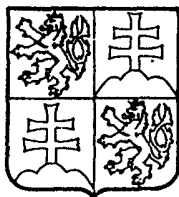


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÍ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

269 917

(21) PV 7038-87.R
(22) Přihlášeno 30 09 87

(40) Zveřejněno 13 10 89
(45) Vydáno 12 02 91

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁴
G 01 N 21/78

(75) Autor vynálezu BAJGER ZDENĚK ing., OSTRAVA

(54) Způsob nepřímého spektrofotometrického
stanovení chloridů ve vodě

(57) Při způsobu nepřímého fotometrického stanovení chloridů ve vodě se ke 100 ml vzorku vody, který obsahuje nejvýše 0,2 mg $\text{Cl}^-/1$ přidá 2 až 10 ml činidla obsahujícího 0,005 až 0,2 % hmot. dusičnanu rtuťnatého, 0,02 až 0,08 % hmot. kyseliny dusičné a 5 až 15 % hmot. vody, zbytek ethanol. Dále se provede nejméně 5 minutová výdrž nutná k úplnému proběhnutí reakcí, načež se přidá 1 až 5 ml roztoku obsahujícího 0,05 až 0,2 % hmot. difenylkarbazonu a nejpozději do 15 minut se stanoví zabarvení vzorku nepřímo úměrné obsahu chlorku. Srovnávací měření se provádí se vzorkem vody obsahující nejvýše 0,005 mg $\text{Cl}^-/1$ vody.

Vynález se týká způsobu nepřímého spektrofotometrického stanovení obsahů chloridů ve vodě a řeší stanovení chloridů ve vodě v obsazích pod $0,2 \text{ mg Cl}^-/1$ s dostatečnou citlivostí a přesností, nenáročným postupem a bez nároků na speciální přístrojovou techniku.

Jsou známy způsoby stanovení obsahů chloridů ve vodě používající metody založené na turbidimetrickém stanovení s dusičnanem stříbrným, spektrofotometrickém stanovení se sulfokyanidem rtuťnatým a železitými ionty a nebo na stanovení založeném na reakci chlóru, vzniklého oxidací chloridů, např. s o-tolidinem. Nevýhodou těchto metod je, že nejsou dostatečně citlivé, a proto pro stanovení obsahu chloridů v množství pod $0,2 \text{ mg Cl}^-/1$ vyžadují zkoncentrování vzorku odpařováním vody, čímž dochází často ke kontaminaci vzorku a zkreslení výsledků. Zkoncentrování, popř. oxidace chloridů, prováděné elektrochemicky vyžaduje složité a nákladné přístroje.

Je rovněž známa možnost spektrofotometrického stanovení obsahu chloridů v kyvetách o zvětšené délce až 500 mm s nutností použít přesný spektrofotometr. Nevýhodou je, že kyvety této délky nejsou ve výbavě běžných přístrojů a obvykle je v nich nelze ani umístit.

Dále jsou známy metody nepřímého spektrofotometrického stanovení chloridů ve vodě založené na přidávání vodného roztoku dusičnanu rtuťnatého a roztoku difenyl-karbazonu v acetomu, případně ještě s glycerinem, po kterém následuje spektrofotometrické stanovení. Nevýhodou těchto metod je, že dochází k velkému zředění vzorku vody a tím, v případě stanovení obsahu pod $0,2 \text{ mg Cl}^-/1$ vody ke snížení citlivosti pod mez stanovitelnou v běžné laboratoři. Další nevýhodou je nutnost použití vody s velmi malým a známým obsahem chloridů, který nelze přesně stanovit, přičemž je na závalu opět nízká citlivost všech běžně používaných spektrofotometrických stanovení. Společnou nevýhodou všech uvedených metod je, že v případě stanovení obsahu chloridů pod $0,2 \text{ mg Cl}^-/1$ ve vodě jsou velmi nákladné.

Uvedené nedostatky odstraňuje způsob nepřímého spektrofotometrického stanovení chloridů ve vodě s obsahem nejvýše $0,2 \text{ mg}$ chloridových iontů na 1 liter vzorku, za použití difenyl-karbazonu a rtuťnatých iontů, jehož podstata spočívá v tom, že na 100 ml vzorku vody se přidá 2 až 10 ml činidla obsahujícího 0,005 až 0,2 % hmot. dusičnanu rtuťnatého, 0,02 až 0,08 % hmot. kyseliny dusičné a 5 až 15 % hmot. vody a doplní ethanolem na výsledný poměr 10 : 1, dále se provede nejméně 5 minutová výdrž nutná k úplnému proběhnutí reakcí, načež se přidá 1 až 5 ml roztoku obsahujícího 0,05 až 0,2 % hmot. difenyl-karbazonu v ethanolu a nejpozději do 15 minut se stanoví zabarvení vzorku nepřímo úměrné obsahu chlóru. Srovnávací měření se provádí se vzorkem vody obsahujícím nejvýše 0,005 mg chloridových iontů na 1 liter vody.

Výhodou způsobu podle vynálezu je, že umožňuje stanovit obsah chloridů ve vodě v množství do $0,2 \text{ mg Cl}^-$ v litru s dostatečnou citlivostí a přesností, bez předběžného zkoncentrování vzorku, přičemž provedení nevyžaduje nákladné přístrojové vybavení. Tím je umožněno nejen stanovení obsahu chloridů v běžné destilované vodě, která je používána pro stanovení vyšších obsahů chloridů výše uvedenými metodami, ale také stanovení chloridů např. v proplachové vodě z parogenerátorů pro jadernou energetiku.

Pro bližší vysvětlení způsobu podle vynálezu se dále uvádí postup určování obsahu chloridů ve vodě z proplachu komponent pro jadernou energetiku.

Příklad

Do 100 ml odměrky se nalilo 90 ml vzorku vody z proplachu parogenerátoru, pipetou se přidalo 5 ml roztoku činidla připraveného rozpuštěním 1 g rtuti ve 100 ml kyseliny dusičné, povařením a doplněním vodou na 1 liter a zředěním ethanolem v poměru 10 : 1. Po pěti minutách se přidaly 2 ml 0,1 % roztoku difenylkarbazonu v ethanolu a roztok byl doplněn do 100 ml vodou z proplachu. Po každém přidavku činidel se roztok důkladně promíchal. Současně byl z čerstvé demineralizované vody připravován srovnávací vzorek. Vlastní měření se provádělo na fotometru běžné konstrukce, mezi 10. až 15. minutou při vlnové délce 515 až 520 nm v kyvetě o délce absorbující vrstvy 50 mm. Vyhodnocení se provedlo z kalibračního

grafu obvyklým způsobem.

Způsob podle vynálezu může být využit nejen při výrobě a provozu dílů pro jadernou energetiku, ale také všude tam, kde technologické předpisy vyžadují použití vody s obsahem chloridů pod 0,2 mg Cl/l.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob nepřímého spektrofotometrického stanovení chloridů ve vodě s obsahem nejvýše 0,2 mg chloridových iontů na 1 litr vzorku vody za použití difenylkarbazonu a rtuťnatých iontů, vyznačující se tím, na 100 ml vzorku vody se přidává 2 až 10 ml činidla obsahujícího 0,005 až 0,2 % hmot. dusičnanu rtuťnatého, 0,02 až 0,08 % hmot. kyseliny dusičné a 5 až 15 % hmot. vody a doplní se ethanolem na výsledný poměr 10 : 1, dále se provádí nejméně 5 minut výdrž nutná k úplnému proběhnutí reakcí, načež se přidává 1 až 5 ml roztoku obsahujícího 0,05 až 0,2 % hmot. difenylkarbazonu v etanolu a nejpozději do 15 minut se stanovuje zabarvení vzorku nepřímo úměrné obsahu chloru.
2. Způsob nepřímého spektrofotometrického stanovení podle bodu 1, vyznačující se tím, že srovnávací měření se provádí se vzorkem vody, která obsahuje nejvýše 0,005 mg chloridových iontů na 1 litr vody.