



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

260344

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.⁴
G 01 N 21/75

(22) Prihlášené 16 03 87

(21) (PV 1731-87.B)

(40) Zverejnené 18 05 88

(45) Vydané 15 04 89

(75)

Autor vynálezu

NOVÁK MARKO ing., HORNÉ OREŠANY, HLATKÝ JURAJ RNDr.,
NOVÉ MESTO NAD VÁHOM

(54) Fotometrický spôsob stanovenia hydrazínu

I

2

Riešenie sa týka jednoduchého fotometrického spôsobu stanovenia hydrazínu v technologických vodách energetických zariadení. Stanovenie nie je závislé na teplote vzorky. Uvedeného cieľa sa dosahuje s použitím práškovej zmesi činidiel (kyselina šťaveľová a p-dimetylamínobenzaldehyd v hmotnostnom pomere 100 : 0,5 až 100 : 10, pričom optimálny pomer je určený teplotou vzorky), ktorá sa dávkuje priamo do analyzovanej vzorky. Endotermické rozpúšťanie kyseliny šťaveľovej a vytvorenie dostatočne vysokej koncentrácie p-dimetylamínobenzaldehydu pre tvorbu termicky stabilného komplexu s hydrazínom umožňuje použiť uvedenú metódu s dostatočnou spoľahlivosťou pre vzorky s teplotou až 40 °C. Metóda môže byť využitá všade, kde je potrebné jednoducho, rýchlo a s dostatočnou presnosťou a správnosťou stanoviť hydrazín vo vodách, ktorých vzorky majú premenlivú teplotu do 40 °C. Obzvlášť výhodné je využitie pri chladiacich a technologických vodách jadrových a klasických elektrární.

Vynález sa týka fotometrického stanovenia hydrazínu v chladiacích a technologických vodách jadrových a klasických elektrární.

Bežné fotometrické spôsoby stanovenia hydrazínu sú založené na reakcii hydrazínu s p-dimetylamínobenzaldehydom v kyslom prostredí a meraním absorpcie vzniknutého farebného komplexu pri 420 až 455 nm. Doteraz vypracované metódy používajú ako rozpúšťadlá p-dimetylamínobenzaldehydu zriedené minerálne kyseliny vo vodnom alebo alkoholickom prostredí. Správnosť stanovenia pri týchto metódach je značne závislá od teploty analyzovaných vzoriek — obyčajne sa uvádza horný limit teploty vzorky 25 °C. S nárastom teploty sa znižuje absorpcia roztokov a získané výsledky sú zafarbené negatívnou odchýlkou (10 až 30 perc. pri teplote 35 °C).

Toto je hlavnou nevýhodou doteraz používaných metód, nakoľko teplota vzoriek technologických vôd v energetike sa pohybuje v rozpätí 20 až 40 °C.

Uvedený nedostatok odstraňuje fotometrický spôsob stanovenia hydrazínu na báze kondenzačnej reakcie s p-dimetylamínobenzaldehydom v kyslom prostredí podľa nášho vynálezu, založený na tom, že k stanovovanej vzorke sa pridáva prášková zmes pozostávajúca z kyseliny šťaveľovej a p-dimetylamínobenzaldehydu v hmotnostnom pomere 100 : 0,5 až 100 : 10 a po jej rozpustení sa meria absorpcia pri 455 nm.

Použitie činidiel v tuhej fáze umožňuje dosiahnuť ich vyššiu koncentráciu v analyzovanej vzorke oproti ich použitiu v roztoku. Ďalšou výhodou použitia práškovej zmesi je jej endotermické rozpúšťanie, čo spôsobuje ochladenie vzorky. Použitý pomer zložiek sa volí na základe teploty vzoriek. S ich rastúcou teplotou sa používa zmes s vyšším obsahom p-dimetylamínobenzaldehydu, čo zabezpečí vytvorenie termicky stabilnejšieho farebného komplexu. Na základe týchto vlastností práškovej zmesi pri najvyššom obsahu p-dimetylamínobenzaldehydu sa metóda stáva teplotne nezávislá.

Na dávkovanie práškovej zmesi do vzorky možno použiť odmerku, čo značne zjednoduší a urýchli analýzu. Chyba spôsobená použitím odmerky neprevýši pri rutinnom stanovení 3 %.

Príklad spôsobu stanovenia hydrazínu fotometricky pomocou práškovej zmesi:

Príklad 1

Stanovenie hydrazínu vo vzorkách s teplotou do 28 °C.

Príprava práškovej zmesi:

Naváži sa 100 g kyseliny šťaveľovej p. a., ktorá sa v digestore rozotrie v trecej miske a dokonale sa zhomogenizuje s 1 g p-dimetylamínobenzaldehydu p. a..

Pracovný postup:

Odpipetuje sa 25 ml vzorky, pridá sa 2,4 gramu práškovej zmesi a mieša sa do rozpustenia. Po 15 minútach sa zmeria absorpcia pri 455 nm v 5 cm kyvete oproti slepému pokusu.

Zostrojenie kalibračnej čiary:

Z hydrazínsíranu p. a. sa pripraví roztoky o obsahu 5, 10, 20, 50, 70, 100 $\mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ hydrazínu v demineralizovanej vode. Z týchto roztokov sa odpipetuje 25 ml a ďalej sa postupuje ako pri analýze vzorky. Kalibračná čiara sa získa vynesением závislosti absorpcie kalibračných roztokov od ich koncentrácie.

Vyhodnotenie:

Výsledok sa odčíta priamo z kalibračnej čiary v $\mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ vzorky.

Príklad 2

Stanovenie hydrazínu vo vzorkách s teplotou do 40 °C

Príprava práškovej zmesi:

Naváži sa 100 g kyseliny šťaveľovej p. a., ktorá sa v digestore rozdrví v trecej miske a dokonale sa zhomogenizuje s 10 g p-dimetylamínobenzaldehydu.

Pracovný postup, zostrojenie kalibračnej čiary a vyhodnotenie je rovnaké ako v príklade 1.

PREDMET VYNÁLEZU

Fotometrický spôsob stanovenia hydrazínu, na báze kondenzačnej reakcie s p-dimetylamínobenzaldehydom v kyslom prostredí, vyznačený tým, že k stanovovanej vzorke sa pridáva prášková zmes pozostávajúca z ky-

seliny šťaveľovej a p-dimetylamínobenzaldehydu v hmotnostnom pomere 100 : 0,5 až 100 : 10 a po jej rozpustení sa meria absorpcia pri 455 nm.