

## Výsledky testovania použiteľnosti iónovoselektívnej elektródy Crytur na stanovenie olova v požívatinách

TERÉZIA VACOVÁ — ANNA PRUGAROVÁ — MILAN KOVÁČ

Súhrn. Testovali sme podmienky využitia iónovoselektívnej elektródy Crytur 82-17 na kontrolu obsahu olova v požívatinách. Testovala sa selektivita elektródy v prítomnosti interferujúcich kationov, ktoré sa môžu vyskytovať v potravinových vzorkách ( $\text{Cd}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ) a vplyv koncentrácie blokovacích činidiel (*o*-fenantrolínu a tiosemikarbazidu), hodnoty iónovej sily a pH na namerané hodnoty potenciálu. Z výsledkov testovania vyplýva, že i v prítomnosti veľmi malých množstiev interferujúcich iónov sa elektróda dá využiť iba v oblasti najvyšších koncentrácií  $\text{Pb}^{2+}$  na kalibračnej čiare, t. j.  $10^{-2}$  až  $10^{-1}$  mol.l<sup>-1</sup>, s prídavkom malých množstiev blokovacích činidiel, pri upravenej iónovej sile roztokov na 0,3 až 1,0 mol.l<sup>-1</sup> a v oblasti pH natívnych vzoriek požívatín. Vzhľadom na predpokladané koncentrácie  $\text{Pb}^{2+}$  v požívatinách nemožno využiť iónovoselektívnu elektródu Crytur 82-17 na kontrolu jeho obsahu.

V rámci riešenia rezortnej výskumnej úlohy R 329-018-02 Modernizácia analytickej kontroly v potravinárstve sa overovali podmienky využiteľnosti iónovoselektívnej elektródy čs. výroby Crytur 82-17 na meranie obsahu olova v potravinových vzorkách.

V príspevku, ktorý sa zaoberal výsledkami sledovania vplyvu iónov  $\text{Cd}^{2+}$  na namerané hodnoty  $\text{Pb}^{2+}$ , sme uviedli aj teoretické predpoklady práce s iónovoselektívnou elektródou (ISE). Zo súhrnu výsledkov vyplynulo, že selektivita ISE závisí od koncentrácie primárnych  $\text{Pb}^{2+}$  iónov, pričom sa pre aplikáciu ISE ukázala výhodnejšia oblasť vyšších koncentrácií  $\text{Pb}^{2+}$ . Pri konštantných podmienkach (pH, teplota, iónová sila roztoku) sa ISE dá využiť na meranie  $c(\text{Pb}^{2+})$  iba vtedy, ak je  $\text{Cd}^{2+}$  prítomné v koncentrácii nižšej (prípadne ekvimolárnej) v porovnaní s obsahom  $\text{Pb}^{2+}$  [1, 2].

Z iónov, ktoré sa môžu vyskytovať v požívatinách ako interferujúce (také, ktoré rušia meranie olova), prichádzajú do úvahy okrem  $\text{Cd}^{2+}$  aj ióny  $\text{Fe}^{3+}$

---

Ing. Terézia Vacová, CSc., Ing. Anna Prugarová, CSc., Ing. Milan Kováč, CSc.,  
Výskumný ústav potravinársky, Trenčianska 53, 825 09 Bratislava.

a  $\text{Cu}^{2+}$ . Podmienky meraní pomocou ISE v prítomnosti týchto katiónov treba experimentálne určiť. Okrem koncentrácií primárnych a interferujúcich iónov môžu odozvu ISE ovplyvňovať aj hodnoty pH, iónová sila a teplota meraného roztoku. Ďalšie pokusy sme preto zamerali na získanie kompletných informácií o ostatných vplyvoch na odozvu ISE, aby bolo možné formulovať súhrnný pohľad na využiteľnosť ISE pri kontrole obsahu olova v potravinárstve.

### Experimentálna časť a výsledky

V nadväznosti na čiastkové výsledky testovania ISE Crytur 82-17 [1—3] sme sa sústredili na štúdium týchto problémov:

- a) selektivita ISE pri meraní  $c(\text{Pb}^{2+})$  v roztokoch obsahujúcich sekundárny interferujúci ión  $\text{Fe}^{3+}$ ;
- b) selektivita ISE v prítomnosti interferujúceho iónu  $\text{Cu}^{2+}$ ;
- c) súčasný vplyv  $\text{Cd}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$  a  $\text{Cu}^{2+}$  a meranie  $\text{Pb}^{2+}$ ;
- d) vplyv zmeny iónovej sily roztoku na namerané hodnoty;
- e) závislosť nameraných hodnôt od zmeny koncentrácií blokovacích činidiel v roztoku;
- f) odozva ISE pri zmene hodnôt pH;
- g) vytipovanie podmienok meraní  $c(\text{Pb}^{2+})$  v potravinových vzorkách.

Pri všetkých sledovaniach sa používali koncentrácie primárneho iónu  $\text{Pb}^{2+}$  v rozsahu kalibračnej čiary — od  $1 \cdot 10^{-6}$  do  $1 \cdot 10^{-1}$  mol  $\text{l}^{-1}$ , pripravené zo zásobného roztoku chloristanu olovnatého  $1 \cdot 10^{-1}$  mol  $\text{l}^{-1}$ . Teplota roztokov pri meraní bola konštantne  $25^\circ\text{C}$ .

Selektivita ISE v pokusoch a) a b) sa vyhodnotila pre dané experimentálne podmienky grafickou metódou na základe potenciálov nameraných v zmesných roztokoch pri konštantnej aktivite interferujúcich iónov.

a) *Selektivita ISE v prítomnosti  $\text{Fe}^{3+}$* . V 9 faktorových pokusoch typu  $2^3$  s dvoma opakovaniami sa sledoval elektródový potenciál ISE v rozsahu koncentrácií  $\text{Fe}^{3+}$  od  $1 \cdot 10^{-6}$  do  $1 \cdot 10^{-1}$  mol  $\text{l}^{-1}$ . Ako zásobný roztok sekundárneho iónu sa použil dusičnan železitý v koncentrácii  $1 \cdot 10^1$  mol  $\text{l}^{-1}$ . Na blokovanie účinku  $\text{Fe}^{3+}$  sa použil 1 % metanolový roztok tiosemikarbazidu v dávkovaní 1,0 a 2,5 ml  $\text{l}^{-1}$  podľa autorov, ktorí toto činidlo používali na blokovanie  $\text{Fe}^{3+}$  pri iónovoselektívnom meraní  $\text{Pb}^{2+}$  v moči a farbivách [4—6].

Štatisticky sa vyhodnotil vplyv jednotlivých variabilít na hodnoty elektródového potenciálu pomocou analýzy rozptylu. Z meraní bolo možné vyhodnotiť iba tie, ktoré sa robili v prítomnosti nižších koncentrácií  $\text{Fe}^{3+}$ . Pri  $c(\text{Fe}^{3+}) = 1 \cdot 10^{-2}$  a  $1 \cdot 10^{-1}$  mol  $\text{l}^{-1}$ , a čiastočne i pri  $1 \cdot 10^{-3}$  mol  $\text{l}^{-1}$  boli namerané potenciály nestabilné a hrozilo znehodnotenie elektródy. Výsledky sa nedali využiť

vzhľadom na veľké odchýlky od kalibračnej čiary. Súhrn výsledkov štatistického vyhodnotenia v tabuľke 1 ukazuje, ktorá vyriabilita vplyva významne na výsledok meraní pri daných podmienkach, kde sa menili koncentrácie primárneho a sekundárneho iónu a prídavok blokovacieho činidla. Z výsledkov vyplýva:

- zmena prídavku tiosemikarbazidu v rozsahu 1,0—2,5 ml.l<sup>-1</sup> neovplyvňuje výsledok merania;
- pri  $c(\text{Fe}^{3+}) = 10^{-6}$ — $10^{-5}$  mol.l<sup>-1</sup> výsledok merania jednoznačne ovplyvňuje iba koncentrácia prítomného  $\text{Pb}^{2+}$ , dokonca i pri ekvimolárnej koncentrácii  $\text{Fe}^{3+}$  a  $\text{Pb}^{2+}$ . Na porovnanie sú uvedené priemerné hodnoty meraní v tabuľke 2, kde vidieť, že nízke množstvá  $\text{Fe}^{3+}$  nezapríčinili významné zhoršenie spoľahlivosti merania v porovnaní s hodnotami potenciálov zodpovedajúcich kalibračnej čiare;
- radovo vyšší obsah  $\text{Fe}^{3+}$ , t. j.  $10^{-4}$  až  $10^{-3}$  mol.l<sup>-1</sup> štatisticky významne ovplyvnil výsledky merania pri všetkých koncentráciách  $\text{Pb}^{2+}$  v rozsahu kalibračnej čiary. Z porovnania spriemernených nameraných potenciálov v tabuľke 2 vidieť, že v porovnaní so skutočnými hodnotami obsahu  $\text{Pb}^{2+}$  podľa kalibračnej čiary došlo k poklesu hodnôt v rozsahu 10,1 až 17,2  $s_x$ , teda hodnoty namerané pri tejto koncentrácii  $\text{Fe}^{3+}$  nemožno pokladať za správne;
- prítomnosť  $c(\text{Fe}^{3+}) = 10^{-2}$  až  $10^{-1}$  mol.l<sup>-1</sup> v roztoku vôbec nedovoľuje merania pomocou ISE Crytur 82—17.

Pri konštantnej  $c(\text{Fe}^{3+}) = 1 \cdot 10^{-5}$  mol.l<sup>-1</sup> sme stanovili selektivitu ISE, v závislosti od koncentrácie olovnatého iónu. Stanovená hodnota koeficienta selektivity je 9,8, čo znamená, že v prítomnosti  $c(\text{Fe}^{3+}) = 1 \cdot 10^{-5}$  mol.l<sup>-1</sup> možno spoľahlivo stanoviť iba olovo v koncentrácii približne  $10^{-4}$  mol.l<sup>-1</sup> a vyššej. Pri meraní  $c(\text{Pb}^{2+}) = 1 \cdot 10^{-6}$  mol.l<sup>-1</sup> (hodnota zodpovedajúca najnižšej koncentrácii na kalibračnej čiare) nesmie byť v roztoku viac ako  $c(\text{Fe}^{3+}) = 1 \cdot 10^{-7}$  mol.l<sup>-1</sup>.

b) *Selektivita ISE v prítomnosti  $\text{Cu}^{2+}$* . Interferujúci ión  $\text{Cu}^{2+}$  sa pripravil zo zásobného roztoku dusičnanu meďnatého v koncentrácii  $1 \cdot 10^{-1}$  mol.l<sup>-1</sup>. Na blokovanie účinku  $\text{Cu}^{2+}$  sa použil 1 % metanolvý roztok *o*-fenantrolínu [4—6].

ISE Crytur prejavila mimoriadnu citlivosť na prítomnosť iónov  $\text{Cu}^{2+}$  v roztoku. V rozsahu kalibračnej čiary pre  $\text{Pb}^{2+}$  bolo možné merať potenciál ISE iba pri  $c(\text{Cu}^{2+}) = 1 \cdot 10^{-6}$  a  $1 \cdot 10^{-5}$  mol.l<sup>-1</sup>. Pri vyšších koncentráciách  $\text{Cu}^{2+}$  sa potenciál uštaloval iba pomaly a pri  $c(\text{Cu}^{2+}) = 1 \cdot 10^{-3}$  mol.l<sup>-1</sup> došlo k otráveniu elektródy. Pomaly ustálené potenciály vykazovali veľké odchýlky od kalibračnej čiary, preto sa ďalej s týmito výsledkami nepracovalo.

Hodnota koeficientu selektivity ISE, určená pri konštantnej  $c(\text{Cu}^{2+}) =$

Tabuľka 1. Súhrn výsledkov štatistického zhodnotenia vplyvov variabilít na stanovenie  $Pb^{2+}$  pomocou ISE Crytur 82-17

Table 1. Influence of variabilities on the determination of  $Pb^{2+}$  by means of ISE Crytur 82-17. Summed-up results of a statistical evaluation

Zmena $c(Pb^{2+})^1$ [mol.l <sup>-1</sup> ]	Zmena $c(Fe^{3+})^2$ [mol.l <sup>-1</sup> ]	Zmena prídavku tiosemikarbazidu <sup>3</sup> [ml.l <sup>-1</sup> ]	Variabilita významne ovplyvňujúca výsledky meraní <sup>4</sup>
$10^{-6}$ až $10^{-5}$	$10^{-6}$ až $10^{-5}$ $10^{-4}$ až $10^{-3}$	1 až 2,5	$c(Pb^{2+})$ $c(Fe^{3+})$
$10^{-4}$ až $10^{-3}$	$10^{-6}$ až $10^{-5}$ $10^{-4}$ až $10^{-3}$	1 až 2,5	$c(Pb^{2+})$ $c(Fe^{3+})$
$10^{-2}$ až $10^{-1}$	$10^{-6}$ až $10^{-5}$ $10^{-4}$ až $10^{-3}$	1 až 2,5	$c(Pb^{2+})$ $c(Fe^{3+})$

<sup>1</sup>Change in  $c(Pb^{2+})$ ; <sup>2</sup>Change in  $c(Fe^{3+})$ ; <sup>3</sup>Change in the addition of thiosemicarbaside; <sup>4</sup>Variability significantly influencing measurement results.

Tabuľka 2. Vplyv koncentrácie  $Fe^{3+}$  na hodnotu elektródového potenciálu pri stanovení  $Pb^{2+}$

Table 2. Influence of  $Fe^{3+}$  concentration on the electrode potential value in determining  $Pb^{2+}$

$c(Pb^{2+})$ [mol.l <sup>-1</sup> ]	$c(Fe^{3+}) = 10^{-6}$ až $10^{-5}$ mol.l <sup>-1</sup>		$c(Fe^{3+}) = 10^{-4}$ až $10^{-3}$ mol.l <sup>-1</sup>	
	$E$ [mV]	Odhýlka od kalibračnej čiary <sup>1</sup>	$E$ [mV]	Odhýlka od kalibračnej čiary <sup>1</sup>
$10^{-6}$	-247	-0,25 $s_x$	-113	-11,42 $s_x$
$10^{-5}$	-232	+0,35 $s_x$	-112	-10,17 $s_x$
$10^{-4}$	-199	+1,07 $s_x$	-128	-10,90 $s_x$
$10^{-3}$	-166	+1,03 $s_x$	-74	-10,38 $s_x$
$10^{-2}$	-108	-1,66 $s_x$	-15	-17,16 $s_x$
$10^{-1}$	-53	-3,58 $s_x$	-9	-10,14 $s_x$

<sup>1</sup>Deviation from the analytic line.

Tabuľka 3. Súhrnný vplyv interferujúcich iónov  $Cd^{2+}$ ,  $Fe^{3+}$  a  $Cu^{2+}$  na hodnotu elektródového potenciálu pri stanovení  $Pb^{2+}$

Table 3. The total influence of the interfering ions,  $Cd^{2+}$ ,  $Fe^{3+}$  and  $Cu^{2+}$  on the electrode potential value in determining  $Pb^{2+}$

$c(Pb^{2+})$ [mol.l <sup>-1</sup> ]	$c(Cd^{2+})$ [mol.l <sup>-1</sup> ]	$c(Fe^{3+})$ [mol.l <sup>-1</sup> ]	$c(Cu^{2+})$ [mol.l <sup>-1</sup> ]	Odhýlka od kalibračnej čiary <sup>1</sup>
$10^{-4}$	$10^{-3}$	$10^{-6}$	$10^{-6}$	-4,3 $s_x$
$10^{-3}$	$10^{-2}$	$10^{-6}$	$10^{-6}$	-3,2 $s_x$
$10^{-2}$	$10^{-1}$	$10^{-6}$	$10^{-6}$	-3,0 $s_x$
$10^{-1}$	$10^{-1}$	$10^{-6}$	$10^{-6}$	+0,8 $s_x$

<sup>1</sup>Deviation from the analytic line.

$= 1 \cdot 10^{-5} \text{ mol.l}^{-1}$  v závislosti od koncentrácie olovnatého iónu, bola  $8 \cdot 10^{-2}$ . Znamená to, že pri tejto koncentrácii  $\text{Cu}^{2+}$  najmenšie stanoviteľné množstvo  $\text{Pb}^{2+}$  je  $1,6 \cdot 10^{-2} \text{ mol.l}^{-1}$ . Koefficient selektivity vyhodnotený pri  $c(\text{Cu}^{2+}) = 1 \cdot 10^{-6} \text{ mol.l}^{-1}$  bol  $9 \cdot 10^{-3}$ , čo znamená, že pri tejto koncentrácii mednatého iónu možno namerať  $c(\text{Pb}^{2+}) = 1,5 \cdot 10^{-3} \text{ mol.l}^{-1}$  a viac. Súhrnne možno teda konštatovať, že v prítomnosti  $\text{Cu}^{2+}$  nemožno merať  $\text{Pb}^{2+}$  v koncentráciách nižších ako  $10^{-3} \text{ mol.l}^{-1}$ .

c) *Súčasný vplyv  $\text{Cd}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$  a  $\text{Cu}^{2+}$  na meranie.* Vzhľadom na vyhodnotenie vplyvu samostatne pôsobiacich interferujúcich iónov na meranie  $\text{Pb}^{2+}$  pomocou ISE sme urobili sériu meraní, pričom sme aplikovali kombinácie interferujúcich iónov v takých koncentráciách, ktoré umožňujú spoľahlivo merať  $c(\text{Pb}^{2+})$ :  $c(\text{Cd}^{2+}) =$  až  $1 \cdot 10^{-4}$ — $1 \cdot 10^{-1} \text{ mol.l}^{-1}$ ,  $c(\text{Fe}^{3+}) = 1 \cdot 10^{-6} \text{ mol.l}^{-1}$ ,  $c(\text{Cu}^{2+}) = 1 \cdot 10^{-6} \text{ mol.l}^{-1}$ . Blokovacie činidlá (*o*-fenantrolín a tiosemikarbazid) sa aplikovali v dvoch uvedených koncentráciách.

Odechýlky nameraných hodnôt od kalibračnej čiary pre  $\text{Pb}^{2+}$  pri daných kombináciách iónov uvádza tabuľka 3, z ktorej vyplýva, že pri týchto kombináciách stráca kalibračná čiara lineárny charakter. Prijateľná odchýlka od kalibračnej čiary je iba v prípade najvyšších koncentrácií  $\text{Pb}^{2+}$ , pri nižších koncentráciách je meranie nespoľahlivé.

d) *Vplyv zmeny iónovej sily roztoku na meranie.* Všetky merania sa robili pri: — nízkych hodnotách iónovej sily roztokov, najviac do  $0,3 \text{ mol.l}^{-1}$ , — iónovej sile roztokov upravenej na  $0,6 \text{ mol.l}^{-1}$ , — iónovej sile roztokov upravenej na  $1,0 \text{ mol.l}^{-1}$ .

Iónová sila meraných roztokov sa upravovala prídavkami príslušných množstiev dusičnanu sodného.

Zo súhrnného zhodnotenia výsledkov možno zistiť, že pri veľmi nízkych hodnotách iónovej sily sa výrazne prejaví vplyv blokovacích činidiel v roztoku na meranie tak, že tieto blokujú nielen sekundárne ióny, ale i samé  $\text{Pb}^{2+}$ . Pri zmene iónovej sily v rozsahu  $10^{-5}$  až  $10^{-3} \text{ mol.l}^{-1}$  dochádza k relatívne veľkým zmenám potenciálu, meranie je nespoľahlivé. Pri úprave iónovej sily na vyššie hodnoty zodpovedali namerané hodnoty skutočným hodnotám. Nezistili sa rozdiely vo výsledkoch pri zmene iónovej sily z  $0,6$  na  $1,0 \text{ mol.l}^{-1}$ .

e) *Vplyv koncentrácie blokovacích činidiel na meranie.* Merania bez blokovacích činidiel a s ich prídavkami ukázali, že použitie blokovacích činidiel pri meraní s ISE je potrebné, pričom postačujúce sú už nízke koncentrácie v roztokoch (1 ml 5 % metanolového *o*-fenantrolínu a 1 ml 5 % metanolového tiosemikarbazidu v 1 l roztoku); *o*-fenantrolín blokuje interferenciu  $\text{Cd}^{2+}$  a  $\text{Cu}^{2+}$ , tiosemikarbazid blokuje interferenciu  $\text{Fe}^{3+}$ .

Pri veľmi nízkej hodnote iónovej sily roztoku sa prítomnosť blokovacích činidiel prejavuje tak, že dochádza aj k blokovaní  $\text{Pb}^{2+}$  v roztoku, t. j. namerané hodnoty poukazujú nesprávne na nižší obsah  $\text{Pb}^{2+}$ , ako je v skutočnosti (odchýlky od kalibračnej čiary 7 až 10  $s_x$ ). K takýmto prípadom môže však dôjsť iba pri koncentrácii  $\text{Pb}^{2+} = 10^{-4} \text{ mol.l}^{-1}$  a menej. Nezistili sa významné rozdiely v nameraných hodnotách pri zmene prídavku blokovacích činidiel.

f) *Odozva ISE pri zmene hodnôt pH.* Sledoval sa vplyv pH v rozsahu 2,1 až 5,6 na hodnoty nameraného potenciálu. V oblasti týchto hodnôt nedošlo k významnej závislosti potenciálu od prostredia.

Pri suchej mineralizácii potravinových vzoriek a nasledujúcom rozpúšťaní popola v silne kyslom prostredí sa však hodnoty pH znižujú tak, že dochádza k otrave elektródy. Vzhľadom na tento fakt sa ISE nedá využiť na meranie  $\text{Pb}^{2+}$  v spopolnených vzorkách.

g) *Vytipovanie podmienok použitia ISE na potravinové vzorky.* Podmienkou využitia ISE na meranie  $\text{Pb}^{2+}$  v konkrétnych vzorkách je dodržanie podmienok, ktoré sú definované zhrnutím uvedených výsledkov testovania, pričom úvodom si treba uvedomiť, že každý z faktorov prostredia (i pri optimálnej úprave) spolupôsobí na zníženie spoľahlivosti merania. Pri vytipovaných podmienkach sme overovali využiteľnosť ISE na stanovenie  $\text{Pb}^{2+}$  vo vodovodnej vode, v natívnych vzorkách ovocných džúsov (pomarančový, marhuľový, broskyňový, jablkový), rozlične koncentrovaných roztokoch cukru i v spopolnených vzorkách džúsov, cukru a vybraných polysacharidov.

Výsledky meraní dokázali, že obsah  $\text{Pb}^{2+}$  vo vzorkách musí byť dostatočne veľký v porovnaní s obsahom interferujúcich iónov, ktorých účinok treba blokovať prídavkami uvedených činidiel. Pre spoľahlivosť meraní je významné dodržať požadovanú hodnotu pH a iónovú silu, čím sa obmedzuje využiteľnosť na roztoky natívnych vzoriek.

Maximálne povolený obsah  $\text{Pb}^{2+}$  v natívnych potravinových materiáloch je o niekoľko rádov nižší, ako je oblasť spoľahlivého merania s ISE (t. j.  $10^{-2}$  —  $10^{-1} \text{ mol.l}^{-1}$  pri dostatočne nízkej koncentrácii interferujúcich zložiek). Štandardnými prídavkami  $\text{Pb}^{2+}$  ku vzorkám sa síce upraví jeho obsah na spoľahlivo merateľné hodnoty, avšak zo zmeny štandardného prídavku nemožno odvodiť pôvodné množstvo olova, ktoré je prítomné v koncentráciách nižších o niekoľko rádov. Zvyšovanie obsahu olova vo vzorkách zahustením neprichádza do úvahy, pretože by sa súčasne zvýšili aj množstvá nežiadúcich interferujúcich iónov.

Napriek veľkému počtu meraní, ktoré sa pri testovaní vykonali, treba preto konštatovať, že ISE Crytur 82-17 nie je vhodná na kontrolu obsahu  $\text{Pb}^{2+}$  v potravinových vzorkách.

## Literatúra

1. VACOVÁ, T. — PRUGAROVÁ, A. — KOVÁČ, M.: Bull. potrav. Výskumu, XXII (II), 1983, č. 4, s. 279—288.
2. VACOVÁ, T. — PRUGAROVÁ, A.: Testovanie iónovoselektívnej elektródy Crytur na stanovenie olova v potravínach. In: V. seminár o niektorých problémoch chemizace v zemědělství a potravinářském průmyslu, Praha 1983.
3. PRUGAROVÁ, A. — VACOVÁ, T.: Stanovenie olova v potravínach pomocou iónovoselektívnej elektródy. In: XVII. seminár o metodice stanovení a významu stopových prvků v biologickém materiálu, Rožnov pod Radhoštěm 1983.
4. Propagačný materiál k ISE Crytur. Monokrystály Turnov, 1982.
5. VESELÝ, J. — WEISS, D. — ŠTULÍK, K.: Analýza iontově selektivními elektroдами. Praha, SNTL 1979.
6. VESELÝ, J. — ŠTULÍK, K.: Pokroky v potenciometrii s iontově selektivními elektrodami. In: Nové směry v analytické chemii I. Praha, SNTL 1983.

### Результаты тестирования применимости ионоселективного электрода Crytur для определения свинца в продуктах питания

#### Резюме

Нами были тестированы условия использования ионоселективного электрода Crytur 82-17 для проверки содержания свинца в пищевых продуктах. Тестировалась селективность электрода в присутствии интерферирующих катионов, которые могут встречаться в образцах пищевых продуктов ( $\text{Cd}^{+2}$ ,  $\text{Cu}^{+2}$ ,  $\text{Fe}^{+2}$ ) и влияние концентрации блокирующих агентов (*o*-фенантролина и тиосемикарбазида), величины ионной силы и pH на измеренные величины потенциала. Из результатов тестирования вытекает, что и в присутствии очень небольших количеств интерферирующих ионов электрод может быть использован лишь в области максимальных концентраций  $\text{Pb}^{+2}$  на аналитической кривой, т. е.  $10^{-2}$ — $10^{-1}$  мол.л $^{-1}$ , с добавлением небольших количеств блокирующих агентов, при ионовой силе раствора доведенной до 0,3—1,0 мол.л $^{-1}$  и в области pH нативных образцов пищевых продуктов. Ввиду предполагаемой концентрации  $\text{Pb}^{+2}$  в пищевых продуктах нельзя использовать ионоселективный электрод Crytur 82-17 для контроля его содержания.

### Outcome of the tests on the applicability of the ionic selective electrode Crytur for the determination of lead in foodstuffs

#### Summary

In this study the possibilities of using the ionic selective electrode, Crytur 82-17, to determine the content of lead in foodstuffs were investigated. Selectivity of this electrode was tested in presence of interfering cations which might occur in food samples ( $\text{Cd}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ). It was also examined how did the concentration of blocking agents (*o*-phenantroline and thiosemicarbazide) ionic bonds and pH influence the measured values of the potential. The tests showed that even in the presence of very small amounts of interfering ions the electrode was applicable only in the zone of the highest  $\text{Pb}^{2+}$  concentrations on the analytic line, i.e.  $10^{-2}$ — $10^{-1}$  mol l $^{-1}$ , with addition of small amounts of blocking agents, in solutions with ionic bonds adopted to 0.3—1.0 mol l $^{-1}$ , and in the pH zone of native samples of foodstuffs. Owing to small concentrations of  $\text{Pb}^{2+}$  in foodstuffs, the ionic selective electrode, Crytur 82-17, was found unsuitable for the detection of  $\text{Pb}^{2+}$  content.