



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

229869

(11)

(B1)

(22) Přihlášeno 04 06 82
(21) (PV 4159-82)

(51) Int. Cl.³

G 01 N 21/17

(40) Zveřejněno 28 10 83

(45) Vydáno 15 04 86

(75)
Autor vynálezu

CHROMÝ VRATISLAV ing. CSc., SEMÉNKA JIŘÍ ing., BRNO

(54) Složky pro přípravu tlumivého média k fotometrickému stanovení vápníku o-kresolftaleinkomplexonem

Předmětem vynálezu je použití 1-amino-1-desoxaldos a jejich N-substituovaných metylderivátů a etylderivátů ve formě bází nebo solí jako složek pro přípravu tlumivých médií k fotometrickému stanovení vápníku o-kresolftaleinkomplexonem. Stanovení vápníku uvedeným způsobem lze použít v obecné analytické chemii, při analýze vod a v klinické biochemii.

Předmětem vynálezu jsou složky pro přípravu tlumivého média k fotometrickému stanovení vápníku o-kresolftaleinkomplexonem.

Stanovení vápníku je častou operací v obecné analytické chemii, při analýze vod a v klinické biochemii. Vedle ostatních způsobů se poměrně často, zejména pro stanovení nízkých množství vápníku, používají metody spektrofotometrické, založené na vzniku barevných sloučenin po reakci vápníku s vhodnými činidly, jako jsou například: murexid, glyoxal-bis(2-hydroxyanil), metyl- a dimethylglyoxal, o-kresolftaleinkomplexon, thymolftaleinkomplexon, metylthymolová modř a další.

V poslední době se pro fotometrické stanovení vápníku, zejména v klinické biochemii, využívá jako činidlo o-kresolftaleinkomplexon, který poskytuje v alkalickém prostředí s vápenatými ionty červeně až fialověčerveně zbarvené komplexy. Stanovení se provádí obvykle při pH 10 až 11 ve vodném nebo částečně nevodném prostředí a v přítomnosti vhodného tlumiče. Protože o-kresolftaleinkomplexon není činidlem pro vápník zcela specifickým, je třeba maskovat hořčík a těžké kovy, zejména železo, které jsou buď obsaženy v analyzovaném vzorku nebo jsou jako stopové nečistoty obsaženy v chemikáliích použitých k analýze. Dosud popsané postupy využívají k maskování hořčíku 8-hydroxychinolin nebo titanovou žluť a k maskování těžkých kovů kyanid draselný.

Při fotometrickém stanovení vápníku je dosud obvyklé složení reakční směsi následující: koncentrace vápníku 5 až 60 $\mu\text{mol/l}$, o-kresolftaleinkomplexon 25 až 100 $\mu\text{mol/l}$, 8-hydroxychinolin 3 až 9 mmol/l, kyanid draselný 0,5 až 5 mmol/l a alkalický pufr o pH 10 až 11 a koncentraci 0,1 až 2 mol/l.

Jako pufr jsou užívány například hydroxid amonný v kombinaci s chloridem amonným, glycin, diethylamin, diethanolamin, 2-amino-2-methylpropanol a další, obvykle v kombinaci příslušné báze s kyselinou chlorovodíkovou. V některých případech obsahuje reakční směs ještě dimetylsulfoxid nebo metanol v množství do 30 objemových dílů.

Samotný o-kresolftaleinkomplexon obsahuje vždy jisté množství vedlejších barevných nečistot, zejména volného o-kresolftaleinu, které v alkalickém prostředí absorbují v absorpčním pásu jako o-kresolftaleinkomplexon nebo jeho komplexy s vápníkem.

Obsah těchto nečistot s postupem času ještě obvykle narůstá, neboť o-kresolftaleinkomplexon není v roztoku ani v pevném stavu dokonale stálý. Přítomnost těchto nečistot se projevuje zejména vysokou absorbcí slepého pokusu, což významně snižuje jak přesnost, tak i správnost při analýze vápníku.

Vliv volného o-kresolftaleinu a dalších barevných nečistot v o-kresolftaleinkomplexonu se obvykle potlačuje snížením dielektrické konstanty reakčního prostředí přidáním nevodných rozpouštědel jako jsou, například metanol, dimetylsulfoxid, etylenglykol a podobně, nebo tak, že se jako pufr užívají značně koncentrované roztoky různých aminoalkoholů. Tak například v případě nejčastěji užívaného 2-amino-2-methylpropanolu je jeho koncentrace v reakční směsi 1,7 až 3 mol/l.

Snížení dielektrické konstanty reakčního média má za následek nejen snížení absorbance slepého pokusu, ale snižuje současně nežádoucím způsobem molární absorpční koeficient komplexu vápníku s o-kresolftaleinkomplexonem. Další nevýhodou je zvyšování dielektrické konstanty reakčního prostředí je skutečnost, že se značně zužuje lineární část kalibrační křivky. V řadě případů je při obsahu nevodného rozpouštědla v reakční směsi nad 20 % hmotnostních průběh kalibrační funkce prakticky v celém rozsahu neklineární. Je tedy žádoucí nalézt k fotometrickému stanovení vápníku o-kresolftaleinkomplexonem takové tlumivé médium, které by uvedené nevýhody nemělo.

K odstranění shora uvedených nedostatků směřuje vynález, jehož podstatou je použití 1-amino-1-desoxyaldos a jejich N-substituovaných metyl- a etylderivátů ve formě bází nebo solí, například N-metyl-1-amino-1-desoxyglukózy, N-diethyl-1-amino-1-desoxymanózy nebo 1-amino-1-desoxylaktózy jako složek pro přípravu tlumivých médií k fotometrickému stanovení vápníku o-kresolftaleinkomplexonem.

Tlumivá média podle vynálezu mohou být připravena kombinací báze s vhodnou kyselinou, s výhodou chlorovodíkovou nebo přímo kombinací báze a její soli. Podle potřeby může být médium stabilizováno přidavkem látek potlačujících bakteriální kontaminaci, například azidem sodným nebo kyanidem draselným. Účinky tohoto řešení se dají zvýšit též přidavkem 8-hydroxychinolinu, který se někdy při analýze vápníku užívá k maskování iontů hořčíku.

N-substituované-1-amino-1-desoxyaldosy jsou báze s disociačními konstantami pK_a v rozmezí 9,4 až 9,8 a jsou tedy vhodné jako pufrы pro oblast pH, kde se obvykle stanovení vápníku o-kresolftaleinkomplexonem provádí. Kromě optimální pufrovací schopnosti má řešení podle vynálezu další neočekávané vlastnosti ve vztahu k tomuto specifickému užití.

Hlavní výhody složek pro přípravu tlumivých médií podle vynálezu ale vyplnou ze srovnání s dosud nejčastěji užívaným pufrem pro stanovení vápníku o-kresolftaleinkomplexonem, tedy s 2-amino-2-metylpropanolem. Při použití tlumivých médií podle vynálezu je optimální koncentrace tlumiče v reakční směsi 0,1 až 0,3 mol/l, zatímco u srovnávaného pufru 1,7 až 3 mol/l. Tlumivá média podle vynálezu současně podstatně zvyšují citlivost reakce vápníku s o-kresolftaleinkomplexonem, a to až o 40 %, jsou tedy pro stanovení vápníku mnohem vhodnější.

Další výhoda složek pro přípravu tlumivých médií podle vynálezu plyne z jejich poměrně nízké molární koncentrace potřebné pro stanovení vápníku. Koncentrace médií podle vynálezu se srovnávaným pufrem je v reakční směsi až 8krát nižší, což s ohledem na cenové relace znamená podstatné snížení nákladů.

Naposlední výhodou složek pro přípravu tlumivých médií podle vynálezu je, že průběh kalibrační funkce pro vápník je v celém oboru obvykle měřených absorbancí lineární.

P ř í k l a d 1

Připraví se pufr obsahující v 1 000 ml vodného roztoku 0,16 mol/l N-metyl-1-amino-1-desoxyglukózy a 0,01 mol/l azidu sodného. Jeho pH se upraví kyselinou chlorovodíkovou na 10,6 při 25 °C.

P ř í k l a d 2

Připraví se prášková směs složená z 10 hmotnostních dílů 1-amino-1-desoxygalaktózy a 2 až 4 hmotnostních dílů hydrochloridu 1-amino-1-desoxygalaktózy. Před použitím se rozpustí 30 g této směsi v 1 000 ml vody.

P ř í k l a d 3

Připraví se pufr obsahující v 1 000 ml vodného roztoku 0,2 molu N-diethyl-1-amino-1-desoxymanózy, 0,05 molů 8-hydroxychinolinu a pH se upraví kyselinou chlorovodíkovou na 10,5 při 25 °C.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Použití 1-amino-1-desoxyaldos a jejich N-substituovaných metylderivátů a etylderivátů ve formě bází nebo solí, například N-metyl-1-amino-1-desoxyglukózy, N-dietyl-1-amino-1-desoxymanosy nebo 1-amino-1-desoxylaktózy jako složek pro přípravu tlumivých médií k fotometrickému stanovení vápníku o-kresolftaleinkomplexonem.