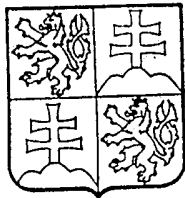


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÍ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

270 057

(21) PV 4021-88.S
(22) Přihlášeno 10 06 88

(40) Zveřejněno 13 10 89
(45) Vydáno 27 02 91

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁴
G 01 N 21/75

(75)
Autor vynálezu

LEXA JIŘÍ RNDr. ,
LIŠKA JIŘÍ RNDr. , PLZEŇ

(54)

Způsob stanovení chloridů v roztoku

(57) Řešení se týká způsobu rychlého turbidimetrického stanovení chloridů v roztoku. Podstata řešení spočívá v optimalizaci podmínek tvorby mikrosuspense chloridu stříbrného při srážení chloridů stříbrnou solí v přítomnosti kationtového tenzidu, například karbethoxypentadecyltrimethylamoniumnitrátu. Intenzita zákalu je úměrná koncentraci chloridů v roztoku. Poměrně značná časová stálost mikrosuspense chloridu stříbrného dovoluje společné měření většího počtu vzorků. Nízká mez stanovitelnosti řadí navrhanou metodu k nejcitlivějším metodám stanovení chloridů. Řešení je možné využít jak při analýzách ekologických vzorků, tak při sledování technologických procesů a kontrole kvality čistých chemikálií.

Vynález se týká způsobu stanovení chloridů v roztoku a spadá do oboru analytické chemie.

Doposud známé způsoby stanovení chloridů v roztoku využívají nejčastěji reakcí, při nichž vznikají málo disociované chloridy stříbra a rtuť. K citlivému a rychlému stanovení chloridů se nejčastěji používá spektrofotometrie a potenciometrie s iontově selektivními elektrodami.

Nevýhodou dosavadních způsobů, založených na spektrofotometrii barevných komplexů rtuť, které se rozkládají působením chloridů, případně na turbidimetrii a nefelometrii mikrosuspensí chloridu stříbrného, je nízká selektivita vůči dalším kationtům těžkých kovů, malá časová stálost mikrosuspense chloridu stříbrného a nelineární průběh kalibrační závislosti. Hlavními nevýhodami stanovení chloridů přímou potenciometrií s iontově selektivními elektrodami na bázi chloridu stříbrného je ztráta nernstovské odezvy elektrod v oblasti nízkých koncentrací chloridů a jejich citlivost k povrchově aktivním a oxidačně redukčním látkám.

Uvedené nevýhody těchto dosud známých způsobů založených na srážení chloridů stříbrnou solí se odstraní způsobem stanovení chloridů v roztoku podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že se k vzniklé mikrosuspensi chloridu stříbrného přidá kationtový tensid, například karbethoxypentadecyltrimethylamoniumnitrát v rozmezí 0,02 až 0,5 mg v 1 ml a měří se intenzita zákalu, která je úměrná koncentraci chloridů.

Výhodou řešení je, že intenzita zákalu - turbidance, je při koncentraci chloridů do 5 mg/l stálá v rozmezí mezi 5 až 20 minutou od přidání roztoku tensidu. Poměrně značná časová stálost turbidance mikrosuspense chloridu stříbrného dovoluje společné měření většího počtu vzorků. Absolutní hodnoty turbidancí jsou dobře reprodukovatelné a kalibrační závislost má lineární průběh od 0,04 do 5 mg/l chloridů. Nízká mez stanovitelnosti řadí navrženou metodu k nejcitlivějším metodám stanovení chloridů.

Vynález je možné využít ve všech analytických laboratořích vybavených spektrofotometrem, kde s výhodou nahradí dosavadní metody stanovení chloridů. Způsob stanovení je pracovně nenáročný, využívá běžné analytické operace i běžné chemikálie.

V dalším je vynález blíže objasněn na příkladech provedení.

Příklad 1

Do zkumavky kalibrované na 10 ml se odměří analyzovaný roztok, přidá se 0,2 ml 5M kyseliny dusičné HNO_3 , doplní se vodou na 10 ml a po promíchání se změří absorbance roztoku proti vodě. Potom se ke každému roztoku postupně přidá 0,5 ml 0,05 M dusičnanu stříbrného AgNO_3 a ihned se promíchá. Rostok se ponechá 5 až 10 minut v klidu, pak se přidá 0,5 ml 0,2% septonexu (karbethoxypentadecyltrimethylamoniumnitrát) a opět se promíchá. V rozmezí mezi 5 až 20 minutou od přidání tensidu se změří turbidance vzniklé mikrosuspense chloridu stříbrného. Absorbance i turbidance se měří při vlnové délce 360 nm v kyvetě tloušťky 5 cm proti vodě. Obsah chloridů Cl^- ve vzorku se vypočítá ze vztahu $c_{\text{Cl}^-} = K \cdot (S - S_0 - 0,909 A)$, kde $K = c_{\text{Cl}^-, \text{st}} / (S_{\text{st}} - S_0)$, S = turbidance vzniklé mikrosuspense, S_0 = turbidance slepé zkoušky a A = absorbance analyzovaného roztoku.

Příklad 2

Do dvou kalibrovaných zkumavek na 10 ml se odměří stejný objem analyzovaného roztoku, přidá se 0,2 ml 5 M kyseliny dusičné HNO_3 a doplní se vodou na 10 ml. Potom se do jedné zkumavky přidá 0,5 ml roztoku, který obsahuje 0,2 % septonexu a 0,05 mol/l dusičnanu stříbrného AgNO_3 . Do druhé zkumavky se přidá 0,5 ml vody a obě zkumavky se vždy po přidání ihned protřepou a ponechají se stát v klidu. Po 2 hodinách se měří hodnoty absorbance a turbidance proti vodě při vlnové délce 450 nm v kyvetě tloušťky 5 cm. Obsah chloridů se vyhodnotí a kalibrační křivky po odečtení absorbance analyzovaného roztoku. Od výsledků se odečte obsah chloridů v použitých chemikáliích.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob stanovení chloridů v roztoku přidavkem stříbrné soli a měřením intenzity vzniklého zákalu, vyznačující se tím, že se k vzniklé mikrosuspenzi chloridu stříbrného přidá kationtový tenzid, například karbethoxypentadecyltrimethylamoniumnitrat, v rozmezí 0,02 až 0,5 mg v 1 ml a změří se intenzita zákalu, která je úměrná koncentraci chloridů.