

# UŽITNÝ VZOR

(11) Číslo dokumentu:

## 24588

(13) Druh dokumentu: **U1**

(51) Int. Cl.:

**G01N 33/18** (2006.01)

**G01N 21/75** (2006.01)

**G01N 31/22** (2006.01)

(19)  
ČESKÁ  
REPUBLIKA



ÚŘAD  
PRŮMYSL OVÉHO  
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **2012 - 26608**

(22) Přihlášeno: **30.08.2012**

(47) Zapsáno: **19.11.2012**

(73) Majitel:

ORITEST spol. s r.o., Praha, CZ

(72) Původce:

Pitschmann Vladimír Doc. Ing. CSc., Praha, CZ

(54) Název užitého vzoru:

**Optický trubičkový detektor pro analýzu dusitanů ve vodách**

**CZ 24588 U1**

## Optický trubičkový detektor pro analýzu dusitanů ve vodách

### Oblast techniky

Technické řešení se týká konstrukce jednoduchého, citlivého a stabilního optického trubičkového detektoru k rychlému rutinnímu laboratornímu i terénnímu zjišťování dusitanů v přírodních a odpadních vodách.

### Dosavadní stav techniky

Dusitany tvoří nebezpečnou toxickou složku přírodních a odpadních vod, v nichž mohou indikovat fekální (bakteriální aktivita) i průmyslové znečištění. Dusitany působí jako významný inhibitor a blokátor funkce červeného krevního barviva hemoglobinu a kromě jiného v přítomnosti aminů představují i riziko tvorby nitrosoaminů, jež jsou podezřelé z karcinogenity. Jejich stanovení ve vodách je proto důležité z hlediska ochrany lidského zdraví i životního prostředí.

Ke stanovení dusitanů ve vodách se používají rozmanité instrumentální metody a prostředky založené na plynové chromatografii, elektrochemii, chemiluminiscenci, fluorimetrii, Ramanově spektrometrii, ale zejména spektrofotometrii. Nejpoužívanější spektrofotometrické metody využívají diazotačně-kopulační reakce podle Griesse a Saltzmana [Griess P.: Ber. 12, 426-428 (1879); Saltzman B. E.: *Anal. Chem.* 26, 1949-1955 (1954)], později modifikované zavedením celé řady diazotujících látek a kopulačních činidel na bázi aromatických aminů a fenolů. Tyto barevné reakce jsou také základem jednoduchých testovacích proužků, které se uplatňují při mobilní (terénní) analýze dusitanů v přírodních a odpadních vodách nebo v medicínské diagnostice [Ostrovskaya V. M. et al.: *J. Anal. Chem.* 63, 792-798 (2008); Captain-Vallvey L. F. et al.: *Anal. Bioanal. Chem.* 373, 289-294 (2002); Amelin V. G., Kolodkin I. S.: *J. Anal. Chem.* 56, 182-187 (2001)]. Jednou z nevýhod testovacích proužků je jejich malá robustnost, proto se s nimi obtížně manipuluje v nasazených ochranných prostředcích např. za havarijních a krizových situací. V těchto případech je obecně výhodnější prokazovat škodliviny ve vodách pomocí trubičkových detektorů s indikační náplní nasycenou chromogenními činidly. Zatím se však detekční trubičky pro analýzu dusitanů ve vodách využívají pouze v omezeném rozsahu [Zolotov Y. A., Ivanov V. M., Amelin V. G.: *Chemical test methods of analysis*. Amsterdam: Elsevier, 2002]. Jedním z důvodů je dosud malá dostupnost těchto jednoduchých technických prostředků. Tento nedostatek do jisté míry odstraňuje optický trubičkový detektor podle technického řešení.

### Podstata technického řešení

Podstatou technického řešení je optický trubičkový detektor pro stanovení dusitanů ve vodách, který obsahuje vrstvu silikagelu upraveného 0,1 až 1,5 % hmotn. kyseliny citrónové, nad níž je uložena vrstva kompozitního materiálu s 40 % hmotn. mikrokrystalické celulózy, 38 % hmotn. laktózy, 18 % hmotn. kaolinu a 4 % hmotn. polyvinylpyrrolidonu, upraveného 0,1 až 1,0 % hmotn. bis(4-aminofenyl)sulfonu a 0,03 až 0,3 % hmotn. N-(1-naftyl)ethylendiamin dihydrochloridu.

Stanovení je založené na známé diazotačně-kopulační reakci dusitanů s bis(4-aminofenyl)sulfonem a N-(1-naftyl)ethylendiamin dihydrochloridem za vzniku příslušného fialového azobarviva [Nagaraja P., Shivaswamy M., Kumar M.: *Int. J. Environ. Anal. Chem.* 80, 39-48 (2001)]. Vrstva silikagelu s kyselinou citrónovou slouží k vytvoření optimálního (kyselého) prostředí pro průběh chemické reakce a rovněž jako indikační vrstva, na níž je opticky (vizuálně) vyhodnocován vzniklý barevný efekt. Kompozitní nosič slouží k dávkování potřebného množství chromogenních činidel bis(4-aminofenyl)sulfonu a N-(1-naftyl)ethylendiamin dihydrochloridu a k jejich smytí na opticky aktivní vrstvu se silikagelem.

Předností optického trubičkového detektoru je jeho praktická použitelnost v laboratoři i v terénu zejména v podmínkách nasazení ochranných prostředků (ochranných rukavic), to vše při zachování vysoké selektivity a citlivosti stanovení dusitanů v přírodních a odpadních vodách.

#### Příklad provedení

- 5 Optický trubičkový detektor obsahuje vrstvu s upraveným silikagelem, nad níž je uložena vrstva s upraveným kompozitním nosičem. Použitý silikagel o zrnění 0,7-0,9 mm byl vyčištěn zředěnou kyselinou chlorovodíkovou, promyt redestilovanou vodou a aktivován při 130 °C. Kompozitní nosič byl připraven peletizací (granulací) směsi mikrokrystallické celulózy, laktózy, kaolinu a polyvinylpyrrolidonu v poměru 40:38:18:4 hmotn. % v laboratořích Farmaceutické fakulty Veterinární a farmaceutické univerzity v Brně způsobem, jenž je obvyklý pro přípravu lékových forem [Rabišková M., Häring A., Minczingerová K., Havlásek M., Musilová P.: *Chem. Listy* 101, 70 (2007)].

- 15 Navážka 100 g vyčištěného a aktivovaného silikagelu byla impregnovaná 100 ml 0,5 % roztoku kyseliny citrónové v redestilované vodě. Impregnovaný silikagel byl vysušen při teplotě 70 °C do zbytkové vlhkosti 10 %.

Navážka 100 g kompozitního nosiče byla impregnovaná 20 ml roztoku, který obsahoval 0,5 g bis(4-aminofenyl)sulfonu a 0,1 g N-(1-naftyl)ethylendiamin dihydrochloridu ve směsi ethanol-aceton (1:1 % objem.). Upravený kompozitní nosič byl vysušen volně na vzduchu do sypkého stavu.

- 20 Náplň s upraveným silikagelem byla nasypána do skleněné obalové trubice o průměru 5 mm. Nad tuto vrstvu byla nasypána náplň s upraveným kompozitním nosičem. Obě vrstvy vysoké 10 mm byly od sebe odděleny a proti pohybu upevněny polyethylenovými rozváděcími tělisky a polyamidovými sítkami, umožňujícími průtok kapaliny, a obalová trubice byla hermeticky uzavřena zatavením.

- 25 Tabulka 1. Detekce dusitanů v přírodních vodách v porovnání s testovacími proužky Merckoquant (Nitrite 0,5-10 mg/l. Merck, Německo).

| Vzorek | Dusitany dáno, µg/ml | Dusitany nalezeno, µg/ml |                     |
|--------|----------------------|--------------------------|---------------------|
|        |                      | Navržená metoda          | Proužky Merckoquant |
| 1      | 1,4                  | 1                        | 1                   |
| 2      | 2,4                  | 2                        | 2                   |
| 3      | 4,1                  | 5                        | 5                   |
| 4      | 6,8                  | 5+                       | 10                  |
| 5      | 9,1                  | 10                       | 10                  |

- 30 Při použití optického trubičkového detektoru se ulomí oba konce a detektor se ponoří do zkoumaného vzorku tak, aby konec s upraveným silikagelem směřoval dolů a zkoumaným vzorkem se nasýtily obě vrstvy. Po 60 sekundové době expozice se kapalina z horní vrstvy (kompozitní náplň) setře se silikagelem, jejíž zabarvení se vyhodnotí vizuálně (volným okem). Přítomnost dusitanů ve vzorku vody je indikována fialovým zabarvením po celé délce indikační vrstvy, přičemž intenzita zabarvení je úměrná koncentraci dusitanů v rozmezí 0,5 až 80 µg/l. K vyhodnocení lze použít barevný etalon připravený pomocí standardu PANTONE. Porovnání výsledku stanovení dusitanů ve vodě dosažených navrženým optickým trubičkovým detektorem a

komerčním testovacími proužky uvádí tabulka 1. Z přehledu je patrné, že v tomto ohledu jsou obě metody srovnatelné.

#### Průmyslová využitelnost

- 5 Technické řešení lze využít v průmyslu na výrobu optického trubičkového detektoru určeného k jednoduché, citlivé a selektivní rutinní laboratorní a terénní analýze dusitanů v přírodních a odpadních vodách.

### N Á R O K Y   N A   O C H R A N U

- 10 1. Optický trubičkový detektor pro stanovení dusitanů ve vodách, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že obsahuje vrstvu silikagelu upraveného 0,1 až 1,5 % hmotn. kyseliny citrónové, nad níž je uložena vrstva kompozitního materiálu s 40 % hmotn. mikrokrytalické celulózy, 38 % hmotn. laktózy, 18 % hmotn. kaolinu a 4 % hmotn. polyvinylpyrrolidonu, upraveného 0,1 až 1,0 % hmotn. bis(4-aminofenyl)sulfonu a 0,03 až 0,3 % hmotn. N-(1-naftyl)ethylendiamin dihydrochloridu.

15

---

Konec dokumentu

---