



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY

A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

229 188

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita

(22) Přihlášeno 21 02 83

(21) PV 1156-83

(51) Int. Cl.³

G 01 N 31/08

(40) Zveřejněno 15 09 83

(45) Vydáno 01 01 86

(75)
Autor vynálezu

NOVROČÍK JAN ing. CSc.,
NOVROČÍKOVÁ MARTA ing., VALAŠSKÉ MEZIRŘÍČÍ

(54)

Způsob stanovení množství aromatických a alifatických
uhlovodíků ve vodách

Vynález řeší způsob stanovení množství aromatických a alifatických uhlovodíků ve vodách, obsahujících tyto látky v koncentraci pod 10^{-1} g.l⁻¹ za současné přítomnosti dalších kontaminujících složek, například fenolů, dusíkatých zásad, organických esterů nebo jejich degradačních produktů. Jeho podstatou je, že se provede mnohonásobná kontinuální mikro-extrakce aromatických, či alifatických uhlovodíků do nízkovroucí organické fáze minimálně mísitelné s vodou. Destilace přítomných fenolů s vodní parou a jejich extrakce je znemožněna zalkalizováním analyzované vody, vydestilované a částečně vyextrahované dusíkaté zásady jsou odstraněny vytřepáním do minimálního objemu anorganické kyseliny.

Vynález řeší způsob stanovení množství aromatických a alifatických uhlovodíků ve vodách, obsahujících tyto látky v koncentraci pod 10^{-1} g.l⁻¹ za současné přítomnosti dalších kontaminujících složek, například fenolů, dusíkatých zásad, organických esterů nebo jejich degradačních produktů.

Při analýze průmyslových odpadních vod, zejména z koksochemických a petrochemických podniků, či plynáren hraje důležitou roli stanovení množství aromatických a alifatických uhlovodíků v koncentracích nižších než 10^{-1} g v jednom litru vody. Tyto látky je nutno před vlastním analytickým stanovením vhodným způsobem kvantitativně zakoncentrovat z poměrně velkého objemu vody do minimálního objemu organického rozpouštědla. Přitom je nutno respektovat skutečnost, že rozdělovací koeficienty těchto uhlovodíků mezi vodu a organickou fází mohou být ovlivněny přítomností fenolů, dusíkatých zásad nebo dalších látek. Dosud používané předkoncentrační způsoby, využívající jedno- nebo nejvýš dvoustupňovou extrakci aromatických, či alifatických uhlovodíků buď kapalinou (např. chloroform, dichlormethan, nitrobenzen, pentan) nebo pevným sorbentem, neeliminují výše uvedené negativní ovlivňování extrakce jinými typy sloučenin polárnějšího charakteru, což se projevuje v nepřesnosti stanovení uhlovodíků ve vodách.

Tyto nedostatky odstraňuje způsob stanovení množství aromatických a alifatických uhlovodíků ve vodách podle vynálezu. Jeho podstatou je, že se násada analyzované vody zalkalizuje hydroxidem alkalického kovu a provede se kontinuální mikroextrakce aromatických a alifatických uhlovodíků a částečně i dusíkatých zásad do nízkovroucího rozpouštědla zcela nemísi-

telného s vodou. Následně se vytřepou dusíkaté zásady minimálním objemem zředěné minerální kyseliny, k extraktu se přidá vnitřní standard a provede se chromatografická analýza. Vnitřní standard je možno přidat již před vytřepáním dusíkatých zásad nebo dokonce už před samou mikroextrakcí.

Výhodou způsobu stanovení množství aromatických a alifatických uhlovodíků ve vodách podle vynálezu spočívá především v podstatně vyšší přesnosti stanovení. Způsob podle vynálezu je dále zcela nenáročný pokud jde o obtížnost provedení a kvalifikaci pracovních sil; potřebné chemikálie jsou snadno dostupné. Z těchto skutečností vyplývá, že na pracovištích v průmyslových a vodohospodářských organizacích je možno podstatně zvýšit četnost stanovení aromatických a alifatických uhlovodíků ve vodách a zabezpečit tak zvýšenou měrou ochranu životního prostředí.

Praktické provedení způsobu stanovení množství aromatických a alifatických uhlovodíků ze vzorku vody podle vynálezu je zřejmé z následujících příkladů.

Příklad 1

1000 ml destilované vody bylo uměle zkontaminováno 5×10^{-3} g každého z následujících uhlovodíků: m-xylen, 1,3,5-trimethylbenzen, indan, tetrahydronaftalen, naftalen, 1-methylnaftalen, 2-methylnaftalen, bifenyl, acenaften, dibenzo/b, d/furan, fluoren, fenantren, antracen, fluoranten, pyren. Tento vzorek byl rovněž zkontaminován 7×10^{-2} g fenolu a $7,5 \times 10^{-2}$ g pyridinu. Vzorek takto upravené vody se zpracuje na zařízení znázorněném na přiloženém výkresu. 200 ml této vody se předloží do zábrusové varné baňky (1) o objemu 250 ml a zalkalizuje se přídavkem 2,5 g pevného hydroxidu sodného. Na zábrus varné baňky 1 se nasadí mikroextrakční zařízení skládající se ze zásobníku 2 o objemu 5 ml s cca 4 ml redestilovaného n-hexanu vyhřívaného k bodu varu, chladicího prstu 3 (zpětného chladiče), na jehož vnějším povrchu kondenzují jak páry n-hexanu, tak vodní pára s těkajícími organickými látkami, extrakčního prostoru pod chladicím prstem 3 opatřeného výše umístěným přepadem 4 zkondenzovaného n-hexanu s vyextrahovanými orga-

níckými látkami a níže umístěným přepadem 5 vyextrahované vody zpět do varné baňky 1. Varná baňka 1 s mikroextrakčním zařízením se umístí na lázeň vyhřívanou na teplotu 120 až 140 °C a současně je zapojen i přítok chladicí vody do chladicího prstu 3. Uvedením obsahu varné baňky 1 i zásobníku 2 s redestilovaným n-hexanem k varu probíhá extrakce uhlovodíků a částečně dusíkatých zásad do n-hexanu. Extrakce uhlovodíků je ukončena po 8 hod. extrakce. Dusíkaté zásady se z hexanového extraktu odstraní selektivním vytřepáním 0,5 ml 36,5 %-ní kyseliny chlorovodíkové p.a. Horní organická vrstva se analyzuje po přidání standardního přídatku (p-terfenylu nebo 1,2,3,5-tetramethylbenzenu) plynovou chromatografií na kapilární koloně o délce 20 m smočené silikonovým olejem nebo jinou zakotvenou fází. Vyhodnocením chromatografického záznamu byla experimentálně nalezena sumární koncentrace všech aromatických uhlovodíků $7,1 \times 10^{-2} \text{ g.l}^{-1}$, což je 94,7 % celkového množství těchto látek, jímž byla analyzovaná voda zkontaminována. Rozdíl mezi skutečným a analyticky nalezeným relativním zastoupením jednotlivých aromatických uhlovodíků není vyšší než 5,2 % rel.

Příklad 2

1000 ml destilované vody bylo uměle zkontaminováno $5 \times 10^{-5} \text{ g}$ každého z uhlovodíků uvedeného v příkladu 1 a $5 \times 10^{-4} \text{ g}$ fenolu a $6 \times 10^{-4} \text{ g}$ pyridinu. 200 ml takto kontaminované vody bylo analyzováno postupem uvedeným v příkladu 1 pouze s tím rozdílem, že extrakce uhlovodíků je ukončena po 3 hod. a vnitřní standard je k hexanovému extraktu přidán před vytřepáním dusíkatých zásad. Vyhodnocením byla experimentálně nalezena sumární koncentrace všech aromatických uhlovodíků $6,9 \times 10^{-4} \text{ g.l}^{-1}$, což je 92 % celkového množství těchto látek přidaného do vody. Rozdíl mezi skutečným a analyticky nalezeným relativním zastoupením jednotlivých aromatických uhlovodíků není vyšší než 5,3 % rel.

Příklad 3

229 188

200 ml destilované vody zkontaminované způsobem uvedeným v příkladu 1 bylo analyzováno způsobem podle příkladu 1 s tím rozdílem, že standardní přírůstek se přidává do analyzované vody před vlastní extrakcí. Experimentálně byla nalezena sumární koncentrace všech uhlovodíků $7,1 \times 10^{-2} \text{ g.l}^{-1}$, což je 94,7 % celkového množství těchto látek, jímž byla voda zkontaminována. Rozdíl mezi skutečným a analyticky nalezeným relativním zastoupením jednotlivých uhlovodíků není vyšší než 5,3 % rel.

Příklad 4

1000 ml destilované vody bylo uměle zkontaminováno $5 \times 10^{-5} \text{ g}$ každého z následujících uhlovodíků: n-heptan, n-oktan, n-nonan, n-dekan, n-dodekan, n-hexadekan, n-oktadekan. 200 ml takto zkontaminované vody bylo analyzováno postupem uvedeným v příkladu 1 s tím rozdílem, že jako standardního přírůstku se použije n-tetradekan. Vyhodnocením byla experimentálně nalezena sumární koncentrace všech uhlovodíků $3,2 \times 10^{-4} \text{ g.l}^{-1}$, což je 91,4 % celkového množství těchto látek přidaného do vody. Rozdíl mezi skutečným a analyticky nalezeným relativním zastoupením jednotlivých aromatických uhlovodíků není vyšší než 5,0 %.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

229 188

1. Způsob stanovení množství aromatických a alifatických uhlovodíků ve vodách, obsahujících tyto látky v koncentracích nižších než 10^{-1} g.l⁻¹ za současné přítomnosti dalších kontaminujících složek, například fenolů, dusíkatých zásad, organických esterů nebo jejich degradačních produktů, vyznačující se tím, že ná sada analyzované vody se zalkalizuje hydroxidem alkalického kovu, provede se kontinuální mikroextrakce aromatických a alifatických uhlovodíků a částečně i dusíkatých zásad do nízkovroucího rozpouštědla zcela nemísitelného s vodou, selektivně se vytřepou dusíkaté zásady minimálním objemem zředěné minerální kyseliny, k extraktu se přidá vnitřní standard a následně se chromatograficky analyzuje.

2. Způsob stanovení množství aromatických a alifatických uhlovodíků podle bodu 1 vyznačující se tím, že vnitřní standard se přidá do ná sady analyzovaného vzorku vody před mikroextrakcí.

3. Způsob stanovení množství aromatických a alifatických uhlovodíků ve vodách podle bodu 1 vyznačující se tím, že vnitřní standard se přidá do extraktu před vytřepáním dusíkatých zásad.

4. Způsob stanovení množství aromatických a alifatických uhlovodíků ve vodách podle bodů 1 až 3 vyznačený tím, že k extrakci se použije redestilovaného n-hexanu.

5. Způsob stanovení množství aromatických a alifatických uhlovodíků ve vodách podle bodů 1 až 4 vyznačený tím, že se jako hydroxid alkalického kovu přidá do vzorku analyzované vody hydroxid sodný.

6. Způsob stanovení množství aromatických a alifatických uhlovodíků ve vodách podle bodů 1 až 5 vyznačený tím, že se k vytřepání dusíkatých zásad použije kyselina chlorovodíková.

