

## PLAMEŇOVOFOTOMETRICKÉ STANOVENIE SÍRANOV

I. ODLER, J. GEBAUER

Technický a skúšobný ústav stavebný v Bratislave

Principiálne možno plameňovú fotometriu použiť i na nepriame stanovenie niektorých aniónov, a to viacerými spôsobmi.

Pri diferenčnom spôsobe sa stanovovaný anión vyzráža nadbytkom vhodného katiónu, ktorého nadbytok sa stanoví plameňovofotometricky. Tento spôsob možno použiť iba vtedy, ak nie sú v skúšanej vzorke prítomné rušivé ióny, resp. po odstránení ich rušivého vplyvu.

Pri vydeľovacom spôsobe sa vzniknutá zrazenina izoluje, rozpustí vo vhodnom rozpúšťadle a v takto získanom roztoku sa plameňovofotometricky stanoví to množstvo katiónu, ktoré bolo ekvivalentné prítomnému aniónu. Na zrážanie možno použiť každý katión, ktorý sa dá stanoviť plameňovou fotometriou.

Prvý spôsob na stanovenie síranov navrhli autori [1—3], pričom ako zrážadlo použili chlorid bárnatý alebo chlorid strontnatý. Vzhľadom na to, že tento spôsob možno použiť iba vtedy, ak nie sú prítomné rušivé ióny, vypracovali sme postup, ktorý umožňuje stanovovať i za týchto podmienok. Vyzrážaný síran bárnatý sme rozpúšťali v zmesi kyseliny etyléndiamíntetraoctovej a amoniaku a v získanom roztoku sme báryum stanovovali plameňovofotometricky.

### Experimentálna časť

#### *Prístroje a chemikálie*

Pracovalo sa na plameňovom fotometri VEB Carl Zeiss Jena, model 3, s interferenčným filtrom Ba 55 J, vo vzduchovo-acetylénovom plameni (tlak vzduchu 0,4 atp, tlak acetylénu 40 mm vodného stĺpca).

Použitá chemikálie boli čistoty p. a.

#### *Pracovný postup*

10—40 mg  $\text{SO}_4^{2-}$  sa za horúca zrážalo nadbytkom  $\text{BaCl}_2$ . Vzniknutá zrazenina sa izolovala centrifugáciou v 200 ml centrifugačnej skúmavke a dvakrát sa premyla vodou. Nato sa rozpustila v 50 ml amoniakálneho roztoku kyseliny etyléndiamíntetraoctovej (komplexonu II). (Zloženie roztoku: komplexon II 20 g,  $\text{NH}_4\text{OH}$  o konc. 100 ml,  $\text{H}_2\text{O}$  ad 1000 ml.) Rozpúšťalo sa priamo v centrifugačnej skúmavke. Pritom roztok treba zahriať vnorením skúmavky do horúcej vody. Číry roztok sa potom preniesol kvantitatívne do odmernej banky, ktorá sa doplnila na 100 ml, a  $\text{Ba}^{2+}$  sa stanovoval plameňovofotometricky. Kalibračná krivka sa získa pomocou roztoku  $\text{BaCl}_2$  v rovnakom rozpúšťadle. Zistené výsledky sú v tab. 1.

### Záver

Plameňovofotometrická metóda umožňuje stanovenie síranov v rozmedzí 10—40 mg. Stredná chyba stanovenia leží pri  $\pm 2\%$ . Metóda je vhodná pre

sériové analýzy a najmä vtedy, ak pre sfarbenie roztoku alebo pre iné príčiny nemožno použiť niektorú odmernú metódu.

Tabuľka 1  
Stanovenie síranov plameňovou fotometriou

SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> pridané	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> zistené	Chyba v %
0	0	0
10	10,3	+3,00
10	9,8	-2,00
10	9,8	-2,00
20	20,5	+2,50
20	19,8	-1,00
20	20,2	+1,00
30	30,7	+2,33
30	29,4	-2,00
30	29,6	-1,33
40	40,9	+2,25
40	40,5	+1,25
40	39,9	-0,25

### Súhrn

Vypracovala sa metóda na plameňovofotometrické stanovenie síranov, pri ktorej sa sírany zrážajú chloridom bárnatým a množstvo Ba<sup>2+</sup> prítomné v zrazenine sa po jej rozpustení v amoniakálnom roztoku komplexonu II stanoví plameňovofotometricky.

### ОПРЕДЕЛЕНИЕ СУЛЬФАТОВ С ПОМОЩЬЮ ПЛАМЕННОГО ФОТОМЕТРА

И. ОДЛЕР, Ю. ГЕБАУЕР

Технический и испытательный строительный институт в Братиславе

### Выводы

Был разработан метод пламеннофотометрического определения сульфатов, при котором сульфаты осаждаются с хлоридом бария и множество Ba<sup>2+</sup> в осадке после его растворения в аммиачном растворе комплексона II определится пламеннофотометрически.

Поступило в редакцию 23. 5. 1960 г.

## FLAMMENPHOTOMETRISCHE BESTIMMUNG VON SULFATEN

I. ODLER, J. GEBAUER

Technisches Prüfungsinstitut für das Bauwesen in Bratislava

## Zusammenfassung

Es wurde eine Methode der flammenphotometrischen Bestimmung von Sulfaten ausgearbeitet, bei welcher die Sulfate mit Bariumchlorid ausgefällt werden und die Menge  $Ba^{2+}$ , welche im Niederschlag enthalten ist, nach dem Auflösen in einer ammoniakalischen Lösung von Komplexon II flammenphotometrisch bestimmt wird.

In die Redaktion eingelangt den 23. 5. 1960

## LITERATÚRA

1. Burriel — Martí F., Ramírez — Muñoz J., Rexach — M. de Lizarduy M. L., *Anal. Chim. Acta* 17, 559 (1957). — 2. Burriel — Martí F., Ramírez — Muñoz J., Rexach — M. de Lizarduy M. L., *Rev. cienc. apl. (Madrid)* 12, 16 (1958). — 3. Shaw W. H., *Anal. Chem.* 30, 1682 (1958).

Do redakcie došlo 23. 5. 1960

*Adresa autorov:*

*Inž. Ivan Odler, prom. chemik Juraj Gebauer, Bratislava, Lamačská 8, Technický a skúšobný ústav stavebný.*