



POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

243635

(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴
G 01 N 33/18

(22) Přihlášeno 22 12 83
(21) PV 9762-83

(40) Zveřejněno 17 09 85

(45) Vydáno 15 05 87

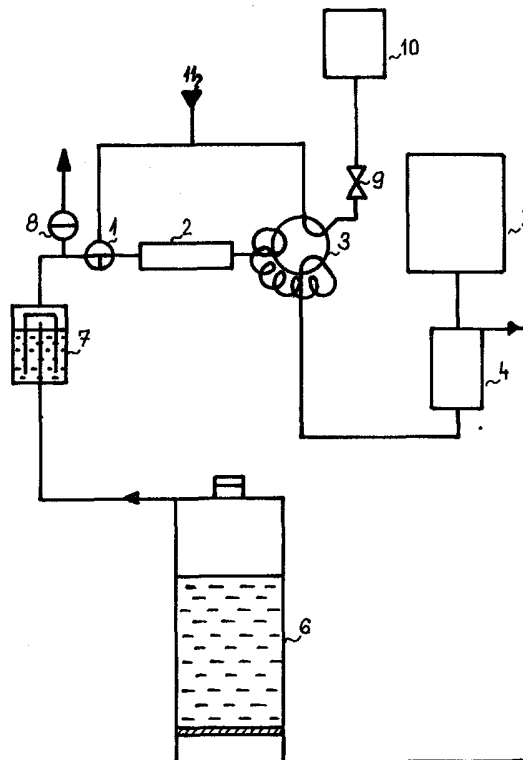
(75)
Autor vynálezu

REZL VLASTIMIL prom. chem.; KAMENÍKOVÁ IRENA ing., BRNO

(54) Způsob stanovení těkavých organických látek ve vodě, například uhlíku

Vzorek vody se po případném okyselení na pH 2 ± 1 extrahuje vodíkem nebo jeho směsí s inertním plynem, například dusíkem, argonem nebo héliem v uzavřeném okruhu, extrahovaný anorganický uhlík ve formě oxidu uhličitého, popřípadě kyslíkový podíl deaerace, se absorbují.

Podstatou způsobu je, že těkavé organické látky se katalyticky převádějí na metan, homogenizují a potom se dávkují do plamenového ionizačního detektoru.



Vynález se týká způsobu stanovení těkavých organických látek ve vodě, například uhlíku, umožňujícího plnou automatizaci a vysokou citlivost stanovení.

Problém znečištění vod organickými látkami není nový, jeho naléhavost však rychle narůstá s rozvojem průmyslové revoluce. V poslední době začíná vystupovat do popředí zejména problém znečištění podzemních vod a vodních pramenů, používaných k pitným účelům. Dochází totiž k pronikání ropných uhlovodíků, a také halogenovaných uhlovodíků, odpady z chemických čistíren do ložisek pitné vody. Z toho plyne, že voda, jako základní potravina člověka, vyžaduje v současné době pečlivou analytickou kontrolu.

Čs. norma povoluje maximální koncentraci 10 ppb uhlovodíků v pitné vodě; to znamená, že analytická metoda stanovení uhlovodíků v těchto vodách by měla vykazovat citlivost $\pm 0,1$ ppb. K tomuto účelu je nejvhodnější metoda stripování většího množství vzorku vody, tj. 10 až 1 000 ml, inertním nebo jiným plynem. Dosavadní metody jsou pracné, časově náročné a obtížně automatizovatelné. Nejčastěji se používá metoda stripování (extrakce) vzorku vody inertním plynem v uzavřeném okruhu, adsorpce uhlovodíků v malém množství aktivního uhlí, desorpce uhlovodíků malým množstvím sirouhliku a chromatografické analýzy tohoto roztoku.

Tyto dosavadní nedostatky odstraňuje způsob stanovení těkavých organických látek ve vodě, například uhlíku, u kterého se vzorek vody, po případném okyselení na $\text{pH } 2 \pm 1$, extrahuje vodíkem nebo jeho směsí s inertním plynem, například dusíkem, argonem nebo héliem v uzavřeném okruhu, extrahovaný anorganický uhlík ve formě oxidu uhličitého, popřípadě kyslíkový podíl deaerace, se absorbují. Podstatou způsobu je, že těkavé organické látky se katalyticky převádějí na metan, homogenizují se a potom dávkuje do plamenového ionizačního detektoru.

Výhodou popisovaného způsobu oproti dosavadním metodám je, že snižuje pracnost analýzy, umožňuje vysokou citlivost stanovení, až 0,1 ppb při minimálním objemu vzorku vody 10 ml, a poskytuje možnost plné automatizace procesu při stanovení těkavého organického uhlíku ve vodě.

Způsob v praktickém provedení bude objasněn pomocí připojeného výkresu, na kterém je znázorněno blokové uspořádání zařízení, určené k popisovanému způsobu.

Zařízení pro stanovení těkavých organických látek je znázorněno na přiloženém výkresu a sestává z šesticestného kohoutu 3, jehož dva protilehlé výstupy jsou spojeny smyčkou, třetí výstup je spojen přes reaktor 2 s trojcestným kohoutem 1, spojeným jednak s výpustným kohoutem 8 a přes absorbér 7, extraktor 6 s ventilovým systémem 4, a jednak s přívodem 19 plynu, a přes čtvrtý a pátý výstup šesticestného kohoutu 3 a přes chromatografickou kolonu 9 s ionizačním detektorem 10, přičemž jeho šestý výstup je spojen přes ventilový systém 4 s čerpadlem 5.

Způsob podle vynálezu probíhá následovně. Celý okruh se nejprve vypláchne vodíkem nebo jeho směsí s inertním plynem, například dusíkem, a to dávkováním přes třícestný kohout 1, ventilový systém 4 s čerpadlem 5 do extraktoru 6, absorbéru 7 a otevřeným výpustným kohoutem 8 do atmosféry. Po vypláchnutí obvodu se okruh uzavře třícestným kohoutem 1 a výpustným kohoutem 8. Vzorek vody po případném okyselení, například kyselínou fosforečnou na $\text{pH } 2 \pm 1$, se nadávkuje do extraktoru 6, podrobí extrakci vodíkem nebo směsí s inertním plynem, dusíkem, argonem, héliem v uzavřeném okruhu za konstantních stavových podmínek. Uvolněný anorganický uhlík, reprezentovaný rozpuštěným bikarbonátovým nebo i karbonátovým uhlíkem, popřípadě také kyslík rozpuštěného vzduchu, je selektivně absorbován v absorbéru 7, například roztokem hydroxidu sodného, draselného nebo alkalickým roztokem pyrogalolu. Přítomné uhlovodíky jsou konvertovány na metanizačním katalyzátoru, například niklu, za teploty 300 až 600 °C na metan v reaktoru 2. Metan je po homogenizaci celkové plyné směsi dávkován smyčkou šesticestného kohoutu 3 přes chromatografickou kolonu 9 a nebo přes pneumatický odpor do ionizačního detektoru 10. Zařízení jako celek může být s výhodou termostatováno a výstup z výpustného kohoutu 8 veden přes tlakovou pojistku, zajišťující konstantní tlak v okruhu.

Způsob podle vynálezu je určen zejména k analýze pitné vody, nevylučuje ale možnost aplikace i pro analýzu ostatních druhů vody.

P R Ě D M Ě T V Y N Á L E Ž U

Způsob stanovení těkavých organických látek ve vodě, například uhlíku, u kterého se vzorek vody po případném okyselení na $\text{pH } 2 \pm 1$ extrahuje vodíkem nebo jeho směsí s inertním plynem, například dusíkem, argonem nebo héliem v uzavřeném okruhu, extrahovaný anorganický uhlík ve formě oxidu uhličitého nebo kyslíkový podíl deaerace se absorbují, vyznačený tím, že těkavé organické látky se katalyticky převádějí na metan, homogenizují a potom se dávkují do plamenového ionizačního detektoru.

1 výkres

