

Abstrakt

Tato diplomová práce se zabývá tématem stanovení dusitanů, dusičnanů a chloridů metodou SIA upravenou podle platných ISO norem.

Česká technická norma ČSN EN ISO 11 732 udává metodu vhodnou ke stanovení amoniakálního dusíku metodou FIA a CFA ve vodách různých druhů. Podstata zkoušky spočívá v aspiraci vzorku obsahující amoniakální dusík do kontinuálního proudícího nosného roztoku, kde se mísí s tokem alkalického roztoku. Amoniak se oddělí v difúzním segmentoru přes polopropustnou membránu a přechází do proudícího toku roztoku, ve kterém je indikátor pH. V důsledku změny hodnoty pH se mění zbarvení indikátoru, které je zaznamenáváno průtokovým spektrofotometrem.

Bylo provedeno převedení uvedeného FIA stanovení daných iontů do SIA systému při dodržení kalibračních rozsahů z uvedené normy. Princip stanovení dusitanů je odlišný, byla použita Griess diazo-kopulační reakce za vzniku azobarviva měřitelného při 540 nm v průtokové cele spektrofotometru. Kalibrační křivka dusitanů vykazovala linearitu v rozmezí $c = 0,01 - 0,1 \text{ mg/l}$ a $c = 0,1 - 1,0 \text{ mg/l}$ s korelačními koeficienty $R^2 = 0,9979$ a $R^2 = 0,9962$. Roztok dusičnanů byl aspirován do redukční kolony zhotovené z kadmia a mědi. Po redukci NO_3^- na NO_2^- byl vzorek aspirován do systému, kde se mísil s činidlem a nakonec procházel průtokovou celou detektoru. Kalibrační křivka vykazovala linearitu v rozmezí $c = 0,2 - 2,0 \text{ mg/l}$ a $c = 2,0 - 20,0 \text{ mg/l}$ s korelačními koeficienty $R^2 = 0,9972$ a $R^2 = 0,9984$.

Česká technická norma ČSN EN ISO 15 682 popisující FIA metodu vhodnou ke stanovení chloridů se spektrofotometrickou detekcí je založena na reakci vzorku obsahující chloridové ionty s roztokem činidla (thiokyanatanem rtuťnatým a dusičnanem železitým). Thiokyanatanové ionty, které jsou uvolněny chloridy, reagují s ionty Fe^{3+} za vzniku červeně zbarveného komplexu thiokyanatanu železitého měřitelného při 465 nm. V experimentu byla použita tato reakce s použitím kalibračních rozsahů uvedených v normě. Kalibrační křivka vykazovala linearitu v rozsahu $1,0 - 10,0 \text{ mg/l}$ s korelačním koeficientem $R^2 = 0,9976$; $10,0 - 100 \text{ mg/l}$ s $R^2 = 0,9973$; u rozsahu $100,0 - 1000 \text{ mg/l}$ s korelačním koeficientem $R^2 = 0,9966$; u koncentrovanějších roztoků je nutné vzorek před analýzou zředit.

Dosažené výsledky potvrzují možnost využití SIA metody ke stanovení uvedených iontů v rámci rutinních měření při dodržení požadavků platných ISO norem.