



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

210119

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.³
G 01 N 31/08

/22/ Přihlášeno 24 05 79
/21/ /PV 3560-79/

(40) Zveřejněno 30 04 81

(45) Vydáno 15 07 82

(75)

Autor vynálezu

FRANC JAROSLAV ing. CSc., PARDUBICE

(54) Způsob stanovení dusičnanových, popřípadě jiných oxidujících aniontů

1

Vynález se týká způsobu stanovení malých množství dusičnanových, popřípadě jiných oxidujících aniontů.

Stanovení kationtů v analytické chemii je věnována velká pozornost a byla vypracována celá řada metodik sloužících tomuto cíli, ať už to je atomární absorpce, polarografie, emisní spektroskopie a jiné analytické metody. Naproti tomu, jestliže se vyskytne potřeba stanovit malá množství různých aniontů, je situace již obtížnější. Existují sice různé metody polarografické, nebo používající iontově selektivních elektrod při potenciometrické titraci, tyto však selhávají jestliže se anionty mají stanovit ve směsích s různými organickými látkami. V takovém případě pomohou pouze separační metody, zvláště metody chromatografické.

Dělení aniontů chromatograficky byla věnována značná pozornost jak je zřejmé z přehledu zpracovaného Brinkmanem, který sahá do roku 1972 i dalších prací. Pro stejný účel bylo použito i elektroforesy a isotachoforesy. Všechny tyto práce se však zabývají pouze dělením a identifikací aniontů, ne však jejich stanovením. Pouze několik prací, které jsou věnovány fosforečnanům, jsou současně pracemi kvantitativními.

Hlavním problémem v poslední době bývá stanovení dusičnanů v nejrůznějších organických materiálech /např. melase, kyselině citrónové/, kde dosud známé metody selhaly zcela, a to jednak pro přítomnost velkého množství rušivých organických látek a jednak někdy pro malé koncentrace přítomných dusičnanů.

2

Nyní bylo zjištěno, že výše uvedené totiž lze odstranit způsobem stanovení podle vynálezu.

Podstata způsobu stanovení malých množství dusičnanů popřípadě jiných oxidujících aniontů na bázi detekce roztokem difenylaminu a densitometrického vyhodnocení obsahu aniontu podle vynálezu spočívá v tom, že se dělení aniontu od ostatních látek provede chromatografií na tenké vrstvě.

Stejným způsobem lze stanovit i obsah jiných oxidujících iontů. Jejich přehled je v příložené tabulce.

Níže uvedený příklad ilustruje provedení podle vynálezu.

Příklad provedení

Dělení aniontů se provádí na hotových deskách SILUFOL 254 ve dvou rozpouštědlových systémech, podle potřeby oddělení balastních látek, přičemž první je výhodnější:

n-propanol-konc. amoniak /2:1/
n-butanol-pyridin-voda /5:3:3/.

K vyvolání modrého zabarvení se použije 0,2 % roztok difenylaminu v koncentrované kyselině sírové, kterým se chromatogram postříká. Stanovení aniontů, které reagují s difenylaminem, se provádí tím způsobem, že se na desku SILUFOLu 254 nanese tolik vzorku, aby obsahoval přibližně 1 až 5 ug aniontu.

Po vyvinutí chromatogramu /nejlépe prvním rozpouštědlovým systémem/ se chromatogram po uschnutí stříká uvedeným roztokem dife-

nylaminu. Vzniklé modré zabarvení náležející příslušnému aniontu se vyhodnocuje na densitometru se žlutým filtrem /maximum 550 nm/, štěrbinou 18 mm.

Vzhledem k tomu, že intenzita tohoto zabarvení se mění s časem, je třeba provést densitometrické měření mezi 2 až 4 minutami po postřiku difenylaminem. To znamená, že chromatogram je třeba rozstříkat na proužky a každý bezprostředně před měřením postříkat detekčním činidlem. Na přiloženém výkresu je znázorněna závislost intenzity zabarvení skvrny vzniklé reakcí mezi oxidaujícím aniontem a difenylaminem na čase. Deska SILUFOL 254.

Na stejný chromatogram se nanáší vždy též standardní stupnice nejlépe s koncentracemi aniontu 1, 3, 5 μg .

Mez postřehu metody je 0,1 μg aniontu. Chyba stanovení leží mezi 5 až 10 % relativními a její velikost je závislá na pří-

tomné koncentraci. Vzhledem k tomu, že obvykle obsah aniontu se pohybuje v rozmezí 0,01 až 1 %, není tato chyba velká.

Závislost koncentrace aniontu na extinkci je prakticky lineární v rozmezí 0 až 5 μg .

Metoda se hlavně osvědčila při stanovení obsahu dusičnanů, které přecházejí z umělých hnojiv do půdy a nejrůznějších rostlin a tím také i do dalších výrobků hlavně potravinářských a také i při sledování zbytkového obsahu při různých oxidačních reakcích prováděných kyselinou dusičnou v chemickém průmyslu. Jediná doposud existující metoda na stanovení dusičnanů¹² není zdaleka tak citlivá.

Metoda byla navržena jako zkušební metoda při sledování jakosti a výroby kyseliny citrónové, kde ze surovin obsahujících až několik % NO_3^- se musí získat produkt s obsahem NO_3^- pod 0,02 %.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob stanovení dusičnanových, popřípadě jiných oxidaujících aniontů na bázi detekce roztokem difenylaminu a densitometrického

vyhodnocení obsahu aniontu, vyznačený tím, že se dělení aniontu od ostatních látek provede chromatografií na tenké vrstvě.