

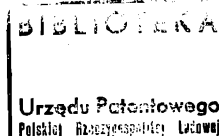


Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 26.III.1964 (P 107 189)

Pierwszeństwo:

Opublikowano: 25.II.1966



Kl. 421, 3/04

MKP G 01 n 31/06

UKD

Twórca wynalazku: mgr Bolesław Fleszar

Właściciel patentu: Zakłady Chemiczne „Sarżyna”, Sarżyna (Polska)

**Sposób oznaczania śladowych ilości nitro związków, zwłaszcza
nitrochlorobenzenów w wodzie**

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób oznaczania śladowych ilości nitro związków, zwłaszcza nitrochlorobenzenów w wodzie.

Jak wiadomo obecność nitro związków w wodzie przeznaczonej do celów spożywczych z toksykologicznego punktu widzenia jest nie mniej istotna niż w powietrzu. Zakłady chemiczne wytwarzające nitro związki mogą stać się przyczyną skażenia wód powierzchniowych. Wyniknąć to może jako następstwo uszkodzenia kanalizacji, wskutek wymywania nitro związków z hałd przez wodę deszczową i wreszcie w przypadku wsiąkania w grunt ścieków ponitracyjnych, które mogą zawierać w 1 litrze do 400 mg nitro związków.

Ze względów sanitarnych i gospodarczych rzeczą ważną jest określenie ilości nitro związków w rzekach, do których odprowadza się ścieki.

Znane dotychczas sposoby oznaczania dotyczą niektórych nitro związków w powietrzu i nie nadają się do oznaczania tych związków w wodzie (J. Kulczyńska Med. Pracy 5, 263, 1954; J. Piotrowski Med. Pracy 5, 257, 1954; T. Czajkowska, J. Piotrowski Chem. Anal. 8, 917, 1963).

Inny znany sposób (W. Kemula, D. Sybilska, J. Geisler, Roczniki Chemii 29, 643, 1955) dotyczy chromatopolarograficznego rozdzielania i oznaczania o- i p-nitrochlorobenzenów. Według tego sposobu do oznaczania stosuje się roztwory o około 50-krotnie większym stężeniu niż stężenie nitro związków, które można oznaczać sposobem według

2

wynalazku — 0,03—0,005 mg/l. Nitro związków w tych stężeniach nie da się oznaczyć bezpośrednio metodą polarograficzną. Wynika to z wartości i_s/c dla nitrochlorobenzenów — przy stężeniu 0,005 mg/l otrzymuje się przy maksymalnej czułości galwanometru (3×10^{-9} A na 1 mm wychylenia plamki świetlnej przy odległości ekranu od zwierciadła wynoszącej 1 m) prąd graniczny o wysokości h na skali = 0,25 mm.

Wynalazek ma na celu opracowanie sposobu oznaczania śladowych ilości nitro związków zwłaszcza nitrochlorobenzenów w wodzie, który zapewni dużą dokładność pomiarów i był łatwy w zastosowaniu praktycznym.

Stwierdzono, że cel ten można osiągnąć, jeżeli zawarte w wodzie nitro związki zaadsorbują się na węglu aktywnym i węgiel wraz z nitro związkami ilościowo oddzieli od wody, a następnie zdesorbuje te związki za pomocą pary przegrzanej lub najlepiej przez ekstrakcję acetonem i oznaczy je w tym ekstrakcie metodą polarograficzną.

W sposobie według wynalazku stosuje się węgiel aktywny o dużej czystości oczyszczony np. przez ekstrakcję acetonem i wysuszony pod próżnią w ilości 0,025—0,04 g na 0,03—0,005 mg nitrochlorobenzenów w 1 litrze wody poddawanej badaniu. Proces adsorpcji prowadzić można w znany sposób np. przez wstrząsanie badanej wody z dodatkiem węgla aktywnego na wstrząsarce. Oddzielony następnie węgiel wraz z zadsorbowanymi nitro związkami

kami ekstrahuje się w gilzie z bibuły uprzednio oczyszczonej acetonem. Stwierdzono przy tym, że w celu uzyskania prawidłowych wyników czas ekstrakcji nie może być krótszy niż 80 minut.

Do oznaczenia stosuje się ekstrakt z dodatkiem roztworu podstawowego, składającego się z 0,2 ml roztworu chlorowodoru pirydyny w pirydynie i 7%-owego roztworu chlorku baru zmieszanych w stosunku 2:3. Roztwór ten stosuje się w celu uzyskania przy polarograficznym oznaczaniu dobrze wykształconych fal prądu dyfuzyjnego. Dokładność wyników przy oznaczaniu śladowych ilości nitro związków sposobem według wynalazku jest zadowalająca. Badania statystyczne wyników nie wykazały błędów systematycznych.

Przykład. 2 litry badanej wody umieszcza się w dwulitrowej butelce, wsypuje się do niej około 0,03 g węgla aktywnego i wytrząsa 60—80 minut. Następnie węgiel z zaadsorbowanymi nitro związkami oddziela się od wody przez sączenie pod próżnią, stosując sączonek z bibuły. Po zdjęciu sączonek z węglem z lejka wkłada się go do gilzy, do kolby ekstraktora wlewa się 15 ml acetonu i ogrzewa przez 90 minut. Po ostudzeniu ekstrakt przenosi się do kolby miarowej na 50 ml. Następnie ekstraktor płucze się trzykrotnie mieszaniną acetonu z wodą (w stosunku 1:1), wlewając ją przez chłodnicę zwrotną i używając za każdym razem 8 ml mieszaniny.

Zbierającą się w kolbie destylacyjnej ciecz przenosi się do kolby miarowej, dodaje 5 ml roztworu podstawowego i dopełnia wodą do kreski. Do ozna-

czenia używa się 5 ml roztworu. Tlen usuwa się azotem przepuszczanym przez płuczki zawierające alkaliczny roztwór pirogallolu i acetonu. Falę nitrochlorobenzenu rejestruje się w zakresie od 0,2 V — 0,9 V, stosując przyłączone napięcie do potencjometru 4 V, czas trwania kropli około 2 sekund, czułość galwanometru 1/1 oraz kompensację prądu pojemnościowego. Jako elektrody odniesienia używa się wewnętrznej elektrody rtęciowej. Następnie do roztworu analizowanego dodaje się 0,5 ml roztworu wzorcowego zawierającego 0,02 g nitrochlorobenzenu na 1 litr rozpuszczalnika (aceton + woda w stosunku 1:1), po czym w tych samych warunkach rejestruje się falę nitrochlorobenzenu.

Zastrzeżenie patentowe

1. Sposób oznaczania śladowych ilości nitro związków, zwłaszcza nitrochlorobenzenu w wodzie, **znamienny tym**, że zawarte w wodzie nitro związki adsorbują się na węglu aktywnym i oddziela ilościowo węgiel wraz z zaadsorbowanymi tymi związkami od wody o następnie desorbują te związki zwłaszcza za pomocą acetonu i w otrzymanym ekstrakcie oznacza ilość nitro związków metodą polarograficzną.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że oznaczanie prowadzi się w obecności roztworu 0,2 m chlorowodoru pirydyny w pirydynie i 7%-owego roztworu chlorku baru w stosunku 2:3.