



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

248 531

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 08 07 85
(21) PV 5106-85

(51) Int. Cl.⁴

G 01 N 27/44

(40) Zveřejněno 12 06 86

(45) Vydáno 01 07 88

(75)
Autor vynálezu

NOVÁK JOSEF RNDr.,
VYHLÍDKA PAVEL ing., PRAHA

(54)

Způsob diferenčního stanovení dusitanů v
odpadních vodách

Řešení se týká problematiky čištění
odpadních vod.
Dusitany v odpadních vodách se stanoví
pomocí dusičnanové selektivní elektrody
jejich oxidací v měřeném roztoku pomocí
manganistanu za teploty místnosti a v pro-
středí o pH 2 až 4. Nadbytečné manganis-
tanové ionty se podrobí působení síranu
nebo chloridu manganatého v množství od
 $1 \cdot 10^{-4}$ do $2,5 \cdot 10^{-3}$ molu na 1 litr měře-
ného roztoku.

Vynález se týká způsobu diferenčního stanovení dusitanů v odpadních vodách pomocí dusičnanové selektivní elektrody oxidací v měřeném roztoku přítomných dusitanů manganistanem za teploty místnosti a v prostředí o pH 2 až 4.

Je známo provádět stanovení kysličníků dusíku sorpcí do peroxidu vodíku. Jeho rušivý vliv se odstraňuje záhřevem vzorku s přidavkem pevného kysličníku manganického a obsah vytvořených dusičnanů se stanoví pomocí elektrody s kapalnou membránou. Dále je známo stanovit kysličníky dusíku volumetricky za využití oxidace kysličníků dusíku manganistanem v prostředí 60%ní kyseliny sírové, přičemž jeho přebytek se retitruje síranem železnatým.

Ukázalo se, že použití těchto známých postupů pro stanovení dusitanů neposkytuje při použití peroxidu vodíku nebo manganistanu spolehlivé výsledky, protože odstranění peroxidu vodíku z roztoku je proces poměrně zdlouhavý. Navíc přítomnost manganistanu zcela znemožňuje měření.

Uvedené nedostatky odstraňuje podle vynálezu způsob diferenčního stanovení dusitanů v odpadních vodách pomocí dusičnanové selektivní elektrody oxidací v měřeném roztoku přítomných dusitanů manganistanem za teploty místnosti a v prostředí o pH 2 až 4. Jeho podstata spočívá v tom, že se nadbytečné manganistanové ionty podrobí působení síranu nebo chloridu manganatého v množství od $1 \cdot 10^{-4}$ do $2,5 \cdot 10^{-3}$ molu na 1 litr měřeného roztoku.

Základní výhoda způsobu podle vynálezu spočívá v tom, že nevyžaduje zvýšené teploty a je vhodný pro seriové analýzy za použití elektrody s kapalnou membránou.

Způsob podle vynálezu je dále blíže popsán na několika příkladech provedení

Příklad 1

Za účelem stanovení dusičnanů bylo do suchých 50 ml kádinek odpipetováno 20 ml výluhu vzorku nebo pro účely kalibrace po 20 ml $5 \cdot 10^{-5}$ M až $1 \cdot 10^{-2}$ M roztoků dusičnanu sodného. K roztoku bylo přidáno pipetou 2 ml stínícího roztoku, roztoky byly promíchány a ponechány 5 min. stát po ponoření páru elektrod a ustálení potenciálu byla odečtena jeho hodnota. Do grafu na semilogaritmický papír byla vynesena závislost potenciálu v mV na molární koncentraci dusičnanu.

Za účelem stanovení dusitanů, to je sumy dusičnanů a dusitanů bylo do suchých 50 ml kádinek odpipetováno po 20 ml analyzovaného vzorku, případně $5 \cdot 10^{-5}$ M až $5 \cdot 10^{-2}$ M roztoků dusitanu sodného. Roztoky v kádinkách byly okyseleny dvěma kapkami zředěné kyseliny sírové a přidáván po kapkách za míchání roztok manganistanu draselného. Zbarvení roztoku manganistanem muselo být stále nejméně 3 min.. Poté bylo přidáno pipetou 0,2 ml roztoku síranu manganatého a pH roztoku bylo upraveno přídavkem hydroxidu sodného po kapkách na hodnotu pH v rozmezí 4 až 8. Roztok měl žlutou barvu a začínal se zbalovat vyarážený hydratovaný MnO_2 . K takto upravenému roztoku bylo pipetou přidáno 2 ml stínícího roztoku, obsah kádinky byl převeden do 50 ml odměrné baňky a baňka byla doplněna vodou po značku. Měření bylo provedeno stejně jako v případě stanovení dusičnanů.

Příklad 2

248 531

Pro stanovení dusičnanů a dusitanů v půdních výluzích byla navážka 1 až 5 g vysušené zeminy vyloužena za míchání skleněným elektromagnetickým míchadlem po dobu 30 min. v 70 ml destilované vody. Roztok byl převeden do 100 ml odměrné baňky a doplněn vodou. Ke stanovení bylo pipetováno 20 ml zásobního roztoku vzorku. Roztok byl okyselen dvěma kapkami zředěné kyseliny sírové a přidáváno po kapkách za míchání roztok manganistanu draselného zbarvení roztoku manganistanem muselo být stále nejméně 3 min.. Potom bylo přidáno pipetou 0,2 ml chloridu manganatého a pH roztoku bylo upraveno přidavkem hydroxidu sodného po kapkách na hodnotu pH v rozmezí 4 až 8. Roztok měl žlutou barvu a začínal se zbalovat vysrážený hydratovaný MnO_2 . K takto upravenému roztoku bylo přidáno 2 ml stínícího roztoku, obsah kádinky byl převeden do 50 ml odměrné baňky a baňka byla doplněna vodou po značku. Měření bylo provedeno stejně jako v případě stanovení dusičnanů.

Příklad 3

Pro stanovení NO_2^- a NO_3^- ve vodách kalíren se z odebraného vzorku odpadní vody kalírny připravil vhodným ředěním zásobní roztok, aby koncentrace dusitanů a dusičnanů v roztoku se pohybovala v rozmezí 10^{-2} až 10^{-4}M na sledované složky. Z roztoku bylo pipetováno 20 ml roztoku pro analýzu. Roztok v kádince byl okyselen dvěma kapkami zředěné kyseliny sírové a přidáván po kapkách za míchání roztok manganistanu draselného. Zbarvení roztoku manganistanem muselo být stále nejméně 3 minuty. Potom bylo přidáno pipetou 0,5 ml síranu manganatého a pH roztoku bylo upraveno přidavkem hydroxidu sodného po kapkách na hodnotu pH v rozmezí 4 až 8. Roztok měl žlutou barvu a začínal se zbalovat vysrážený hydratovaný MnO_2 . K takto upravenému roztoku bylo přidáno 2 ml stínícího roztoku, obsah kádinky byl převeden do 50 ml odměrné baňky a baňka byla doplněna vodou po značku. Měření bylo provedeno obdobně jako v příkladu 1.

Příklad 4

248 531

Pro stanovení NO_2 a NO_3 v kalících směsích bylo odvá-
ženo 1g vzorku směsi do 250 ml odměrné baňky a po rozpuště-
ní se baňka doplnila vodou po značku. Po promíchání zásobního
roztoku bylo pipetováno 20 ml roztoku. Roztok v kádince byl
okyselen dvěma kapkami zředěné kyseliny sírové a přidáván
po kapkách a zamíchání roztok manganistanu draselného. Zbarve-
ní roztoku manganistanem muselo být stále nejméně 3 minuty.
Potom bylo přidáno pipetou 0,4 ml chloridu manganatého
a pH roztoku bylo upraveno přídatkem hydroxidu sodného po
kapkách na hodnotu pH v rozmezí 4 až 8. Roztok měl žlutou
barvu a začínal se zbalovat vysrážený, hydratovaný MnO_2 .
K takto upravenému roztoku bylo přidáno 2 ml stínícího rozto-
ku, obsah kádinky byl převeden do 50 ml odměrné baňky a
baňka byla doplněna vodou po značku. Měření bylo provedeno
obdobně jako v příkladu 1.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob diferenčního stanovení dusitanů v odpadních
vodách pomocí dusičnanové selektivní elektrody oxidací
v měřeném roztoku přítomných dusitanů manganistanem za
teploty místnosti a v prostředí o pH 2 až 4, vyznačující
se tím, že se nadbytečné manganistanové ionty podrobí
působení síranu nebo chloridu manganatého v množství od
 $1 \cdot 10^{-4}$ do $2,5 \cdot 10^{-3}$ molu na 1 litr měřeného roztoku.