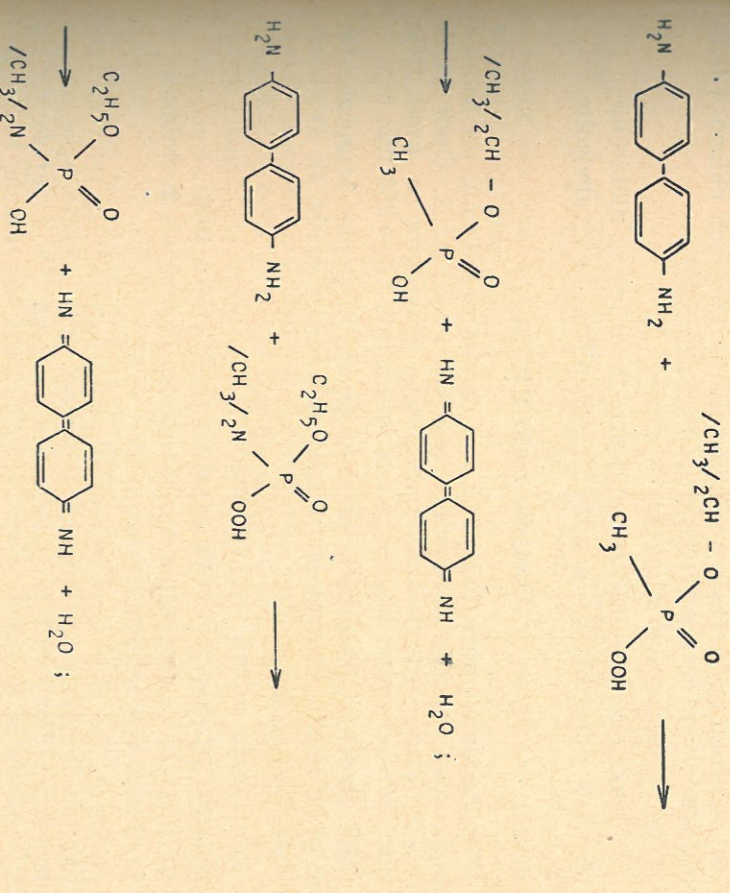
- roztwór nadtlenku wodoru;
- roztwór benzydylowy.

Przy wzajemnym oddziaływaniu nadtlenku wodoru z sarinem lub tabunem w obecności amoniaku powstają odpowiednie związki pochodne kwasu nadfosforowego:



Pochodne kwasu nadfosforowego utleniają benzydylowe do dwufenylochinonodwuaminy. W wyniku kondensacji dwu cząsteczek

tego związku powstaje dwuaminoazodwufenyl — substancja zabarwiona na pomarańczowy kolor:



SPECYFICZNOŚĆ RURKI

277. Zabarwienie wypełniacza rurki RW-32 od par innych środków trujących:

- fosgen, dwufosgen, chlorowecocyan, bromocyanek benzylenu od barwy jasnożółtej do żółtej;
- chlor — niebieskie przechodzące w brązowe;
- fosgenooksym — żółtobrązowe przechodzące w niebiesko-brązowe.

Zabarwienie wypełniacza rurki RW-32 od substancji obojętnych o stężeniu 2 mg/dm³ i wyższych:

1) dym mieszanek chlorowco-metalicznych — od barwy jasno-brązowej do czarnobrązowej;

- 2) dym świec antracenowych — jasnożółte niekiedy z odcieniem zielonkawym;
- 3) bezwodnik siarkowy rozpuszczony w kwasach chloro- i fluorosulfonowych oraz czterochlorek tytanu — żółte;
- 4) gazy spalinowe silników — szare;
- 5) tlenki azotu — żółtozielone przechodzące w niebieskie;
- 6) dym papierosowy o dużych stężeniach — brudnożółte.

Badanie rurki RW-32

278. Badanie oporu przeprowadza się na urządzeniu do badania oporu rurek wskaźnikowych opisanym w rozdz. II. Opór rurek RW-32 przy przesyśnaniu przez nie powietrza z prędkością 3 dm³/min powinien mieścić się w granicach 120—250 mm Hg.

279. Badanie własności indykacyjnych. Badanie przeprowadza się przy użyciu komory statycznej opisanej w rozdz. II.

Warunki badań:

- a) stężenie sarinu — 0,001 mg/dm³;
- b) czas przesyśnania skażonego powietrza — 1 min;
- c) prędkość przesyśnania skażonego powietrza — 2 dm³/min;
- d) temp. otoczenia nie niższa od +15°C.

Skażenie powietrza w komorze przeprowadza się poprzez rozpylenie alkoholowego roztworu sarinu przy użyciu specjalnego rozpylacza. Ponieważ do uzyskania stężenia 0,001 mg sarinu na dm³ powietrza komory potrzeba 2025 : 0,001 mg sarinu 100%, należy 2,025 mg sarinu 100% rozpuścić w takiej ilości alkoholu etylowego, aby objętość roztworu nie przekroczyła 3 cm³.

Mając do dyspozycji sarin inny niż 100% należy określić zawartość substancji podstawowej w posiadanych sarinie.

280. Oznaczenie zawartości substancji podstawowej w sarinie. Naważkę substancji mieszczącą się w granicach 0,06—0,1 g (ale odważoną bardzo dokładnie) umieszcza się w kolbie stożkowej o pojemności 100 cm³, w której znajduje się 25 cm³ 20% wodnego roztworu soli potasowej kwasu benzohydroksamowego. Zawartość kolby dobrze miesza się i pozostawia w temp. pokojowej na 30 min. Po upływie wymienionego czasu do roztworu dolewa się 5 cm³ rozcieńczonego kwasu solnego (1 : 1) i pozostawia jeszcze na 15 min w tej samej temperaturze. Następnie wytrącony osad oddaje się przez uprzednio zważony filtr szklany nr 3 przemywając go niewielkimi porcjami 1% wodnego roztworu kwasu solnego (ogółem 30 cm³), a następnie wodą destylowaną (ogółem 50 cm³ po 8—10 cm³ za każdym razem). Po przemyciu filtr z osadem su-

szy się w temp. 90—100°C do stałego ciężaru. Procentowa zawartość sarinu wyraża się wzorem:

$$X = \frac{a \cdot 0,5468}{N} \cdot 100 (\%),$$

gdzie:

a — znaleziona ilość osadu w gramach;

N — naważka substancji w gramach.

Mając do dyspozycji np. 94% sarin należy wziąć go w ilości 2,025 mg, lecz

$$\frac{2,025 \cdot 100}{94} = 2,15 \text{ mg}$$

aby stężenie sarinu w komorze wyniosło 0,001 mg/dm³ powietrza. Ponieważ do badań stosuje się 20% nadmiar ST, naważka 94% sarinu powinna wynosić 2,58 mg. Należy zatem sporządzić roztwór 1 mg sarinu 94% w 1 cm³ alkoholu etylowego i 2,58 cm³ tego roztworu rozpylić w komorze.

Mieszadło komory powinno pracować bez przerwy zarówno w czasie rozpylania roztworu, jak i w czasie badania RW. Po upływie 3 min od momentu rozpylenia roztworu przystępuje się do badania własności indykacyjnych rurek wskaźnikowych.

Skażoną komorę wykorzystuje się w ciągu 20 min. Uprzednio jednak należy sprawdzić, czy powstałe stężenie ST jest równe założonemu, tzn. czy wynosi ono 0,001 mg sarinu na dm³ powietrza.

281. Ilościowe oznaczenie sarinu w powietrzu. Oznaczenie to wykonać można jedną z dwóch podanych niżej metod.

A. Kolorymetryczna metoda karbanilidowa. Metoda ta opiera się na tworzeniu karbanilidu przy działaniu sarinu na sol potasową kwasu benzohydroksamowego, który przy krótkotrwałym ogrzewaniu z nadmiarem tej soli rozkłada się wydzielając anilinę. Ilość wydzielonej aniliny oznacza się kolorymetrycznie na podstawie reakcji aniliny z paradwumetyloaminoben-zaldehydem prowadzącej do tworzenia barwnika typu azomelinowego, którego roztwory są trwałe w czasie. Dokładność oznaczenia jest równa ±10%, a granica czułości — 0,002—0,5 mg w próbce. Pobranie próbki skażonego powietrza prowadzi się w jednej płucze absorpcyjnej z filtrem porowatym nr 2 lub 3 napełnionej 20 cm³ mieszaniny alkoholowo-wodnej w stosunku 2 : 3. Prędkość przesyśnania powietrza — 5 dm³/min; czas pobierania próbki — 5 min. Przed wykonaniem analizy zawartość płuczki przenosi się ilościowo do cylindra miarowego o poj. 50 cm³ z doszlifowanym korkiem, w którym objętość cieczy uzupełnia się mieszaniną al-

kololowo-wodną (2:3) do 25 cm³. Roztwory wzorcowe sarinu o stężeniu 0,001 mg/cm³ (w przeliczeniu na 100% produkt) przygotowuje się na mieszaninie alkoholowo-wodnej (2:3) i oznaczenie przeprowadza równocześnie z badaną próbką.

Wykonanie oznaczenia: Po 5 cm³ badanej próbki i roztworu wzorcowego przenosi się do probówek lub cylindrow o pojemności 25—35 cm³ z doszlifowanymi korkami, które zawierają po 1 cm³ 1% wodnego roztworu soli potasowej kwasu benzohydroksamowego. Zawartość probówek miesza się lekko wstrząsając, ustawia je w statywie i umieszcza w łaźni wodnej uprzednio ogrzanej do temp. 75—80°C. W łaźni próbówki trzyma się przez 8 min pilnując, aby temperatura w różnych jej miejscach była jednakowa. Po zakończeniu wygrzewania statyw z probówkami wyjmuje się i umieszcza w łaźni z zimną wodą. Po ochłodzeniu roztworów do temp. pokojowej dolewa się do probówek po 4 cm³ świeżo przygotowanego 0,2% alkoholowego roztworu chlorowodoru paradwumetyloaminobenzaldehydu, który przygotowuje się przez rozpuszczenie 0,6 cm³ stężonego kwasu solnego (ciężar właściwy 1,17—1,19) w 100 cm³ 0,2% alkoholowego roztworu paradwumetyloaminobenzaldehydu. Po upływie 5 min od chwili badania chlorowodoru przeprowadza się porównanie metodą kolorymetryczną.

Uwagi:

- przy analizie należy koniecznie posługiwać się probówkami posiadającymi w przybliżeniu jednakową średnicę (± 1 mm) i grubość ścianek;
- niezbędnym warunkiem jest równoczesne podgrzewanie w tej samej łaźni roztworów wzorcowego i badanego Temp. łaźni winna być w granicach 72—77°C;
- w celu wyrównania temperatury w łaźni należy od czasu do czasu mieszać wodę podnosząc i opuszczając statyw z probówkami;
- dozowanie roztworu chlorowodoru paradwumetyloaminobenzaldehydu należy prowadzić z mikroturlety lub mikropipety z dokładnością do 0,03 cm³;
- ze względu na trwałość zabarwienia porównanie kolorymetryczne można również przeprowadzić w dniu następnym.

Stężenie sarinu w powietrzu zawartym w komorze wyraża się wzorem:

$$S = \frac{S_0 \cdot h_0}{h} \text{ (mg/dm}^3 \text{ powietrza),}$$

gdzie:

- S_0 — zawartość sarinu wyrażona w mg w 1 cm³ wzorca;
 h_0 — wskazanie w mm skali kolorymetru dla wzorca;
 h — wskazanie w mm skali kolorymetru dla badanej próbki.

Do wykonywanej analizy należy używać odczynników oczyszczonych.

Oczyszczanie przeprowadza się w następujący sposób:

a) oczyszczanie soli potasowej kwasu benzohydroksamowego: 13—14 g soli potasowej rozpuszcza się w 100 cm³ wody destylowanej uprzednio podgrzanej do temperatury 20°C. Otrzymany roztwór sączy się podczas wygrzewania na łaźni wodnej (80°C). Do przesącza dodaje się 100 cm³ alkoholu etylowego i następnie roztwór pozostawia do powolnej krystalizacji soli potasowej. Utworzone kryształy soli odsącza się pod próżnią, przemywa alkoholem etylowym i suszy na powietrzu. Wydajność wynosi 7—8 gramów. Przydatność soli powinna być bezbarwna lub barwno lekko zabarwiona na kolor żółty;

b) oczyszczanie paradwumetyloaminobenzaldehydu: w 40 cm³ alkoholu etylowego rektyfikowanego rozpuszcza się wygrzewając na łaźni wodnej 6 g odczynnika uprzednio już przekrystalizowanego z alkoholu. Otrzymany roztwór nieochładzając wlewa się niewielkimi porcjami do litra wody destylowanej ogrzanej do temp. 70—75°C. Po dodaniu każdej porcji całość miesza się, następnie dodaje się nieduże ilości węgla aktywnego i po ochłodzeniu roztworu w czasie 5—10 min odsącza się wytrącone kryształy. Wydajność wynosi 3,5 grama. Przydatność odczynnika do metody karbanilidowej ustala się w następujący sposób: do 5 cm³ mieszaniny alkoholowo-wodnej (2:3) dodaje się 4 cm³ stosowanej w analizie mieszaniny odczynnika z kwasem solnym. Obserwowany z góry roztwór powinien posiadać słabe zabarwienie żółte.

B. Metoda biochemiczna (oznaczanie mikroilości fosforoorganicznych ST). W metodzie tej stosuje się następujące odczynniki:

- sucha surowica krwi konskiej;
- jodek butyrylocholiny;
- boraks chemicznie czysty dwa razy krystalizowany;
- czterwień fenolowa;
- alkohol metylowy chemicznie czysty przedestylowany;
- błękit bromotymolowy rozpuszczalny w wodzie;
- woda destylowana neutralizowana.

Przed wykonaniem oznaczenia należy przygotować:

- wyściłowy roztwór buforu: 8,8 g boraksu i 6,8 g kwasu borowego rozpuszcza się w 1000 cm³ wody destylowanej (pH = 8,2—8,6);
- buforowy roztwór czterwień fenolowej: 10 mg indykatora rozciiera się z 25 cm³ wyściłowego roztworu buforowego w moździerzu agatowym lub porcelanowym, po czym objętość mieszaniny rozcieńcza się wodą destylowaną do 500 cm³;
- roztwór jodku butyrylocholiny: roztwór ten o stężeniu 10 mg/cm³ przygotowuje się przez rozpuszczenie suchego odczynnika w obliczonej ilości wody destylowanej. Roztwór nadaje się do użycia w ciągu 2—3 dni;

d) roztwór błękitu bromotymolowego: przygotowuje się roztwór 0,1% przez rozpuszczenie 0,1 g indykatora w 100 cm³ wody destylowanej;

e) roztwór estery cholinowej: roztwór ten przygotowuje się przez rozpuszczenie naważki surowicy w odpowiedniej ilości roztworu buforowego czterewni fenolowej. Stężenie estery cholinowej powinno być takie, aby czas próby kontrolnej mieszcł się w przedziale 5—10 min (przeważnie 0,2 g na 50 cm³ buforu). Roztwór nadaje się do użycia w ciągu doby;

f) woda destylowana neutralizowana: bierze się jednokrotnie destylowaną wodę i wobec błękitu bromotymolowego (3 krople na 50 cm³ wody) neutralizuje 1% roztworem kwasnego węglanu sodu do pH = 6,8—7,0 (kolor jasnoniebieski).

Pobieranie próbki skażonego powietrza prowadzi się w trzech płuchkach absorpcyjnych ze spięciem nr 3 napełnionych 12 cm³ alkoholu metylowego każda. Prędkość przesyłania powietrza — 1 dm³/min; czas pobierania próbki — 25 min. Zawartość płuczek przenosi się ilościowo do kolby miarowej o pojemności 50 cm³ i uzupełnia alkoholem metylowym do 50 cm³.

Roztwory wzorcowe sarinu o stężeniach 0,0003; 0,0004; 0,0005 mg/cm³ (w przeliczeniu na sarin 100%) przygotowuje się na alkoholu metylowym i oznaczenie przeprowadza równocześnie z badaną próbą.

Wykonanie oznaczenia. Do analizy bierze się 1 cm³ alkoholowego (CH₃OH) roztworu sarinu i przenosi do kalibrowanej próbki z doszliwowanym korkiem. Objętość cieczy doprowadza się do 5 cm³ neutralizowaną wodą destylowaną. 1 cm³ otrzymanego roztworu przenosi się do kalibrowanej próbki z doszliwowanym korkiem i dodaje 1 cm³ roztworu estery cholinowej w buforze z indykatorem. Odstęp czasu między momentami dodania roztworu estery cholinowej do pierwszej i ostatniej próbki nie powinien przekraczać 0,5—0,6 min. Praktycznie warunek ten jest spełniony, gdy próbek jest nie więcej niż 4—5 szt. Bezpośrednio po dodaniu estery cholinowej roztwory zawarte w każdej z próbek miesza się i umieszcza w termostacie w temp. 36—37°C na okres 10 min. Początek i koniec procesu inkubacji mierzy się stoperem.

Równocześnie z próbami badanymi przygotowuje się próbę kontrolną. Zamiast roztworu ST do próby kontrolnej dodaje się 1 cm³ 20% alkoholu metylowego wykorzystywanego w danym doswiadczeniu. Próby kontrolna i badane powinny znajdować się w jednakowych warunkach temperaturowych. Po okresie inkubacji do każdej próbki dodaje się po 0,5 cm³ roztworu jodku butyrylocholiny. Odstęp czasu między dodaniem jodku butyrylocholiny do pierwszej i ostatniej próbki nie powinien przekraczać 0,5—0,6 min. Podczas tego czasu próbek nie wyjmuje się z termo-

statu. Moment dodania jodku butyrylocholiny do każdej z próbek (t₀) dokładnie notuje się wg wskazań stopera. Po dodaniu jodku butyrylocholiny próbki zakrywa się korkami i energicznie wstrząsa. Cały proces od dodania jodku aż do wytrąśnięcia nie powinien trwać dłużej niż 1 min. Koniec reakcji (t₁) oznacza się porównując wizualnie barwy próbek kontrolnej i badanych ze wzorcem. Na stoperze dokładnie oznacza się czas, kiedy intensywność i ton zabarwienia próbek kontrolnej i badanych zrówna się ze wzorcem. Czas reakcji dla kontrolnej (t_k) i badanych prób (t_p) znajduje się z różnicy czasów t₁ i t₀.

Wzorec przygotowuje się w następujący sposób: do 1 cm³ roztworu estery cholinowej w buforze z indykatorem znajdującemu się w próbce z doszliwowanym korkiem dodaje się 1,5 cm³ wody destylowanej neutralizowanej. Do otrzymanej mieszaniny dodaje się kroplami 0,01 n roztwór kwasu octowego do osiągnięcia bladorożowego zabarwienia (6—7 kropli). Wzorec przygotowuje się w dniu przeprowadzania doświadczenia.

Zabarwienie wzorca powinno być identyczne z zabarwieniem roztworu standardowego o następującym składzie:
— 0,85 cm³ 0,5 n roztworu COCl₂ · 6H₂O w 1% roztworze HCl;
— 0,65 cm³ 0,5 n roztworu FeCl₃ · 6H₂O w 1% roztworze HCl;
— 1,5 cm³ wody destylowanej.

Na podstawie czasów reakcji roztworu wzorcowego sarinu wylicza się % unieczyszczenia enzymu ze wzoru:

$$U = \frac{T}{T_k} \cdot 100 \quad (\%),$$

gdzie: T — czas wyrównania barwy próby z sarinem;

T_k — czas wyrównania barwy próby kontrolnej.

Następnie wykreśla się krzywą zależności między stężeniem sarinu w roztworze, a procentem unieczyszczenia enzymu. Po wyliczeniu procentu unieczyszczenia enzymu dla próby badanego powietrza znajduje się z wykresu stężenie sarinu w komorze.

282. Jeżeli wyznaczone jedną z podanych dwóch metod stężenie sarinu w komorze jest równe założonemu należy środek trujący z komory usunąć, napełnić ją ponownie i rozpocząć badanie rurek wskaźnikowych. Jeśli wyznaczona wartość stężenia sarinu w komorze jest różna od założonej, ponowne napełnienie przeprowadza się po uwzględnieniu poprawek.

283. Badanie własności rurek wskaźnikowych RW-32 przeprowadza się po zmontowaniu układu przedstawionego w rozdz. II na rys. 4. Rurkę wskaźnikową otwiera się z obu końców nappiłując ją na stożkach zatopienia i po podłączeniu do jednego z króćców komory przesyła przez nią skażone powietrze. Po zakończeniu przesyłania rozbija się przebijakiem do ampulek (ze stali nie-

rdzewnej) umieszczone w rurce ampułki. Po upływie 1 min porównuje się zabarwienie wypełniacza rurki z barwnym wzorcem umieszczonym na kasetcie.

284. Przeprowadzenie ślepej próby. Po przessaniu przez rurkę wskaźnikową nieskażonego powietrza z prędkością 2 dm³/min w czasie 1 minuty i po rozbitiu ampułek biała barwa wypełniacza nie powinna zmienić się w czasie krótszym od 5 min.

**Rurka wskaźnikowa RW-36
oznaczona jednym żółtym pierścieniem**

PRZEZNACZENIE

285. Rurka wskaźnikowa RW-36 służy do wykrywania par iperytu.

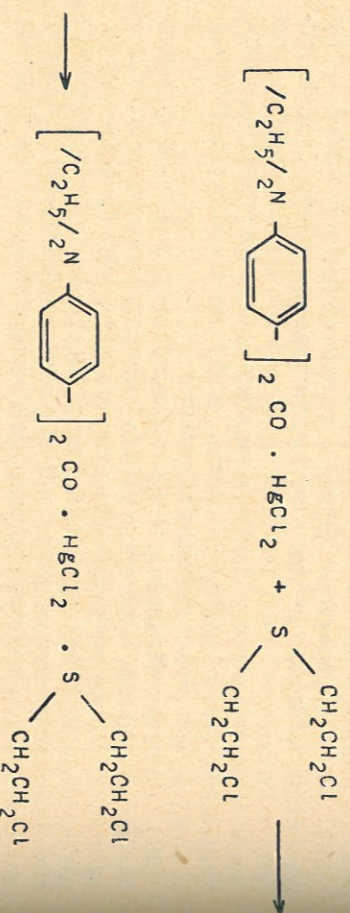
sposób użycia

286. Otworzyć rurkę, wstawić w pompkę, wykonać 60 ruchów tłokiem pompki i porównać zabarwienie wypełniacza ze wzorcem umieszczonym na kasetcie. W obecności iperytu pierwotnie cytrynowożółte zabarwienie wypełniacza rurki zmienia się na czerwono-trynowożółte zmienia się w żółte.

Czułość rurki przy zassaniu 2 dm³ powietrza o temp. 15°C i wyższej wynosi 0,002 mg/dm³. Przy temperaturach niższych od 15°C czułość zmniejsza się i dlatego wymagane jest ogrzewanie rurki do temp. 70°C.

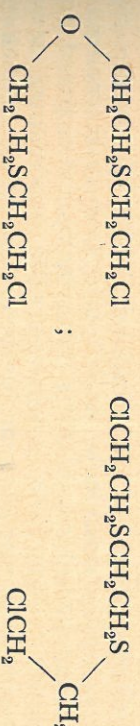
SKŁAD WSKAŹNIKA I CHEMIZM REAKCJI

287. Wypełniacz: żel krzemionkowy nasycony roztworem kompleksowym czteroetylodwuaminobenzofenonu i chlorku rtęciowego. Rurka wskaźnikowa nie posiada ampułki. W wyniku wzajemnego oddziaływania iperytu z odczynnikiem powstaje połączenie kompleksowe o czerwonym zabarwieniu:



126

Rurkę wskaźnikową RW-36 można również wykrywać iperyt lenowy i sesqui o następujących wzorach:



SPECYFICZNOŚĆ RURKI

288. Zabarwienie wypełniacza rurki RW-36 od par innych środków trujących:

- 1) iperyt azotowy i jego analogi — jasnoróżowe;
 - 2) fosgen i dwufosgen — zielone;
 - 3) arsenowodór — od żółtego do brązowego;
 - 4) bromocyjanek benzylenu — od jasnobrązowego do ciemno-brązowego.
- Zabarwienie wypełniacza rurki RW-36 od substancji obojętnych o stężeniu 2 mg/dm³ i wyższych:
- 1) dymy mieszanek chlorowco-metalicznych — od żółtobrązowego do ciemnozielonego;
 - 2) pary benzylny i nafty — żółtobrązowe;
 - 3) tlenki azotu — żółtobrązowe;
 - 4) siarkowodór — od jasnobrązowego do ciemnobrązowego;
 - 5) amoniak — jasnozielone;
 - 6) dym papierosowy — od żółtobrązowego do szarżółtego.

Badanie rurki RW-36

289. Badanie oporu przeprowadza się na urządzeniu do badania oporu rurek wskaźnikowych opisanym w rozdz. II. Opór rurek RW-36 przy przesyłaniu przez nie powietrza z prędkością 2 dm³/min powinien mieścić się w granicach 120—220 mm Hg.

290. Badanie własności indukcyjnych. Badanie przeprowadza się przy użyciu urządzenia do badania rurek wskaźnikowych sposobem dynamicznym na ST dozowane z kaczki opisanego w rozdz. II.

Warunki badań:

- a) stężenie iperytu — 0,01 mg/dm³;
- b) czas przesyłania skażonego powietrza — 1 min;
- c) prędkość przesyłania skażonego powietrza — 2 dm³/min;
- d) temp. otoczenia nie niższa od +15°C.

Sposób wytwarzania powietrza skażonego parami iperytu opisany jest dokładniej w punkcie poświęconym cechowaniu wymiennego wyżej urządzenia. W punkcie tym opisana jest również metoda określenia takiej prędkości przływu powietrza przez

127

kaczkę, aby uzyskane stężenie iperytu w powietrzu przepływającym przez rurkę wskaźnikową było równe żądanemu, tzn. aby wynosiło 0,01 mg/dm³.

Do badania własności wskaźnikowych RW-36 stosuje się iperyt oczyszczony destylacją próżniową. Zawartość monosiarczku nie powinna być niższa od 97%. W związku z tym przed przystąpieniem do badań rurki należy określić procentową zawartość monosiarczku w posiadanych iperycie. Upřednio jednak należy oznaczyć kwasowość iperytu.

291. Oznaczenie zawartości monosiarczku w iperycie. Oznaczenie kwasowości przeprowadza się w następujący sposób. Do suchej zważonej kolby stożkowej o pojemności 250 cm³ odważa się około 3 g analizowanego iperytu z dokładnością do 0,005 g i dolewa 50 cm³ nasyconego obojętnego roztworu chlorku sodowego. Zawartość kolby energicznie wstrząsa się przez 1 min i niezwłocznie miareczkuje 0,1 n roztworem wodorotlenku sodowego w obecności fenoloftaleiny do wystąpienia wyraźnie różowego zabarwienia nie znikającego w ciągu 1 min. Zawartość kwasu w iperycie wyraża się w % chlorowodoru wg następującego wzoru:

$$A = \frac{a \cdot k \cdot 0,003646}{N} \cdot 100 (\%),$$

gdzie: a — ilość cm³ 0,1 n roztworu wodorotlenku sodowego; k — poprawka miana 0,1 n roztworu wodorotlenku sodowego;

N — naważka iperytu w gramach;

0,003646 — ilość chlorowodoru w gramach odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1 n NaOH.

Oznaczenie zawartości monosiarczku przeprowadza się następująco. Do okrągłodennej kolby o pojemności 50—100 cm³ przenosi się bardzo dokładnie zważoną naważkę stopionego i rozdrobionego octanu potasowego, mieszczącą się w granicach 0,2—0,5 g. Kolbę szybko przyłącza się do 4 — kulkowej chłodnicy zwrotnej zaopatrzonej w górnej części w rurki z chlorkiem wapnia i wstawia do glicerynowej lub olejowej łaźni uprzednio ogrzanej do temp. 140—145°C. Po wygrzaniu mieszaniny w ciągu 20 min w powyższej temperaturze kolbę z chłodnicą zwrotną wyjmuje się z łaźni i ochładza do temperatury pokojowej. Następnie zawartość kolby rozcieńcza się niedużą ilością wody destylowanej, przenosi ilościowo do kolby miarowej o pojemności 100 cm³ i sphukuje kolbę wodą destylowaną porcjami po 3—5 cm³ łącząc wody z przemycia z roztworem podstawowym. Otrzymany roztwór zakwasza się 10 cm³ kwasu azotowego (ciężar właściwy 1,2), dodaje 30 cm³ 0,1 n roztworu azotanu srebra i przykrywa kolbę korkiem, po

czym wytrząsa roztwór tak długo, aż zbije się w kłaczkę, a znajdujący się nad nimi roztwór stanie się przezroczysty. Następnie kolbę dopełnia się wodą destylowaną do kreski, zawartość miesza i sączy przez suchą bibułę filtracyjną. Po odrzuceniu pierwszych 10—15 cm³ zbiera się następne 50 cm³ przesączu, dodaje 2—3 cm³ wodnego roztworu atomu żelazowo-amonowego i odmiareczkownie nadmiar azotanu srebra 0,1 n roztworem rodanku amonowego. Miareczkowanie prowadzi się aż do pojawienia czerwono-brunatnego zabarwienia. Zawartość procentową monosiarczku w analizowanym iperycie wyraża się wzorem:

$$X = \frac{(a \cdot k - b \cdot k_1) \cdot 0,007952 \cdot 100}{N} - \frac{A \cdot 159,04}{2 \cdot 36,46} + 0,7 (\%),$$

gdzie: a — ilość cm³ 0,1 n roztworu azotanu srebra;

k — poprawka miana roztworu azotanu srebra;

b — ilość cm³ 0,1 n roztworu rodanku amonowego;

k₁ — poprawka miana roztworu rodanku amonowego;

N — naważka iperytu w gramach;

A — kwasowość iperytu w procentach;

0,007952 — ilość monosiarczku w gramach równoważna 1 cm³ ściśle 0,1 n roztworu azotanu srebra;

159,04 — ciężar drobinowy iperytu;

36,46 — ciężar drobinowy chlorowodoru.

U w a g a. Jeżeli stosowane odczynniki zawierają jon chlorkowy, należy przeprowadzić badania kontrolne i wnieść do obliczenia odpowiednią poprawkę.

292. Po stwierdzeniu, że posiadany iperyt można stosować do badania własności wskaźnikowych RW-36 w urządzeniu do badania własności wskaźnikowych sposobem dynamicznym na ST dozwolane z kaczki wytwarza się powietrze skażone parami iperytu o stężeniu równym 0,01 mg/dm³. Następnie rękę wskaźnikową otwiera się z obu końców naddiłowując ją na stożkach zatopienia i po wstawieniu do układu przesysa przez nią skażone powietrze z prędkością 2 dm³/min w czasie 1 min. Powstające przy tym zabarwienie wypelniaacza rurki porównuje się z barwnym wzorcem umieszczonym na kasetce.

293. Przeprowadzenie ślepej próby. Po przessaniu przez rurkę wskaźnikową nieskażonego powietrza z prędkością 2 dm³/min w czasie 1 min pierwotnie cytrynowożółte zabarwienie wypelniaacza może stać się bardziej intensywne żółte.

Rurka wskaźnikowa RW-44
oznaczona jednym czerwonym pierścieniem i czerwoną kropką
PRZEZNACZENIE

294. Rurka wskaźnikowa RW-44 służy do wykrywania obecności fosforoorganicznych środków trujących (typu somanu) w analizowanym powietrzu.

SPOSÓB UŻYCIA

295. Wziąć dwie rurki, nadpiłować i obtłamać końce, specjalnymi przebijakami rozbić górne ampulki rurek, wziąć RW za końce oznaczone pierścieniem i energicznie wstrząsnąć dwa—trzy razy. Jedną z RW (doświadczalną) włożyć nieoznakowanym końcem do pompki i wykonać 5—6 ruchów tłokiem pompki przy oznaczeniu ST o stężeniach niebezpiecznych (0,00005—0,1 mg/dm³ i wyższych) lub 30—40 ruchów tłokiem pompki przy oznaczeniu ST o stężeniach bezpiecznych (5·10⁻⁷ mg/dm³). Następnie przebijakiem rozbić dolną ampulkę i wstrząsnąć rurką. Dolną ampulkę rozbić także w rurce kontrolnej.

Przy oznaczeniu ST o stężeniach bezpiecznych dolne ampulki rozbić po upływie 2—3 min od momentu zassania powietrza przez RW doświadczalną. Obserwować zmianę barwy rurek doświadczalnej i kontrolnej. W warunkach zimowych (na zewnątrz laboratorium) należy ogrzać rurki do temp. 40°C. Od chwili wystąpienia żółtego zabarwienia w rurce kontrolnej czerwone zabarwienie górnej warstwy wypelniacza rurki doświadczalnej świadczy o obecności ST, żółte — o nieobecności ST o podanych stężeniach.

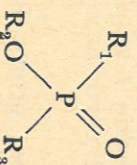
SKŁAD WSKAŹNIKA I CHEMIZM REAKCJI

296. Wypelniacz:

I warstwa — mielone szkło;

II warstwa — żel krzemionkowy aktywowany kwasem solnym. W ampulce górnej znajduje się roztwór esterazy cholinowej w buforze boraks — kwas borowy. W ampulce dolnej — roztwór czerwieni fenolowej i jodku butyrylocholiny.

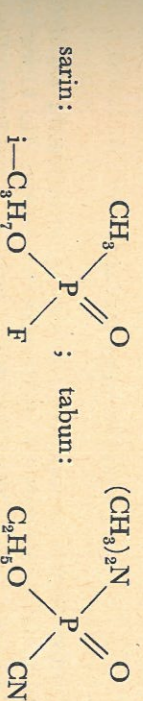
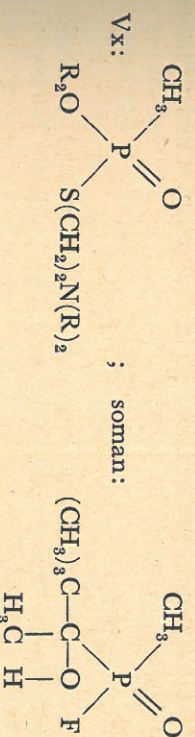
Ogólny wzór fosforoorganicznych środków trujących jest następujący:



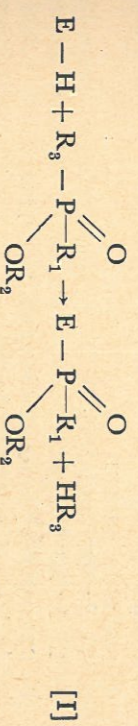
gdzie: R₁ — CH₃; (CH₃)₂N; i — C₆H₅O; OR₂ — grupa alkoksy;
R₃ — chlorowec, grupa tiolowa lub grupa CN.

130

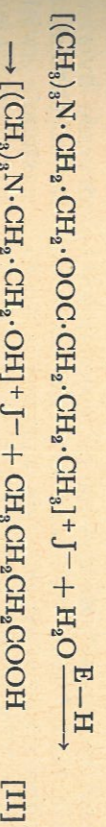
Fosforoorganiczne środki trujące mają następujące wzory:



Wykrycie fosforoorganicznych środków trujących (FoST) za pomocą reakcji biochemicznej oparte jest na zdolności tych środków do nieodwracalnego unieczyniania aktywnych centrów esterazy cholinowej według schematu:



a tym samym na całkowitym lub częściowym, w zależności od stężenia ST, obniżaniu aktywności enzymatycznej esterazy cholinowej w stosunku do substratów (złożonych estrów cholin). O katalitycznej aktywności esterazy cholinowej można sądzić na podstawie szybkości rozpadu enzymatycznego estrów cholin (w przypadku RW-44 — jodku butyrylocholiny), przebiegającego według schematu:



Po rozbiću dolnej ampulki czerwien fenylowa zabarwia wypelniacz na kolor czerwony. W rurce kontrolnej aktywność enzymatyczna esterazy cholinowej nie została obniżona przez FoST, w związku z czym reakcja II przebiega szybko i powstający kwas masłowy zakwasza środowisko, co prowadzi do szybkiej zmiany barwy czerwieni fenylowej z czerwonej w żółtą. Natomiast w rurce doświadczalnej następuje pod wpływem FoST całkowite lub częściowe obniżenie aktywności enzymatycznej esterazy cholinowej (reakcja I), reakcja II nie zachodzi lub przebiega z małą wy-

131

dajnością, środowisko do odpowiedniego pH zostaje zakwaszone w czasie dłuższym i zmiana zabarwienia wypełniacza z czerwonego w żółte następuje o wiele później.

SPECYFICZNOŚĆ RURKI

297. Iperyty, luitzyt i inne kwaśne środki trujące w większych stężeniach (pary nasycone) dają podobne zmiany barwy wypełniacza rurki RW-44.

Badanie rurki RW-44

298. **Badanie oporu** przeprowadza się na urządzeniu do badania oporu rurek wskaźnikowych opisanym w rozdz. II. Opór rurek RW-44 (mierzony bez górnej ampułki) przy przesyłaniu przez nie powietrza z prędkością 1 dm³/min powinien mieścić się w granicach 23—45 mm Hg.

299. **Badanie własności indukcyjnych.** Badanie przeprowadza się przy użyciu komory statycznej opisanej w rozdz. II.

Warunki badań:

a) stężenie sarinu:

1) $5 \cdot 10^{-5}$ mg/dm³;

2) $1 \cdot 10^{-6}$ mg/dm³;

b) czas przesyłania skażonego powietrza:

1) 30 s i oczekiwanie 30 s;

2) 2 min i oczekiwanie 2 min;

c) prędkość przesyłania skażonego powietrza — 1 dm³/min;

d) temp. otoczenia nie niższa od +15°C.

Skażenie powietrza w komorze przeprowadza się przez rozpylenie alkoholowego roztworu sarinu przy użyciu specjalnego rozpylacza. Nawazkę sarinu zważoną z dokładnością 0,0002 g rozpuszcza się w alkoholu metylowym i drogą kolejnych rozcieńczeń doprowadza do wymaganego stężenia tak, aby całkowita objętość roztworu przypadająca na m³ pojemności komory nie była większa od 0,7 cm³. Wielkość nawazki konieczną dla uzyskaniażądanego stężenia określa się dla sarinu 100%/o i następnie zwiększają o 20%/o ze względu na straty substancji w komorze. Mając do dyspozycji sarin inny niż 100%/o należy określić zawartość substancji podstawowej w posładanym sarinie i odpowiednio zwiększyć wielkość nawazki. Metoda określania zawartości substancji podstawowej w sarinie opisana jest w punkcie 280 „Badanie rurki wskaźnikowej RW-32”.

Przygotowaną odpowiednią ilość roztworu sarinu umieszcza się w rozpylaczu i za pomocą silnego strumienia powietrza rozpyla roztwór do wnętrza komory. Mieszadło komory powinno pracować bez przerwy zarówno w czasie rozpylania roztworu, jak i w czasie badania RW.

132

Po skażeniu powietrza w komorze sprawdza się, czy powstałe stężenie ST jest równe założonemu, tzn. czy wynosi ono w pierwszym przypadku $5 \cdot 10^{-5}$ mg/dm³ oraz w drugim — $1 \cdot 10^{-6}$ mg/dm³.

300. **Ilościowe oznaczenie sarinu w powietrzu.** Oznaczenie przeprowadza się po uprzednim przygotowaniu następujących roztworów:

a) Roztwór nr 1: jest to 0,30%/o roztwór suchej surowicy krwi końskiej w buforowym roztworze czerwienu fenolowej. Roztwór buforowy wykonuje się następująco: 20 mg czerwienu fenolowej i 0,45 g boraksu rozpuszcza się w niewielkiej ilości (20 cm³) wody destylowanej i otrzymany roztwór ilościowo przenosi do kolby miarowej o pojemności 1000 cm³. Następnie dodaje się 0,34 g kwasu borowego i uzupełnia roztwór wodą destylowaną do 1000 cm³. pH roztworu winno mieścić się w granicach 8,2—8,6. Roztwór nr 1 nadaje się do użycia w ciągu 1 doby.

b) Roztwór nr 2: jest to 10%/o roztwór jodku butyrylocholiny w wodzie destylowanej. Roztwór nr 2 nadaje się do użycia w ciągu 3 dni.

c) Roztwór nr 3: jest to 20%/o roztwór wodny alkoholu metylowego.

Do wykonywanej analizy należy używać odczynników oczyszczonych. Oczyszczanie to przeprowadza się w następujący sposób:

a) Jodek butyrylocholiny C₉H₂₀O₂NJ czysty powinien być dodatkowo oczyszczony drogą krystalizacji wg przepisu: krystalizy jodku butyrylocholiny rozpuszcza się w temp. około 45°C w alkoholu n-butylowym C₄H₉OH czystym w stosunku 3 : 4. Roztwór, o ile jest czysty, filtruje się przez twardą bibulę analityczną przednio przemytą alkoholem n-butylowym, a następnie powoli chłodzi i szepci kryształkami jodku butyrylocholiny w temp. około 35—40°C. Krystalizację przeprowadza się przez powolne oziębianie mieszaniny do około —5°C mieszając sporadycznie w ciągu około 4 godz. Następnie filtruje się kryształ i przemywa go na filtrze octanem etylowym C₄H₈O₂ cz. Kryształ przenosi się do zlewki, miesza z octanem etylu przez pół godziny, filtruje i myje na filtrze ponownie octanem. Otrzymany produkt suszy się przez pół godziny na powietrzu, przenosi do eksykatora próżniowego i suszy przez 48 godzin przy ciśnieniu 1—15 mm Hg. Czystość jodku butyrylocholiny powinna być sprawdzona spektrofotometrycznie. W tym celu należy zdjąć krzywe absorpcji światła wodnego roztworu jodku butyrylocholiny zawierającego 100 mg preparatu w 1 cm³ wody względem fali 260—380 nm. Jodek butyrylocholiny uważa się za odpowiedni, jeżeli absorpcja nie przewyższy 0,1 przy skali gęstości optycznej kuwety grubości 10 mm;

b) czerwień fenolową C₁₉H₁₄O₅S nierozpuszczalną w wodzie należy dodatkowo oczyścić poprzez sól sodową;

133

c) czteroboran sodowy (boraks) $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ch.cz. powinien być dodatkowo przekrytym i nie być dodatkowo oczyszczony przez krystalizację z wody odmineralizowanej;

d) kwas borowy H_3BO_3 ch.cz. powinien być dodatkowo przekrytym i nie być dodatkowo oczyszczony z wody odmineralizowanej;

e) alkohol metylowy CH_3OH powinien być dodatkowo oczyszczony drogą destylacji frakcyjowanej.

Dopiero oczyszczone w powyższy sposób odczynniki mogą być stosowane do wykonania wymienionych rozтворów.

Pobieranie próbki skażonego powietrza prowadzi się w płucze absorpcyjnej wypełnionej 1 cm^3 20% wodnego roztworu alkoholu metylowego przesycając przez nią skażone powietrze z prędkością $1\text{ dm}^3/\text{min}$ w czasie 30 s przy oznaczeniu sarinu o stężeniu rzędu $5 \cdot 10^{-5}\text{ mg}/\text{dm}^3$ oraz w czasie 10 min przy oznaczeniu sarinu o stężeniu rzędu $10^{-6}\text{ mg}/\text{dm}^3$. Po przessaniu powietrza ciecz z płuczki przenosi się do kalibrowanej próbówki lub cylindra miarowego, uzupełnia 20% wodnym roztworem alkoholu metylowego do objętości 1 cm^3 i dodaje 1 cm^3 wody destylowanej. Następnie do dwóch próbek z korkami na szlif wlewa się pipetą po $0,5\text{ cm}^3$ badanej próby, a do trzeciej (kontrolnej) $0,5\text{ cm}^3$ 10% wodnego roztworu alkoholu metylowego. Probówki umieszcza się w termostacie-komparatorze napełnionym do połowy wodą ogrzaną do temperatury $37-40^\circ\text{C}$, pipetą dodaje do każdej z nich po 1 cm^3 roztworu nr 1, miesza potrząsając próbkami i pozostawia w termostacie na 10 min. Po upływie tego czasu do każdej z próbek wprowadza się po $0,5\text{ cm}^3$ roztworu nr 2 i ponownie miesza się wstrząsając próbkami. Moment dodania roztworu nr 2 do każdej próbki określa się stoperem. Obserwację przeprowadza się do chwili, gdy zabarwienie kontrolnej i badanych prób zrówna się z zabarwieniem wzorca. Moment ten określa się również stoperem osobno dla każdej próby.

Wzorce barwne przygotowuje się dla każdej serii badań w następujący sposób: do 1 cm^3 roztworu nr 1 dodaje się $0,8\text{ cm}^3$ wody destylowanej i do otrzymanej mieszanki dodaje się po kropli 0,1 n kwasu szczawowego do chwili osiągnięcia bladoróżowego zabarwienia.

Na podstawie znajomości wskazań stopera oblicza się:

T — czas, który upłynął między momentem dodania roztworu nr 2 do badanej próby a momentem, gdy zabarwienie badanej próby zrówna się z zabarwieniem wzorca;

T_k — czas, który upłynął między momentem dodania roztworu nr 2 do próby kontrolnej a momentem, gdy zabarwienie próby kontrolnej zrówna się z zabarwieniem wzorca. Czas ten może wahać się w przedziale 7—12 min.

Następnie oblicza się % nieczynienia estery cholinowej zawartej w surowicy krwi końskiej według wzoru:

$$U = \left(1 - \frac{T_k}{T}\right) \cdot 100 (\%)$$

Stężenie środka trującego odpowiadające średniej wartości procentu nieczynienia estery cholinowej znajduje się w tabeli 4.

Tabela 4

Lp.	U (%)	C (mg/0,5 cm ³)	Lp.	U (%)	C (mg/0,5 cm ³)
1	10	5 · 10 ⁻⁷	10	55	4,2 · 10 ⁻⁶
2	15	8 · 10 ⁻⁷	11	60	5,0 · 10 ⁻⁶
3	20	1,1 · 10 ⁻⁶	12	65	5,9 · 10 ⁻⁶
4	25	1,4 · 10 ⁻⁶	13	70	6,9 · 10 ⁻⁶
5	30	1,7 · 10 ⁻⁶	14	75	8,1 · 10 ⁻⁶
6	35	2,1 · 10 ⁻⁶	15	80	9,5 · 10 ⁻⁶
7	40	2,5 · 10 ⁻⁶	16	85	1,04 · 10 ⁻⁵
8	45	3,0 · 10 ⁻⁶	17	90	1,55 · 10 ⁻⁵
9	50	3,6 · 10 ⁻⁶			

Ilość sarinu wyrażona w mg zawarta w całej objętości badanej próby jest więc równa 4 C mg. Stężenie środka trującego w 1 dm³ powietrza zawartego w komorze wyraża się wzorem:

$$S = \frac{4 \cdot C}{V \cdot t} \text{ (mg/dm}^3 \text{ powietrza)}$$

gdzie: V — objętość w dm³ powietrza przepływającego przez płuczkę w czasie 1 min;

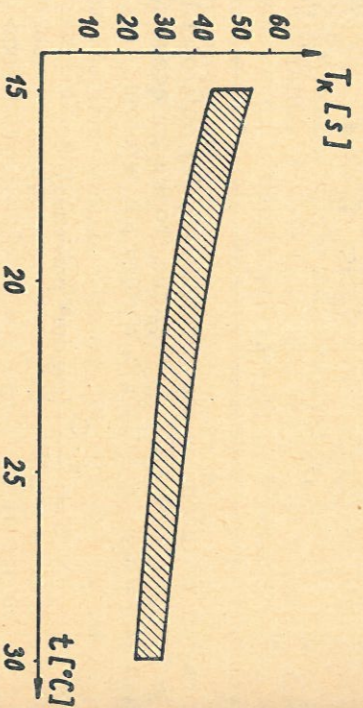
t — czas w minutach przesyśniania powietrza przez płuczkę.

301. Jeżeli wyznaczone podaną metodą stężenie sarinu w komorze jest równe założonemu, należy środek trujący z komory usunąć, napełnić ją ponownie i rozpocząć badanie rurek wskaźnikowych. Jeśli wyznaczona wartość stężenia sarinu jest różna od założonej, ponowne napełnienie przeprowadza się po uwzględnieniu poprawek.

302. Badania własności wskaźnikowych rurek RW-44 przeprowadza się po zmontowaniu układu przedstawionego w rozdz. II

na rys. 4. Rurkę wskaźnikową otwiera się z obu końców nadpilo-
wując ją na stożkach zatopienia i po rozbitciu górnej ampulki,
zwilżeniu pierwszej warstwy wypelniacza roztworem z ampulki
oraz podłączeniu do jednego z króćców komory przesysa przez
nią skażone powietrze w czasie i z prędkością określonymi w wa-
runkach badań, rozбивa się dolną ampulkę i po wstrząśnięciu rurką
lak, by roztwór znajdujący się w niej zwilżył pierwszą warstwę
wypelniacza, mierzy się czas T_1 w ciągu którego barwa tej war-
stwy wypelniacza zmieni się z czerwonej w żółtą. Badanie rurki
polega na określeniu stosunku czasów T_1 i T_k (metoda wyznaczenia
czasu T_k podana jest niżej). Wartość tego stosunku winna wyno-
sić: przy stężeniu sarinu $5 \cdot 10^{-5}$ mg/dm³ — nie mniej niż 3,0; przy
stężeniu sarinu $1 \cdot 10^{-6}$ mg/dm³ — nie mniej niż 1,6 przy pomiarach
prowadzonych w temp. 20°C.

303. Przeprówadzenie ślepej próby. Rurkę wskaźnikową RW-44
otwiera się z obu końców nadpilo-
wując ją na stożkach zatopienia i po rozbitciu górnej warstwy wy-
pelniacza roztworem z ampulki oraz podłączeniu do pompy próż-
nowej przesysa przez nią oczyszczone powietrze w czasie i z prę-



Rys. 11. Wykres zależności czasu T_k próby kontrolnej od temperatury otoczenia

kością takimi, jak w punkcie poprzednim. Powietrze oczyszcza się
w układzie składającym się z kolumn zawierających aktywowany
żel krzemionkowy, wodorotlenek sodowy i watę oraz płuczki
Dreschla z wodą destylowaną. Po przesaniu powietrza i odczeka-
niu czasu określonego w warunkach badań z punktu poprzednie-
go rozбивa się dolną ampulkę i po zwilżeniu pierwszej warstwy
wypelniacza roztworem z ampulki mierzy czas. w ciągu którego
barwa tej warstwy wypelniacza zmieni się z czerwonej w żółtą.
Zabarwienia tamponu z waty i dolnej warstwy wypelniacza nie

bierze się pod uwagę. Czas T_k uzyskany jako średnia arytmetycz-
na wykonanych pomiarów jest funkcją temperatury otoczenia.
Powinien się on mieścić w zakresowanej części wykresu przedsta-
wionego na rysunku 11.

Nabój ochronny do rurek wskaźnikowych RW-44

PRZEZNACZENIE

304. Nabój ochronny służy do zabezpieczenia rurek RW-44 przed
wpływem par kwasów z atmosfery.

SPOSÓB UZYSKANIA

305. Za pomocą krótkiej rurki gumowej podłączyć nabój ochron-
ny z rurką RW-44 w ten sposób, aby analizowane powietrze za-
sysane pompką przepływało najpierw przez nabój, a potem przez
rurkę wskaźnikową.

SKŁAD WYPELNIACZA I CHEMIZM REAKCJI

306. Wypelniacz: wata nasycona 20% roztworem trójjetanolami-
ny w alkoholu metylowym. W wyniku wzajemnego oddziaływania
trójjetanolaminy z zawartymi w powietrzu parami kwasów po-
wstaje połączenie kompleksowe uwalniające analizowane powietrze
od zawartości tych par:



Badanie naboju ochronnego

307. Badanie oporu przeprowadza się na urządzeniu do badania
oporu rurek wskaźnikowych opisanym w rozdz. II. Opór naboju
ochronnych przy przesysaniu przez nie powietrza z prędkością
1 dm³/min powinien mieścić się w granicach 10—15 mm Hg.

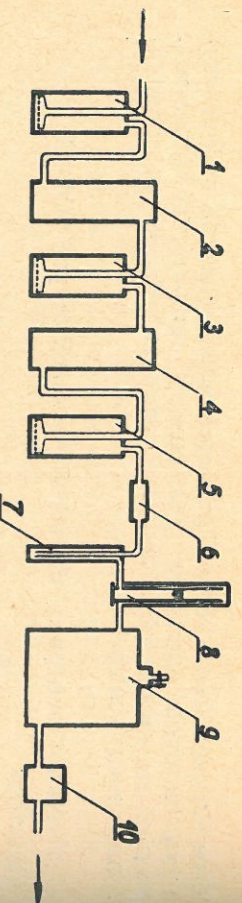
308. Badanie własności ochronnych naboju. Badanie przeprowa-
dza się przy użyciu układu dynamicznego o schemacie przedsta-
wionym na rysunku 12.

Płuczki (1) i (3) oraz kolumny (2) i (4) tworzą układ oczyszczają-
jący powietrze przed wejściem do płuczki z 3—5% roztworem
kwasu solnego.

Roztwór indykatora przygotowuje się przez zmieszanie 0,5 cm³
0,2% wodno-alkoholowego (1:1) roztworu czerwieni metylowej
z 20 cm³ przegotowanej wody destylowanej.

Warunki badań:

a) stężenie par kwasu solnego w powietrzu wychodzącym
z płuczki (5) 0,45—0,1 mg/dm³;



Rys. 12. Schemat układu dynamicznego do badania własności ochronnych naboju:
1 — płuca z 30% roztworem wodorotlenku potasu; 2 — kolumna z wapnem sodowanym; 3 — płuca z 30% roztworem wodorotlenku potasu; 4 — kolumna z węglem aktywnym; 5 — płuca zawierająca 40 ml 2-3% roztworu kwasu solnego cz.d.a. w wodzie destylowanej; 6 — nabój ochronny; 7 — płuca Kahlberga; 8 — rotametr; 9 — butla manostatująca; 10 — pompa ssąca

- b) czas przesysania skażonego powietrza 5 ± 1 min;
c) prędkość przesysania skażonego powietrza $1 \text{ dm}^3/\text{min}$;
d) temp. otoczenia $20 \pm 2^\circ\text{C}$.

309. Sprawdzenie wytworzonego stężenia chlorowodoru przeprowadza się w ten sposób, że w miejscu naboju ochronnego (6) i płuczki z indykatorem (7) wstawia się naczynie pochłaniające z płytką porowatą zawierającą $20 \text{ cm}^3 0,01 \text{ n}$ roztworu wodorotlenku sodowego i przesysa skażone powietrze z prędkością $1 \text{ dm}^3/\text{min}$ w czasie 10 min. Następnie pobiera się 10 cm^3 roztworu i miareczkuje $0,01 \text{ n}$ roztworem kwasu solnego wobec oranżu metylowego. Stężenie chlorowodoru wyraża się wzorem:

$$S = \frac{a \cdot (b - b_1) \cdot k \cdot 0,365}{N \cdot V} \quad (\text{mg}/\text{dm}^3 \text{ powietrza}),$$

- gdzie: a — ilość $\text{cm}^3 0,01 \text{ n}$ roztworu wodorotlenku sodowego wzięta do pochłaniania chlorowodoru;
b — ilość $\text{cm}^3 0,01 \text{ n}$ roztworu kwasu solnego zużyta do miareczkowania $10 \text{ cm}^3 0,01 \text{ n}$ roztworu wodorotlenku sodowego;
 b_1 — ilość $\text{cm}^3 0,01 \text{ n}$ roztworu kwasu solnego zużyta do miareczkowania 10 cm^3 roztworu z naczynia pochłaniającego;
k — poprawka miana roztworu kwasu solnego;
N — ilość $\text{cm}^3 0,01 \text{ n}$ roztworu wodorotlenku sodowego wzięta do miareczkowania;
V — ilość dm^3 powietrza, które przepłynęło przez próbkę;
0,365 — ilość mg chlorowodoru odpowiadająca 1 cm^3 ściśniętego $0,01 \text{ n}$ roztworu wodorotlenku sodowego.

Sprawdzenie stężenia chlorowodoru powtarza się co pewien okres czasu, ponieważ $40 \text{ cm}^3 3-5\%$ roztworu kwasu solnego zapewnia wymagane stężenie chlorowodoru przeciwnie nie dłużej niż w ciągu 40 min przesysania powietrza.

310. Po sprawdzeniu wytworzonego stężenia chlorowodoru do układu podłącza się badany nabój ochronny i przesysa przezeh skażone powietrze z prędkością $1 \text{ dm}^3/\text{min}$ w czasie 5 min. Następnie do naboju przyłącza się płuczkę (7) zawierającą $0,3 \text{ cm}^3$ roztworu indykatora i ponownie przesysa przez układ powietrze z tą samą prędkością w czasie 1 min.

Zabarwienie roztworu wskaźnikowego nie powinno się zmienić. Świadczy to, iż pary kwasu solnego nie przenikają poza nabój ochronny.

Czas T_k określony dla rurki RW-44 używanej wraz z nabojem ochronnym, przez którą zostało przessane powietrze zawierające pary kwasów powinien być taki sam, jak czas T_k określony dla samej rurki RW-44, przez którą przepłynęło powietrze o tej samej objętości, ale nie zawierające wymienionych par.

Rurka wskaźnikowa RW-45

oznaczona trzema zielonymi pierścieniami

PRZEZNACZENIE

311. Rurka wskaźnikowa RW-45 służy do wykrywania fosgenu, dwufosgenu, kwasu pruskiego, chlorocyanu i fosgenoooksyemu w analizowanym powietrzu.

sposob użycia

312. Wykrywanie fosgenu i dwufosgenu. Otworzyć rurkę, zbici ampułkę, wstawić rurkę w pompkę, wykonać 15 ruchów tłokiem pompki i porównać zabarwienie pierwszej warstwy wypełniacza rurki ze wzorcem umieszczonym na kasetcie. W obecności fosgenu i dwufosgenu białe zabarwienie wypełniacza rurki zmienia się od zielonego do niebieskiego. Czulość rurki wynosi $0,005 \text{ mg}/\text{dm}^3$ przy zassaniu 2 dm^3 powietrza.

313. Wykrywanie kwasu pruskiego. Otworzyć rurkę, zbici ampułkę, wstawić rurkę w pompkę, wykonać 10 ruchów tłokiem pompki i porównać zabarwienie trzeciej warstwy wypełniacza rurki ze wzorcem umieszczonym na kasetcie. W obecności kwasu pruskiego białe zabarwienie wypełniacza rurki zmienia się w czerwono-fioletowe. Czulość rurki wynosi $0,005 \text{ mg}/\text{dm}^3$ przy zassaniu 2 dm^3 powietrza.

314. Wykrywanie chlorocyanu i fosgenoooksyemu. Otworzyć rurkę, wstawić w pompkę, wykonać 10 ruchów tłokiem pompki, zbici ampułkę i porównać zabarwienie trzeciej warstwy wypełniacza rurki ze wzorcem umieszczonym na kasetcie. Różowomalinowa

zabarwienie świadczy o obecności fosgenooksymu. Jeżeli zabarwienie nie powstało, to przez rurkę przesać powietrze (10 ruchów tłokiem pompki) i porównać zabarwienie wypełniacza ze wzorcem na chlorocyjan.

W obecności chlorocyjanu białe zabarwienie wypełniacza rurki zmienia się w czerwonomalinowe przy zassaniu powietrza po rozbiciu ampułki.

Czułość rurki na chlorocyjan wynosi 0,008 mg/dm³ przy zassaniu 2 dm³ powietrza.

SKŁAD WSKAZNIKA I CHEMIZM REAKCJI

315. Wypełniacz:

I warstwa — żel krzemionkowy aktywowany kwasem solnym;

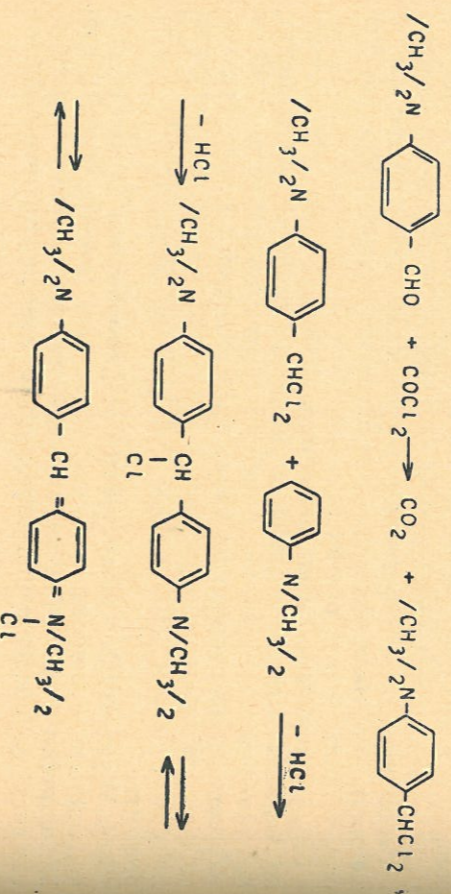
II warstwa — żel krzemionkowy aktywowany kwasem solnym, nasycony wodnym roztworem monochloroaminy T lub B i węglanu sodowo-potasowego;

III warstwa — żel krzemionkowy aktywowany kwasem solnym, nasycony roztworem dimedonu i γ , γ -dwupirydyliu w bezwodnym dwuetylowym amidzie kwasu nikotynowego.

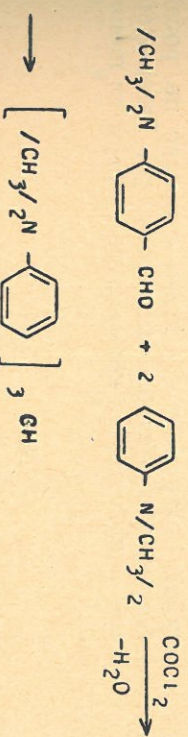
W ampułce znajduje się roztwór para-dwumetyloaminobenzaldehydu i dwumetyloaminy w alkoholu etylowym.

316. Podczas reagowania fosgenu i dwufosgenu z roztworem znajdującego się w ampułce zachodzą prawdopodobnie jednocześnie dwa procesy:

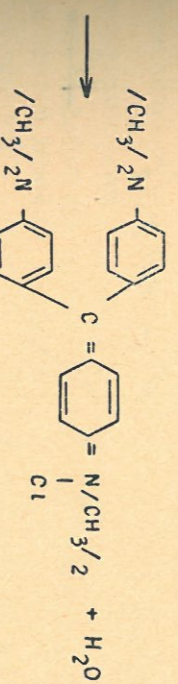
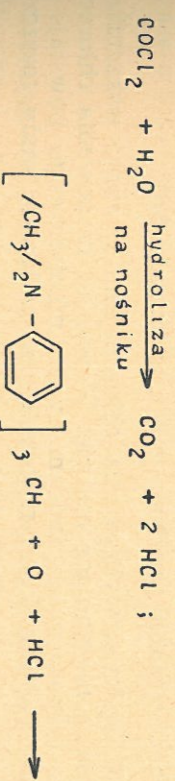
a) przekształcenie para-dwumetyloaminobenzaldehydu w chlor para-dwumetyloaminobenzalu, którego kondensacja z dwumetyloaminą prowadzi do powstania barwnika rzędu dwuetylometanowego o niebieskozielonym kolorze:



b) kondensacja para-dwumetyloaminobenzaldehydu z dwumetyloaminą prowadząca do powstania leukosady fioleto krystalicznego:

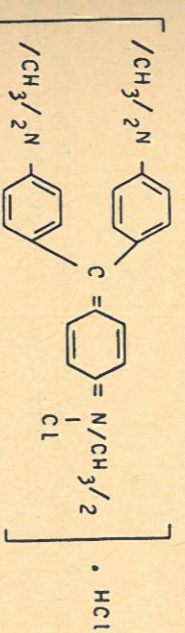


W wyniku następnego utlenienia leukosady przez tlen z powietrza na rozpuszczonej powierzchni nośnika w kwaśnym środowisku powstaje barwnik — fiolet krystaliczny:



Zabarwienie fioleto powstaje w rurce jedynie przy wykrywaniu ST o dużych stężeniach.

Normalne niebieskozielone zabarwienie wypełniacza rurki powstaje w wyniku wytworzenia się soli fioleto krystalicznego:



która zabarwiona jest na kolor zielony, bądź wskutek rozpuszczenia fioleto krystalicznego w reszcie (pozostającej z reakcji) dwu-

Zabarwienie dolnej warstwy wypęniacza rurki RW-45 od sub-stancji obojętnych o stężeniu 2 mg/dm³ i wyższych:

- 1) dymy mieszanek chlorowco-metalicznych — od żółtego do brązowego;
- 2) dym świec antrecenowych — pomarańczoworóżowe;
- 3) tlenki azotu — czerwonofioletowe;
- 4) dym papierosowy — od żółtego do brązowego.

Badanie rurki RW-45

320. Badanie oporu przeprowadza się na urządzeniu do badania oporu rurek wskaźnikowych opisanym w rozdz. II. Opór rurek RW-45 przy przesyłaniu przez nie powietrza z prędkością 3 dm³/min powinien mieścić się w granicach 150—220 mm Hg.

321. Badanie własności indykacyjnych. Ponieważ rurka wskaźnikowa RW-45 służy do wykrywania obecności kilku środków trujących, badania kontrolne polegać będą na sprawdzeniu jej własności indykacyjnych kolejno w stosunku do fosgenu i w stosunku do kwasu cyjanowodorowego. Badania przeprowadza się przy użyciu komory statycznej opisanej w rozdz. II.

322. Warunki badań w odniesieniu do fosgenu:

- a) stężenie fosgenu — 0,005 mg/dm³;
- b) czas przesyłania skażonego powietrza — 1 min;
- c) prędkość przesyłania skażonego powietrza — 2 dm³/min;
- d) temp. otoczenia nie niższa od +15°C.

Skażenie powietrza w komorze przeprowadza się przez odparowanie ok. 10⁰/₀ roztworu fosgenu w toluenie. Konieczną ilość roztworu określa się na podstawie znajomości objętości komory, wartości fosgenu w roztworze oraz żądanej objętości skażenia fosgenu w powietrzu zawartym w komorze. Obliczoną ilość roztworu fosgenu nanosi się na szkiełko zegarkowe ustawione na odparowalniku środków trujących, zamyka się komorę i włącza ogrzewanie. Po całkowitym odparowaniu roztworu włącza się mieszadło. Z chwilą wyrównania się stężenia fosgenu w atmosferze komory należy sprawdzić, czy powstałe stężenie ST jest równe założonemu, tzn. czy wynosi ono 0,005 mg/dm³ powietrza.

323. Ilościowe oznaczenie fosgenu w powietrzu. Oznaczenie to wykonać można jedną z dwu podanych niżej metod.

A. Kolorymetrycznie metodą karbanilidową. Metoda ta oparta jest na reakcji fosgenu z solą potasową kwasu benzhydroksamowego i następnym rozkładzie produktów reakcji z wyodrębnieniem aniliny. Ilość wydzielonej aniliny oznacza się kolorymetrycznie na podstawie reakcji aniliny z paradwumetyloaminobenzaldehydem prowadzącej do wytworzenia się barwnika rzędu azomelinowego, którego roztwory są trwałe w czasie. Do-

kładność oznaczenia jest równa ±10⁰/₀, a granica czułości 0,002 mg ST w próbie. Pobranie próbki skażonego powietrza prowadzi się w płucze absorpcyjnej z filtrem porowatym nr 2 lub 3 napełnionej 20 cm³ świeżo przyrządzonego 0,2⁰/₀ alkoholowego roztworu soli potasowej kwasu benzhydroksamowego. Prędkość przesyłania powietrza — 2 dm³/min; czas pobierania próbki — 5 min. Przed wykonaniem analizy zawartość płuczki przenosi się ilościowo do cylindra miarowego o pojemności 50 cm³ z doszlifowanym korkiem, w którym objętość cieczy uzupełnia się do 25 cm³ dolewając 0,2⁰/₀ alkoholowego roztworu soli potasowej kwasu benzhydroksamowego. Roztwory wzorcowe fosgenu o stężeniu 0,002 mg/cm³ przygotowuje się z roztworów ST w 0,2⁰/₀ alkoholowym roztworze soli potasowej kwasu benzhydroksamowego i oznaczenie przeprowadza się równocześnie z badaną próbką.

Wykonanie oznaczenia. Po 5 cm³ badanej próbki i roztworu wzorcowego przenosi się do probówek (lub cylindrów) o pojemności 25—35 cm³ z doszlifowanymi korkami, probówki ustawia się w statywie i umieszcza w łaźni wodnej uprzednio ogrzanej do temperatury 75—80°C. W łaźni probówki trzymają się przez 8 min plynąc, aby temperatura przez cały czas ogrzewania była jednakowa. W różnych miejscach łaźni temp. również powinna być jednakowa. Po zakończeniu ogrzewania statyw z probówkami wyjmuję się i umieszcza w łaźni z zimną wodą. Po ochłodzeniu roztworów do temp. pokojowej do probówek wlewa się po 4 cm³ świeżo przygotowanego 0,2⁰/₀ alkoholowego roztworu chlorowodoru paradwumetyloaminobenzaldehydu, który przygotowuje się przez rozpuszczenie 0,6 cm³ stężonego kwasu solnego (o ciężarze właściwym 1,17—1,19) w 100 cm³ 0,2⁰/₀ alkoholowego roztworu paradwumetyloaminobenzaldehydu. Po upływie 5 min od chwili dodania chlorowodoru przeprowadza się analizę kolorymetryczną.

Uwagi dotyczące wykonania oznaczenia oraz metodyka oczyszczenia odczynników są podane w punkcie 281 A.

Stężenie fosgenu w powietrzu zawartym w komorze wyraża się wzorem:

$$S = \frac{S_0 \cdot h_0}{h} \text{ (mg/dm}^3 \text{ powietrza),}$$

gdzie: S_0 — zawartość fosgenu wyrażona w mg w 1 cm³ wzorca;

ca;

h_0 — wskazania w mm skali kolorymetru dla wzorca;

h — wskazania w mm skali kolorymetru dla badanej próbki.

B. Metodą miareczkową przez oznaczenie jonu chlorowego. Pobranie próbki skażonego powietrza prowadzi się w płucze z filtrem porowatym nr 2 lub 3 napełnionej 20 cm³ 20% wodnego roztworu wodorotlenku sodowego. Prędkość przesysania powietrza — 10 dm³/min; czas pobierania próbki — 20 min. Po upływie 1 godz. od chwili pobrania próbki zawartość płuczki przenosi się ilościowo do kolby stożkowej o pojemności 100 cm³, zakwasza 2—3 cm³ stężonego kwasu azotowego, który jest wolny od chlorowców i dodaje 10 cm³ 0,01 n roztworu azotanu srebra. Powstały osad chlorku srebra odsącza się przez sączek, a następnie osad na sączku dokładnie przemywa wodą destylowaną, którą dodaje się do przesączu. Z kolei do przesączu dodaje się 2—3 cm³ nasyconego na zimno roztworu alunu żelazowo-amonowego i odmiareczkuje nadmiar azotanu srebra 0,01 n roztworem rodanku amonu do chwili pojawienia się nieznikającego różnobarwowego zabarwienia. Stężenie fosgenu w powietrzu zawartym w komorze wyraża się wzorem:

$$S = \frac{(a \cdot k - b \cdot k_1) \cdot 0,495}{V} \quad (\text{mg/dm}^3 \text{ powietrza}),$$

gdzie: a — ilość cm³ 0,01 n roztworu azotanu srebra dodanego do próbki;

k — poprawka miana roztworu azotanu srebra;

b — ilość cm³ 0,01 n roztworu rodanku amonu zużytego do miareczkowania;

k₁ — poprawka miana roztworu rodanku amonu;

V — ilość dm³ powietrza pobranego do analizy;

0,495 — ilość mg fosgenu równoważna 1 cm³ ściśle 0,01 n roztworu azotanu srebra.

324. Jeżeli wyznaczone jedną z podanych dwóch metod stężenie fosgenu w komorze jest równe założonemu, należy środek trujących z komory usunąć, napełnić ją ponownie i rozpocząć badania rurek wskaźnikowych. Jeśli wyznaczona wartość stężenia fosgenu w komorze jest różna od założonej, ponowne napełnienie przeprowadza się po uwzględnieniu poprawek.

325. Badania własności rurek wskaźnikowych RW-45 w odniesieniu do fosgenu przeprowadza się po zmontowaniu układu przedstawionego w rozdz. II na rys. 4. Rurkę wskaźnikową otwiera się z obu końców nadpływając ją na stożkach zatopienia i po rozbięciu ampulki oraz podłączeniu do jednego z króćców komory przesyła przez nią skażone powietrze. Natychmiast po zakończeniu przesyłania porównuje się zabarwienie pierwszej warstwy wypelniacza rurki z barwnym wzorcem umieszczonym na kasetcie.

146

326. Warunki badań w odniesieniu do kwasu cyjanowodorowego:
- stężenie kwasu cyjanowodorowego — 0,005 mg/dm³;
 - czas przesyłania skażonego powietrza — 1 min;
 - prędkość przesyłania skażonego powietrza — 2 dm³/min;
 - temp. otoczenia nie niższa od +15°C.

Skażenie powietrza w komorze przeprowadza się przez odparowanie kwasu cyjanowodorowego otrzymanego przez działanie kwasu siarkowego na cyjanek potasu. Ilość cyjanku potasowego, konieczną do uzyskania w atmosferze komoryżądanego stężenia kwasu cyjanowodorowego, określa się na podstawie znajomości objętości komory, wartości tego stężenia oraz zawartości substancji podstawowej w posiadanych cyjanku potasowym.

327. Oznaczenie zawartości substancji podstawowej w cyjanku potasu. Naważkę około 0,4 g badanego preparatu (ale zważoną bardzo dokładnie) umieszcza się w kolbie stożkowej o pojemności 100 cm³ i rozpuszcza w około 25 cm³ wody destylowanej. Następnie dodaje się 1 cm³ 10% roztworu amoniaku, 5—6 kropli 20% roztworu jodku potasu i miareczkuje 0,1 n roztworem azotanu srebra do chwili powstania trwałego zmętnienia, które należy obserwować na ciemnym tle. Zawartość procentową substancji podstawowej w analizowanym cyjanku potasowym wyraża się wzorem:

$$X = \frac{a \cdot k \cdot 0,01302 \cdot 100}{N} \quad (\%),$$

gdzie: a — ilość cm³ 0,1 n roztworu azotanu srebra zużytego do miareczkowania;

k — poprawka miana roztworu azotanu srebra;

N — naważka cyjanku potasu w gramach;

0,01302 — ilość cyjanku potasu w gramach równoważna 1 cm³ ściśle 0,1 n roztworu azotanu srebra.

328. Wyliczoną ilość cyjanku potasu odważa się w tygielku z dokładnością do 0,0002 g, dodaje roztwór kwasu siarkowego (1 : 1) w ilości 1,5 cm³ na 1 m³ komory i tygielek z zawartością ustawia się w komorze na odparowalniku środków trujących. Następnie zamyka się komorę, włącza ogrzewanie i miesza. Podgrzewanie zawartości tygielka prowadzi się w ciągu 2—3 minut, a następnie sprawdza, czy powstałe w komorze stężenie par cyjanowodoru jest równe założonemu, tzn. czy wynosi ono 0,005 mg/dm³ powietrza.

329. Ilościowe oznaczanie cyjanowodoru w powietrzu. Oznaczenie przeprowadza się kolorymetrycznie. Metoda oparta jest na

147

przemianie cyjanowodoru w bromocyjan i oznaczeniu go przy pomocy reakcji rozszczepienia pięścienia pirydynowego. Człistość metody — 0,0003 mg kwasu cyjanowodorowego w próbce. Pobieranie próbek skażonego powietrza prowadzi się w płucze absorpcyjnej z filtrem porowatym nr 2 lub 3 napełnionej 20 cm³ 0,01 n alkoholowo-wodnego (9 : 1 objętościowo) roztworu wodorotlenku sodowego. Prędkość przesysania powietrza — 5 dm³/min; czas pobierania próbki — 5 min. Po przessaniu skażonego powietrza zawartość płuczek przenosi się ilościowo do cylindra miarowego o pojemności 50 cm³ z doszlifowanymi korkiem i objętość cieczy uzupełnia się do 25 cm³ 0,01 n alkoholowo-wodnym (9 : 1) roztworem wodorotlenku sodowego. Równoległe przygotowuje się roztwór wzorcowy o stężeniu 0,005 mg/cm³ przez rozbitcie ampułki z kwasem cyjanowodorowym w ochłodzonym 0,01 n alkoholowo-wodnym (9 : 1) roztworze wodorotlenku sodowego.

Wykonanie oznaczenia. Po 5 cm³ badanej próbki i roztworu wzorcowego przenosi się do probówek lub cylindrów o pojemności 25 cm³ i dodaje się do nich po 0,5 cm³ 0,1 n alkoholowo-wodnego roztworu kwasu solnego. Po dodaniu roztworu kwasu solnego należy stwierdzić przy pomocy papierka lakmusowego, czy ciecz w probówkach ma odczyn obojętny lub słabo kwaśny. W przeciwnym razie należy dodać kilka kropli (po jednej) wymienionego wyżej roztworu kwasu do uzyskania odczynu lekko kwaśnego. Po sprawdzeniu odczynu do probówek dodaje się po 1 cm³ 0,5% wodnego roztworu bromu i po upływie 3—5 min od chwili dodania roztworu bromu dodaje się po 0,5 cm³ 1% alkoholowego roztworu fenolu. Po upływie dalszych 2—3 min do probówek dodaje się po 3 cm³ odczynnika, którego sposób wykonania podany jest niżej. Probówki z próbką i roztworem wzorcowym pozostawia się w temperaturze pokojowej na okres 2,5—3 godzin, a następnie powstaje zabarwienia porównuje kolorymetrycznie. Stężenie par cyjanowodoru w powietrzu zawartym w komorze wyraża się wzorem:

$$S = \frac{S_0 \cdot h_0}{h} \text{ (mg/dm}^3 \text{ powietrza),}$$

gdzie: S_0 — zawartość cyjanowodoru wyrażona w mg w 1 cm³ wzorca;

h_0 — wskazanie w mm skali kolorymetru dla wzorca;

h — wskazanie w mm skali kolorymetru dla badanej próbki.

Roztwory i odczynniki używane w powyższej analizie przygotowuje się w następujący sposób:

- 0,01 n alkoholowo-wodny roztwór wodorotlenku sodowego przygotowuje się rozpuszczając 10 cm³ 0,1 n wodnego roztworu wodorotlenku sodowego w 90 cm³ alkoholu etylowego rektyfikowanego;
- 0,5% roztwór bromu przygotowuje się rozpuszczając 0,16 cm³ bromu w 100 cm³ wody destylowanej;
- 1% alkoholowy roztwór fenolu przygotowuje się z produktu bezbarwnego lub słabo zabarwionego na różowy kolor;
- odczynnik przygotowuje się rozpuszczając 5 cm³ pirydyny cz., oczyszczonej dodatkowo przez destylację, 1 cm³ oddestylowanej pod próżnią orto-anizydyny, 0,5 cm³ kwasu solnego (o ciężarze właściwym 1,17—1,19) w 94 cm³ alkoholu etylowego rektyfikowanego. Odczynnik nadaje się do użycia w ciągu 1 doby.

330. Jeżeli wyznaczone podaną metodą stężenie par kwasu cyjanowodorowego w komorze jest równe założonemu, należy środek trujący z komory usunąć, napełnić ją ponownie i rozpocząć badanie rurek wskaźnikowych. Jeśli wyznaczona wartość stężenia ST w komorze jest różna od założonej, ponowne napełnienie przeprowadza się po uwzględnieniu poprawek.

331. Badania własności rurek wskaźnikowych RW-45 w odniesieniu do kwasu cyjanowodorowego przeprowadza się po zmontowaniu układu przedstawionego w rozdz. II na rys. 4. Rurkę wskaźnikową otwiera się z obu końców nadpływując ją na stożkach zaoplenia i po rozbitciu ampułki oraz podłączeniu do jednego z króćców komory przesyssa przez nią skażone powietrze i porównuje zabarwienie trzeciej warstwy wypełniacza z barwnym wzorcem umieszczonym na kasetcie. Porównanie to przeprowadza się w ciągu pierwszej minuty po zakończeniu przesyssania powietrza.

332. Przeprowadzenie ślepej próby. Po rozbitciu ampułki i przesyssaniu przez rurkę wskaźnikową nieskażonego powietrza z prędkością 2 dm³/min w czasie 1 min białe zabarwienie pierwszej warstwy wypełniacza zmienia się w słabo żółte. Zabarwienie drugiej i trzeciej warstwy wypełniacza badane w tych samych warunkach, lecz bez rozbitcia ampułki, nie powinno się zmienić.

Charakterystyka porażen środkami trującymi

333. Charakterystyka porażen spowodowanych działaniem par środków trujących o różnych stężeniach przedstawiona jest w zamieszczonej niżej tabeli \times

Nr i oznaczenie rutki oraz wykrywany środek trujący	Stężenia wymienione na etykietach kasetek	Rodzaj porażenia
RW-13: dwa żółte pierścienie; iperyt azotowy	Niebezpieczne 0,001—0,003 mg/cm ³ Bardzo niebezpieczne 0,01 mg/dm ³ Śmiertelne 0,25 mg/dm ³	Možna przebywać bez maski przeciwgazowej do 10 min, a bez środków ochrony skóry — 1 godz. Przebywanie bez maski przeciwgazowej w czasie 15 min doprowadza do ciężkich zatruc. Przebywanie bez maski przeciwgazowej w czasie 2—5 min powoduje śmierć, a bez środków ochrony skóry — ciężkie poparzenie.
RW-37: trzy żółte pierścienie; luizyl	Niebezpieczne 0,002 mg/dm ³ Bardzo niebezpieczne 0,05 mg/dm ³ Śmiertelne 0,5—1,3 mg/dm ³	Možna przebywać bez maski przeciwgazowej do 10 min. Przebywanie bez maski przeciwgazowej w czasie 15 min doprowadza do ciężkich zatruc. Przebywanie bez maski przeciwgazowej w czasie 2—5 min powoduje śmierć.
RW-15: dwa białe pierścienie; adamsyl	Mato niebezpieczne 0,0002—0,0003 mg/dm ³ Niebezpieczne 0,01—0,02 mg/dm ³	Przebywanie bez maski przeciwgazowej ponad 5 min prowadzi do lekkiego podrażnienia błon śluzowych nosa i gardła. Przebywanie bez maski przeciwgazowej ponad 1—2 min prowadzi do podrażnienia nie do wytrzymania powodującego całkowitą utratę zdolności bojowej w czasie 1 godz. Przebywanie bez maski przeciwgazowej nawet krótkotrwałe jest niemożliwe.
RW-30: jeden biały pierścieni; chloroacetylodifenon	Mato niebezpieczne 0,0001—0,0002 mg/dm ³	Przebywanie bez maski przeciwgazowej ponad 5 min prowadzi do podrażnienia oczu.

Nr i oznaczenie rutki oraz wykrywany środek trujący	Stężenia wymienione na etykietach kasetek	Rodzaj porażenia
RW-24: dwa czarne pierścienie; arsenowodor	Mato niebezpieczne 0,005—0,01 mg/dm ³ Bardzo niebezpieczne 0,25 mg/dm ³ Śmiertelne 1,5—2,5 mg/dm ³	Možna przebywać bez maski przeciwgazowej do 3 godz. Przebywanie bez maski przeciwgazowej w czasie 3 min doprowadza do ciężkich zatruc. Przebywanie bez maski przeciwgazowej nawet przez moment (kilka oddechów) powoduje śmierć.
RW-28: trzy czarne pierścienie; tlenek węgla	Mato niebezpieczne 0,05 mg/dm ³ Niebezpieczne 0,2 mg/dm ³ Bardzo niebezpieczne 7 mg/dm ³	Možna przebywać bez maski przeciwgazowej do 3 godz. Można przebywać bez maski przeciwgazowej do 1 godz. Przebywanie bez maski przeciwgazowej w czasie 10 min powoduje śmierć.
RW-32: jeden czerwony pierścień; fosforoorganiczne środki trujące: sarin, soman, tabun	Bardzo niebezpieczne 0,0002—0,0003 mg/dm ³ Śmiertelne 0,02—0,05 mg/dm ³	Przebywanie bez maski przeciwgazowej w czasie 2 min powoduje zwiększenie żrenic i trudności w oddychaniu, a w czasie 15 min ciężkie lub śmiertelne zatrucie. Przebywanie bez maski przeciwgazowej w czasie 2—5 min powoduje śmierć.
RW-36: jeden żółty pierścieni; iperyt	Niebezpieczne 0,002—0,003 mg/dm ³ Bardzo niebezpieczne 0,01 mg/dm ³	Možna przebywać bez maski przeciwgazowej do 15 min, a bez środków ochrony skóry — do 1 godz. Przebywanie bez maski przeciwgazowej w czasie 15 min powoduje ciężkie zatrucie. Bez

Opis sygnalizatora

PRZEZNACZENIE

334. Automatyczny sygnalizator skazeń GSP-1 służy do wykrywania w powietrzu środków trujących i promieniowania jądrowego. W chwili ich wykrycia sygnalizator podaje sygnały dźwiękowy i świetlny.

DANE TAKTYCZNO-TECHNICZNE

335. Sygnalizator przystosowany jest do pracy w temperaturach od -30 do $+40^{\circ}\text{C}$. Różnica między wskazaniami układu fotoelektrycznego a wskazaniami wzorca cechowania po 8—10 godz nieprzerwanej pracy przyrządu nie przekracza ± 10 działek skali diafragmy, licząc czas od chwili rozpoczęcia pracy.

Czułość wskaźnika promieniowania wynosi $0,1 \text{ R/h}$.

Czas nieprzerwanej pracy przyrządu wynosi:

— bez zmieniania lub ładowania źródła zasilania (akumulatory NKN-10) — do 8 godz;
— bez uzupełniania środków wskaźnikowych — nie mniej niż 8 godzin.

Sygnalizator obsługuje jeden żołnierz. Przygotowanie przyrządu do pracy nie przekracza 10 min. Czas gotowości przyrządu do pracy wynosi około 1 min.

Przyrząd może pracować w położeniu pionowym oraz pod kątem do 45° .

Objętość kropli wynosi $0,15 \pm 0,1 \text{ cm}^3$.

Przez przyrząd w czasie 1 min przepływa $1,5 \text{ cm}^3$ powietrza.

Jeden cykl pracy przyrządu trwa 5 min $\pm 10 \text{ s}$. Czas zmiany cyklu wynosi 5—8 s.

Sygnal świetlny przyrządu jest widoczny w nocy z odległości do 50 m.

Przyrząd jest odporny na wstrząsy. Ponadto konstrukcja przyrządu zapewnia jego szczelność uniemożliwiając dostanie się do wnętrza przyrządu pyłu i kropli.

Ciężar przyrządu wynosi 10 kg . Ciężar przyrządu z baterią akumulatorów NKN-10 nie przekracza 18 kg .

BUDOWA SYGNALIZATORA GSP-1

336. Sygnalizator skazeń GSP-1 składa się z następujących zasadniczych elementów:

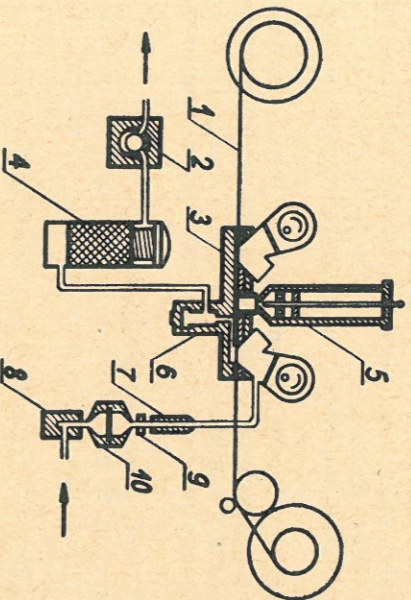
- 1) kadłub sygnalizatora,
- 2) płyta czołowa,
- 3) układ fotokomórek,

Nr i oznaczenie rurki oraz wykrywany związek trujący	Stężenia wymienione na etykietach kasetek	Rodzaj porażenia
	Śmiertelne $0,3 \text{ mg/dm}^3$	środków ochrony skóry nie wolno przebywać dłużej niż 15 min. Przebywanie bez maski przeciwgazowej w czasie 2—5 min powoduje śmierć, a bez środków ochrony skóry ciężkie porażenie.
RW-44: jeden czerwony pierścień i czerwona kropka; fosforoorganiczne środki trujące typu somanu	Bezpieczne $0,0000005 \text{ mg/dm}^3$ Niebezpieczne $0,00005 \text{ mg/dm}^3$	Można przebywać bez maski przeciwgazowej w czasie 3—4 godz. Można przebywać bez maski przeciwgazowej do 5 min.
RW-45: trzy zielone pierścienie; fosgen, dwulfosgen	Mato niebezpieczne $0,005—0,01 \text{ mg/dm}^3$ Bardzo niebezpieczne $0,15 \text{ mg/dm}^3$ Śmiertelne $1,5—3,0 \text{ mg/dm}^3$	Można przebywać bez maski przeciwgazowej do 1 godz. Przebywanie bez maski przeciwgazowej w czasie 15 min doprowadza do ciężkich zatruc. Przebywanie bez maski przeciwgazowej w czasie 2—5 min powoduje śmierć.
kwas pruski	Mato niebezpieczne $0,005—0,01 \text{ mg/dm}^3$ Bardzo niebezpieczne $0,1—0,2 \text{ mg/dm}^3$ Śmiertelne $0,4—0,8 \text{ mg/dm}^3$	Można przebywać bez maski przeciwgazowej do 30 min. Przebywanie bez maski przeciwgazowej w czasie 15 min doprowadza do ciężkich zatruc. Przebywanie bez maski przeciwgazowej w czasie 2—5 min powoduje śmierć.
chlorocyjan	Niebezpieczne $0,005—0,01 \text{ mg/dm}^3$ Bardzo niebezpieczne $0,1—0,2 \text{ mg/dm}^3$ Śmiertelne $0,4—0,8 \text{ mg/dm}^3$	Można przebywać bez maski przeciwgazowej do 5 min. Przebywanie bez maski przeciwgazowej w czasie 15 min doprowadza do ciężkich zatruc. Przebywanie bez maski przeciwgazowej w czasie 2—5 min powoduje śmierć.

- 4) mechanizm przesuwający taśmę,
- 5) mechanizm zegarowy,
- 6) pompa wirnikowa,
- 7) filtr,
- 8) wkraplacz,
- 9) wskaźnik przepływu i nabój ochronny,
- 10) blok elektryczny układu sterowania,
- 11) przetwornica,
- 12) woltomierz,
- 13) środki wskaźnikowe,
- 14) akumulatory,
- 15) opakowanie.

ZASADA DZIAŁANIA SYGNALIZATORA

337. Zasada działania sygnalizatora podczas wykrywania środków trujących oparta jest na pomiarze fotokolorymetrycznym taśmy wskaźnikowej po zwilżeniu jej odczynnikami i przejściu przez nią analizowanego powietrza.



Rys. 13. Schemat układu gazowego sygnalizatora GSP-1:
1 — taśma wskaźnikowa; 2 — pompa; 3 — komora reakcyjna;
4 — filtr; 5 — wkraplacz; 6 — pojemnik; 7 — wskaźnik przepływu (foliometr); 8 — wspornik; 9 — ładunek chlorujący; 10 — filtr ochronny

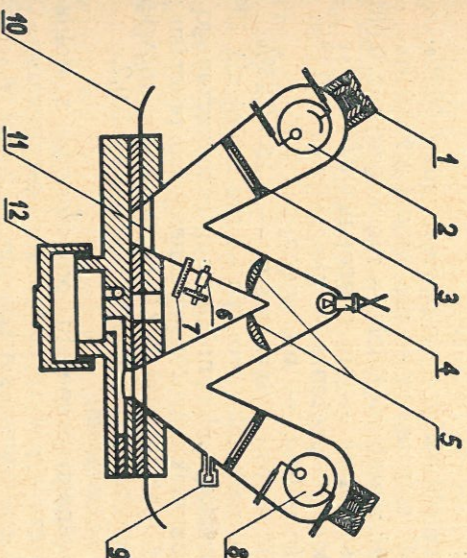
Do wykrywania promieniowania jądrowego służy licznik promieniowania z elektronowym urządzeniem wzmacniającym.

Wykrywanie środków trujących przeprowadzane jest w następujący sposób. Powietrze atmosferyczne zasysane do sygnalizatora pompką wirnikową (2) przepływa otworem wejściowym przez ładunek ochronny (10) z filtrem PDP-1, następnie przez nabój chlorujący (9) i wskaźnik przepływu (7) dostaje się do komory reak-

cyjnej (3), która stanowi część składową układu fotokomórek, po czym przechodzi przez taśmę (1) zwilżoną odczynnikami i przez krótki gumowy wąż przepływa do filtru (4), skąd pompa wyrzuca je na zewnątrz.

Filtr chroni pompkę wirnikową przed resztkami środka trującego i odczynnika, które prąd powietrza unosi z komory reakcyjnej. Schemat układu gazowego sygnalizatora GSP-1 przedstawiony jest na rysunku 13.

338. Układ fotokomórek (rys. 14) służy do rejestracji zmiany zabarwienia taśmy wskaźnikowej powstającego pod wpływem oddziaływania środka trującego z odczynnikami, którymi taśma została nasycona. Światło od lampki oświetlającej (4) przechodzi



Rys. 14. Układ fotokomórek sygnalizatora GSP-1:
1 — filtr osuszający; 2 — fotokomórka porównawcza; 3 — filtr świetlny; 4 — lampka oświetlająca; 5 — soczewki skupiające; 6 — diaphragm; 7 — skala diaphragmu; 8 — fotokomórka robocza; 9 — króciec; 10 — taśma; 11 — fotokomórka robocza; 12 — zbiorniczek

przez soczewki skupiające (5), po czym dwoma strumieniami pada na taśmę (10) i płytkę wzorcową (11) i odbija się na fotokomórki roboczą (8) i porównawczą (2). Oświetlenie powierzchni wzorcowej reguluje diaphragm (6) ze skalą (7). W celu zapewnienia stabilności pracy każda fotokomórka jest umieszczona w pojemniku oddzielonym od pozostałych części układu filtrem świetlnym (3). W górnej części pojemnika umieszczony jest filtr osuszający (1) do pochłaniania wilgoci dostającej się do wnętrza pojemnika. Na kadłubie pojemnika fotokomórki roboczej znajduje się króciec (9),

do którego podłączona jest rurka doprowadzająca powietrze od wskaźnika przepływu. Ta część układu fotokomórek jest jednocześnie górnią częścią komory reakcyjnej, gdzie badane powietrze reaguje z odczynnikiem na tasmie wskaźnikowej. Do dolnej części komory reakcyjnej przymocowany jest zbiorniczek (12), w którym zbierają się krople odczynnika porywane przez prąd powietrza przechodzącego przez tasmę.

Środki wskaźnikowe

ODCZYNNIK NR 1

339. Są to tabletki wykonane z adduktu mocznikowego wody utlenionej $\text{H}_2\text{O}_2 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{CO}$ cz.d.a. odpowiadającego następującym wymaganiom:

- zawartość chlorków — nie więcej niż 0,0050%/o;
- zawartość siarczanów — nie więcej niż 0,010%/o;
- zawartość metali ciężkich — nie więcej niż 0,0010%/o;
- zawartość żelaza — nie więcej niż 0,0010%/o;
- pozostałość po prażeniu — nie więcej niż 0,10%/o;
- zawartość wilgoci — nie więcej niż 0,50%/o;
- zawartość kwasu cytrynowego — 0,15—0,250%/o;
- zawartość nadtlenu wodoru — nie mniej niż 330%/o.

Pomiar ekstynkcji odczynnika nr 1 rozpuszczonego w omawianym niżej odczynniku nr 204 wykonany wg przepisu na oznaczenie stabilności (patrz punkt 342 C poświęcony omówieniu odczynnika nr 204) powinien dać wynik mniejszy od 0,2.

A. Badanie tożsamości:

a) 0,5 g badanego preparatu odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuszcza się w 10 cm^3 wody destylowanej. Do roztworu dodaje się 0,5 cm^3 kwasu siarkowego i 0,5 cm^3 50%/o roztworu dwuchromianu potasowego, przy czym pojawia się niebieskie zabarwienie. Następnie do roztworu dodaje się 5 cm^3 eteru etylowego i wytrząsa. Warstwa eterowa zabarwia się na kolor niebieski, a warstwa wodna na zielony.

b) 0,2 g preparatu odważonego z dokładnością do 0,01 g umieszcza się w parownicze porcelanowej i ostrożnie ogrzewa, przy czym wydziela się amoniak, a w parownicze pozostaje biały osad rozpuszczalny w wodzie (mocznik). Pozostałość rozpuszcza się w 5 cm^3 wody destylowanej, dodając 1 cm^3 1 n roztworu wodorotlenku sodowego i 1—2 krople 50%/o roztworu siarczanu miedziowego. Roztwór zabarwia się na kolor fioletowy.

B. Oznaczenie procentowej zawartości chlorków (Cl^-). 1 g badanego preparatu odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuszcza się w 20 cm^3 wody destylowanej. W razie potrzeby roztwór przesącza się i wykonuje oznaczenie wg PN/C-04518. Do roztworu porównawczego dodaje się 0,05 mg Cl^- .

C. Oznaczenie procentowej zawartości siarczanów (SO_4^{2-}). 2 g badanego preparatu odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuszcza się w 40 cm^3 wody destylowanej. W razie potrzeby roztwór przesącza się i wykonuje oznaczenie wg PN/C-04519. Do roztworu porównawczego dodaje się 0,20 mg SO_4^{2-} .

D. Oznaczenie procentowej zawartości metali ciężkich (Pb^{2+}).

1 g badanego preparatu odważonego z dokładnością do 0,01 g umieszcza się w parownicy platynowej, dodaje 1 cm^3 kwasu siarkowego cz.d.a. (1,84) i pozostawia do momentu zaprzestania wydzielenia się pęcherzyków tlenu. Następnie parownicę przenosi się początkowo na łaźnię wodną, a potem na piaskową w celu całkowitego rozkładu wody utlenionej, zwracając uwagę, aby reakcja rozkładu zachodziła łagodnie. Zawartość parownicy odparowuje się do zaniku dymów kwasu siarkowego i praży w czasie 5 min w temp. 800°C. Pozostałość po prażeniu zalewa się 2 cm^3 kwasu solnego cz.d.a. (1,12), ogrzewa zawartość na łaźni wodnej, przenosi roztwór do parownicy porcelanowej, dodaje 1 cm^3 kwasu azotowego cz.d.a. (1,15) i odparowuje na łaźni wodnej do sucha. Do pozostałości dodaje się 1 cm^3 kwasu solnego, ogrzewa na łaźni wodnej i przenosi do kolby stożkowej o pojemności 50 cm^3 . Parownicę spłukuje się wodą, którą łączy się z roztworem. Następnie roztwór zobojętnia się ostrożnie 10%/o roztworem wody amoniakalnej do reakcji słabo alkalicznej wobec papierka uniwersalnego, dodaje 1 cm^3 stężonego kwasu octowego cz.d.a., uzupełnia objętość wodą destylowaną do 25 cm^3 i dodaje 10 cm^3 wody siarkowodorowej świeżo przygotowanej wg PN/C06501. Badany preparat odpowiada wymaganiom, jeżeli powstałe zabarwienie w ciągu 10 min nie jest intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego zawierającego w tej samej objętości 1 cm^3 kwasu octowego, 10 cm^3 wody siarkowodorowej oraz 0,01 mg Pb^{2+} . 0,01 mg jonu Pb^{2+} zawarta jest w 1 cm^3 roztworu wzorcowego przygotowanego wg PN/C-06500 i rozcieńczonego w stosunku 10:1000.

E. Oznaczenie procentowej zawartości żelaza (Fe^{3+}). 1 g danej stałej wody utlenionej odważonej z dokładnością do 0,01 g umieszcza się w parownicy platynowej, dodaje 1 cm^3 kwasu siarkowego cz.d.a. (1,84) i pozostawia do momentu zaprzestania wydzielenia się pęcherzyków tlenu. Następnie parownicę przenosi się początkowo na łaźnię wodną, a potem na piaskową w celu całkowitego rozkładu wody utlenionej, zwracając uwagę, aby reakcja rozkładu zachodziła łagodnie. Zawartość parownicy odparowuje się do zaniku dymów kwasu siarkowego i praży w czasie 5 min w temp. 800°C. Pozostałość po prażeniu zalewa się 2 cm^3 kwasu solnego cz.d.a. (1,12), ogrzewa zawartość na łaźni wodnej, przenosi roztwór do parownicy porcelanowej, dodaje 1 cm^3 kwasu azoto-

wego cz.d.a. (1,15) i odparowuje na łaźni wodnej do sucha. Do pozostałości dodaje się 1 cm³ kwasu solnego, ogrzewa na łaźni wodnej i przenosi do kolby stożkowej o pojemności 50 cm³. Parownicę splukuje się wodą, którą łączy się z roztworem. Ogólna objętość roztworu powinna wynosić 15 cm³. Następnie dodaje się 2 cm³ 10⁰/₀ roztworu rodanku amonowego, 2 cm³ mieszaniny (1 : 1) alkoholu izoamylowego cz.d.a. i eteru etylowego FP IV i całość wytrząsa w rozdzielaczu. Badany ekstrakt przenosi się do próbówki kolorymetrycznej. Równocześnie przygotowuje się roztwór porównawczy. W tym celu do rozdzielacza wlewa się 10 cm³ wody destylowanej, roztwór wzorca zawierający 0,01 mg Fe³⁺, 1 cm³ kwasu solnego, 2 cm³ 10⁰/₀ roztworu rodanku amonowego oraz 2 cm³ mieszaniny (1 : 1) alkoholu izoamylowego i eteru. Roztwór wytrząsa się, a barwny ekstrakt przenosi do próbówki kolorymetrycznej. Badany preparat odpowiada wymaganiom, jeżeli powstałe różowe zabarwienie ekstraktu alkoholowo-eterowego nie będzie silniejsze od zabarwienia ekstraktu porównawczego, 0,01 mg jonu Fe³⁺ zawarta jest w 1 cm³ roztworu wzorcowego przygotowanego wg PN/C-06500 i rozcieńczonego w stosunku 10 : 1000. Rozcieńczony roztwór wzorcowy należy przygotować w dniu wykonywania analizy.

F. Oznaczenie procentowej zawartości pozostałości po prażeniu (jako SO₂). 1 g badanej stałej wody utlenionej odważonej z dokładnością do 0,01 g umieszcza się w wyprażonej i zważonej parownicy platynowej, dodaje 1 cm³ stężonego kwasu siarkowego i pozostawia do momentu zaprzestania burzliwego wydzielania się pęcherzyków tlenu. Następnie parownicę przenosi się na łaźnię wodną, ostrożnie prowadzi dalszy rozkład, po czym umieszcza na łaźni piaskowej i zawartość odparowuje do momentu zaniku dymów kwasu siarkowego. Następnie parownicę przenosi się do pieca i wypraża w temp. około 800°C do stałej masy. Badana stała woda utleniona odpowiada wymaganiom, jeżeli masa wyprażonej pozostałości nie przekracza 1 mg.

G. Oznaczenie procentowej zawartości wilgoci. W niewielkim naczynku wagowym wysuszonym w eksykatorze nad kwasem siarkowym w ciągu 5 godz. i zważonym z dokładnością do 0,0002 g umieszcza się 1 g badanej stałej wody utlenionej zważonej z dokładnością do 0,0002 g i suszy w tych samych warunkach w ciągu 5 godz. Procentowa zawartość wilgoci w próbce wyraża się wzorem:

$$W = \frac{m - m_1}{m} \cdot 100 \quad (\%),$$

gdzie: m — ciężar w gramach badanej próby przed suszeniem,
m₁ — ciężar w gramach badanej próby po wysuszeniu.

H. Oznaczenie procentowej zawartości kwasu cytrynowego. Około 2 g badanego preparatu odważonego z dokładnością do 0,0002 g rozpuszcza się w 20 cm³ wody destylowanej w kolbie stożkowej o pojemności 300 cm³, dodaje 3 krople 0,1⁰/₀ roztworu fenolfaleiny i miareczkuje z mikrobiurety 0,1 n roztworem wodorotlenku sodowego do powstania różowego zabarwienia. Procentowa zawartość kwasu cytrynowego w próbce wyraża się wzorem:

$$C = \frac{a \cdot 0,007005 \cdot 100}{N} \quad (\%),$$

gdzie: a — ilość cm³ ścisłe 0,1 n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania;

N — naważka w gramach badanej stałej wody utlenionej;

0,007005 — ilość gramów kwasu cytrynowego odpowiadająca 1 cm³ ścisłe 0,1 n roztworu wodorotlenku sodowego.

K. Oznaczenie procentowej zawartości nadtlenu wodoru. Około 0,2 g badanego preparatu odważonego z dokładnością do 0,0002 g rozpuszcza się w 20 cm³ wody destylowanej w kolbie stożkowej z doszlifowanym korkiem o pojemności 750 cm³ i dodaje 5 cm³ roztworu kwasu siarkowego oraz 10 cm³ 10⁰/₀ wodnego roztworu jodku potasowego. Mieszaninę pozostawia się w ciemnym miejscu na 30 min, po czym wydzielony jod odmiareczkuje się 0,1 n roztworem tiosiarczanu sodowego. Pod koniec miareczkowania dodaje się około 2 cm³ 10⁰/₀ roztworu skrobi. Procentowa zawartość nadtlenu wodoru w próbce wyraża się wzorem:

$$X = \frac{a \cdot 0,0017008 \cdot 100}{N} \quad (\%),$$

gdzie: a — ilość cm³ ścisłe 0,1 n roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania;

N — naważka w gramach badanej stałej wody utlenionej;

0,0017008 — ilość gramów wody utlenionej odpowiadająca 1 cm³ ścisłe 0,1 n roztworu tiosiarczanu sodowego.

ODCZYNNIK NR 2

340. Jest to chlorowodorek o-dwuazynidyny C₁₄H₁₆O₂N₂ · 2HCl

cz.d.a. odpowiadający następującym wymaganiom:

— wygląd zewnętrzny — biały kryształiczny proszek;

— zawartość procentowa — nie mniej niż 99,0⁰/₀;

— zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie — nie więcej niż 0,01^{0/0};
— pozostałość po prażeniu jako siarczan — nie więcej niż 0,05^{0/0};
— temp. topnienia wolnej zasady — 137—140°C (w przedziale 1,5°C).

Pomiar ekstynkcji roztworu wskaźnikowego (wykonanie roztworu wskaźnikowego patrz punkt — przygotowanie sygnałizatora do pracy) sporządzonego z udziałem badanego odczynnika nr 2 powinien dać wynik zgodnie z podpunktem D punktu poświęconego omówieniu badania zestawu środków wskaźnikowych.

A. Oznaczenie procentowej zawartości chlorowodoru o-dwuanizydyny. Około 0,3 g badanego chlorowodoru o-dwuanizydyny odważonego z dokładnością do 0,0002 g rozpuszcza się ogrzewając w temp. poniżej 40°C w 100 cm³ wody i 40 cm³ alkoholu etylowego. Następnie dodaje się 5 kropli roztworu czerwieńi obojętnej i miareczkuje 0,1 n roztworem wodorotlenku sodowego do żółtego zabarwienia. Procentowa zawartość chlorowodoru o-dwuanizydyny w próbce wyraża się wzorem:

$$X = \frac{a \cdot 0,015861 \cdot 100}{N} (\%),$$

gdzie: a — ilość cm³ ściśle 0,1 n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania;

N — naważka w gramach badanego chlorowodoru o-dwuanizydyny;

0,015861 — ilość gramów chlorowodoru o-dwuanizydyny odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1 n roztworu wodorotlenku sodowego.

B. Oznaczenie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 5 g badanego chlorowodoru o-dwuanizydyny odważonego z dokładnością do 0,01 g zalewa się w zlewce 500 cm³ wody i 2 cm³ kwasu solnego cz.d.a. (1,19) i ogrzewa na łaźni wodnej do całkowitego rozpuszczenia. Następnie roztwór przesącza się przez uprzednio zważony szklany tygiel do sączenia nr 4. Pozostałość w tyglu przemywa się gorącą wodą do zaniku reakcji na jon Cl i suszy w temperaturze 105—110°C do stałego ciężaru. Badany chlorowodorek o-dwuanizydyny odpowiada wymaganiom, jeżeli ciężar wysuszonej pozostałości nie przekroczy 0,5 mg.

C. Oznaczenie zawartości pozostałości po prażeniu w postaci siarczanów. 2 g badanego chlorowodoru o-dwuanizydyny odważonego z dokładnością do 0,005 g zwiłża się 0,05 cm³ kwasu siarkowego cz.d.a. (1,84) w uprzednio wyprażonym i zważonym tyglu porcelanowym lub kwarcowym i ogrzewa na łaźni płaskowej do

zaprzestania wydzielania się dymów kwasu siarkowego, a następnie prazy się do stałego ciężaru w temperaturze 500—600°C. Badany chlorowodorek o-dwuanizydyny odpowiada wymaganiom, jeżeli ciężar wyprażonej pozostałości nie przekroczy 1 mg.

D. Oznaczenie temperatury topnienia wolnej o-dwuanizydyny. Około 0,2 g badanego chlorowodoru o-dwuanizydyny rozpuszcza się na gorąco w 10 cm³ wody, dodaje 0,2 cm³ wody amoniakalnej cz.d.a. (0,91), chłodzi do temperatury pokojowej, filtruje krystaly i suszy je w temperaturze 105—110°C przez 2 godz. Temperaturę topnienia wolnej o-dwuanizydyny oznacza się według PN/C-04513.

ODCZYNNIK NR 203

341. Jest to roztwór o następującym składzie:

— 2 części obj. wody odmineralizowanej dodatkowo przegotowanej;

— 1 część obj. alkoholu metylowego CH₃OH cz.d.a. dodatkowo rektyfikowanego przed sporządzeniem roztworu.

ODCZYNNIK NR 204

342. Jest to roztwór o następującym składzie:

— 266 ±1 g alkoholu metylowego CH₃OH cz.d.a. dodatkowo rektyfikowanego przed sporządzeniem roztworu;

— 1,05 ±0,01 g tymolu C₁₀H₁₄O destylowanego z parą wodną nie wcześniej niż 3 miesiące przed sporządzeniem roztworu;

— 51 cm³ ściśle 1,0 n roztworu kwasu siarkowego H₂SO₄ cz.d.a.;
— woda odmineralizowana dodatkowo przegotowana w ilości uzupełniającej objętość roztworu do 1 dm³.

Odczynnik poddaje się badaniom na zawartość kwasu siarkowego, zawartość tymolu oraz stabilność wg podanych niżej metod:

A. Oznaczenie zawartości kwasu siarkowego. Do kolby stożkowej o pojemności 300 cm³ odmierza się 30 ±0,2 cm³ odczynnika, dodaje 50 cm³ wody destylowanej bez dwutlenku węgla i miareczkuje 0,1 n roztworem wodorotlenku sodowego wobec 0,02^{0/0} wodnego roztworu oranżu metylowego C₁₄H₁₄O₃N₃SNa. Na miareczkowanie próby powinno zużyć się 15,0—15,4 cm³ ściśle 0,1 n roztworu wodorotlenku sodowego.

B. Oznaczenie zawartości tymolu. Do kolby do bromowania o pojemności 300 cm³ odmierza się 30 ±0,2 cm³ odczynnika, 20 cm³ ściśle 0,1 n roztworu bromianu potasowego KBrO₃ cz.d.a., 5—10 cm³ około 2 n roztworu kwasu solnego oraz wssypuje się około 0,5 g bromku potasowego KBr cz.d.a. Kolbę przetrzymuje się przez 20 min w zaciemnionym miejscu. Następnie do zawartości kolby dodaje się 1 g jodku potasowego KI cz.d.a. i po skłóceniu miareczkuje się 0,1 n roztworem tiosiarczanu sodowego Na₂S₂O₃ cz.d.a.

11 — Badanie środków wskaźnikowych.

161

dotając pod koniec 1% roztworu skrobi rozpuszczonej ($C_6H_{10}O_5$)_n cz.d.a. Zawartość tympolu w próbce wyraża się wzorem:

$$X = (20 - a \cdot k) \cdot 3,755 \quad (\text{mg}),$$

gdzie: a — ilość cm^3 0,1 n roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania;
k — poprawka miana roztworu tiosiarczanu sodowego.
3,755 — ilość mg tympolu odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 0,1 n roztworu bromianu potasowego.

Odczynnik odpowiada wymaganiom, jeżeli w próbce znaleziono 28—35 mg tympolu.

C. **Oznaczenie stabilności:** Próbkę odczynnika o objętości około 20 cm^3 wygrzewa się w termostacie w temp. $40 \pm 2^\circ\text{C}$ przez 6 godz. Po wygrzaniu, a następnie ostygnięciu do temperatury pokojowej oznacza się ekstynkcję przy długości fali świetlnej 430 nm dla warstwy o grubości 2 cm. Odczynnik odpowiada wymaganiom, jeżeli współczynnik ekstynkcji oznaczony względem roztworu porównawczego sporządzonego z 2 części objętościowych wody odmineralizowanej i 1 części objętościowej alkoholu metylowego CH_3OH cz.d.a. nie będzie wyższy od 0,1.

TASMA WSKAZNIKOWA

243. Tasmę wskaźnikową stanowi tkanina bawełniana BT-144, nieświecąca w świetle ultrafioletowym, dodatkowo oczyszczona zgodnie z procesem technologicznym i nasyciona roztworem buforowym sporządzonym z:

- 77 g fosforanu dwusodowego $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ cz.d.a.;
- 25,3 g bezwodnego węglańu sodowego Na_2CO_3 cz.d.a.;
- 0,6 g soli dwusodowej kwasu etylenodwumiaminoczwierocowego (wersenianu dwusodowego) $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_8\text{N}_2\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ cz.d.a.;
- wody odmineralizowanej w ilości uzupełniającej objętość roztworu do 1 dm^3 .

Nasycona tkanina wysuszona do stałej wagi w temperaturze pokojowej powinna posiadać pojemność buforową w przedziale 8,5—9,5 cm^3 ściśle 0,1 n roztworu kwasu solnego HCl cz.d.a. w przeliczeniu na 1 g tkaniny oraz białość oznaczoną na automatycznym sygnalizatorze skażeń GSP-1M wynoszącą minimum 400 działek na układzie fotoelektrycznym w chwili zadziałania sygnalizacji przyrzędu.

Oznaczenie pojemności buforowej wykonuje się w następujący sposób. Skrawek tkaniny o powierzchni około 60 cm^2 waży się z dokładnością do 0,002 g i wkłada do zlewki o pojemności około 400 cm^3 zawierającej 100 cm^3 wody odmineralizowanej dodatkowo

przegotowanej (w celu usunięcia CO_2). Zawartość zlewki miareczkuje się 0,1 n roztworem kwasu solnego HCl cz.d.a. wobec 0,02% wodnego roztworu oranżu metylowego $\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{O}_8\text{N}_2\text{SNa}$.

Pojemność buforowa wyraża się wzorem:

$$B = \frac{a \cdot k}{N} \quad (\text{cm}^3/\text{g}),$$

gdzie: a — ilość cm^3 0,1 n roztworu kwasu solnego zużytego do miareczkowania;

k — poprawka miana roztworu kwasu solnego;

N — naważka tkaniny w gramach.

Tasma wskaźnikowa to tkanina spełniająca powyższe warunki pocięta na pasy długości 2,5 \pm 0,1 m i szerokości 23 \pm 1 mm.

NABÓJ CHLORUJĄCY

344. Jest to umieszczony w obudowie żel krzemionkowy szero-koporowaty nasycony wodnym roztworem monochloroaminy T $\text{C}_7\text{H}_7\text{SO}_2\text{NClNa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ cz. i węglanu sodowo-potasowego KNaCO_3 cz.

Masę chlorującą wykonuje się w następujący sposób. 100 g aktywowanego żelu krzemionkowego trawionego kwasem solnym o nasiąkliwości nie mniejszej od 80%/o nasycy się roztworem zawierającym 2,4 g monochloroaminy T i 6 g węglanu sodowo-potasowego w 120 cm^3 wody odmineralizowanej. Nasycony żel krzemionkowy suszy się następująco:

- przez nagrzewanie w ciągu 20—30 min do temp. 70°C ;
- przez wygrzewanie w ciągu 1 godz w temp. 70 — 80°C ;
- przez wygrzewanie w ciągu 1 godz w temp. 80 — 90°C ;
- przez wygrzewanie w ciągu 2,5 godz w temp. 90 — 105°C .

Gotowa masa chlorująca barwy białej nie powinna posiadać żółtego odcienia. Wilgotność jej oznaczona jako strata ciężaru przy suszeniu w temp. 105°C nie powinna przekraczać 1%/o.

U w a g i:

- monochloroamina T powinna być przed użyciem dwukrotnie przekryształowana z wody;
- dla zabezpieczenia równomiernego nasycenia żelu krzemionkowego zewala się na zwiększenie objętości roztworu przez dodanie wody odmineralizowanej.

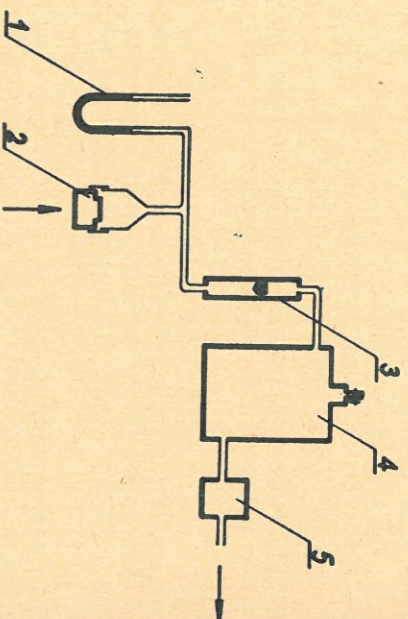
Gotowy nabój chlorujący przy przepływie powietrza z prędkością 1,5 dm^3/min powinien wykazywać opór w granicach 50—70 mm H_2O . Badanie oporu przeprowadza się przy użyciu urządzenia przedstawionego na rysunku 15.

345. Żel krzemionkowy używany do wykonywania masy chłującej powinien odpowiadać następującym wymaganiom:

— powinien przechodzić przez sito z oczkami kwadratowymi 0,3 mm, a zatrzymywać się na sicie z oczkami 0,2 mm;

— w masie silikażel aktywowany powinien mieć barwę białą, a poszczególne ziarna wygląd szklisto matowy lub matowy;

— kwasowość aktywowanego silikażelu nie powinna przekraczać 0,05% w przeliczeniu na kwas solny;



Rys. 15. Aparatura do badania oporu naboju chlorującego do GSP-1:
1 — manometr; 2 — nabój chlorujący; 3 — rotametr; 4 — butla manostatująca; 5 — pompa ssąca

— zdolność adsorpcyjna silikażelu aktywowanego wobec pary benzenu powinna być nie mniejsza niż 50%/o;

— straty prażenia silikażelu aktywowanego nie powinny być większe niż 30%/o;

— zdolność pochłaniania wody (chłonność) silikażelu aktywowanego nie powinna być mniejsza niż 50%/o.

Analizy przeprowadza się w następujący sposób:

A. Oznaczenie kwasowości. Naważkę silikażelu w ilości 5 g odważoną z dokładnością do 0,01 g umieszcza się w kolbie o pojemności 100 cm³, zalewa 50 cm³ wody odmineralizowanej, uprzednio ogrzanej do wrzenia, ustawia na wrzącej łaźni wodnej i ogrzewa przez 1 godz. Po skończonym ogrzewaniu zawartość kolby przelęwa się do kolby stożkowej o pojemności 100 cm³, a pozostały silikażel przemycwa dwukrotnie 30 cm³ gorącej wody odmineralizowanej dołączając wodę z przemycia do zasadniczego roztworu. Następnie roztwór miareczkuje się na gorąco 0,01 n roztworem

wodorotlenku sodowego NaOH cz.d.a. wobec 1% alkoholowego roztworu fenolofaleiny C₂₀H₁₄O₄ do wystąpienia trwałego (w ciągu 1 min) różowego zabarwienia. Kwasowość określona w procentach w przeliczeniu na kwas solny wyraża się wzorem:

$$K = \frac{a \cdot k \cdot 0,000365 \cdot 100}{N} (\%),$$

gdzie: a — ilość cm³ 0,01 n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania;

k — poprawka miana roztworu wodorotlenku sodowego;

N — naważka silikażelu w gramach;

0,000365 — ilość kwasu solnego wyrażona w gramach odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,01 n roztworu wodorotlenku sodowego.

B. Oznaczenie zdolności adsorpcyjnej na benzen. Naważkę silikażelu w ilości 0,1—0,2 g odważoną z dokładnością do 0,001 g umieszcza się w rurce szklanej pomiędzy dwoma niewielkimi tamponami z waty. Napełnioną w ten sposób rurkę waży się i podłącza jednym końcem do pęczki Drechsla napełnionej do 1/3 objętości benzenem C₆H₆ cz.d.a., a drugim końcem poprzez rotametr i butlę manostatującą do pompy próżniowej. Przez układ przesyła się powietrze z prędkością 0,5—1 dm³/min do momentu ustalenia się stałego ciężaru rurki z silikażelem, co zwykle osiąga się w czasie 60 min. Zdolność adsorpcyjna silikażelu określona w procentach wyraża się wzorem:

$$S = \frac{m_1 - m}{N} \cdot 100 (\%),$$

gdzie: m — ciężar w gramach rurki z silikażelem przed nasyceniem benzenem;

m₁ — ciężar w gramach rurki z silikażelem po nasyceniu benzenem;

N — naważka silikażelu w gramach.

C. Oznaczenie strat prażenia. Naważkę silikażelu w ilości około 5 g odważoną z dokładnością do 0,01 g umieszcza się w parownicy porcelanowej i praży w piecu muflowym w temp. 400—500°C w ciągu 1 godz. Następnie silikażel z parownicy waży się po uprzednim ochłodzeniu go w ekscyktorze nad wyprażonym wę-

głanem potasu K_2CO_3 cz. Straty prażenia określone w procentach wyrażają się wzorem:

$$P = \frac{m - m_1}{m} \cdot 100 (\%),$$

gdzie: m — ciężar w gramach silikażelu przed prażeniem;
 m_1 — ciężar w gramach silikażelu po prażeniu.

D. Oznaczenie zdolności pochłaniania wody (chłonności). Naważkę silikażelu aktywowanego w ilości około 3 g odważoną z dokładnością do 0,01 g umieszcza się w stoiku lub zlewce szklanej i dolewa porcjami po 3 krople 0,01% wodny roztwór błękitu metylenowego $C_{16}H_{18}N_3SCL$. Po dodaniu każdej porcji roztworu silikażel miesza się przeciekaniem szklanym. Dolewanie roztworu prowadzi się tak długo, aż na dnie stoika wszystkie ziarna zabarwią się, a sam silikażel nie straci sypkości.

Zdolność pochłaniania wody przez silikażel określoną w procentach wyraża się wzorem:

$$W = \frac{a}{N} \cdot 100 (\%),$$

gdzie: a — ilość cm^3 roztworu barwnika zużyta do zwilżenia silikażelu;

N — naważka silikażelu w gramach.

FILTR PDF-1

346. Filtry PDF-1 służą do oczyszczania powietrza wpływającego do układu gazowego sygnalizatora z pyłów i zawiesin.

WZORZEC BARWNY DO CECHOWANIA

347. Jest to karton rysunkowy o wymiarach $55 \pm 5 \times 110 \pm 5$ mm którego powierzchnia do około połowy wysokości zabarwiona jest roztworem barwnym składającym się z:

- wody odmineralizowanej;
- zółcieni metanilowej $C_{18}H_{14}O_3N_3SNa$;
- eozyny żółtawej rozpuszczalnej w wodzie $C_{20}H_6O_3Br_4Na_2$.

Przydatność wzorca powinna być sprawdzona na automatycznym sygnalizatorze skażeń GSP-1M. Za przydatne uważa się wzorce, które powodują zadziałanie sygnalizacji przy urządzeniu układu fotoelektrycznego wynoszącym 270 ± 20 działek.

Przygotowanie sygnalizatora do pracy

348. Przygotowanie sygnalizatora do pracy wykonuje się w następującej kolejności. Po otworzeniu przyrządu przemyma się komorę reakcyjną watą zwilżoną odczynnikiem nr 203, a następnie przeciera watą suchą. Zakłada się walec z taśmą wskaźnikową i wstawia nabój chlorujący. Następnie wymontowuje się z przyrządu nabój ochronny, wkłada do niego filtr PDF-1 barwnymi kroplami ku dółowi, dokładnie składa nabój i wstawia do przyrządu. Cechuje się sygnalizator wg wzorca barwnego. Następnie przygotowuje się roztwór wskaźnikowy. W tym celu wymymuje się z folki 3 tabletki odczynnika nr 1 (górnej tabletki nie używa się!), wkłada się je do torebki po użytym filtrze PDF-1 i rozgniatą na proszek, przyciskając je stoikiem na roztwór wskaźnikowy. Proszek przesypuje się do wymienionego stoika. Następnie otwiera się butelkę z odczynnikiem nr 204 i przelewa zawartość do stoika. Całość dokładnie miesza się do momentu rozpuszczenia, wysypuje odczynnik nr 2 po uprzednim otworzeniu ampułki i ponownie miesza do całkowitego rozpuszczenia. Przygotowany w ten sposób roztwór, który powinien być bezbarwny i klarowny, przelewa się do wkraplacza przemylego odczynnikiem nr 203. Następnie wkraplacz mocuje się w gnieździe przyrządu i sprawdza wielkość kropli. Opróżniony stoik na roztwór wskaźnikowy dokładnie myje się odczynnikiem nr 203. Przed powtórnym napełnieniem stoik należy ponownie wymymć odczynnikiem nr 203 i wymienić w nim podkładkę polietylenową.

Uwaga. W temp. $+40^\circ C$ roztwór wskaźnikowy może być używany w ciągu 6—8 godz. Po tym czasie roztwór należy wymienić na świeżo przygotowany.

Badanie zestawu środków wskaźnikowych

349. Ślepa próba zestawu. Zgodnie z zamieszczonym uprzednio punktem wykonuje się roztwór wskaźnikowy i przygotowuje sygnalizator do pracy. Włączony przyrząd pozostawia się w temperaturze pokojowej na 6-godzinny okres pracy. Wynik próby uważa się za pozytywny, jeżeli w ciągu tego czasu nie pojawi się sygnał wskazujący o obecności środków trujących.

350. Ślepa próba w podwyższonej temperaturze. Badanie przeprowadza się jak wyżej, lecz w temperaturze $40 \pm 2^\circ C$.

351. Próba indykacji roztworu wskaźnikowego. Przygotowuje się roztwór wskaźnikowy i wlewa po 10 cm^3 do dwu probówek. Do jednej z nich wlewa się około 50 mg p-toluenosulfochloroku $C_7H_7SO_2Cl$ czystego świeżo przekrystalizowanego z alkoholu etylowego C_2H_5OH rekrystalizowanego. Po 10 min sprawdza się wystąpienie zabarwienia w próbówce zawierającej p-toluenosulfochlorok.

Próbkę uważa się za pozytywną, jeżeli roztwór odmiesienia nie zmienił barwy, a roztwór z p-toluenosulfochlorkiem wykazuje widoczną zmianę barwy. Stosowany do próby p-toluenosulfochlorek powinien być biały z dopuszczalnym żółtym odcieniem.

352. Pomiar ekstynkcji roztworu wskaźnikowego. Przygotowuje się roztwór wskaźnikowy i wlewa do kuwety taką jego ilość, by grubość warstwy wynosiła 2 cm. Następnie mierzy się jego ekstynkcję przy długości fali świetlnej 430 nm, stosując jako roztwór odniesienia mieszaninę alkoholu metylowego CH_3OH cz.d.a. z wodą odnierzalowaną w stosunku 1 : 2 objętościowo. Współczynnik ekstynkcji roztworu wskaźnikowego nie powinien przekraczać wartości 0,3. Roztwór wskaźnikowy spełniający powyższy warunek termostatuje się w ciągu 6 godz w temp. $40 \pm 2^\circ\text{C}$. Po ostygnięciu roztworu mierzy się jego ekstynkcję w podany wyżej sposób. Współczynnik ekstynkcji nie powinien przekraczać wartości 0,8.

353. Próba czułości zestawu. Stosuje się jeden z podanych niżej sposobów wykonania próby:

A. Zgodnie z zamieszczonym uprzednio punktem wykonuje się roztwór wskaźnikowy i przygotowuje sygnalizator do pracy. Do króćca wlotowego przyrządu podłącza się płuczkę, w której znajduje się 1 g p-toluenosulfochloru $\text{C}_7\text{H}_7\text{O}_2\text{SO}_3\text{Cl}$. Następnie uruchamia się sygnalizator i przesyła powietrze do chwili zadziałania sygnatu alarmowego. Po zadziałaniu sygnatu należy odczekać dwa cykle i następnie stoperem mierzy się czas pojawienia sygnatu w trzech kolejnych cyklach pracy przyrządu. Sygnał powinien pojawić się w czasie nieprzekraczającym 3 min i 45 s (225 s).

B. W komorze statycznej opisanej w rozdz. II wytwarza się stężenie sarinu 0,003 mg/dm³ powietrza. Stosowany sarin powinien zawierać nie mniej niż 90% substancji podstawowej. Skażenie powietrza w komorze przeprowadza się następująco: nawazkę sarinu w ilości 300—350 mg odważoną z dokładnością do 0,2 mg przenosi się ilościowo do kolby miarowej o pojemności 50 cm³ i uzupełnia objętość kolby do kreski alkoholem metylowym CH_3OH cz.d.a. Ilość mg sarinu zawarta w 1 cm³ otrzymanego roztworu wyraża się wzorem:

$$C = \frac{N \cdot X}{100 \cdot 50} \quad (\text{mg/cm}^3)$$

gdzie: N — nawazka sarinu w mg;
X — zawartość substancji podstawowej w posiadanych sarinie wyrażona w procentach.

Metoda określenia zawartości substancji podstawowej w sarinie opisana jest w pkt. 280 „Badanie rurki wskaźnikowej RW-32”.

Ze względu na zabezpieczenie przed możliwością strat sarinu w komorze spowodowanych ewentualną adsorpcją na ścianach, wylizaną ilość sarinu konieczną do uzyskania stężenia 0,003 mg/cm³ należy zwiększyć o 20%. Powietrze zawarte w komorze statycznej o objętości 2025 dm³ należy więc skażać:

$$2025 \cdot 0,003 + 2025 \cdot 0,003 \cdot \frac{20}{100} = 7,29 \text{ mg sarinu } 100\%.$$

Konieczna ilość roztworu zawierająca wymienioną ilość sarinu wyraża się wzorem:

$$R = \frac{7,29}{C} \quad (\text{cm}^3),$$

gdzie: C — ilość mg sarinu zawarta w 1 cm³ omawianego roztworu.

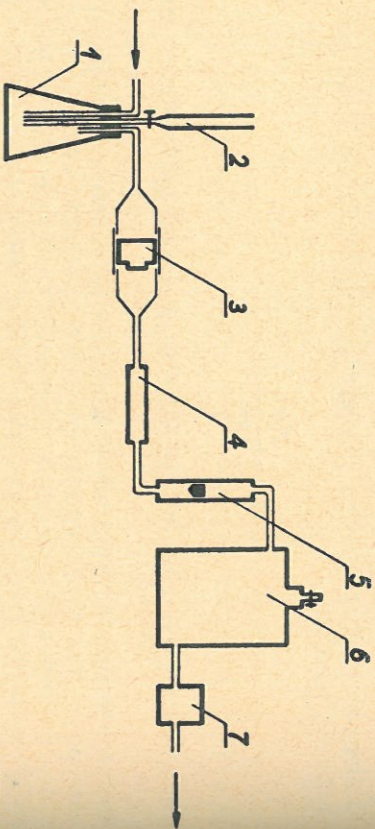
Roztwór sarinu rozpyla się w komorze za pomocą silnego strumienia powietrza przepływającego przez specjalny rozpylacz podłączony do jednego z króćców komory. Następnie nie wyjmując rozpylacza przemiywa się go taką ilością alkoholu metylowego cz.d.a., aby sumaryczna ilość użytego roztworu nie przekroczyła 5 cm³. Mieszadło komory powinno pracować bez przerwy zarówno w czasie rozpylania roztworu, jak i w czasie badań.

Po skażeniu powietrza w komorze sprawdza się, czy powstałe stężenie ST jest równe założonemu, tzn. czy wynosi 0,003 mg/dm³. Ilościowe oznaczenie sarinu zawartego w komorze wykonuje się wg metodyki zamieszczonej w punkcie „Badanie własności indukcyjnych rurki RW-44” z tą tylko różnicą, że pobieranie próbki skażonego powietrza prowadzi się w czasie 5 min przy przepływie z prędkością 1 dm³/min.

Jeżeli wyznaczone powyższą metodą stężenie sarinu w komorze jest równe założonemu, należy środek trujący z komory usunąć, napełnić ją ponownie i rozpocząć badania czułości zestawu środków wskaźnikowych. Jeśli wyznaczona wartość stężenia sarinu jest różna od założonej, ponowne napełnienie przeprowadza się po uwzględnieniu poprawek.

Badania czułości zestawu środków wskaźnikowych przeprowadza się po zmontowaniu układu przedstawionego w rozdz. II na rys. 4, gdzie w miejsce rurki wskaźnikowej wstawiony jest przygotowany do pracy przyrząd GSP-1. Badanie polega na tym, że stoperem mierzy się czas pojawienia się sygnatu alarmowego w 3, 4 i 5 cyklu pracy przyrządu. Sygnał powinien pojawić się w czasie nie przekraczającym 3 min i 45 s (225 s).

354. Próba przydatności naboju chlorującego. Pod dobrze działającym wyciągiem montuje się układ dynamiczny wg schematu przedstawionego na rys. 16. Na dno kolby (1) wlewa się 2—3 cm³ stężonego kwasu siarkowego H₂SO₄ cz.d.a. Następnie przygotowuje się roztwór cyjanku sodowego NaCN cz.d.a. w wodzie odmineralizowanej o stężeniu 0,010 mg jonu CN⁻ w 1 cm³. Około 5 cm³ przygotowanego roztworu wlewa się do zamkniętego wkraplacza (2) i po uruchomieniu pompy (7) przesyła przez układ cyfrowy powietrze z prędkością 1,5 dm³/min w czasie 4 godz. Następnie



Rys. 16. Aparatura do badania czułości naboju chlorującego do GSP-1: 1 — kolba stożkowa o pojemności 100 cm³ do wytworzenia HCN; 2 — wkraplacz; 3 — rurka wskaźnikowa RW-45; 4 — rurka wskaźnikowa RW-45; 5 — rotametr; 6 — butla manometryczna; 7 — pompa ssąca

nie z wkraplacza zlewa się 0,5 cm³ roztworu cyjanku sodowego do kolby z kwasem siarkowym i doprowadza temp. łaźni wodnej do 40°C. Po 2 min wlewa się nową porcję 0,5 cm³ roztworu cyjanku sodowego. Czynność tę powtarza się jeszcze trzykrotnie w tych samych odstępach czasu wprowadzając do kwasu siarkowego łącznie 2,5 cm³ roztworu cyjanku sodowego. Nabój chlorujący uważa się za odpowiadający wymaganiom, jeżeli rurka wskaźnikowa RW-45 w czasie nie dłuższym od 3 min (licząc od momentu dodania ostatniej porcji roztworu cyjanku sodowego) wykaże indykację warstwy na chlorowocyanid.

AUTOMATYCZNY SYGNALIZATOR SKAZEŃ GSP-11

Opis sygnalizatora

PRZEZNACZENIE

355. Automatyczny sygnalizator skażeń GSP-11 służy do wykrywania w powietrzu fosforoorganicznych środków trujących. W chwili ich wykrycia sygnalizator podaje sygnał dźwiękowy i świetlny.

Przyrząd zamocowuje się w specjalnych uchwytach amortyzujących w pojazdach rozpoznania skażeń.

DANE TAKTYCZNO-TECHNICZNE

356. Sygnalizator przystosowany jest do pracy w temperaturach —40°C do +40°C.

Sygnalizator zasilany jest z baterii akumulatorów KN-22 o napięciu 9,6 V. Układ termostatujący zasilany jest z sieci pokładowej pojazdu o napięciu 12 V. Moc pobierana przez grzejniki wynosi 120—140 W.

Czas nieprzerwanej pracy przyrządu bez zmieniania lub ładowania źródeł zasilania wynosi:

- w normalnej temperaturze — nie mniej niż 6 godz.;
- w temperaturze 0°C — 3—4 godz.;
- w temperaturze —40°C — 1 godz.

Sygnalizator posiada dwa podzakresy czułości w stosunku do środków trujących. Dane techniczne przyrządu dla każdego podzakresu przedstawia tabela 6.

Tabela 6

Dane techniczne	I podzakres	II podzakres
Czas od chwili przepłynięcia przez przyrząd skażonego powietrza do chwili podania sygnału o obecności ST	60—80 s	5—8 min
Czas cyklu pracy	24±2 s	2 min ± 30 s
Czas włączenia układu tryatronu	20±2 s	20±2 s
Prędkość przepływu powietrza	0,7—1 dm ³ /min	0,5—0,7 dm ³ /min
Czas pracy przyrządu przy jednorazowym napełnieniu środkami wskaźnikowymi	2 godz	10—12 godz

Cechowanie układu fotoelektrycznego przyrządu przeprowadza się za pomocą barwnego filtra świetlnego. Różnica między wskazaniami układu fotoelektrycznego w obecności i nieobecności filtra po 12 godz nieprzerwanej pracy przyrządu nie przekracza ±25% wskazań na skali cechowania. Długość taśmy zwilżona jedną porcją roztworu podawanego z wkraplacza wynosi 18—22 mm.

Analizowane powietrze ogrzewane jest do temperatury 20—40°C przy temperaturze otoczenia niższej od 10°C. Temperatura we wnętrzu przyrządu (przy temperaturze otoczenia niższej od 25°C) utrzymywana jest automatycznie w granicach 28—38°C.

Czas potrzebny na ogrzanie wnętrza przyrządu do temperatury pracy jest nie dłuższy od:

- 1 godz przy temperaturze otoczenia 0°C;
- 3 godz przy temperaturze otoczenia —40°C.

Sygnalizator obsługuje jeden żołnierz. Przygotowanie przyrządu do pracy nie przekracza 20—30 min bez wliczania czasu potrzebnego do ogrzania wnętrza przyrządu do temperatury pracy. Czas potrzebny na ponowne napełnienie przyrządu środkami wskaźnikowymi nie przekracza 10 min. Czas wymiany naboju ochronnego nie przekracza 30 s. Przyrząd przystosowany jest do pracy w położeniu pionowym. Dopuszcza się krótkotrwałe nachylenie przyrządu w czasie pracy pod kątem 45° w stosunku do położenia pionowego.

Kadłuby sygnalizatora skażeń i pulpitu sygnalizacji wynoszącej są szczelne i chronią ich wnętrza przed dostaniem się kropli i pyłu.

Cieężar elementów przyrządu wynosi:

- przyrządu pomiarowego — 12,0 kg;
- pulpitu sygnalizacji wynoszącej — 0,5 kg;
- skrzyńki z akumulatorami — 15,0 kg;
- zestawu środków wskaźnikowych — 2,0 kg.

BUDOWA SYGNALIZATORA

357. Sygnalizator skażeń GSP-11 składa się z następujących zasadniczych elementów:

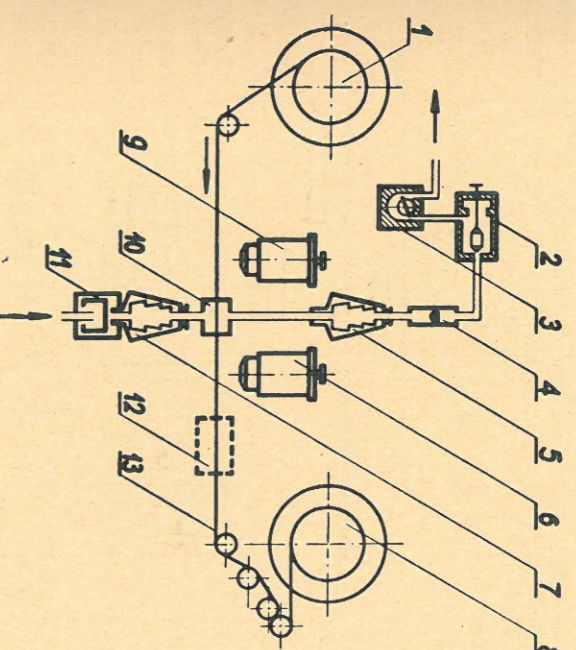
- 1) kadłub sygnalizatora,
- 2) płyta czołowa,
- 3) blok elektroniczny układu sterowania,
- 4) wkraplacze,
- 5) pompka wirnikowa,
- 6) szpulki z taśmą wskaźnikową,
- 7) wskaźnik przepływu,
- 8) dyfuzor z nabojem ochronnym,
- 9) pulpitu sygnalizacji wynoszącej,
- 10) akumulatory,
- 11) środki wskaźnikowe,
- 12) opakowanie.

ZASADA DZIAŁANIA SYGNALIZATORA

358. Zasada działania sygnalizatora podczas wykrywania fosforoorganicznych środków trujących oparta jest na pomiarze fotokolorymetrycznym taśmy wskaźnikowej po zwilżeniu jej odczyn-

nikami i przejściu przez nią analizowanego powietrza. W czasie pracy przyrządu każdy fragment taśmy wskaźnikowej podlega następującym operacjom:

- zwilżenie taśmy roztworem nr 1 (bezbarnym);
- przessanie analizowanego powietrza przez zwilżony fragment taśmy w czasie 20 ± 2 s na I podzakresie i 2 min ± 30 s na II podzakresie czułości;



Rys. 17. Schemat układu gazowego sygnalizatora GSP-11:

1 — szpulka z taśmą wskaźnikową; 2 — zawór regulacji ilości powietrza przepływającego przez układ; 3 — pompka wirnikowa; 4 — wskaźnik przepływu (totamet); 5 — filtr z aktywowaną krzemionką; 6 — wkraplacz z czerwonym odczynnikiem; 7 — nabój ochronny; 8 — szpulka ze zużytą taśmą wskaźnikową; 9 — wkraplacz z bezbarwnym odczynnikiem; 10 — komora reakcyjna z mechanizmem zaciskającym taśmę; 11 — dyfuzor z grzejnikiem powietrza; 12 — układ fotoelektryczny; 13 — taśma wskaźnikowa

— odczekanie (inkubacja) po przessaniu powietrza w czasie 20 ± 2 s na I podzakresie i 2 min ± 30 s na II podzakresie;

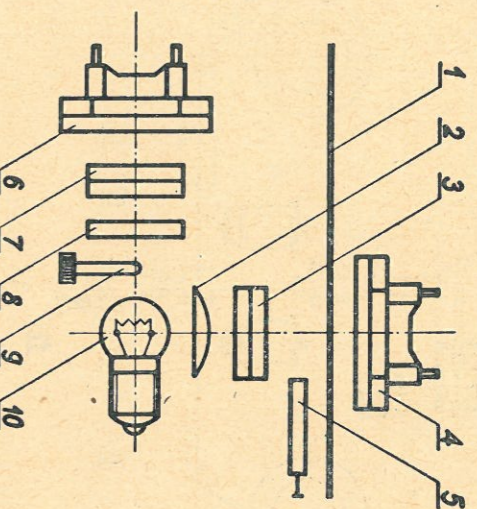
— zwilżenie analizowanego fragmentu taśmy roztworem nr 2 (czerwonym);

— włączenie układu fotokolorymetrycznego i analizowanie taśmy w czasie 20 ± 2 s po zwilżeniu jej czerwonym roztworem.

W wypadku obecności w powietrzu FoST czerwone zabarwienie taśmy nie zmienia się w czasie jej analizowania, w wypadku nieobecności — zmienia się w żółte.

Do podawania sygnałów o obecności FoST w powietrzu służy układ fotoelektryczny, który w czasie analizowania taśmy rejestruje obecność czerwonej plamy na badanym fragmencie taśmy i poprzez układ sterowania powoduje włączenie sygnalizacji świetlnej i dźwiękowej. Cechowanie układu fotoelektrycznego przyrządu przeprowadza się za pomocą filtru świetlnego i opornika.

Wykrywanie fosforoorganicznych środków trujących przeprowadzane jest w następujący sposób. Powietrze atmosferyczne zasysane do sygnalizatora pompką wirnikową (3) przepływa przez dyfuzor z grzejnikiem (11) i nabój ochronny (7) do komory reak-



Rys. 18. Schemat układu optycznego sygnalizatora GSP-11:

1 — taśma wskaźnikowa; 2 — soczewki skupiające; 3 — barwny filtr świetlny; 4 — fotoopornik roboczy; 5 — filtr świetlny do cechowania; 6 — fotoopornik porównawczy; 7 — barwny filtr świetlny; 8 — matowa płytkę; 9 — śruba do fabrycznego cechowania; 10 — lampka oświetlająca

cyjnej (10). Następnie przenika przez zwilżony bezbarwnym odczynnikiem z wkraplacza (9) fragment taśmy wskaźnikowej (13) i poprzez filtr (5) z aktywowaną krzemionką, wskaźnik przepływu (4) oraz zawór (2) dopływa do pompki wirnikowej (3), która wyrzuca je na zewnątrz. Filtr z aktywowaną krzemionką chroni pompkę wirnikową przed resztkami środka trującego i odczynnika, które prąd powietrza unosi z komory reakcyjnej. Schemat układu gazowego sygnalizatora GSP-11 przedstawiony jest na rysunku 17.

359. Układ optyczny (rys. 18) służy do rejestracji wystąpienia czerwonego zabarwienia taśmy w wypadku obecności FoST w ana-

lizowanym powietrzu oraz do rejestracji wystąpienia żółtego zabarwienia — w przypadku ich nieobecności. Światło od lampki oświetlającej (10) jednym strumieniem przechodzi przez soczewki skupiające (2) i pada na fotoopornik roboczy (4), a drugim strumieniem przechodzi przez matową płytkę (8) i pada na fotoopornik porównawczy (6). W celu zwiększenia czułości fotooporników umieszczone są przed nimi specjalne barwne filtry świetlne (3) i (7). Do cechowania przyrządu służy filtr świetlny (5), który łącznie z taśmą wskaźnikową (1) stanowi wzorzec odpowiadający zabarwieniu taśmy wskaźnikowej powstającemu w obecności FoST. Filtr ten ustawia się pod fotoopornikiem roboczym po naciśnięciu przycisku. Śruba (9) służy do fabrycznego cechowania przyrządu, które polega na zaciemnieniu fotoopornika porównawczego o wielkość odpowiadającą zaciemnieniu fotoopornika roboczego wywołaną przez suchą taśmę wskaźnikową i filtr świetlny.

OPCZYNNIK NR 1

Środki wskaźnikowe

360. Jest to suchy preparat esteryzacji cholinowej, którego jeden miligram posiada aktywność 8,6 jednostek międzynarodowych. W jednym opakowaniu (buteleczka) znajduje się 85 mg preparatu. Esteraza cholinowa zawarta w surowicy krwi końskiej jest białkowym enzymem katalizującym hydrolityczny rozpad esterów cholinylu. Z największą prędkością katalizuje ona hydrolizę jodku butyrylocholinylu.

W zależności od aktywności suche preparaty esteryzacji cholinowej dzieli się na następujące klasy:

Klasa	I	II	III	IV
Aktywność w jednostkach międzynarodowych (E)	25—12,6	12,5—9,4	9,3—6,3	6,2—5,1
Aktywność w jednostkach absolutnych (A)	400—201	200—151	150—101	100—81
Klasa	V	VI	VII	VIII
Aktywność (E)	5,0—1,9	1,8—0,4	0,3—0,065	
Aktywność (A)	80—31	30—6	5—1	

Definicje jednostek aktywności podane zostaną niżej podczas omawiania metod oznaczania aktywności esteryzy cholinowej.

361. Preparaty esteryzy cholinowej powinny spełniać następujące wymagania:

- wygląd zewnętrzny preparatów suchych — substancja bezpostaciowa o barwie od białej do beżowej;
- wygląd zewnętrzny roztworów:
 - a) 1⁰/₀ buforowy roztwór esteryzy cholinowej VII klasy i 0,25⁰/₀ buforowy roztwór esteryzy cholinowej III, IV i VI klasy — powinien być przezroczysty i nie posiadać domieszek mechanicznych;
 - b) gęstość optyczna 0,25⁰/₀ buforowego roztworu esteryzy cholinowej III, IV, VI i VII klasy — nie więcej niż 0,1;
- aktywność — różnica aktywności preparatów IV klasy od wartości wskazanej na opakowaniu nie powinna przekraczać $\pm 10^0/0$;
- zawartość wilgoci w opakowaniach hermetycznych — nie więcej niż 2⁰/₀;
- pojemność buforowa i pH:
 - a) 0,2—1⁰/₀ (w zależności od aktywności) wodny roztwór preparatów VII klasy — pH powinno być 8,2—8,5;
 - b) 0,25⁰/₀ buforowy roztwór esteryzy cholinowej IV klasy — wyjściowy roztwór buforowy powinien posiadać pH w przedziale 8,5—8,9. Do miareczkowania 10 cm³ buforowego roztworu preparatu w celu osiągnięcia pH 6,8 powinno zużywać się $10 \pm 0,5$ cm³ 0,01 n roztworu HCl. Pojemność buforowa buforowego roztworu esteryzy cholinowej nie powinna zmniejszyć się więcej niż o $\pm 5^0/0$, a pH więcej niż o $\pm 0,2^0/0$ w ciągu jednej godziny od momentu przygotowania roztworu;
- termostabilność roztworów:
 - a) preparat III klasy — spadek aktywności buforowego roztworu esteryzy cholinowej z 2⁰/₀ chlorkiem magnezu w czasie 2 godz w temperaturze 55°C nie powinien przekraczać 5⁰/₀;
 - b) preparat IV klasy — spadek aktywności 0,25⁰/₀ buforowego roztworu esteryzy cholinowej w czasie 20 min w temperaturze 52°C nie powinien przekraczać 5⁰/₀;
- termostabilność suchych preparatów III i IV klasy — preparaty nie powinny tracić więcej niż 15⁰/₀ aktywności podczas przechowywania próbki w termostacie w temperaturze $39 \pm 1^{\circ}\text{C}$ w czasie 10 dób;
- czas kontrolny T_k preparatu III klasy w temp. 20°C — 17 ± 2 sekundy.

176

A. Określenie wyglądu zewnętrznego i gęstości optycznej. Wygląd zewnętrzny suchych preparatów oraz ich roztworów buforowych określa się wizualnie. Gęstość optyczną roztworów buforowych preparatu oznacza się przy użyciu motokolorymetru FEK-56 z niebieskim filtrem świetlnym nr 4. Roztwór umieszcza się w 5 mm kuwecie; odczyt dokonuje się na podziałce lewego bębna.

B. Metoda potencjometryczna oznaczenia aktywności esteryzy cholinowej.

Jako jednostkę (E) jakiegokolwiek enzymu przyjmuje się taką jego ilość, która katalizuje przemianę jednego mikromola substratu w ciągu jednej minuty w temperaturze 25°C oraz przy optymalnych wartościach pH i stężenia substratu. Jest to jednostka międzynarodowa.

Aktywność preparatów esteryzy cholinowej charakteryzowana jest liczbą jednostek enzymu w jednym miligramie preparatu. Omawiana metoda opiera się na miareczkowaniu kwasu masłowego wydzielającego się podczas hydrolizy jodku butyrylocholiny zachodzącej w następujących warunkach:

- temperatura 25°C;
- optymalne stężenie substratu;
- stała wartość pH równa 8,0.

Szybkość neutralizacji kwasu masłowego zależy w sposób liniowy od szybkości wydzielania się go, a więc i od szybkości hydrolizy jodku butyrylocholiny.

WYKONANIE OZNACZENIA

Przed przystąpieniem do wykonania oznaczenia należy przygotować następujące roztwory:

- a) roztwór soli, który otrzymuje się przez rozpuszczenie 6 g chlorku sodowego cz., 3 g chlorku magnezowego cz.d.a. i 0,1 g czteroboranu sodowego cz. przekrystalizowanego w 1 dm³ wody destylowanej;
- b) roztwór wodorotlenku sodowego około 0,1 n ze ściśle ustalonym mianem;
- c) roztwór jodku butyrylocholiny w roztworze soli omówionym w punkcie a) o stężeniu 200 mg/cm³ (20⁰/₀). Roztwór ten przygotowuje się bezpośrednio przed użyciem;
- d) roztwór buforowy o pH = 8,0 służący do korekcji wskazań pH—metru z elektrodą szklaną. Roztwór ten otrzymuje się przez zmieszanie 100 cm³ 0,025 M roztworu czteroboranu sodowego cz. (boraksu) i 41 cm³ 0,1 M roztworu kwasu solnego.

12 — Badanie środków wskaźnikowych.

177

Po wykonaniu wymienionych roztworów termostatowane należy reakcyjne łączy się z termostatem, który reguluje się tak by temperatura wewnątrz naczynia reakcyjnego była równa $25 \pm 0,1^\circ\text{C}$. Do wnętrza naczynia wstawia się elektrody i mieszało. Następnie używając roztwór buforowy cechuje się szklane elektrody w przedziale pH równym 6—10 w temperaturze 25°C . Naważkę badanego preparatu esterazy cholinowej odważoną z dokładnością $\pm 1\%$ rozpuszcza się w $75\text{--}200\text{ cm}^3$ roztworu soli. W zależności od stopnia oczyszczenia preparatu zaleca się przygotowywać roztwory o następujących stężeniach:

Aktywność preparatu E/mg	0,40	1,20	3,00	7,00	9,00	12,00	30,00	60,00
Przykładowe stężenie roztworu mg/cm ³	1,50	0,50	0,20	0,09	0,07	0,05	0,03	0,01

Jeśli stopień oczyszczenia nie jest znany można dla pierwszego orientacyjnego miareczkowania przygotować roztwór o stężeniu $0,09\text{ mg/cm}^3$. Jeśli reakcja zachodzi bardzo wolno, należy przygotować roztwór bardziej stężony, jeśli bardzo szybko — bardziej rozcieńczony. Następnie używając pipety wlewa się do naczynia reakcyjnego 24 cm^3 roztworu esterazy cholinowej, wstawia miarządko, doprowadza roztwór do temperatury 25°C i miareczkuje $0,1\text{ n}$ roztworem wodorotlenku sodowego zawartym w mikrobiurcie; do miareczkowania ustala się pH roztworu esterazy cholinowej na około $8,5$. Do naczynia reakcyjnego wlewa się następnie 1 cm^3 roztworu jodku butyrylocholiny przygotowanego według zamieszczonego uprzednio przepisu. Jeśli pH roztworu w naczyniu po dodaniu jodku butyrylocholiny jest niższe od $8,0$ należy natychmiast dodać taką ilość roztworu wodorotlenku sodowego, by pH stało się równe około $8,1$. Po wykonaniu tych czynności oznacza się poziom roztworu wodorotlenku sodowego w mikrobiurcie i włącza stoper w momencie, gdy wskazówka pH-metru wskazuje pH równe $8,0$. Następnie w czasie $3\text{--}5$ minut dodaje się z mikrobiurety roztworu jodu z taką prędkością, by wskazówka pH-metru odchylała się w prawo i w lewo od pH $8,0$ nie więcej, niż o wartość pH równą $0,05$. Zakóńczenie miareczkowania następuje w momencie, gdy wskazówka pH-metru wskazuje pH równe $8,0$. W momencie tym wyłącza się stoper i oznacza poziom roztworu wodorotlenku sodowego w mikrobiurcie.

178

OPRACOWANIE WYNIKÓW OZNACZENIA

Zawartość esterazy cholinowej w 1 miligramie badanego preparatu wyrażoną w jednostkach międzynarodowych (E), czyli aktywność preparatu oblicza się według wzoru:

$$A = \frac{L}{t \cdot B},$$

gdzie: L — ilość mikromoli jodku butyrylocholiny, która uległa hydrolizie;

t — czas (wskazanie stopera) w minutach;

B — ilość miligramów esterazy cholinowej zużyta na jedno oznaczenie.

Jednemu cm^3 $0,1\text{ n}$ roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania odpowiada przehydrolizowanie 100 mikromoli jodku butyrylocholiny. Dlatego ilość L mikromoli jodku butyrylocholiny, która uległa hydrolizie w czasie t minut znajduje się na podstawie znajomości objętości M roztworu wodorotlenku sodowego użytego do miareczkowania w czasie wskazanym przez stoper. Jeśli miareczkowanie przeprowadza się nie ściśle $0,1\text{ n}$ roztworem jodu, wówczas zużyta objętość M należy przeliczyć na objętość ściśle $0,1\text{ n}$ roztworu jodu mnożąc wartość M przez poprawkę k miłana roztworu wodorotlenku sodowego.

Wartość B znajduje się na podstawie znajomości stężenia C (mg/cm^3) i objętości (24 cm^3) roztworu esterazy cholinowej zużytego do jednego oznaczenia. Ostatecznie więc aktywność esterazy cholinowej w omawianym przypadku wyraża się wzorem:

$$A = \frac{100 \cdot M \cdot k}{24 \cdot C \cdot t}$$

W celu oznaczenia aktywności preparatów esterazy cholinowej należy brać nie mniej niż trzy naważki preparatu i dla każdej próby przeprowadzić co najmniej trzy pomiary. Znalezione wartości aktywności uśrednia się. Dokładność metody jest równa $\pm 1,5\%$.

Przykład obliczenia aktywności preparatu esterazy cholinowej:

— naważka preparatu — $14,3\text{ mg}$;

— objętość roztworu soli — 204 cm^3 ;

— stężenie preparatu $C = 14,3 : 204 = 0,07\text{ mg/cm}^3$;

— poprawka miłana $0,1\text{ n}$ roztworu NaOH $k = 0,961$.

Pierwsze oznaczenie:

$M = 0,64\text{ cm}^3\text{ NaOH}$; $t = 4,64\text{ min}$

$$A_1 = \frac{100 \cdot 0,64 \cdot 0,961}{24 \cdot 0,07 \cdot 4,64} = 7,90\text{ E}$$

179

Drugie oznaczenie:
M = 0,41 cm³ NaOH; t = 3,01 min

$$A_2 = \frac{100 \cdot 0,41 \cdot 0,961}{24 \cdot 0,07 \cdot 3,01} = 7,80 E$$

$$A_3 = \frac{100 \cdot 0,50 \cdot 0,961}{24 \cdot 0,07 \cdot 3,67} = 7,85 E$$

Trzecie oznaczenie:
M = 0,50 cm³ NaOH; t = 3,67 min

$$A_3 = \frac{100 \cdot 0,50 \cdot 0,961}{24 \cdot 0,07 \cdot 3,67} = 7,85 E$$

$$A_{\Sigma} = \frac{A_1 + A_2 + A_3}{3} = 7,85 E$$

C. Metoda wizualno-kolorymetryczna oznaczenia aktywności esterazy cholinowej. Metoda ta opiera się na oznaczeniu ilości kwasu masłowego powstającego podczas enzymatycznego rozpadu jodku butyrylocholiny, który zachodzi pod wpływem preparatów esterazy cholinowej zawartej w surowicy krwi. Ilość kwasu masłowego określa się w sposób wizualno-kolorymetryczny po upływie czasu koniecznego do zajścia neutralizacji roztworu buforowego enzymu.

Aktywność jakiegokolwiek preparatu esterazy cholinowej zależy od stopnia jego oczyszczenia i charakteryzuje się ilością miligramów jodku butyrylocholiny, który ulega rozszczepieniu jednym miligramem suchego preparatu w czasie 1 godziny w temp. 20°C. Jest to jednostka absolutna (A).

WYKONANIE OZNACZENIA

Przed przystąpieniem do wykonania oznaczenia należy przygotować następujące roztwory:

a) roztwór buforowy z indykatorem — czerwienią fenolową, który otrzymuje się przez rozpuszczenie 1,95 g czteroboranu sodowego (boraksu) cz. przekrystalizowanego, 1,0 g kwasu borowego cz. i 25 mg czerwieni fenolowej przekrystalizowanej w 1 dm³ wody destylowanej. Pojemność buforowa roztworu powinna odpowiadać 0,01 normalności HCl, w przeciwnym wypadku roztwór buforowy należy skorygować dodając boraksu i kwasu borowego. Roztwór buforowy powinien mieć pH mieszczące się w granicach 8,5—8,9. Oznaczenie pH i pojemności buforowej przeprowadzać należy przy użyciu potencjometru LPU-01. Miareczkowanie prowadzić do pH 6,8;

b) kwas solny 0,01 n przygotowuje się przez rozcieńczenie 0,1 n roztworu HCl. Nadaje się on do użycia w czasie nie dłuższym od 48 godz od chwili przygotowania;

c) wodny roztwór jodku butyrylocholiny o stężeniu 10 mg w 1 cm³ wody destylowanej. Roztwór nadaje się do użycia w czasie nie dłuższym od 48 godz. od chwili przygotowania.

Z przedstawionej do badań serii suchej esterazy cholinowej wybiera się szereg buteleczek i z każdej z nich pobiera się naważkę około 20 mg preparatu z dokładnością do ±0,2 mg. Odważenie i następnie rozpuszczenie preparatu przeprowadza się w naczyniach wagowych. Każdą z naważek preparatu rozpuszcza się w takiej ilości roztworu buforowego, by otrzymane roztwory zawierały dokładnie 0,5 mg suchej substancji w 1 cm³. Oznaczenie aktywności należy wykonywać nie później, niż w ciągu 1—2 godz od momentu przygotowania roztworów esterazy cholinowej.

Roztwory przechowuje się w kolbach o pojemności 50 cm³ z doszlifowanymi korkami. Analizy przeprowadza się w temperaturze z przefiltrowanymi ściankami, we wnętrzu którego utrzymywana jest temperatura 20 ±0,2°C.

W celu przeprowadzenia analizy do 4 probówek umieszczonych w statywie termostatu wprowadza się po 2 ±0,01 cm³ badanego roztworu buforowego enzymu termostatowanego w 20°C. Do dwu z nich dodaje się po 1,9 ±0,01 cm³ 0,01 n HCl i zawartość każdej z nich dokładnie miesza. Otrzymane roztwory są wzorcami do wizualno-kolorymetrycznego porównania z roztworami zawierającymi w dwóch pozostałych probówkach, których sposób wykonania podany zostanie niżej. Oba wzorce powinny posiadać pomarańczowo-żółtą barwę o jednakowej intensywności, w przeciwnym wypadku należy przygotować je ponownie. Do dwu pozostałych probówek w odstępie 1 min dodaje się po 1,9 ±0,05 cm³ wodnego roztworu jodku butyrylocholiny o stężeniu 10 mg/cm³. Moment T₀ dodanie jodku do każdej z probówek określa się sekundomierzem. Następnie zawartość każdej z probówek dokładnie się miesza i obserwuje zmianę barwy roztworów. Moment T_p w którym barwa badanych roztworów staje się porównywalna z barwą wzorców również określa się sekundomierzem. Czas, który został zużyty na neutralizację pojemności buforowej odpowiadającej 1,9 cm³ 0,01 n roztworu HCl określa się na podstawie różnicy między T_p i T₀:

$$T_k = T_p - T_0$$

Aktywność wyrażoną w miligramach jodku butyrylocholiny rozszepionego w temp. 20°C jednym miligramem badanego prepa-

ratu esterazy cholinowej w czasie 1 godziny oblicza się według wzoru:

$$A = \frac{60 \cdot K}{2 C \cdot T_k},$$

gdzie: K — ilość miligramów jodku butyrylocholiny równoważna na wziętej ilości cm^3 0,01 n roztworu HCl. Jednemu cm^3 0,01 n HCl równoważna jest ilość miligramów jodku butyrylocholiny wynosząca 3,01;

C — stężenie esterazy cholinowej w badanym roztworze wyrażone w mg/cm^3 ;

T_k — średnia wartość czasu w minutach.

Podczas prowadzenia analizy według podanej metodyki:

$$K = 1,9 \times 3,01 = 5,7;$$

$$2C = 2 \times 0,5 = 1.$$

Wobec tego $A = \frac{60 \cdot 5,7}{1 \cdot T_k} = \frac{342}{T_k}$ jednostek aktywności.

Dokładność metody jest równa $\pm 2\%$.

D. Oznaczenie zawartości wilgoci wagową w suchych preparatach esterazy cholinowej. Do uprzednio zważonego z dokładnością do 0,2 mg naczynka wagowego pobiera się próbkę preparatu mieszczącą się w granicach 200—300 mg i całość waży z tą samą dokładnością. Następnie naczynko z preparatem umieszcza się w suszarce i suszy w czasie 1 godziny w temperaturze $100 \pm 1^\circ\text{C}$. Po upływie tego czasu naczynko przenosi się na 20 minut do eksykatora z chlorkiem wapnia i następnie szybko waży. Procentowa zawartość wilgoci w preparacie wyraża się wzorem:

$$X = \frac{M}{N} \cdot 100 (\%),$$

gdzie: M — ubytek ciężaru preparatu po wysuszeniu wyrażony w miligramach;

N — naważka preparatu w miligramach.

E. Oznaczenie pH i pojemności buforowej roztworów esterazy cholinowej. Oznaczenie pojemności buforowej roztworów esterazy cholinowej wykonuje się metodą potencjometryczną przy użyciu potencjometru ze szklaną elektrodą. Miareczkowanie roztworu buforowego esterazy cholinowej przeprowadza się 0,01 n roztworem kwasu solnego w wodzie destylowanej świeżo przygotowanej (nie zawierającej CO_2).

182

1) Oznaczenie pH preparatu VII klasy:

Naważkę wynoszącą 320 mg preparatu esterazy cholinowej zważoną z dokładnością do 1 mg rozpuszcza się w 32 cm^3 wody destylowanej. 15 cm^3 powyższego roztworu wlewa się do naczynka potencjometru, zanurza elektrody i mierzy wartość pH (powinna ona mieścić się w granicach 8,2—8,5).

Uwaga. Wartość naważki jest odwrotnie proporcjonalna do aktywności preparatu. Jeśli aktywność preparatu jest wyższa od 1 jednostki, wówczas wartość naważki znajduje się ze wzoru:

$$N = \frac{320}{a},$$

gdzie: a — aktywność preparatu.

2) Oznaczenie pH i pojemności buforowej preparatów IV klasy: Przed wykonaniem oznaczenia należy przygotować następujące roztwory:

- roztwór buforowy o pH 8,5—8,9, który wykonuje się przez rozpuszczenie 1,95 g czteroboranu sodowego i 1,0 g kwasu borowego w 1 dm^3 wody destylowanej;
- 0,01 n roztwór kwasu solnego, który przygotowuje się z 0,1 n roztworu HCl bezpośrednio przed miareczkowaniem;
- 0,25% boranowo-buforowy roztwór esterazy cholinowej o pH 8,5—8,9.

WYKONANIE OZNACZENIA

8—10 cm^3 badanego roztworu preparatu o koncentracji białka 0,25% wlewa się do naczynka potencjometru i, jeśli trzeba, dodaje się wodę destylowaną w takiej ilości, by można było zanurzyć elektrody. Następnie zawartość naczynka dokładnie miesza się, oznacza początkową wartość pH i ciągle mieszając miareczkuje 0,01 n roztworem HCl do momentu osiągnięcia pH 6,8. Pojemność buforowa wyraża się wzorem:

$$E = \frac{A}{B} \cdot 10 (\text{cm}^3 \text{ 0,01 n HCl}),$$

gdzie: A — ilość cm^3 0,01 n HCl zużyta do miareczkowania badanego roztworu do pH 6,8;

B — ilość cm^3 badanego roztworu wzięta do oznaczenia; 10 — współczynnik przeliczeniowy na 10 cm^3 badanego roztworu.

F. Oznaczenie termostabilności roztworów esterazy cholinowej. Termostabilność roztworów esterazy cholinowej w buforach boranowych charakteryzowana jest stopniem unieczynnienia enzy-

183

mu ogrzewanego w termostacie w określonej temperaturze i w ciągu określonego okresu czasu. Termostabilność wyraża się w procentach spadku aktywności preparatu wywołanego ogrzewaniem.

1) Oznaczenie termostabilności preparatów IV klasy:

Przed wykonaniem oznaczenia należy przygotować 0,25% roztwór buforowy estery cholinowej. W tym celu 50 mg suchego preparatu rozpuszcza się w 20 cm³ buforu boranowego o pH 8,5—8,9 (przygotowanie buforu: 1,95 g czteroboranu sodowego i 1 g kwasu borowego rozpuszcza się w 1 dm³ wody destylowanej). Następnie jedną z podanych uprzednio metod oznaczenia aktywności estery cholinowej (punkt 361 B, C) oznacza się początkową aktywność A_p preparatu.

WYKONANIE OZNACZENIA TERMOSTABILNOŚCI

W termostacie ogrzanym do temperatury 52 ±0,2°C umieszcza się pustą kolbę lub probówkę z wstawionym do niej termometrem. Po wskazaniu przez termometr wymienionej wyżej temperatury do kolby lub probówki wlewa się 10—20 cm³ badanego roztworu estery cholinowej i zakrywa korkiem szlifowym z umieszczonym w nim termometrem. Co pewien czas roztwór miesza się. Moment osiągnięcia przez roztwór temperatury 52 ±0,2°C określa się sekundomierzem i przez 20 minut utrzymuje się roztwór w wymienionej temperaturze z dokładnością do ±0,2°C. Po upływie tego czasu kolbę lub probówkę z badanym roztworem przenosi się do łaźni napełnionej wodą z lodem. Po ochłodzeniu oznacza się końcową aktywność A_k preparatu tą samą metodą, którą oznaczona była uprzednio aktywność początkowa.

Termostabilność wyraża się w procentach spadku aktywności enzymu wywołanego 20-minutowym ogrzewaniem i oblicza się według wzoru:

$$T = \frac{A_p - A_k}{A_p} \cdot 100 (\%),$$

gdzie: A_p — aktywność początkowa preparatu;

A_k — aktywność preparatu po ogrzewaniu.

2) Oznaczenie termostabilności preparatów III klasy:

Przed wykonaniem oznaczenia należy przygotować roboczy roztwór preparatu w buforze z 2% MgCl₂. Bufor przygotowuje się przez rozpuszczenie 1,5 g czteroboranu sodowego i 20 g MgCl₂ · 6 H₂O w 1 dm³ wody destylowanej. Roztwór roboczy preparatu w buforze otrzymuje się przez rozpuszczenie takiej ilości preparatu w opisanym wyżej buforze, by stężenie białka wynosiło 0,5 mg/cm³. Następnie jedną z podanych uprzednio metod oznaczenia aktywności estery cholinowej (punkt 361 C) oznacza się początkową aktywność A_p preparatu.

WYKONANIE OZNACZENIA TERMOSTABILNOŚCI

W termostacie ogrzanym do temperatury 55 ±0,2°C umieszcza się pustą kolbę lub probówkę z wstawionym do niej termometrem. Po wskazaniu przez termometr wymienionej wyżej temperatury do kolby lub probówki wlewa się 10—20 cm³ badanego roztworu estery cholinowej i zakrywa się ją korkiem szlifowym z umieszczonym w nim termometrem. Co pewien czas roztwór miesza się. Moment osiągnięcia przez roztwór temperatury 55 ±0,2°C określa się sekundomierzem i przez 120 minut utrzymuje się roztwór w wymienionej temperaturze z dokładnością do ±0,2°C. Po upływie tego czasu kolbę lub probówkę z badanym roztworem przenosi się do łaźni napełnionej wodą z lodem. Po ochłodzeniu oznacza się końcową aktywność A_k preparatu (roztwór roboczy preparatu w buforze powinien posiadać stężenie białka równe 0,5 mg/cm³) tą samą metodą, którą oznaczana była uprzednio aktywność początkowa. Termostabilność wyraża się wzorem:

$$T = \frac{A_p - A_k}{A_p} \cdot 100 (\%),$$

gdzie: A_p — aktywność początkowa preparatu;

A_k — aktywność preparatu po ogrzewaniu.

G. Oznaczenie czasu kontrolnego T_k dla preparatów III klasy.

T_k jest to czas, w ciągu którego barwa roztworu wskaźnikowego zmienia się w temperaturze 20°C z malinowej w pomarańczową. Czas ten powinien mieścić się w przedziale 15—19 sekund. Jeśli znaleziona wartość T_k jest mniejsza lub większa od wartości leżącej w tym przedziale, wówczas wartość naważki pobieranej do wykonania oznaczenia należy proporcjonalnie zmniejszyć lub zwiększyć.

Przed wykonaniem oznaczenia należy przygotować następujące roztwory:

- roztwór buforowy o pH 8,6—9,0, który otrzymuje się przez rozpuszczenie 1,5 g czteroboranu sodowego i 20 g MgCl₂ · 6 H₂O w 1 dm³ wody destylowanej;
- 0,05% roztwór czerwienu fenolowej, który wykonuje się rozpuszczając 500 mg czerwienu fenolowej w 30 cm³ 1% roztworu czteroboranu sodowego i uzupełniając następnie otrzymany roztwór wodą destylowaną do objętości 1 dm³, pH wykonanego roztworu powinno mieścić się w przedziale 6,9—7,1;
- 1% roztwór jodku butyrylocholinylu w powyższym roztworze czerwienu fenolowej;
- wzorec, który otrzymuje się mieszając ze sobą równe objętości (po 0,1 cm³) omówionego wyżej roztworu jodku butyrylocholinylu i wody.

Naważkę preparatu, której wielkość określa się według wzoru:

$$N = \frac{10400}{A} \text{ (mg),}$$

gdzie: A — aktywność preparatu w jednostkach absolutnych; rozpuszcza się 20 cm³ omówionego wyżej roztworu buforowego. Po 0,1 cm³ (po 3 krople) buforowego roztworu enzymu umieszcza się w niewielkich probówkach o średnicy 9—10 mm, które wstawia się następnie do termostatu wodnego ogrzanego do temp. 20°C. Po upływie 10 min do każdej z probówek dodaje się po 0,1 cm³ (po 3 krople) 1% roztworu jodku butyrylocholiny w 0,005% roztworze czerwieni fenolowej (czyli roztworu omówionego w podpunkcie C). Dodawanie powyższego substratu przeprowadza się przy użyciu kroplomierza uprzednio wyskalowanego na 3 krople. Czas dodawania substratu do wszystkich probówek nie powinien przekraczać 1 sekundy.

Moment dodania substratu określa się sekundomierzem. Następnie zawartość probówek miesza się i obserwuje zmianę barwy próbki. Moment, w którym barwa próbki zrówna się z barwą wzorca określa się sekundomierzem. Dla każdego roztworu enzymu należy wykonywać pięć kolejnych oznaczeń.

U w a g a. Roztwór jodku butyrylocholiny należy przed użyciem termostować w temp. 20°C w czasie nie krótszym od 10 min.

ODCZYNNIK NR 2

362. Jest to jodek butyrylocholiny dodatkowo oczyszczony przez krystalizację z mieszaniny alkoholu etylowego z eterem etylowym. W jednym opakowaniu (ampułka) znajduje się 0,2 g jodku. Stopień czystości jodku należy kontrolować spektrofotometrycznie (na spektrofotometrze SF-4). W tym celu zdejmuje się krzywe pochłaniania światła przez wodny roztwór jodku butyrylocholiny zawierający 100 mg preparatu w 1 cm³ wody. Pomiar przeprowadza się przy użyciu spektrofotometru SF-4 w ultrafioletowej części widma, w przedziale długości fal 260—380 nm. Jodek butyrylocholiny nadaje się do użycia, jeżeli ekstynkcja badanego roztworu w przedziale długości fal 290—380 nm nie przewyższa wartości 0,1. Grubość warstwy roztworu, przez którą przechodzi światło ma wynosić 10 mm.

363. Oczyszczanie jodku butyrylocholiny przeprowadza się w następujący sposób. Ogrzewając na łaźni wodnej w temperaturze 25—30°C rozpuszcza się 100 g jodku butyrylocholiny w 250 cm³ bezwodnego alkoholu etylowego. Jeśli zachodzi konieczność roztwór filtruje się do kolby ze szlifem przez bezpopiołowy sączek (ilościowy). Po zakończeniu filtrowania kolbę zakrywa się nasadką na szlif zaopatrzoną w wkraplacz i chłodnicę zwrotną. Do wylotu chłodnicy wstawiony jest korek z rurką wypelnioną prazonym chlorkiem wapnia. Kolbę umieszcza się następnie w łaźni wodnej uprzednio ogrzanej do temperatury 45°C i w ciągu 10—15 minut z wkraplacza dodaje się porcjami, np. po 50 cm³ eteru etylowego niezawierającego nadtlenuków.

Metodyka oczyszczania eteru z połączeń nadtlenukowych podana zostanie niżej. Po dodaniu każdej porcji eteru zawartość kolby należy mieszać wstrząsając do momentu całkowitego rozpuszczenia się powstającego osadu. Łącznie do kolby należy dodać 275 cm³ eteru. Następnie kolbę wyjmuje się z łaźni wodnej, zdejmując nasadkę, kolbę zamyka korkiem na szlif i pozostawia roztwór na 2—3 godz w temperaturze pokojowej (15—25°C) w celu przekryształizowania. Po upływie tego czasu kolbę umieszcza się na noc w lodówce w temp. 0°—+5°C. Następnego dnia osad, który jest jodkiem butyrylocholiny odfiltruje się w próżni na lejku Büchnera i czterokrotnie przemywa używając po 50 cm³ mieszaniny eteru (3 części) i alkoholu (1 część). Jodek butyrylocholiny umieszcza się następnie na bibule filtracyjnej i suszy na powietrzu do momentu zaniku zapachu eteru, po czym przenosi do porcelanowej parowniczk i suszy w eksykatorze nad chlorkiem wapniowym.

Wysuszony preparat powinien posiadać białą barwę i nie zawierać żółtych wtrąceń. W przeciwnym wypadku oczyszczanie należy powtórzyć. Wydajność: ze 100 g produktu wyjściowego otrzymuje się 80—85 g jodku butyrylocholiny.

Oczyszczanie jodku butyrylocholiny wykonuje się używając bezwodnego alkoholu etylowego oraz eteru etylowego nie zawierającego nadtlenuków. Odmadnianie alkoholu oraz oczyszczanie eteru przeprowadza się w następujący sposób:

A. Odmadnianie alkoholu etylowego. Krystaliczny siarczan miedzi (uwodniony) praży się w temperaturze 200°C do uzyskania zielonkawobiałej barwy. Do 1 dm³ alkoholu etylowego dodaje się 0,5 kg bezwodnego siarczanu miedzi i mieszaninę gotuje przez 12 godz na łaźni wodnej w kolbie z chłodnicą zwrotną. Do wylotu chłodnicy powinien być wstawiony korek z rurką wypelnioną prazonym chlorkiem wapnia. Po upływie wymienionego czasu alkohol oddestylowuje się do odbietalnika połączzonego z nasadką, do której przyłączona jest rurka wypelniona chlorkiem wapnia.

B. Oczyszczanie eteru z połączeń nadlenczkowych. Równe objętości eteru etylowego i nasyconego wodnego roztworu tiomocznika miesza się wstrząsając w rozdzielaczu w czasie 5 min. Następnie eter oddziela się i trzykrotnie przemywa równymi objętościami wody destylowanej. Przemyty eter pozostawia się na noc nad prążonym chlorkiem wapnia, następnie destyluje i sprawdza, czy połączenia nadlenczkowe zostały całkowicie usunięte.

ROZWIÓR NR 1

364. Jest to roztwór buforowy, który otrzymuje się przez rozpuszczenie 0,157 g czteroboranu sodowego i 2,03 g $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ w 100 cm^3 wody destylowanej nie zawierającej CO_2 . W jednym opakowaniu (ampulka) znajduje się 20 cm^3 roztworu. Roztwór buforowy powinien posiadać pH mieszczące się w granicach 8,6—8,9 oraz pojemność buforową równą $8 \pm 0,2$ cm^3 0,01 n kwasu solnego na 10 cm^3 roztworu.

A. Oznaczenie pH roztworu buforowego. Oznaczenie przeprowadza się przy użyciu potencjometru ze szklaną elektrodą. W tym celu odpowiednią ilość roztworu buforowego wlewa się do naczynka potencjometru, zanurza elektrody i mierzy wartość pH.

B. Oznaczenie pojemności buforowej. Oznaczenie przeprowadza się miareczkując 0,01 n kwasem solnym wobec czerwieni fenolowej lub potencjometrycznie do pH 6,8. Wymieniony roztwór kwasu solnego przygotowuje się z 0,1 n roztworu HCl bezpośrednio przed miareczkowaniem.

Wykonanie oznaczenia metodą potencjometryczną. Do naczynka potencjometru wlewa się taką ilość roztworu buforowego, by można było zanurzyć elektrody, oznacza początkową wartość pH i, ciągle mieszając, miareczkuje 0,01 n roztworem HCl do momentu osiągnięcia pH 6,8.

Pojemność buforowa wyraża się wzorem:

$$E = \frac{A}{B} \cdot 10 \text{ (cm}^3 \text{ 0,01 n HCl),}$$

gdzie: A — ilość cm^3 0,01 n HCl zużyta do miareczkowania badanego roztworu do pH 6,8;

B — ilość cm^3 badanego roztworu wzięta do oznaczenia;

10 — współczynnik przeliczeniowy na 10 cm^3 badanego roztworu.

Jeśli pojemność buforowa roztworu jest różna od 8, należy przeprowadzić korekcję roztworu dodając odpowiednią ilość czteroboranu sodowego i $MgCl_2 \cdot 6H_2O$.

188

Przykłady korekcji:

a) biorąc do wykonania roztworu 0,157 g czteroboranu sodowego otrzymano roztwór o pojemności buforowej 7 cm^3 zamiast 8 cm^3 . W związku z tym w celu otrzymania roztworu buforowego o pojemności buforowej 8 cm^3 0,01 n HCl należało wziąć czteroboranu sodowego w ilości:

$$7 - 0,157 \quad X = \frac{0,157 \cdot 8}{7} = 0,181 \text{ g}$$

8 — X

Do wykonanego roztworu należy więc dodać 0,181 — 0,157 = 0,024 g czteroboranu sodowego oraz odpowiednią ilość $MgCl_2 \cdot 6H_2O$, którą oblicza się następująco:

$$0,157 - 2,03 \quad X = \frac{2,03 \cdot 0,024}{0,157} = 0,31 \text{ g}$$

0,024 — X

b) biorąc do wykonania roztworu 0,157 g czteroboranu sodowego otrzymano 100 cm^3 roztworu buforowego o pojemności buforowej 9 cm^3 zamiast 8 cm^3 . W związku z tym, w celu otrzymania roztworu buforowego o pojemności buforowej 8 cm^3 0,01 n HCl, należy otrzymany roztwór rozcieńczyć wodą destylowaną, której objętość oblicza się następująco:

$$8 \text{ cm}^3 \text{ 0,01 n HCl powinno odpowiadać } 10 \text{ cm}^3 \text{ roztworu buforowego,}$$

więc 9 cm^3 0,01 n HCl powinno odpowiadać:

$$8 - 10 \quad X = \frac{9 \cdot 10}{8} = 11,25 \text{ cm}^3 \text{ roztworu buforowego.}$$

9 — X

A więc każde 10 cm^3 roztworu buforowego powinno zostać uzupełnione wodą destylowaną do objętości 11,25 cm^3 . Do 100 cm^3 wykonanego roztworu buforowego należy dodać 112,5 — 100 = 12,5 cm^3 wody.

Po przeprowadzeniu korekcji należy oznaczyć osiągniętą wartość pojemności buforowej. Korekcja pojemności buforowej do żądanej wartości powoduje również osiągnięcie przez roztwór buforowy żądanej wartości pH.

ROZWIÓR NR 2

365. Jest to 0,050% roztwór czerwiieni fenolowej, który wykonuje się w następujący sposób: 50 mg czerwiieni fenolowej rozpuszcza się w 3 cm^3 1% roztworu wodnego czteroboranu sodowego. Otrzymany roztwór rozcieńcza się następnie wodą destylowaną do objętości 100 cm^3 . W jednym opakowaniu (ampulka) znajduje się 20 cm^3 roztworu wskaźnikowego. Roztwór wskaźnikowy powinien posiadać pH mieszczące się w granicach 6,9—7,2 oraz eks-tynkcję mierzona według podanego niżej przepisu zawartą w przedziale 0,600—0,640.

A. Oznaczenie pH roztworu wskaźnikowego. Oznaczenie przeprowadza się przy użyciu potencjometru ze szklaną elektrodą.

189

W tym celu odpowiednią ilość roztworu wlewa się do naczynka potencjometru, zanurza elektrody i mierzy wartość pH.

B. Oznaczenie ekstynkcji roztworu wskaźnikowego. 0,5 cm³ roztworu wskaźnikowego rozcieńcza się 0,001 n roztworem NaOH do objętości 50 cm³. Roztworem tym wypelnia się kuwetę o grubości 10 mm i przy użyciu spektrokolorymetru przeprowadza pomiar ekstynkcji roztworu przy długości fali 560 nm.

NABOJ Z AKTYWNA KRZEMIONKA

366. Jest to pojemniczek wykonany z pleksiglasu wypelniony aktywowanym żelem krzemionkowym. Wymagania, jakie powinien spełniać żel krzemionkowy oraz metodyka badań silikazelu podane zostały w punkcie 345.

NABOJ OCHRONNY

367. Jest to pojemniczek wykonany z pleksiglasu wypelniony technicznym dolomitom, w skład którego między innymi wchodzi: około 0,50% Fe₂O₃, 31,5—33% CaO, około 0,60% H₂O oraz 15—18,5% MgO.

Nabój ochronny służy do oczyszczania powietrza wpływającego do układu gazowego sygnalizatora z zawartości kwaśnych par. W skład kompletu środków wskaźnikowych wchodzi dwa rodzaje naboju ochronnych: bez oznakowania oraz oznaczony żółtym pierścieniem. Różnią się one między sobą tym, że nabój oznakowany ma filtr zatrzymujący dymy oraz pyły zawarte w zasysanym powietrzu.

Badanie naboju ochronnego polega na określeniu jego własności ochronnych. Badanie przeprowadza się przy użyciu układu dynamicznego przedstawionego na rysunku 12. Opis układu oraz warunki badań podane zostały w punkcie 308, metoda sprawdzenia wytworzonego stężenia chlorowodoru — w punkcie 309, a metodyka badania naboju ochronnego — w punkcie 310 (z wyłączeniem końcowego ustępu dotyczącego czasu T_k).

Moc ochronna naboju wyrażająca się ilością zatrzymywanych par kwasu solnego nie powinna być niższa od około 90 mg HCl. Moc tę określa się w wyniku długotrwałego przesyłania przez nabój powietrza zawierającego pary kwasu solnego o znanym stężeniu i ze znaną prędkością.

ROZTWÓR DO PRZEMYWANIA

368. Jest to 20% wodny roztwór alkoholu metylowego. Sprawdzanie procentowej zawartości alkoholu w roztworze odbywa się pośrednio poprzez pomiar gęstości roztworu w temperaturze 15°C. Zależność pomiędzy udziałem alkoholu metylowego w roztworze

wodnym wyrażonym w % objętości a gęstością roztworu mierzoną w temp. 15°C w stosunku do wody w temp. 4°C podana jest w tabeli 7.

Tabela 7

% obj. alkoholu	ρ ₄ ¹⁵	% obj. alkoholu	ρ ₄ ¹⁵
10	0,9853	20	0,9733
10,5	0,9847	20,5	0,9727
11	0,9841	21	0,9721
11,5	0,9835	21,5	0,9715
12	0,9829	22	0,9709
12,5	0,9823	22,5	0,9703
13	0,9817	23	0,9697
13,5	0,9811	23,5	0,9691
14	0,9805	24	0,9685
14,5	0,9799	24,5	0,9679
15	0,9793	25	0,9673
15,5	0,9787	25,5	0,9667
16	0,9781	26	0,9661
16,5	0,9775	26,5	0,9655
17	0,9769	27	0,9649
17,5	0,9763	27,5	0,9643
18	0,9757	28	0,9637
18,5	0,9751	28,5	0,9631
19	0,9745	29	0,9625
19,5	0,9739	29,5	0,9619
20	0,9733	30	0,9613

TASMA WSKAŹNIKOWA

369. Tasmę wskaźnikową stanowi tkanina bawełniana niepodzielana optycznie o zawartości apretury równej zero, tzn. niczym nie nasyciona. Tasma charakteryzuje się następującymi parametrami:

- szerokość: 15 mm;
- grubość: 0,423 mm;
- ciężar 1 mb: 2,713 g;
- zwilżalność: bardzo dobra;
- kurczliwość po zamoczeniu w wodzie: 4%.

Przygotowanie sygnalizatora do pracy

370. Przygotowanie sygnalizatora do pracy wykonuje się w następującej kolejności. Po otworzeniu przyrządu wstawia się do jego wnętrza nabój ochronny oraz buteleczki i ampułki z roztworami w celu ogrzania ich (jeśli temperatura otoczenia jest niższa od 10°C). Następnie zakłada się taśmę wskaźnikową oraz nabój z aktywowaną krzemionką i, jeśli temperatura otoczenia jest niższa od 25°C, włącza się ogrzewanie przyrządu. Po osiągnięciu wewnątrz przyrządu temperatury 28—38°C zapala się niebieska lampka sygnalizacyjna. Następnie włącza się zasilanie przyrządu i przy pomocy filtru świetlnego cechuje się układ fotooptyczny. Po wykonaniu tej czynności napełnia się wkraplacze uprzednio przygotowanymi roztworami wskaźnikowymi (roboczymi). Sposób przygotowywania roztworów roboczych podany jest niżej. Po napełnieniu wkraplaczy sprawdza się wielkość kropli, następnie włącza ogrzewanie powietrza (jeśli temperatura otoczącego powietrza jest niższa od 10°C), wstawia w gniazdo dyfuzora nabój ochronny, sprawdza szczelność układu gazowego, wyłącza zasilanie przyrządu i ponownie ogrzewa jego wnętrze do temperatury pracy. Po zapaleniu się niebieskiej lampki sygnalizacyjnej przyrząd jest ogrzany i przygotowany do pracy.

371. Przygotowanie roztworu roboczego nr 2:

a) jedną ampułkę oznaczoną czerwonym paskiem z odczynnikiem nr 2 otwiera się i zawartość przenosi (możliwie bez strat) do buteleczki z czerwonym paskiem służącej do przygotowywania roztworu roboczego nr 2;

b) ampułkę oznaczoną czerwonym paskiem z roztworem nr 2 otwiera się i zawartość jej przenosi (możliwie bez strat) również do wymienionej wyżej buteleczki. Następnie buteleczkę zakrywa się polietylenowym korkiem i wstrząsając doprowadza do całkowitego rozpuszczenia odczynnika nr 2. Przygotowany w ten sposób roztwór roboczy nr 2 powinien być przezroczysty.

Roztworem napełnia się wkraplacz nr 2 oznaczony czerwonym paskiem po uprzednim przemyciu go roztworem do przemywania i przepłukaniu niewielką ilością roztworu roboczego nr 2.

Przygotowany roztwór roboczy nr 2 nadaje się do użycia w czasie 3 dób.

372. Przygotowanie roztworu roboczego nr 1. Ampułkę oznaczoną białym paskiem z roztworem nr 1 otwiera się i jej zawartość przenosi (możliwie bez strat) do uprzednio otworzonej buteleczki z odczynnikami nr 1 oznaczonej również białym paskiem. Następnie

buteleczkę zakrywa się gumowym korkiem i wstrząsając doprowadza do całkowitego rozpuszczenia odczynnika nr 1.

Przygotowany w ten sposób roztwór roboczy nr 1 powinien być przezroczysty. Dopuszczalna jest opalescencja oraz lekko żółty lub lekko brązowy odcień przygotowanego roztworu. Roztworem napełnia się wkraplacz nr 1 oznaczony białym paskiem, po uprzednim przemyciu go roztworem do przemywania i przepłukaniu niewielką ilością roztworu roboczego nr 1. Przygotowany roztwór roboczy nr 1 nadaje się do użytku w czasie 3 dób.

U w a g a. Roztwór roboczy nr 1 przygotowuje się po wstawieniu do sygnalizatora wkraplacza nr 2 napełnionego roztworem roboczym nr 2.

Badanie zestawu środków wskaźnikowych

373. Ślepa próba zestawu. Zgodnie z zamieszczonymi wyżej punktami wykonuje się roztwory robocze nr 1 i 2 oraz przygotowane sygnalizator do pracy. Włączony przyrząd pozostawia się w temperaturze pokojowej (+20°C) na 6-godzinny okres pracy. Wynik próby uważa się za pozytywny, jeżeli w ciągu wymienionego czasu nie pojawi się sygnał wskazujący o obecności środków trujących.

374. Ślepa próba w podwyższonej temperaturze. Badanie przeprowadza się jak wyżej, lecz w temperaturze +40°C i w czasie 4 godzin.

375. Próba czułości zestawu. Próbę czułości przeprowadza się przy użyciu aparatury do badania rurek wskaźnikowych sposobem dynamicznym (do wytwarzania śladowych stężeń FoSTI), opisanej w rozdziale II, rysunek 7. Po przeprowadzeniu cechowania aparatury według metodyki podanej w pkt. 114 wytwarza się w układzie powietrze skażone sarinem o stężeniu 3 · 10⁻⁶ mg/dm³ przy pracy na II podzakresie czułości oraz o stężeniu 3 · 10⁻⁵ mg/dm³ przy pracy na I podzakresie czułości. Następnie do układu podłącza się sygnalizator przygotowany do pracy (punkty 370, 371, 372), wstawiając go w miejsce przedstawionej na rysunku 7 rurki wskaźnikowej (11). Ponieważ sygnalizator w swym wnętrzu ma własny rotametr, nabój z aktywowaną krzemionką spełniający rolę filtru oraz pompkę wirnikową po podłączeniu sygnalizatora do odbieralnika (7) zamyka się kran (14) i dalszej części układu z rysunku 7 nie wykorzystuje się. Dobranie odpowiedniej prędkości przepływu powietrza przez układ koniecznej do uzyskaniażądanego stężenia ST przeprowadza się poprzez zmianę obrotów pompki wirnikowej sygnalizatora. Cechowanie aparatury oraz pró-

bę czułości wykonyuje się w temp. 20°C. Próbę uważa się za pozytywną, jeżeli:

A. Przy pracy na II podzakresie (bardziej czułym) sygnał o obecności ST pojawi się nie później niż w ciągu 4 min i 30 s od momentu rozpoczęcia przesysania przez sygnalizator skażonego powietrza. Po pojawieniu się pierwszego sygnału skażonego powietrza przesysa się nadal w ciągu 5 cykli pracy przyrzędu. W każdym z cykli powinna nastąpić sygnalizacja o obecności środka trującego. Po upływie tego czasu odłącza się przewód doprowadzający do sygnalizatora skażone powietrze i przesysa się powietrze czyste. Sygnał o obecności ST może się pojawić w ciągu dalszych 3 cykli pracy.

B. Przy pracy na I podzakresie (mniej czułym) sygnał o obecności ST pojawi się nie później niż w ciągu 68 s od momentu rozpoczęcia przesysania skażonego powietrza. Po pojawieniu się pierwszego sygnału skażone powietrze przesysa się nadal w ciągu 5 cykli pracy przyrzędu. W każdym z cykli powinna nastąpić sygnalizacja o obecności ST. Po upływie tego czasu odłącza się od sygnalizatora przewód doprowadzający skażone powietrze i przesysa powietrze czyste. Sygnał o obecności ST może pojawić się w ciągu dalszych 8 cykli pracy.

376. Sprawdzenie wpływu innych związków chemicznych na pracę sygnalizatora. Wpływ innych związków chemicznych na pracę sygnalizatora może być dwóch rodzajów:

A. sygnalizator podaje sygnał dźwiękowy lub świetlny pod wpływem innych związków chemicznych podczas nieobecności związków fosforoorganicznych;

B. sygnalizator nie podaje sygnału podczas przesysania powietrza skażonego związkami fosforoorganicznymi i innymi związkami chemicznymi.

Metodykę badań sygnalizatora podają punkty 377 i 378.

377. W komorze statycznej opisanej w rozdziale II wytwarza się powietrze skażone innymi związkami chemicznymi. Związkami tymi kolejno będą: tlenki azotu, pary benzynny oraz tlenek i dwutlenek węgla. Metodyka skażenia powietrza wymienionymi związkami podana zostanie niżej. Po przeprowadzeniu skażenia powietrza przygotowuje się sygnalizator do pracy (zgodnie z punktem 370—372). Badanie sygnalizatora polega na przesysaniu skażonego powietrza w ciągu 5 cykli pracy przyrzędu przy pracy na II podzakresie czułości. W ciągu tego czasu sygnalizator nie powinien podawać sygnału o obecności ST. Powyższe badania przeprowadza się w temp. 20°C. Skażone powietrze zawarte w komo-

rze może być używane do badań tak długo, dopóki objętość wyssanego powietrza nie przekracza 10%/o objętości komory, nie dłużej jednak niż w ciągu 60 min od momentu skażenia.

378. W komorze statycznej opisanej w rozdziale II wytwarza się powietrze skażone kolejno wymienionymi wyżej związkami chemicznymi. Równocześnie zgodnie z punktami 370—372 przygotowuje się sygnalizator do pracy. W tym samym czasie przeprowadza się cechowanie aparatury do badania rurek wskaźnikowych sposobem dynamicznym (do wytwarzania śladowych stężeń FoST), a następnie wytwarza się powietrze skażone sarinem o stężeniu 3,5 · 10⁻⁶ mg/dm³. Przygotowany do pracy przyrząd podłącza się do układu uwzględniając uwagi zamieszczone w pkt. 375. Sygnalizator pracując na II podzakresie czułości w każdym swym cyklu pracy powinien wskazywać o obecności środka trującego. Następnie układ dynamiczny z podłączonym sygnalizatorem przyłącza się do komory statycznej w ten sposób, by do układu nie wpływało powietrze czyste, lecz skażone powietrze z komory. Począwszy od tego momentu przez sygnalizator przepływa powietrze skażone związkiem fosforoorganicznym oraz innym związkiem chemicznym. W ciągu 5 cykli pracy przyrząd powinien wskazywać obecność środka trującego.

Powyższe badania przeprowadza się w temp. 20°C.

379. Skażenie powietrza w komorze tlenkami azotu. W odparowalniku znajdującym się wewnątrz komory umieszcza się 28 mg kwasu azotowego o ciężarze właściwym 1,5. Po zamknięciu węża włącza się grzejnik oraz mieszadło. Odparowanie wymienionej ilości kwasu powoduje powstanie wewnątrz komory powietrza skażonego tlenkami azotu o stężeniu 0,01 mg/dm³ (+20%/o naddatku). Po skażeniu powietrza włącza się grzejnik i po upływie 2—3 min przystępuje do badań.

380. Skażenie powietrza w komorze parami benzynny. W odparowalniku znajdującym się wewnątrz komory umieszcza się 3,6 g benzynny samochodowej o ciężarze właściwym 0,72—0,74. Wymienioną ilość benzynny można również wprowadzić do odparowalnika przy użyciu pipety. W tym wypadku objętość powinna wynosić 5,0 cm³. Po zamknięciu węża włącza się następnie grzejnik i mieszadło. Odparowanie powyższej ilości benzynny powoduje powstanie wewnątrz komory powietrza skażonego jej parami o stężeniu 1,5 mg/dm³ (+20%/o naddatku). Po skażeniu powietrza włącza się grzejnik i po upływie 2—3 min przystępuje do badań.

381. Skażenie powietrza w komorze tlenkiem węgla. Przy użyciu gazowej biurety wprowadza się do komory 400 cm³ tlenku węgla o temperaturze 20°C pod ciśnieniem 1 at. Tlenek węgla pobiera się z butli lub generatora. Wprowadzenie do komory wymienionej

ilości tlenku węgla powoduje powstanie w jej wnętrzu skażonego powietrza o stężeniu 0,2 mg/dm³ (+20%/o naddatku). Następnie włącza się mieszadło i po upływie 2—3 min przystępuje do badań.

382. Skażenie powietrza w komorze dwutlenkiem węgla. Przy użyciu gazowej biurety wprowadza się do komory 600 cm³ dwutlenku węgla o temperaturze 20°C pod ciśnieniem 1 at. Dwutlenek węgla pobiera się z butli lub generatora. Wprowadzenie do komory wymienionej ilości dwutlenku węgla powoduje powstanie w jej wnętrzu skażonego powietrza o stężeniu 0,5 mg/dm³ (+20%/o naddatku). Następnie włącza się mieszadło i po upływie 2—3 min przystępuje do badań.

ROZDZIAŁ IV

BADANIE PRZYDATNOŚCI ŚRODKÓW WSKAZNIKOWYCH W WARUNKACH POLOWYCH

383. Do badań przydatności środków wskaźnikowych w warunkach polowych służą:

— rurki kontrolne RK;

— małe świece o zapachu środków trujących.

384. W skład kompletu rurek kontrolnych wchodzi:

— rurki kontrolne RK-1 oznaczone jednym czerwonym pierścieniem służące do badań przydatności rurek wskaźnikowych RW-32;

— rurki kontrolne RK-2 oznaczone jednym żółtym pierścieniem służące do badań przydatności rurek wskaźnikowych RW-36;

— rurki kontrolne RK-5 oznaczone jednym czarnym pierścieniem służące do badań przydatności rurek wskaźnikowych RW-45;

— rurki kontrolne RK-6 oznaczone jednym zielonym pierścieniem służące do badań przydatności rurek wskaźnikowych RW-45;

— rurki kontrolne RK-11 oznaczone jednym czerwonym pierścieniem i czerwoną kropką służące do imitowania środka trującego wykrywanego przez rurkę wskaźnikową RW-44.

385. W skład ćwiczebnego zestawu małych świec o zapachu środków trujących wchodzi:

— świeca zawierająca iperyt oznaczona jednym żółtym krążkiem;

— świeca zawierająca luizyt oznaczona jednym fioletowym krążkiem;

— świeca zawierająca chloroacetofenon oznaczona jednym białym krążkiem;

— świeca zawierająca adamsyt oznaczona dwoma białymi krążkami;

— świeca zawierająca kwas pruski oznaczona dwoma czerwonymi krążkami.

Wiadomości ogólne

386. Budowa rurki kontrolnych jest podobna do budowy rurki wskaźnikowych. Składają się one również (rys. 9) z kadłuba, którym jest zatopiona z obu końców szklana rurka, wewnątrz którego znajdują się: ampułka (jedynie RK-11 nie posiada ampułki), ociekacz, wypełniacz i tampon z waty. Na jednym z końców rurki kontrolnej znajduje się jej oznakowanie w postaci barwnego pierścienia, który pozwala odróżnić pomiędzy sobą poszczególne rodzaje rurki kontrolnych. Drugi koniec wszystkich rurki kontrolnych oznaczony jest szerokim czerwonym pierścieniem, co z kolei pozwala na odróżnienie ich od rurki wskaźnikowych.

Rurki kontrolne umieszczone są w kasetkach, z których każda zawiera 9 sztuk rurki jednego rodzaju oraz krótką rurkę gumową służącą do połączenia rurki kontrolnej z badaną rurką wskaźnikową. Kasetka ma na zewnątrz oznakowanie odpowiadające oznakowaniu umieszczonych w niej rurki. Ponadto na kasetce napisany jest rok produkcji rurki, termin ich ważności oraz etykieta określająca przeznaczenie rurki i podająca sposób postępowania się.

Komplet rurki kontrolnych składa się z pięciu kasetek zawierających rurki kontrolne wymienione w pkt. 384, przebijaka do ampułek oraz krótkiej instrukcji postępowania się kompletem rurki umieszczonych w kartonowym pudełku.

Metodyka badań przydatności rurki wskaźnikowych przy użyciu rurki kontrolnych

387. W celu przeprowadzenia badań przydatności rurki wskaźnikowych przy użyciu rurki kontrolnych RK należy wykonać następujące czynności:

— otworzyć końce rurki kontrolnej RK po nadpiłowaniu ich na stożkach zatopienia i rozbić ampułkę (jeśli jest) przebijakiem dołączonym do kompletu po uprzednim przetarciu jego kolca tamponem z gazy;

— przygotować do pracy odpowiednią rurkę wskaźnikową RW, tzn. otworzyć jej końce i rozbić, jeśli trzeba, zawartą w niej ampułkę przebijakiem umieszczonym w ręczce pompy przyrządu PChR;

— połączyć nie oznaczony koniec rurki kontrolnej RK z oznaczonym końcem badanej rurki wskaźnikowej RW za pomocą gu-

nowej rurki umieszczonej w kasetce. Połączenie ma być wykonane w ten sposób, by końce szklanych rurki stykały się;

— przesać przez połączone rurki powietrze wykonując tyle ruchów tłokiem pompy, ile wymieniono na etykiecie kasetki używanej aktualnie rurki kontrolnej RK;

— rozbić ampułkę rurki wskaźnikowej RW przebijakiem umieszczonych w ręczce pompy przyrządu PChR i obserwować zmianę barwy wypełniacza. Porównując barwę wypełniacza ze wzorcem barwnym umieszczonym na kasetce z rurkami wskaźnikowymi wnioskować o przydatności badanej rurki wskaźnikowej RW.

U w a g i:

— przetarcie kolca przebijaka przeprowadzać należy czystym tamponem z gazy każdorazowo przed rozbićciem ampułek w rurkach kontrolnych;

— do badań przydatności rurki wskaźnikowych do pracy konieczne należy stosować rurki kontrolne z nieprzekroczonym okresem ważności.

Mając wprawę w postępowaniu się rurkami wskaźnikowymi można jedną rurkę kontrolną wykorzystywać wielokrotnie, tzn. przy jej użyciu sprawdzić przydatność kilku (nie mniej niż 10—15) rurki wskaźnikowych. Wyjatek stanowi rurka kontrolna na soman, którą zaleca się wykorzystywać do sprawdzania przydatności nie więcej niż 6—7 rurki wskaźnikowych.

U w a g a. Opisana wyżej metoda nie dotyczy rurki kontrolnej RK-11. Metoda postępowania się wymienioną rurką jest opisana w dalszej części instrukcji.

Rurka kontrolna RK-1
oznaczona jednym czerwonym pierścieniem

PRZEZNACZENIE

388. Rurka kontrolna RK-1 służy do badań przydatności rurki wskaźnikowej RW-32. Substancje chemiczne zawarte w rurce kontrolnej imitują obecność sarinu w analizowanym powietrzu.

sposób użycia

389. Rurkę kontrolną RK-1 używa się zgodnie z metodyką opisaną w punkcie 387. Po rozbićciu ampułki w rurce kontrolnej łączy się ze sobą rurkę kontrolną i wskaźnikową, przesysa powietrze wykonując 6 ruchów tłokiem pompy i następnie rozbiła ampułki w rurce wskaźnikowej. Rurka wskaźnikowa RW-32 (tzn. inne egzemplarze z tej samej serii) nadaje się do użycia, jeśli powstałe zabarwienie wypełniacza rurki odpowiada zabarwieniu wzorca umieszczonego na kasetce odpowiadającego stężeniu 0,0002—0,0003 mg ST/dm³ powietrza.

390. Wypełniacz: żel krzemionkowy SiO_2 . W ampułce znajduje się roztwór benzenosulfochloroku w nafcie.

**Rurka kontrolna RK-2
oznaczona jednym żółtym pierścieniem**

PRZEZNACZENIE

391. Rurka kontrolna RK-2 służy do badań przydatności rurki wskaźnikowej RW-36. Substancje chemiczne zawarte w rurce kontrolnej imitują obecność iperytu w analizowanym powietrzu.

SPÓSOB UŻYCIA

392. Rurkę kontrolną RK-2 używa się zgodnie z metodyką opisaną w punkcie 387. Po rozbiciu ampułki w rurce kontrolnej łączy się ze sobą rurkę kontrolną i wskaźnikową i przesyła powietrze wykonując 6 ruchów tłokiem pompki. Rurka wskaźnikowa RW-36 (tzn. inne egzemplarze z tej samej serii) nadaje się do użycia, jeśli powstałe zabarwienie wypełniacza rurki odpowiada zabarwieniu wzorca umieszczonego na kasetyce odpowiadającego stężeniu $0,0003 \text{ mg ST/dm}^3$ powietrza.

SKŁAD WYPEŁNIENIA RURKI

393. Wypełniacz: żel krzemionkowy SiO_2 . W ampułce znajduje się roztwór bromoetylobenzenu w alkoholu etylowym.

**Rurka kontrolna RK-5
oznaczona jednym czarnym pierścieniem**

PRZEZNACZENIE

394. Rurka kontrolna RK-5 służy do badań przydatności rurki wskaźnikowej RW-45. Substancje chemiczne zawarte w rurce kontrolnej imitują obecność kwasu pruskiego w analizowanym powietrzu.

SPÓSOB UŻYCIA

395. Rurkę kontrolną RK-5 używa się zgodnie z metodyką opisaną w punkcie 387. Po rozbiciu ampułki w rurce kontrolnej i ampułki w rurce wskaźnikowej obie rurki łączy się ze sobą i przesyła powietrze wykonując 1—2 ruchów tłokiem pompki. Rurka wskaźnikowa RW-45 (tzn. inne egzemplarze z tej samej serii) nadaje się do wykrywania kwasu pruskiego, jeśli powstałe zabarwienie trzeciej warstwy wypełniacza rurki odpowiada zabarwieniu wzorca na kwas pruski umieszczonego na kasetyce odpowiadającego stężeniu $0,1 \text{ mg ST/dm}^3$ powietrza.

396. Wypełniacz: żel krzemionkowy SiO_2 nasycony roztworem rodanku potasowego KSCN. W ampułce znajduje się roztwór dwuchromianu potasowego $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ w kwasie siarkowym.

**Rurka kontrolna RK-6
oznaczona jednym zielonym pierścieniem**

PRZEZNACZENIE

397. Rurka kontrolna RK-6 służy do badań przydatności rurki wskaźnikowej RW-45. Substancje chemiczne zawarte w rurce kontrolnej imitują obecność fosgenu i dwufosgenu w analizowanym powietrzu.

SPÓSOB UŻYCIA

398. Rurkę kontrolną RK-6 używa się zgodnie z metodyką opisaną w punkcie 387. Po rozbiciu ampułki w rurce kontrolnej i ampułki w rurce wskaźnikowej obie rurki łączy się ze sobą i przesyła powietrze wykonując 15 ruchów tłokiem pompki. Rurka wskaźnikowa RW-45 (tzn. inne egzemplarze z tej samej serii) nadaje się do wykrywania fosgenu i dwufosgenu, jeśli powstałe zabarwienie pierwszej warstwy wypełniacza rurki odpowiada zabarwieniu wzorca na fosgen i dwufosgen umieszczonego na kasetyce odpowiadającego stężeniu $0,15 \text{ mg ST/dm}^3$ powietrza. Zabarwienie wypełniacza obserwuje się w ciągu 1 minuty.

SKŁAD WYPEŁNIENIA RURKI

399. Wypełniacz: żel krzemionkowy SiO_2 nasycony hydrattem chloroku. W ampułce znajduje się roztwór dwuchromianu potasowego $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ w kwasie siarkowym.

**Rurka kontrolna RK-11
oznaczona jednym czerwonym pierścieniem i czerwoną kropką**

PRZEZNACZENIE

400. Rurka kontrolna RK-11 służy do nauki postępowania się rurką wskaźnikową RW-44. Wymieniona rurka kontrolna nie jest przeznaczona do sprawdzania jakości RW-44.

SPÓSOB UŻYCIA

401. Otwiera się dwie rurki wskaźnikowe RW-44 i specjalnym przebijakiem rozbija górne ampułki obu rurek. Rurki chwytła się za oznakowane końce i energicznie wstrząsa 2—3 razy. Następnie

otwiera się jedną rurkę kontrolną RK-11 i za pomocą krótkiej rurki gumowej łączy jej nie oznakowany koniec z oznakowanym końcem jednej z rurek wskaźnikowych RW-44 (doświadczalnej), którą następnie nie oznakowanym końcem wstawia się w kolektor pompy. Przez zestawiony w ten sposób układ przesyła się powietrze wykonując 1—2 ruchów tłokiem pompy. Przez drugą rurkę wskaźnikową RW-44 (kontrolną) powietrza się nie przesyła. Następnie w obu rurkach wskaźnikowych rozbija się dolne ampulki i energicznie wstrząsa rurkami. Po wykonaniu wymienionych czynności obserwuje się zmianę zabarwienia wypełniacza kontrolnej rurki wskaźnikowej od barwy czerwonej do żółtej. Od momentu utworzenia się żółtej barwy w kontrolnej RW czerwona barwa górnej warstwy wypełniacza doświadczalnej RW imituje obecność środka trującego.

SKŁAD WYPEŁNIENIA RURKI

402. Wypełniacz: żel krzemionkowy SiO_2 nasycony amoniakiem NH_3 . Rurka nie ma ampulki.

MAŁE ŚWIECE O ZAPACHU ŚRODKÓW TRUJĄCYCH

Przeznaczenie

403. Małe świece o zapachu środków trujących służą do sprawdzania własności indykacyjnych rurek wskaźnikowych oraz automatycznego sygnalizatora skażeń GSP-1 w warunkach polowych. W skład ćwiczebnego zestawu wchodzi świece wymienione w pkt. 385.

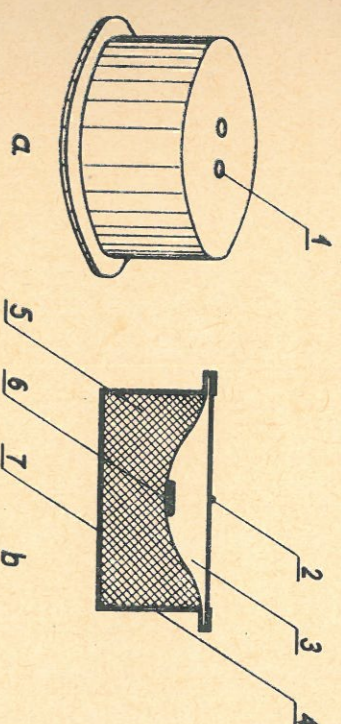
Budowa świecey

404. Mała świeca o zapachu środka trującego składa się z kadłuba, wyparnika i zapłonika. Budowa świecey przedstawiona jest na rysunku 19.

Kadłub świecey (7) napełnia się mieszaną palną (5), która jest węgiewiel, sól Bertholleta i mielona cegła czerwona. Wyparnik (3) napełnia się rozrartym na proszek kaolinem lub puneksem, na który nanosi się (w zależności od rodzaju świecey) iperyt, luizyt lub miesza się z nim adamsyt, chloroacetonfenon albo dwutlenek. W celu rozpoznania środka trującego, którym napełniony jest wyparnik na dnie świecy znajdują się umowne znaki (1) — kolorowe krążki o średnicy 10 mm.

Sposób użycia

405. Sprawdzanie własności indykacyjnych rurek wskaźnikowych oraz sygnalizatora GSP-1 przy użyciu małej świecey o zapachu środka trującego przeprowadza się tylko w terenie otwartym. W tym celu należy zapłonikiem przebić otwór (4) w kadłubie świecey, wstawić do tego otworu zapłonik i pocierając jego główkę potarką doprowadzić do zapalenia się zapłonika.



Rys. 19. Mała świeca o zapachu środka trującego:

a) widok ogólny; b) przekrój; 1 — znakowanie świecey; 2 — otwór w pokrywie zalutowany stopem Wooda; 3 — wyparnik; 4 — otwór do wstawienia zapłonika; 5 — mieszanka palna; 6 — srodek trujący; 7 — kadłub świecey

Następnie świecę należy postawić na przedmiocie z materiału niepalnego lub na ziemi stroną oznakowaną ku dołowi. Po upływie 25—50 s od momentu zapalenia się zapłonika i mieszanek palnej parnika stapia się i przez powstały otwór (4) w pokrywie wy-1,5—2 minut pary środka trującego.

Przy sprzyjających warunkach meteorologicznych spalanie jednej świecey umożliwia wykrycie środka trującego na odległość do 10 m od świecey w kierunku wiatru (jeśli sprawdzane środki wskaźnikowe są sprawne).

W.Z. Graf. Zam. 945/S