



FEDERÁLNÍ ÚŘAD  
PRO VYNÁLEZY

# POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

267 124

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.<sup>4</sup>  
G 01 N 27/00

(21) PV 8588-87.F  
(22) Přihlášeno 27 11 87

(40) Zveřejněno 12 05 89  
(45) Vydáno 27.7.1990

(75)  
Autor vynálezu

LEXA JIŘÍ RNDr., PLZEŇ,  
ŠTULÍK KAREL ing. CSc., PRAHA

Způsob stanovení rtuti

(54)

(57) Řešení se týká způsobu stanovení rtuti elektrochemickou rozpouštěcí analýzou. Podstata řešení spočívá v použití indikační elektrody chemicky modifikované tri-n-oktylfosfinoxydem. Použitím uvedených elektrod se zjednoduší analytický postup tím, že se spojí do jednoho kroku dělení a koncentrování rtuti v modifikátoru indikační elektrody s jejím elektrochemickým stanovením. Řešení je možné využít například při analýzách ekologických vzorků a při stanovení rtuti v čistých chemikáliích.

Vynález se týká způsobu stanovení rtuti a spadá do oboru analytické chemie.

Doposud známé způsoby stanovení nízkých koncentrací rtuti v ekologických materiálech využívají nejčastěji atomové absorpční spektrometrie a elektrochemické rozpouštěcí analýzy. V praxi jsou nejrozšířenější různé modifikace atomové absorpční spektrometrie. Zařízení pro tuto metodu jsou dostupná buď jako příslušenství komerčních atomových absorpčních spektrometrů, nebo jako jed noučelové analyzáto ry rtuti. Přehled metod a komerčních přístrojů pro stanovení rtuti uvádí například Cibulka se spolupracovníky v monografii "Pohyb olova, kadmia a rtuti v zemědělské výrobě a biosféře", vydané SZN v Praze roku 1986. Problematikou stanovení rtuti elektrochemickou rozpouštěcí analýzou se v poslední době zabýval například Hátle v časopise Talanta 34, 1001, 1987.

Nevýhodou těchto dosavadních způsobů, založených na atomové absorpční spektrometrii, je zejména složitost zařízení, vysoká cena i značná spotřeba energie, což znesnadňuje použití zařízení přímo v terénu. Nevýhodou dosavadních způsobů stanovení rtuti elektrochemickou rozpouštěcí analýzou je poměrně nízká selektivita a vyšší obtížnost práce, plynoucí

z nutnosti používat tuhých elektrod. Stopové koncentrace rtuti ve složitější matrici vzorku lze proto stanovit těmito metodami jen po předchozím oddělení rtuti. Zařazení dosud běžných metod dělení, nejčastěji destilace kovové rtuti, způsobuje však podstatné zvýšení pracnosti a časové náročnosti celé analýzy, ale znamená také zvýšení pravděpodobnosti kontaminace analyzovaných vzorků.

Uvedené nevýhody těchto doposud známých způsobů se odstraní způsobem stanovení rtuti elektrochemickou rozpouštěcí analýzou podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že se spojí dělení a koncentrování rtuti na indikační elektrodě chemicky modifikované tri-n-oktylfosfinoxidem s jejím elektrochemickým stanovením.

Výhodou tohoto řešení způsobu stanovení rtuti je to, že celý postup analýzy lze snadno automatizovat a použít například i v mobilním analyzátoru. Protože tri-n-oktylfosfinoxid jako modifikátor indikační elektrody zajišťuje vysokou selektivitu vlastního elektrochemického rozpouštěcího stanovení, je možné stanovit nízké koncentrace rtuti přímo, bez dalšího předběžného dělení.

Vynález je možné využít prakticky ve všech analytických laboratořích, například při analýze ekologických materiálů. Způsob stanovení je pracovně nenáročný, využívá běžné analytické operace a s výjimkou organického činidla, používaného jako modifikátor indikační elektrody, i běžné chemikálie.

#### Příklad

K 10 ml analyzovaného roztoku se postupně přidá 0,2 ml 5 M kyseliny chlorovodíkové HCl, 0,2 ml 8 M kyseliny fosforečné  $H_3PO_4$  a 0,01 ml 30 % m/m peroxidu vodíku  $H_2O_2$ . Rtuť se nejdříve akumuluje do fáze modifikátoru indikační elektrody odpojené od potenciostatu, v míchaném roztoku po dobu 1 až 20 minut, poté se elektroda opláchne vodou a rtuť zachycená v modifikátoru se stanoví v prostředí 0,1 M kyseliny chlorovodíkové HCl anodickou rozpouštěcí voltametrií. Nejdříve se redukuje  $Hg^{2+}$  na kov po dobu 40 sekund, při potenciálu

+0,20 V proti 1 M argentchloridové elektrodě, a ten se dále rozpouští anodickou polarizací elektrody lineární změnou potenciálu, rychlostí  $10 \text{ mV.s}^{-1}$ , až na potenciál +0,50 V proti 1 M argentchloridové elektrodě. Registruje se závislost anodického proudu na potenciálu indikační elektrody. Rtuť poskytuje za uvedených podmínek proudový pík oxidace  $\text{Hg}^0$  na  $\text{Hg}^{2+}$  s maximem při potenciálu +0,41 V. Při šestiminutové době akumulace byla mez stanovitelnosti rtuti  $30 \text{ ng.l}^{-1}$  a kalibrační závislost byla lineární od této hodnoty až do koncentrace  $0,02 \text{ mg.l}^{-1}$ . Před dalším stanovením se elektroda regeneruje v míchaném roztoku, obsahujícím 2 M kyselinu chlorovodíkovou  $\text{HCl}$  + 1 M chlorid zinečnatý  $\text{ZnCl}_2$  +  $0,01 \text{ mg.ml}^{-1} \text{ Cr}^{6+}$ , po dobu 80 sekund. Indikační elektroda chemicky modifikovaná tri-n-oktylfosfinoxidem se připraví podle AO 255980.

## PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob stanovení rtuti, vyznačený tím, že po oddělení rtuti od rušících prvků, například železa, selenu, arsenu, stříbra a mědi, jejím nahromaděním v tri-n-oktylfosfinoxidu, deponovaném na indikační elektrodě, se obsah rtuti stanoví anodickou rozpouštěcí voltametří nebo anodickou rozpouštěcí chronopotenciometří.