



DrOIN 78114

Mgr Anna Krzymińska

*Oznaczanie mikrogramowych ilości
n-monoalkilodwutiokarbaminianów za pomocą
indukowanej nimi reakcji azydku sodowego z jodem*

Politechnika Poznańska. Wydział Chemiczny. Instytut Chemii Podstawowej
1976 r.

P R O M O T O R

Prof. dr hab. Zbigniew Kurzawa

R E C E N Z E N C I

Doc. dr hab. Rajmund Sołoniewicz, Instytut Chemii Ogólnej Politechniki Łódzkiej
Doc. Mieczysław Miedziński, Instytut Chemii Podstawowej Politechniki Poznańskiej

OPIS FIZYCZNY

JĘZYK TEKSTU	polski
LICZBA TOMÓW	1
LICZBA STRON	85
FORMAT	30 cm
OKŁADKA I STAN TECHNICZNY VOLUMINU	- granatowa oprawa materiałowa, gładka, bez napisów - stan dobry
LICZBA RYSUNKÓW	10
LICZBA TABEL	8
LICZBA ZDJĘĆ	brak
ZAŁĄCZNIKI	2 recenzje umieszczone z tyłu pracy, dokumenty samoistne
ZNAKI SZCZEGÓLNE	- jednostronny zapis maszynowy, powielony - wzory i schematy reakcji w większości nienumerowane – cyframi rzymskimi oznaczono reakcje na stronach 9-13, łącznie do numeru XVI - tabele nazywane tablicami numerowano, ale nie wszystkie: brak oznaczeń na str. 22, 23 - rysunki w postaci wykresów odręczne - korekty edytorskie – pasek papieru z pismem odręcznym przyklejony w miejsce literówki (patrz: str. 41) - na ostatniej karcie (s. 86) podziękowania dla prof. dr. inż. M. Wrońskiego za umożliwienie wykonania cyklu doświadczeń w Zakładzie Technologii Chemicznej Uniwersytetu Łódzkiego oraz prof. dr. hab. inż. S. Goszczyńskiego za udostępnienie zestawu N-monoalkilodwutiokarbaminianów (s. 86)

ZAWARTOŚĆ

SPIS TREŚCI na podstawie s. 3-4

Praca obejmuje 4 liczbowane rozdziały, spis literatury zawierający łącznie 123 pozycje (s. 78-83) oraz streszczenie (s.84-85).

W rozdziale 1. (s. 5-7) autorka formułowała i uzasadniła cel pracy, zaś w kolejnym, który ma charakter teoretyczny, omówiła reakcję azydku sodowego z jodem i jej analityczne zastosowanie (r. 2.1, s. 8) oraz scharakteryzowała właściwości i metody oznaczania dwutiowkarbaminianów (r. 2.2, s. 19).

Najobszerniejszą częścią pracy jest rozdział 3. poświęcony badaniom doświadczalnym, który rozpoczyna się od przedstawienia przyjętej metodyki (s. 28), użytych odczynników i roztworów (s. 29) oraz aparatury (s. 32). Charakteryzując reakcję azydku sodowego z jodem indukowanej N-monoalkilodwutiokarbaminianami (r. 3.4, s. 32), autorka omówiła warunki przebiegu tej reakcji (r. 3.4.1, s. 34) oraz proces oznaczania trwałości wodnych roztworów N-monoalkilodwutiokarbaminianów (r. 3.4.2, s. 45).

Kolejnym zagadnieniem podjętym w rozdziale 3. było oznaczanie mikrogramowych ilości N-monoalkilodwutiokarbaminianów za pomocą reakcji jodo-azydkowej (r. 3.5, s. 51). W tym punkcie najpierw omówiono warunki przeprowadzanego badania w 50 cm³ roztworu (r. 3.5.1, s. 51), następnie opisano oznaczanie sumy N-monoalkilodwutiokarbaminianów (r. 3.5.2, s. 53) i mikrogramowych ilości N-monoalkilodwutiokarbaminianów w 5 cm³ roztworu (r. 3.5.3, s. 54), a na końcu scharakteryzowano substancje, które przeszkadzają w procesie oznaczania N-monoalkilodwutiokarbaminianów, w tym związki tiolowe i tionowe indukujące reakcję jodo-azydkową oraz substancje redukujące jod (r. 3.5.4, s. 57). Ostatnim problemem badawczym rozdziału 3. jest oznaczanie obok siebie mikrogramowych ilości N-monoalkilodwutiokarbaminianów po ich jonoforetycznym rozdziale (r. 3.6, s. 64). Wyniki oznaczania mieszaniny N-monoalkilodwutiokarbaminianów po ich rozdziale w drodze jonoforezy, gdzie n=6, zebrano w tablicy 5 (s. 68).

Ostatnim problemem badawczym rozdziału 3. jest oznaczanie obok siebie mikrogramowych ilości N-monoalkilodwutiokarbaminianów po ich jonoforetycznym rozdziale (r. 3.6, s. 64). Wyniki oznaczania mieszaniny N-monoalkilodwutiokarbaminianów po ich rozdziale w drodze jonoforezy, gdzie n=6, zebrano w tablicy 5 (s. 68).

Rozdział 4. pn. *Dyskusja i wnioski* (s. 69) stanowi próbę weryfikacji i oceny otrzymanych wyników badań doświadczalnych.

CEL I ZADANIA s. 8

Autorka pracy formułuje następujące cele i zakładany zakres zadań:

„Reakcję azydku sodowego z jodem wykorzystano dotąd jedynie oznaczania mikrogramowych ilości N, N-dwuetylodwutio-karbaminianu jako jej induktora 32,68/:



CEL I ZADANIA s. 8

Nieznany był natomiast przebieg reakcji jodo-azydkowej indukowanej N-monoalkilodwutiokarbaminianami oraz warunki ich oznaczania tym sposobem.

Stawiając przeto jako cel tej pracy podjęto następujące zadania:

- zbadanie zachowania się N-monoalkilodwutiokarbaminianów w indukowanej nimi reakcji azydku sodowego z jodem,
- opracowanie szybkiej i prostej metody oznaczania mikrogramowych ilości N-monoalkilodwutiokarbaminianów,
- określenie trwałości małych stężeń N-monoalkilodwutiokarbaminianów w roztworach wodnych
- rozdział mieszany N-monoalkilodwutiokarbaminianów na drodze wysokonapięciowej jonoforezy bibułowej i ilościowe oznaczenie składników mieszaniny,
- badanie kompleksów N-monoalkilodwutiokarbaminianów z niektórymi jonami metali w reakcji azydku sodowego z jodem,
- zaproponowanie mechanizmu reakcji azydku sodowego z jodem indukowanej N-monoalkilodwutiokarbaminianami”.

OPINIE RECENZENTÓW

Doc. dr hab. **Rajmund Sołowiec**, Instytut Chemii Ogólnej Politechniki Łódzkiej:

Opracowana przez P. mgr Annę Krzywińską metoda oznaczania N-monoalkilodwutiokarbaminianów pozwala je oznaczać w ilościach mikrogramowych (nawet ok. 2 mikrogramy) z dokładnością 2-3%.

Wskazuje to na dużą wartość metody, co potwierdza statystyczna analiza wyników. (s. 2)

Zasługuje na uwagę dobrze pod względem metodycznym opracowany rozdział jonoforetyczny ośmiu stosowanych N-monoalkilodwutiokarbaminianów, który pozwala następnie na selektywne oznaczanie większości spośród nich. (s. 3)

Doc. **Mieczysław Miedziński**, Instytut Chemii Podstawowej Politechniki Poznańskiej:

Autorka na podstawie ogromnej ilości rzetelnie przeprowadzonych doświadczeń wyciągnęła poprawne wnioski, wykazując w pracy opanowanie przedmiotu zarówno pod kątem swobodnego stosowania wybranej metodyki, jak też pod kątem oceny przydatności analitycznej opracowanej metody. (s. 3)

Opracowanie: **Sylwia Krajewska**

