

ABSTRAKT

Univerzita Karlova v Praze, Farmaceutická fakulta v Hradci Králové

Katedra: Analytické chemie

Kandidát: Mgr. Barbora Fialová

Konzultant: doc. PharmDr. Hana Sklenářová, Ph.D

Název rigorózní práce: Studium matrice vzorku pro SIA stanovení hliníku v reálných vzorcích

Tato rigorózní práce navazuje na práci diplomovou, která se zabývala spektrofotometrickým stanovením hliníku po komplexotvorné reakci s aluminonem podle ČSN 83 0520 část 22 B. Reakce byla převedena do SIA systému a byly optimalizovány reakční podmínky, dále bylo proměřeno několik reálných vzorků vody. Při měření výtěžnosti bylo zjištěno, že existují vlivy matrice vzorku, které stanovení ovlivňují. Cílem této rigorózní práce bylo tyto vlivy identifikovat a následně odstranit.

Nejprve byly na základě uvedené československé státní normy vytipovány ionty, které mohou reakci hliníku s aluminonem ovlivňovat. Při testování běžně se vyskytujících iontů (Na^+ , NO_3^- , SO_4^{2-} , PO_4^{3-} , NH_4^+ , F^- , Pb^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} a S^{2-}) během poměrně rozsáhlé interferenční studie bylo zjištěno, že stanovení ovlivňují ionty fluoridové, železnaté a železité. Fluoridové ionty se běžně ve vodách nevyskytují, vliv iontů železa byl odstraněn přidáním kyseliny thioglykolové. Kompatibilita kyseliny thioglykolové se stanovením hliníku byla ověřena proměřením kalibrace.

Opakovatelnost byla ověřena na dvou koncentračních hladinách hlinitých iontů. Pro roztok o koncentraci 0,6 mg/l Al byly získány hodnoty RSD 1,69 – 2,57 %. Pro druhý roztok (o koncentraci 0,2 mg/l Al), u kterého byla opakovatelnost hodnocena, dosahovala RSD 1,97 – 2,36 %. Při hodnocení mezidenní přesnosti ve třech následujících dnech byla pro roztok s vyšší koncentrací získána hodnota RSD 2,93%. U roztoků o nižším obsahu hlinitých iontů je pro přesné určení koncentrace hliníku nutné vždy přímé srovnání s příslušným standardem (mezidenní přesnost hodnocená jako RSD dosáhla 12%).

Dále bylo provedeno stanovení obsahu hlinitých iontů v devíti vzorcích povrchové a studniční vody odebrané v různých lokalitách, přičemž do všech vzorků i slepých roztoků bylo před měřením přidáno příslušné množství kyseliny thioglykolové. Všechny vzorky byly navíc pro kontrolu proměřeny Aluminium testem od firmy Merck. Test je založen na vzniku barevného produktu po reakci hlinitých iontů s chromazurolem S. Obsah hlinitých iontů v jednotlivých vzorcích je při porovnání obou použitých technik srovnatelný.

U dvou vzorků byla stanovena výtěžnost. Všechny vypočtené hodnoty vyhovují danému rozmezí (100 +/- 5%). Úprava vzorku před analýzou přidáním kyseliny thioglykolové je tudíž dostačující. Rychlost analýzy v SIA systému byla 13 vzorků za hodinu. Každý vzorek byl měřen třikrát.