

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

233034

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.³

G 01 N 31/08

(22) Přihlášeno 02 11 83
(21) (PV 8152-83)

(40) Zveřejněno 17 07 84

(45) Vydáno 15 08 86

(75)
Autor vynálezu

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

(54) Způsob současného stanovení celkové spotřeby kyslíku, celkového organického uhlíku, případně celkové síry ve vodě

Podstatou způsobu je, že se vzorek vody podrobí oxidační pyrolýze za teploty 500 až 1 100 °C v plyné směsi hélia a 1 až 20 % objemových kyslíku, přičemž úbytek kyslíku, oxid uhličitý, příp. i oxid siřičitý, se po oddělení vody separují a stanoví.

Způsob je určen k analýze vody pitné, užitkové i odpadní.

Vynález se týká způsobu současného stanovení celkové spotřeby kyslíku, celkového organického uhlíku a celkové síry ve vzorcích vody různého stupně čistoty, umožňujícího plnou automatizaci měřicího postupu.

Problém znečištění vod organickými látkami, případně i anorganickými sloučeninami, úzce souvisí s rozvojem průmyslu, zemědělství a celkovými civilizačními trendy. Tyto látky vedou ke zvýšené spotřebě kyslíku ve vodních tocích, rozvoji řas a patologickému rozvoji některých mikroorganismů. Kvantitativní stanovení stupně znečištění je důležité pro účinnou kontrolu tohoto důležitého parametru kvality vody. Historicky vzato, organické znečištění vody bylo nejprve zjišťováno stanovením biochemické spotřeby kyslíku vzorkem vody za 5 dní. Tato metoda je časově velmi náročná a má ještě řadu jiných nevýhod. Byla proto nahrazena nebo doplněna takzvanou metodou chemické spotřeby kyslíku. I tato metoda je stále ještě zdlouhavá, provádí-li se na mokré cestě (2 až 4 hodiny), a má některá omezení. K podstatnému zrychlení došlo zavedením metody celkové spotřeby kyslíku, založené na oxidaci vzorku na suché cestě. V současné době však převládá aplikace metody stanovení celkového organického uhlíku, která je rychlá a vyhovuje ve většině případů. Obě poslední metody nejsou ovšem totožné a zpravidla je třeba obě stanovení provádět separátně. To má již zmíněné nevýhody.

Tyto dosavadní nedostatky odstraňuje předkládaný způsob současného stanovení celkové spotřeby kyslíku a celkového organického uhlíku, případně celkové síry ve vodě, jehož podstatou je, že se vzorek vody podrobí oxidační pyrolýze za teploty 500 až 1 100 °C v plynné směsi hélia a 1 až 20 % objemových kyslíku, přičemž úbytek kyslíku, oxid uhličitý, případně i oxid siřičitý se po oddělení vody separují a stanoví.

Výhodou popisovaného způsobu proti dosud používaným je, že umožňuje současné stanovení jak celkové spotřeby kyslíku, tak i celkového organického uhlíku, případně i celkové síry, a tak podat rychlý komplexní obraz o charakteru znečištění vody.

Způsob podle vynálezu bude objasněn pomocí přiloženého výkresu, kde na obr. 1 je znázorněno základní schéma zařízení, používané pro chromatografickou analýzu popisovaným způsobem, a na obr. 2 je uveden grafický záznam analýzy.

Zařízení ke způsobu analýzy na obr. 1 tvoří zdroj plynu 11 tvořený směsí hélia a kyslíku konstantního složení 1 až 20 % objemových kyslíku. Zdroj plynu 11 je spojen se třemi větvemi, a to s detektorem 7 a přes první třicetý ventil 8 s ředicí komorou 2. Ředicí komora 2, třicetý ventil 8, 2, 10, chromatografická kolona 6 a detektor 7 jsou uloženy v termostatu 12.

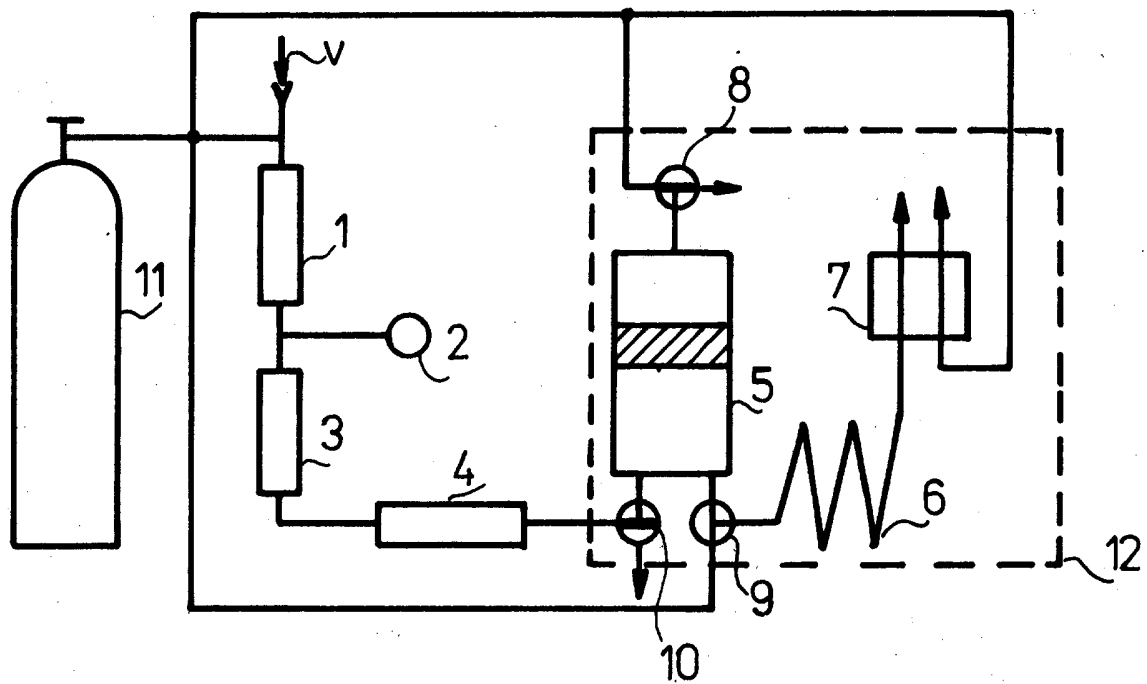
Způsob analýzy je následující: Vzorek y vody se dává do oxidačního reaktoru 1 do proudu směsi nosného plynu a přítomné nečistoty jsou oxidovány na úkor kyslíku v nosném plynu. Reaktor 1 je plněn vrstvou granulovaného oxidu cínitého a vyhříván na 500 až 1 100 °C. Voda se oddělí v chladiči 3 a absorberu 4 a zbylá směs plynů se shromáždí, ředí a homogenizuje v ředicí komoře 2 za konstantních podmínek tlaku, objemu a teploty. Mezitím prochází nosný plyn, směs hélia a kyslíku, chromatografickou kolonou 6, plněnou například Porapakem Q zrnění 180 až 150 μm (sorbenť na bázi kopolymeru divinylbenzenu a styrenu) a měřicí částí tepelně vodivostního detektoru 7. Zapisovač chromatografické kolony 6 a na její místo je přiváděna směs plynů z ředicí komory 2, ochuzená o kyslík, potřebný k oxidaci vzorku, a obsahující navíc oxid uhličitý, případně i siřičitý. Je-li tato směs přiváděna do chromatografické kolony 6 delší dobu, například 2 minuty, dochází u kyslíku a oxidu uhličitýho k separaci frontální chromatografickou technikou. Celková spotřeba kyslíku se projeví negativním stupněm, oxid uhličitý pak pozitivním stupněm a stupeň oxidu siřičitého následuje za desorpčním procesem, který je opačným obrazem adsorpčního průběhu, jak plyne z obr. 2. Výšky jednotlivých stupňů odpovídají koncentracím stanovovaných složek, kde a znamená start, b dobu dávkování, c desorpci

Popsaný způsob je především určen k analýze vody, a to pitné, říční a odpadní z různých provozů a zemědělských zařízení, případně ke kontrole čištění odpadních vod ve speciálních čistících zařízeních.

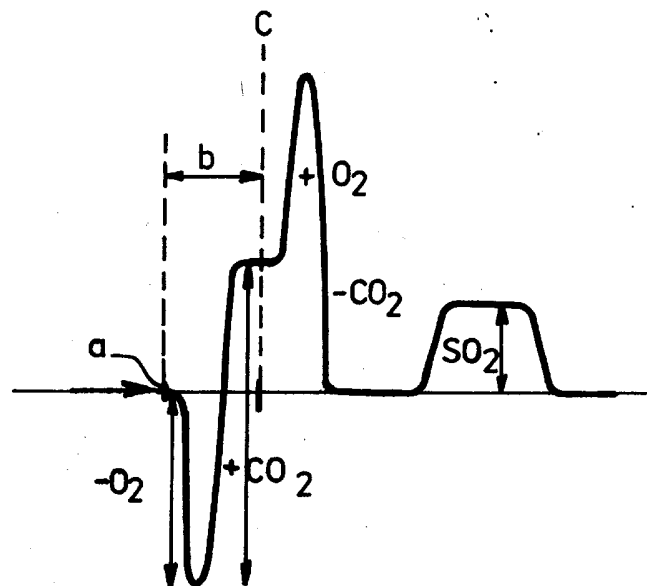
PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob současného stanovení celkové spotřeby kyslíku, celkového organického uhlíku, případně celkové síry ve vodě, vyznačený tím, že se vzorek vody podrobí oxidační pyrolýze za teploty 500 až 1 100 °C v plynné směsi hélia a 1 až 20 % objemových kyslíku, přičemž úbytek kyslíku, oxid uhličitý, případně i oxid siřičitý se po oddělení vody separují a stanoví.

1 výkres



obr. 1



obr. 2