

PŘÍSPĚVEK KE STANOVENÍ CELKOVÉHO DUSÍKU V ODPADNÍCH VODÁCH METODOU OXIDAČNÍ MINERALIZACE PEROXODISÍRANEM

MIROSLAV HOLACKÝ^a a PETR PRAUS^b

^a Intrel a.s., Martinovská 3168, 723 02 Ostrava-Martinov,

^b Katedra analytické chemie a zkoušení materiálu, VŠB-
Technická univerzita Ostrava, 17. listopadu 15, 708 33
Ostrava-Poruba
petr.praus@vsb.cz

Došlo 13.6.07, přepracováno 10.1.08, přijato 23.1.08.

Klíčová slova: celkový dusík, oxidační mineralizace, UV
absorpční spektra, odpadní vody

Úvod

Metoda stanovení celkového dusíku (N_c) ve vodách oxidační mineralizací peroxidisíranem je známa již od roku 1969 (cit.¹). Její podstatou je oxidace dusíkatých látek peroxidisíranem draselným v alkalickém prostředí na dusičnany^{2–5}, které se stanoví vhodnou analytickou technikou:



Oxidační mineralizace probíhá při teplotách od 120 do 150 °C v uzavřených nádobách (skleněných ampulích). Do současnosti doznal tento způsob značných obměn. Efektivnější mineralizace se dosahuje ohřevem mikrovlnným zářením^{6,7}, často i v kombinaci s UV zářením, kdy oxidačně spolupůsobí hydroxylové radikály uvolňující se fotochemickým rozkladem molekul vody^{8,9}. Vyšších koncentrací hydroxylových radikálů se dosahuje přidávkou peroxidu vodíku. Samostatná mineralizace UV zářením¹⁰ je však ve srovnání s peroxidisíranovou mineralizací méně účinná a hůře reprodukovatelná¹¹.

Vznikající dusičnany se nejčastěji stanovují spektrometrickými metodami, kde na rozdíl od separačních metod (iontová chromatografie, elektroforéza) neruší přebytek síranů vznikajících redukcí peroxidisíranu dle rovnice (I). Fotometricky lze dusičnany stanovit přímo v UV oblasti, avšak s rušivými vlivy ostatních složek přítomných v mineralizátech a/nebo ve VIS oblasti po reakcích s různými činidly (kyselina salicylová, 2,6-dimethylfenol, 4-fluorofenol). Dusičnany lze stanovit také jako dusitany vzniklé po redukcí hydrazinem či poměděným kadmiiem.

Do současné doby byla provedena řada srovnávacích studií, v kterých byla ověřena srovnatelná účinnost oxidační mineralizace různých dusíkatých látek v porovnání

s jinými metodami stanovení celkového dusíku – kjeldahlizací a spalováním vzorků vod při vysokých teplotách. Do české legislativy byla zařazena v roce 1999 jako česká technická norma ČSN EN ISO 11905-1 (cit.¹²).

Cílem této práce je ověřit možnost stanovení dusičnanů v mineralizátech odpadních vod přímou UV fotometrií. Za předpokladu, že převážná většina rušivých vlivů matrice odpadních vod byla odstraněna již během mineralizace, představuje UV fotometrie rychlou a ekonomicky nenáročnou analytickou koncovku pro stanovení celkového dusíku ve vodách. Dále bylo cílem přispět k objasnění dosud nedostatečně diskutovaného problému oxidační mineralizace amonných iontů, které mají tendenci unikát z modelových roztoků ve formě amoniaku, jak bylo zjištěno již dříve^{13,14}.

Experimentální část

Přístroje

Mineralizační blok TR 200 a skleněné ampule objemu cca 10 ml se šroubovacími uzávěry (MERCK, Německo), UV-VIS spektrometr Lambda 25 (Perkin Elmer Instruments, USA). Vzorky vod byly homogenizovány zařízením Ultra-Turrax T 25 (IKA, Německo). Absorpční spektra mineralizátů v UV oblasti byla měřena v křemenných květáčích optické délky 1 cm.

Chemikálie

Všechny použité chemikálie byly čistoty p.a.: salicylan sodný, hydroxid sodný, dusičnan draselný, chlorid amonný, formaldehyd, hexamethylentetramin a peroxidisíran draselný (Lachema, Brno). Byl použit certifikovaný referenční materiál (CRM) ASTASOL o koncentraci dusičnanů 1,000 g l⁻¹ (Analytika, Praha). K přípravě roztoků byla použita redestilovaná voda s konduktivitou < 0,2 mS m⁻¹.

Oxidační mineralizace

Vzorky splaškových a vyčištěných odpadních vod slévaných po dobu 24 h byly před analýzou 10 min homogenizovány při otáčkách 19 000 min⁻¹. Postup oxidační mineralizace byl převzat z práce Krýsla a spol.¹³: do rozkladné ampule se odměří 5 ml zhomogenizovaného vzorku, 1 ml 3% roztoku hydroxidu sodného a upravenou laboratorní lžičkou se přidá 0,2 g peroxidisíranu draselného. Zkumavka se uzavře šroubovým uzávěrem, protřepává se do rozpuštění peroxidisíranu a vloží se do mineralizačního bloku vytemperovaného na teplotu 148 °C. Po 30 min se zkumavka vyjme, ochladí na laboratorní teplotu, její obsah se kvantitativně převede do 50 ml odměrné baňky a redestilovanou vodou doplní po rysku. Poté se dusičnany stanovují přímo měřením absorbance v UV oblasti.

Zpracování dat

Všechny statistické výpočty včetně kalibrací metody byly provedeny na hladině významnosti $\alpha = 0,05$ programem QC.Expert (Trilobyte, Pardubice). Spektra byla měřena pomocí programu UV WinLab, v. 2.85.04 (Perkin Elmer Instruments, USA) a následně exportována do programu Excel 2000 pro další zpracování.

Výsledky a diskuse

Přímé stanovení dusičnanů ve vodách UV spektrometrií je vzhledem k interferencím ostatních složek ve vzorcích možné jen v omezených případech, např. při analýze pitných nebo málo znečištěných povrchových vod. Některé rušivé vlivy (organické látky, hydrogenuhličitany, dusitany, železo, chrom apod.) lze eliminovat chemicky nebo alespoň korigovat měřením absorbcí při různých vlnových délkách^{15–19}.

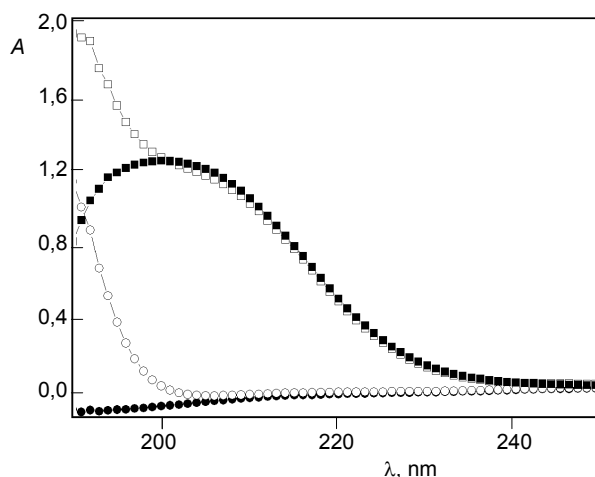
Z nedávné doby lze v literatuře nalézt aplikace online UV spektrometrie při průtokové analýze celkového dusíku v odpadních vodách^{8,20}, kde bylo pro měření dusičnanů použito dekonvoluční spektrum v oblasti 205 až 335 nm, resp. vlnová délka 226 nm. Dále je např. pro stanovení dusičnanů v mineralizátech¹² doporučeno měření absorbcí při 210 nm za předpokladu, že organické látky obsažené ve vzorcích vod byly při mineralizaci z převážné části rozloženy. Tato podmínka má být potvrzena tehdy, když absorbcí při 275 nm dosahuje maximálně 5 % absorbcí při 210 nm.

Otázka hodnocení UV spekter pro měření dusičnanů v mineralizátech vzorků bude vždy diskutabilní a bude závislá na typu analyzovaných vod. Proto úvodní část práce byla věnována způsobu vyhodnocování UV spekter dusičnanů po mineralizaci vzorků surových a vyčištěných odpadních vod.

Podmínky přímého stanovení dusičnanů po oxidační mineralizaci

Na obr. 1 je znázorněn typický průběh spektra mineralizátu modelového roztoku dusičnanů. Vedle dusičnanů absorbují UV záření i sírany, které vznikají rozkladem peroxodisíranu a jsou ve velkém přebytku. Rozklad je kvantitativní a tudíž spektrum zbytkového peroxodisíranu nebylo pozorováno. Čisté spektrum dusičnanů dostaneme jako rozdíl spekter mineralizátu a slepého pokusu.

Obdobná spektra byla získána i při měření mineralizátů reálných vzorků ($n = 44$). Pro přehlednost jsou na obr. 2a znázorněna typická spektra pouze čtyřech vzorků. Na tomto obrázku je však vidět, že některé absorpční pásy se tvarově výrazně liší od pásů dusičnanů, což naznačuje přítomnost dalších absorbujících složek, které se během mineralizace nerozložily. Přítomnost těchto látek, které tvoří pozadí vzorků, je zřetelněji vidět na rozdílových spektrech mineralizátů reálných vzorků a dusičnanových standardů o různých koncentracích (obr. 2b). Koncentrace



Obr. 1. UV spektrum dusičnanů po mineralizaci: redestilovaná voda (●), slepý pokus (○), mineralizát standardu o koncentraci $p(N-NO_3^-) = 5 \text{ mg l}^{-1}$ (□), mineralizát slepého pokusu (■)

odečítaných standardů 5 a 9 mg l^{-1} byly voleny tak, aby byly blízké koncentracím dusičnanů v mineralizátech. Jak je zřejmé, pozadí vzorků vykazuje absorpční maxima při vlnových délkách $< 210 \text{ nm}$. Jedná se patrně o nerozložené zbytky organických látek, jejichž absorpce při vyšších vlnových délkách není tak zřetelná. V další části práce byl hledán vhodný způsob korekce rušivého vlivu těchto složek.

Nabízejí se možnosti empirické korekce, kdy se měří absorbcí dusičnanů při několika vlnových délkách¹⁷ nebo při jedné vlnové délce. Např. se měří absorbcí při 220 nm, od které se odečítají absorbcí pozadí při 250 nm (cit.¹⁸) nebo 275 nm (cit.¹⁹), způsobené nejčastěji přítomnými organickými látkami. Přednost byla dána korekci odvozené čistě matematicky z obecně platného principu aditivity absorbcí dusičnanů a pozadí:

$$A(\lambda) = A_{NO_3}(\lambda) + A_p(\lambda) \quad (2)$$

kde $A(\lambda)$ je celková absorbcí, $A_{NO_3}(\lambda)$ a $A_p(\lambda)$ jsou absorbcí dusičnanů resp. pozadí vzorku. Diferencováním rovnice (2) v úzkém intervalu vlnových délek $\Delta\lambda$ získáme vztah

$$\frac{\Delta A(\lambda)}{\Delta\lambda} = \frac{\Delta A_{NO_3}(\lambda)}{\Delta\lambda} + \frac{\Delta A_p(\lambda)}{\Delta\lambda} \quad (3)$$

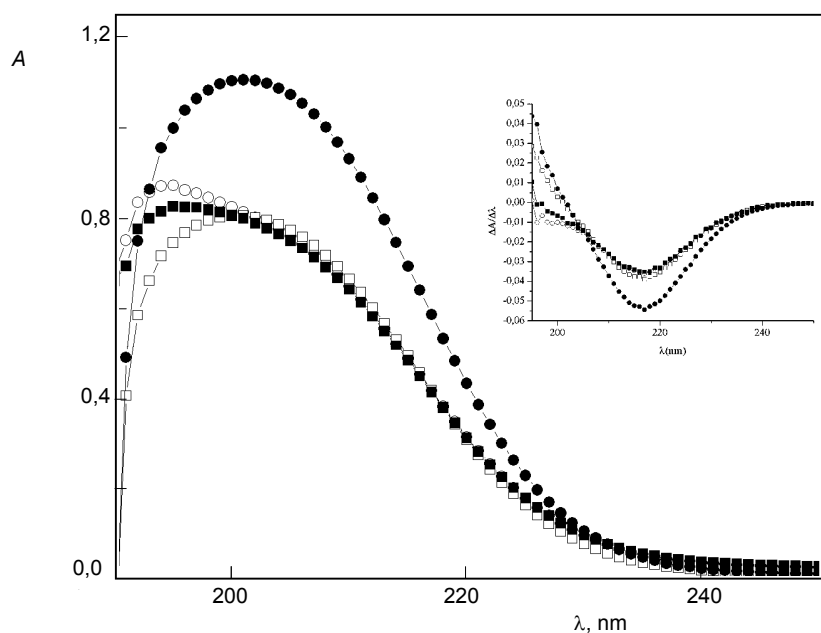
nebo také

$$\Delta A(\lambda) = \Delta A_{NO_3}(\lambda) + \Delta A_p(\lambda) \quad (4)$$

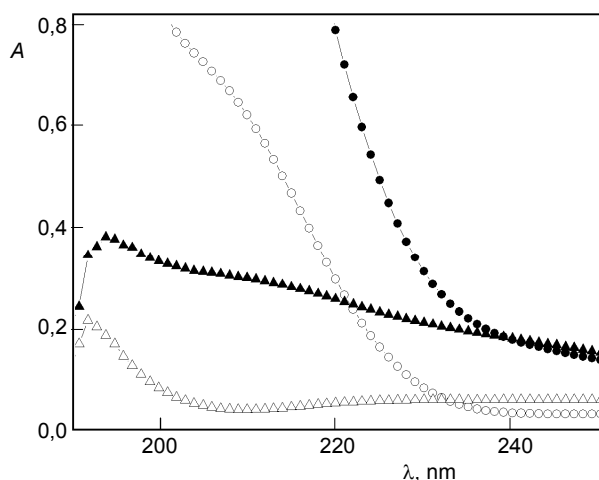
Za předpokladu, že v určité oblasti spektra bude platit

$$\frac{\Delta A_{NO_3}(\lambda)}{\Delta\lambda} \gg \frac{\Delta A_p(\lambda)}{\Delta\lambda} \quad (5)$$

je možné vliv pozadí v rovnici (3) zanedbat. Potom se



Obr. 2a. UV spektra po odečtení slepého pokusu a diferencovaná spektra mineralizátů vzorků z ČOV: přítok 1 ČOV (●), odtok 1 ČOV (○), přítok 2 ČOV (■), odtok 2 ČOV (□)



Obr. 2b. UV spektra mineralizátů vybraných vzorků z přítoku ČOV (vzorek1) a odtoku ČOV (vzorek2) po odečtení spekter mineralizovaných standardů dusičnanů; vzorek1 (○), vzorek 2 (●), vzorek 1 po odečtu standardu o koncentraci $\rho(\text{N-NO}_3^-) = 9 \text{ mg l}^{-1}$ (Δ), vzorek 2 po odečtu standardu o koncentraci $\rho(\text{N-NO}_3^-) = 5 \text{ mg l}^{-1}$ (▲)

zjednoduší i rovnice (4) na tvar

$$\Delta A(\lambda) \approx \Delta A_{\text{NO}_3}(\lambda) \quad (6)$$

Ze spekter mineralizátů reálných vzorků (obr. 2b) je zřejmé, že v oblasti od 210 do 250 nm má pozadí pouze

monotónní průběh. Výše uvedené podmínce proto nejlépe vyhovují okolí inflexních bodů absorpčních pásů při 217 nm, které byly určeny jako minima diferencovaných spekter mineralizátů analyzovaných vzorků vod (obr. 2a). K obdobným závěrům jsme dospěli při diferenciaci spekter standardních vzorků dusičnanů. Rozdíl absorpčních $\Delta A(\lambda)$ byl proto měřen při vlnových délkách v blízkém okolí tohoto inflexního bodu, tj. při 216 a 218 nm. Meze tohoto intervalu však nelze brát jako neměnné, protože jejich volba bude záviset na průběhu spekter mineralizátů konkrétních typů vod podle přítomnosti různých interferujících složek. Pro jeho určení však musí platit obecná podmínka (5).

Alternativním přístupem je použití derivačních spekter^{19–22}, v kterých se spektrální interference uplatňují mnohem méně. Pro běžné komerční nebo provozní laboratoře je však tento postup přinejmenším časově náročný.

Stanovení celkového dusíku s použitím UV fotometrie

Stanovení celkového dusíku z rozdílu absorpčních měřených při 216 a 218 nm v mineralizátech vzorků odpadních vod bylo ověřeno na modelových roztocích dusičnanů a reálných vzorcích odpadních vod. Kalibrační křivka byla sestavena z roztoku dusičnanu draselného, který byl mineralizován jako běžný vzorek: $\Delta A = 0,0147 (\pm 0,0005) c + 0,0029 (\pm 0,0072)$, $r = 0,9992$ ($n = 10$), kde c je koncentrace N_c v mg l^{-1} . Mez detekce x_D a mez stanovitelnosti x_{ST} byly odhadnuty z variability slepého pokusu určené extrapolací kalibrační přímky²³: $x_D = 0,54 \text{ mg l}^{-1}$

Tabulka I
Ověření správnosti stanovení N_c metodou přidávků standardu

Přidáno $\rho(\text{N-NO}_3^-)$ [mg l ⁻¹]	Nalezeno $\rho(\text{N-NO}_3^-)$ [mg l ⁻¹]	Výtěžnost [%]
0	24,58	---
0	24,08	---
0	24,22	---
13,8	13,86	100,4
13,8	13,86	100,4
13,8	13,70	99,3
27,6	27,52	99,7
27,6	27,57	99,9
27,6	27,63	100,4
41,4	41,28	99,7
41,4	41,36	99,9
41,4	41,57	100,4

a $x_{\text{ST}} = 0,80 \text{ mg l}^{-1}$. Přesnost metody byla charakterizována pomocí opakovatelnosti $\text{RSD} = 0,71 \%$ ($n = 7$) mineralizace roztoku dusičnanů ($\rho(\text{N-NO}_3^-) = 10 \text{ mg l}^{-1}$) a kombinované nejistoty²⁴ $\text{RSD} = 3,15 \%$ ($n = 20$) vypočtené z duplicitních analýz N_c v odpadních vodách. Správnost stanovení N_c byla potvrzena t-testem opakovaných analýz roztoku dusičnanů o známé koncentraci $\rho(\text{N-NO}_3^-) = 10 \text{ mg l}^{-1}$ připraveného ředěním CRM a výpočtem výtěžností přidávaných a nalezených podílů dusičnanů do reálného vzorku (tab. I), do kterého byl opakovaně ($n = 3$) přidáván dusičnanový standard o koncentraci $\rho(\text{N-NO}_3^-) \approx 24 \text{ mg l}^{-1}$. Hodnoty výtěžností se pohybovaly kolem 100 %, což potvrzuje správnost analytické metody.

Pro porovnání byly v mineralizátech reálných vzorků stanoveny dusičnany různými analytickými koncovkami: použitím fotometrie v navržené modifikaci (UV_{216–218}), měřením absorbance při 210 nm (UV₂₁₀), z rozdílu absorbancí při 220 a 250 nm (UV_{220–250}) a standardní metodou

s kyselinovou salicylovou měřením absorbance při 410 nm (VIS₄₁₀) (cit.²⁵). Výsledky byly statisticky porovnány párovým testem (tab. II).

Významné rozdíly byly nalezeny mezi výsledky navrhované metody, metody přímé fotometrie při 210 nm a metody s kyselinou salicylovou. Při 210 nm se pravděpodobně projevuje rušivý vliv nerozložených organických látek, které zvyšují absorbanci dusičnanů (viz obr. 2b). Vyšší obsah dusičnanů měřených metodou s kyselinou salicylovou je možné vysvětlit nitrací reziduálních látek, které následně absorbují záření v oblasti absorpčního maxima při 410 nm (vznikající kyselinou nitrosalicylovou). Dekonvoluce spekter v okolí 410 nm neprokázala přítomnost interferujících složek a pro objasnění tohoto jevu je třeba dalších experimentů. Naopak výsledky obou metod s korekcí pozadí (UV_{216–218} a UV_{220–250}) jsou statisticky shodné pravděpodobně proto, že průběh spekter mezi 216 a 250 nm je mírně klesající a rušivý vliv reziduálních látek se zde projevuje přibližně stejnou měrou.

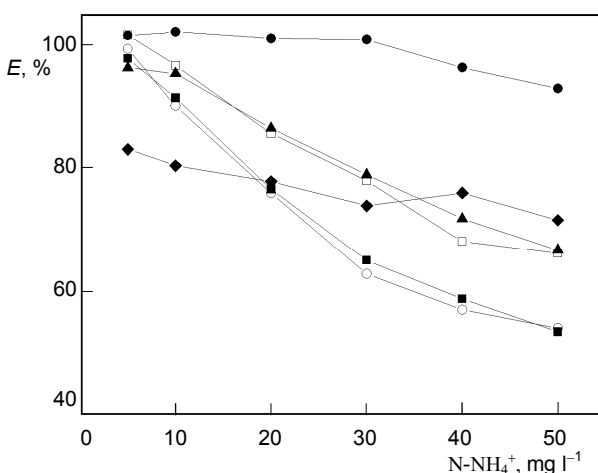
Oxidační mineralizace amonných iontů

Průběh oxidační mineralizace peroxodisíranem je založen na oxidaci dusíkatých látek v alkalickém prostředí, viz rovnice (I). Autoři práce⁴ ukázali, že pH mineralizovaného roztoku velmi prudce klesá z pH 12,6 na 2,1 již za asi 1,4 minuty. V krátké době, kdy je roztok ještě alkalický, může docházet k úniku nezoxidovaného amoniaku do par nad roztokem. Při testování účinnosti mineralizace (E) různých dusíkatých látek^{13,14} byl právě v případě amonných iontů zaznamenán výrazný pokles N_c s rostoucí koncentrací NH_4^+ v modelových roztocích znázorněných na obr. 3 (křivka „bez přidávku“). Při mineralizaci vzorků odpadních vod však k tomuto poklesu nedochází^{13,14}. O podobném efektu jsme v literatuře nenašli žádnou zmínku, což je pravděpodobně způsobeno tím, že většina autorů použila při validaci metody koncentrace amoniakálního dusíku (N-NH_4^+) jen do 4 mg l^{-1} , viz např.¹². Hodnoty N_c se v odpadních vodách pohybují v desítkách mg l^{-1} a asi 90 % z toho představuje N-NH_4^+ . Dílčím cílem této práce proto bylo objasnit rozdílné chování amonných iontů v modelových roztocích a ve vzorcích odpadních vod.

Tabulka II
Výsledky párového testu hodnot celkového dusíku v odpadních vodách stanovených po oxidační mineralizaci různými analytickými koncovkami

Parametr	UV _{216–218} versus UV ₂₁₀	UV _{216–218} versus UV _{220–250}	UV _{216–218} versus VIS ₄₁₀
n	44	44	22
D	$-0,271 \pm 0,104$	$0,185 \pm 0,369$	$-2,217 \pm 1,391$
t_a	1,799	1,226	11,81
$t_{a, \text{krit}}$	2,017	2,017	2,017
Rozdíly	významné	nevýznamné	významné

Pozn.: n – počet vzorků, D – průměrný rozdíl



Obr. 3. Účinnost mineralizace amonných iontů v modelových vzorcích NH₄Cl: bez přidavku (○), přidavek roztoku o $\rho(\text{SO}_4^{2-}) = 250 \text{ mg l}^{-1}$ (■), přidavek roztoku o $\rho(\text{SO}_4^{2-}) = 500 \text{ mg l}^{-1}$ (□), přidavek roztoku o $\rho(\text{SO}_4^{2-}) = 750 \text{ mg l}^{-1}$ (▲), přidavek roztoku formaldehydu (●), přidavek roztoku HMTA (◆)

V první fázi byl sledován vliv iontové síly matrice vzorku na rozpustnost NH₃ v mineralizátech. Podle původní představy by s rostoucí iontovou silou roztoku mělo dojít k poklesu aktivního koeficientu amoniaku a tím k nárůstu podílu x_i/y_i v rovnici rovnováhy kapalina-pára $x_i/y_i = p_v/p_i \gamma_i$, kde x_i a y_i jsou molární zlomky NH₃ v roztoku, resp. v parách nad roztokem, p_v a p_i jsou tlak parní fáze a parciální tlak NH₃ nad roztokem, γ_i je aktivní koeficient NH₃ v roztoku. Proto byly připraveny modelové vzorky chloridu amonného s různým obsahem síranu sodného. Na obr. 3 je vidět zřetelný, avšak malý nárůst účinnosti oxidace amonných iontů s rostoucí iontovou silou.

V další fázi byl do roztoků chloridu amonného přidáván 1 ml 3,6% roztoku formaldehydu. Záměrem bylo využít známou Hanušovu reakci amoniaku a formaldehydu, která vede k tvorbě hexamethylentetraminu (HMTA). Účinnost oxidace NH₄⁺ se tím výrazně zvýšila na téměř 100%. Vhodný objem formaldehydu byl zjištěn měřením účinnosti mineralizace NH₄⁺ v závislosti na objemu přidávaného roztoku HCOH. Při objemu 1 ml byla účinnost maximální. Při vyšších objemech účinnost klesala, protože se peroxidisíran spotřebovával i na rozklad přebytečného formaldehydu.

Pro ověření, zda při reakci vzniká HMTA, byly připraveny a následně mineralizovány roztoky s různou koncentrací HMTA. Účinnost mineralizace se pohybovala v rozsahu 70–85%, což naznačuje, že amoniak s formaldehydem netvoří HMTA, ale pravděpodobně nestálý aminomethanol, popř. formaldehydamoniak (hexahydro-1,3,5-triazin) (cit.²⁶).

Obdobné reakce amoniaku s reziduálními karbonylovými sloučeninami lze očekávat i v mineralizátech reálných vzorků. V úvodních fázích mineralizace, kdy probíhá

oxidace peroxidisíranem, není rozklad vzorků dokončen a amoniak může reagovat jak s látkami obsaženými v původním vzorku, tak i s reakčními produkty již vzniklými.

Závěr

V předložené práci byla ověřena možnost stanovení celkového dusíku v odpadních vodách metodou oxidační mineralizace peroxidisíranem, kdy vzniklé dusičnany byly stanoveny z rozdílu absorbancí měřených v mineralizátech při vlnových délkách 216 a 218 nm. Ve srovnání s přímou fotometrií při jediné vlnové délce se tímto způsobem účinně koriguje rušivý vliv látek, které se při mineralizaci nerozloží. Metoda je rychlá, jednoduchá, ekonomicky nenáročná a tím vhodná pro rutinní analýzy celkového dusíku v provozních nebo jiných vodohospodářských laboratořích.

V druhé části práce byla věnována pozornost oxidaci amonných iontů. V modelových vzorcích byl zjištěn pokles účinnosti mineralizace amonných iontů v koncentracích vyšších než cca 5 mg l⁻¹, který u vzorků odpadních vod dosud pozorován nebyl. Pokles účinnosti oxidace NH₄⁺ v modelových roztocích je pravděpodobně zapříčiněn vytěkáním NH₃ v úvodní fázi mineralizace, kdy je vzorek ještě alkalický. Přidáním formaldehydu před mineralizací se účinnost zvýšila na téměř 100%. Reakcí formaldehydu a amoniaku patrně vzniká aminomethanol a/ nebo formaldehydamoniak. U reálných vzorků amoniak pravděpodobně reaguje s karbonylovými sloučeninami za vzniku dobře rozložitelných sloučenin. Při mineralizaci vod s vysokým obsahem amonných iontů a nízkým obsahem organických látek může být formaldehyd přidáván jako reagenční činidlo pro zvýšení účinnosti mineralizace.

Autoři děkují RNDr. I. Daňhelovi (MERCK spol. s r.o., Česká republika) za zapůjčení mineralizačního bloku a rozkladných ampulí a pracovníkům laboratoře Ostravských vodáren a kanalizací, a.s. za poskytnutí vzorků odpadních vod a provedení jejich homogenizace.

LITERATURA

1. Koroleff F.: *Bestämning av total nitrogen in naturliga vatten genom persulfatoxidation*. International Council for the Exploration of the Sea. Council Meeting, Paper C 8, Sweden 1969.
2. Nydal F.: *Water Res.* 12, 1123 (1978).
3. Smart M. M., Reid F. A., Jones J. R.: *Water Res.* 15, 919 (1981).
4. Ebina J., Tsutsui T., Shirai T.: *Water Res.* 17, 1721 (1983).
5. Langer C. L., Hendrix P. F.: *Water Res.* 16, 1451 (1982).
6. Cerdá A., Oms M. T., Forteza R., Cerdá V.: *Anal. Chim. Acta* 351, 273 (1997).

7. Maher W., Krikowa F., Wruck D., Louie H., Nguyen T., Huang W. Y.: *Anal. Chim. Acta* 463, 283 (2002).
8. Roig B., Gonzales C., Thomas O.: *Talanta* 50, 751 (1999).
9. Mace K. A., Duce R. A.: *Atmos. Environ.* 36, 5937 (2002).
10. Lowrey J. H., Mency K. H.: *Water Res.* 12, 471 (1978).
11. Bronk D. A., Lomas M. W., Glibert P. M., Schukert K. J., Sanderson M. P.: *Mar. Chem.* 69, 163 (2000).
12. ČSN EN ISO 11905-1: *Jakost vod - Stanovení dusíku - Část 1: Metoda oxidační mineralizace peroxidisíranem* (říjen 1999).
13. Krýsl S., Praus P., Matějka V.: *Vodní hosp.* 10, 292 (2001).
14. Praus P.: *Vodní hosp.* 1, 1 (2003).
15. Janoušek I., Fiala J.: *Vodní hosp.* 2, 51 (1988).
16. Dempír J.: *Vodní hosp.* 12, 319 (1977).
17. Kalinichenko I. E., Demutskaya L. N.: *J. Anal. Chem.* 59, 211 (2004).
18. Horáková M., Lischke P., Grünwald A.: *Chemické a fyzikální metody analýzy vod*. SNTL, Praha 1986.
19. Olsen K. K.: *Water Air Soil Pollut.* 187, 195 (2008).
20. Oms M. T., Cerdá A., Cerdá V.: *Talanta* 59, 319 (2003).
21. Haver T. C. O., Green G. L.: *Anal. Chem.* 48, 312 (1976).
22. Levillain P., Fompeydie D.: *Analisis* 14, 1 (1986).
23. Meloun M., Militký J.: *Statistické zpracování experimentálních dat*. Plus, Praha 1994.
24. Kolektiv autorů: *Kvalimetrie I - Stanovení nejistoty analytického měření*, 3. vydání, Suchánek M. (ed.), EURACHEM ČR, Praha 2000.
25. Holacký M.: *Diplomová práce*. Vysoká škola báňská - Technická univerzita Ostrava, Ostrava 2007.
26. Červinka O., Dědek V., Ferles M.: *Organická chemie*, 3. vydání. SNTL, Praha 1982.

M. Holacký^a and P. Praus^b (^a *Intrel a.s., Ostrava*, ^b *Department of Analytical Chemistry and Material Testing, VSB-Technical University Ostrava*): **Contribution to Determination of Total Nitrogen in Waste Waters by Peroxodisulfate Oxidation**

In the title method, nitrates are determined in mineralizates by measuring the difference in absorbances at 216 and 218 nm. Thus the effect of incomplete decomposition of the sample matrix is eliminated. The simple, rapid and inexpensive method combining the oxidation mineralization and UV photometry is suitable for analysis of large series of water samples. The yield of oxidative mineralization of NH_3 decreases at concentrations higher than 5 mg l^{-1} . An addition of CH_2O eliminates the loss of NH_3 due to the formation of $\text{NH}_3\text{-CH}_2\text{O}$ condensation products.

VŠCHT Praha přijme pracovníka/pracovnici na pozici odborného/vědeckého pracovníka/ce pro laboratoř rentgenové difraktometrie.

Hlavní náplň práce:

- zajišťování servisu měření na rentgenových difraktometrech – kvalitativní a kvantitativní fázová analýza,
- metodika kvantitativní fázové analýzy,
- přednášky a výuka praktických úloh v rámci předmětů RTG fázová analýza,
- vedení jednoho studenta při vypracování diplomové práce (v pozici vědeckého pracovníka),
- zapojení do grantových projektů laboratoře.

Požadavky:

- Vysokoškolské vzdělání v oboru přírodních věd se zaměřením na anorganickou či organickou chemii, přednost mají absolventi se zkušenostmi v oblasti aplikace rtg záření. Střední znalost anglického jazyka a Microsoft Office nutností. Znalost softwaru pro kvalitativní rtg fázovou analýzu vítána.

Nabízíme:

- zajímavou práci v moderně vybavené laboratoři,
- příležitost k profesnímu rozvoji (pro absolventy možnost doktorandského studia),
- pracoviště v blízkosti metra,
- zaměstnanecké výhody (pružnou pracovní dobu, příspěvek na stravování, rekreaci, penzijní připojištění, návštěvu kulturních zařízení).

Nástup: od 1. července 2008

Kontakt: RNDr. Jaroslav Maixner, CSc., tel. 220 444 201, 604 842 790,
jaroslav.maixner@vscht.cz