

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

262288

(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴

G 01 N 31/00

(22) Přihlášeno 10 11 87

(21) PV 8064-87.X

(40) Zveřejněno 15 07 88

(45) Vydáno 15 06 89

(75)

Autor vynálezu

NOVÁK JOSEF RNDr. CSc., VYHLÍDKA PAVEL ing., PRAHA

(54) **Způsob elektrometrického stanovení chloridů v přítomnosti sulfidické nebo hydrogensulfidické skupiny**

Způsob řeší odstranění rušivého vlivu sulfidické nebo hydrogensulfidické skupiny tím, že analyzovaný roztok o pH 4 až 7 obsahuje $1 \cdot 10^{-3}$ - $1 \cdot 10^{-2}$ molu olovnaté nebo mědnaté soli ve formě octanu, dusičnanu, u mědi i síranu.

Vynález se týká způsobu elektrometrického stanovení chloridů chloridovou iontově selektivní elektrodou v roztocích v přítomnosti sulfidické nebo hydrogensulfidické skupiny a řeší odstranění jejich rušivého vlivu na potenciálovou odezvu indikační chloridové iontově selektivní elektrody.

Chloridová elektroda je běžně používána pro stanovení chloridů ve vodných roztocích o koncentracích $1 \cdot 10^{-1}$ až $1 \cdot 10^{-6}$ M Cl^- . Vzhledem ke složení čidla je elektroda citlivá na sulfidové ionty nebo sloučeniny obsahující hydrogensulfidické skupiny.

Dosud známé postupy s použitím iontově selektivní elektrody neřeší otázku stanovení chloridů v přítomnosti sulfidické nebo hydrogensulfidické skupiny, které ovlivňují správnost i reprodukovatelnost měřeného potenciálu elektrody. Uvedené sloučeniny lze sice oxidačními činidly oxidovat na inaktivní sírany, ale současně dochází též k nekontrolovatelnému oxidování chloridů a následnému úniku chloru ze vzorku.

Uvedené nedostatky odstraňuje způsob elektrometrického stanovení chloridů chloridovou iontově selektivní elektrodou v přítomnosti sulfidické nebo hydrogensulfidické skupiny podle vynálezu jehož podstata spočívá v tom, že zjištění elektrického potenciálu na elektrodách se provádí v roztoku analyzovaného vzorku o pH 4 až 7, který obsahuje $1 \cdot 10^{-3}$ až $1 \cdot 10^{-2}$ molu olovnaté či mědnaté soli ve formě octanu, dusičnanu, u mědi i síranu.

Způsobem podle vynálezu se odstraní rušivý vliv sulfidů a sloučenin s hydrogensulfidickými skupinami, které vytvářejí s výše uvedenými solemi nerozpustné thiosloučeniny. Bylo zjištěno, že přidavek iontů mědi nebo olova v koncentracích do 10^{-2} M v analyzovaném roztoku měřitelně neovlivňuje potenciálovou odezvu elektrody ani směrnici kalibrační křivky.

Způsobem podle vynálezu byly analyzovány vzorky technických materiálů, vodná pracovní média pro chladicí systémy elektráren, oplachové vody těsnicích elementů armatur nebo kondenzáty po pyrohydrolytickém dělení chloridů ze zkoumaných těsniv například na bázi osinku. Správnost dosažených výsledků byla ověřena polarograficky. Výsledky jsou uvedeny v tabulce:

T a b u l k a

Vzorek	Výluh		Pyrohydrolyza	
	ISE	Polarogr.	ISE	Polarogr.
klingerit 400				
Universal - modrý	0,013 %	0,010 %	0,046 %	0,050 %
klingerit IT200				
- červený	0,018 %	0,020 %	0,053 %	0,056 %
antikorozi				
náplň - voda	1,13 mg/l	1,18 mg/l		

P ř í k l a d provedení:

1. Navážka 3 až 4 g těsniva například klingeritu se v baňce opatřené zpětným chladičem podrobí varu ve 100 ml vody po dobu 1 h. Po vychladnutí se pipetuje 20 ml vzorku do suché 50 ml kádinky a přidá se 1 ml směsného roztoku obsahujícího 0,08M octan olovnatý 2M dusičnan draselný a 3,5M kyselinu octovou. Dále se přidá 1 ml acetonu, a po promíchání se do roztoku vzorku ponoří pár elektrod sestavený z chloridové iontově selektivní elektrody jako indikační a nasycené kalmelové elektrody opatřené můstkem plněným nasyceným roztokem alkalického dusičnanu. Elektrický potenciál na elektrodách se po ustálení měří vhodným milivoltmetrem s vysokým vstupním odporem.

Kalibrační křivka v rozmezí 1.10^{-1} - 1.10^{-5} M Cl^- se sestojí příslušným ředěním 1.10^{-1} M zásobního roztoku KCl výše uvedeným postupem.

2. Ze zásobního roztoku po pyrohydrolytickém dělení chloridů se odpipetuje do suché 50 ml kádinky 20 ml vzorku, přidá se 1 ml směsného roztoku obsahujícího 0,1M síran měďnatý, 3,5M kyselinu octovou a dále se postupuje jako v případě 1.
3. 20 ml vzorku vody sloužící jako pracovní médium a která obsahuje antikorozní příměsi ve formě alkalického dusičnanu nebo dusitanu, se odpipetuje do suché 50 ml kádinky a dále se postupuje jako v případě 1 nebo 2.

Při přípravě kalibračních roztoků křivky je nutné přidat odpovídající množství pevného alkalického dusičnanu případně dusitanu prostého chloridů při zachování stejných konečných objemů měřeného vzorku i kalibračního roztoku.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob elektrometrického stanovení chloridů v přítomnosti sulfidické nebo hydrogen-sulfidické skupiny chloridovou iontově selektivní elektrodou vyznačený tím, že zjištění elektrického potenciálu na elektrodách se provádí v roztoku analyzovaného vzorku o pH 4 až 7, který obsahuje 1.10^{-3} až 1.10^{-2} molu olovnaté či měďnaté soli ve formě octanu, dusičnanu, u mědi i síranu.