

Винахід відноситься до аналітичної хімії, а саме до способів екстракційно-фотометричного визначення ртуті і може бути використаний для аналізу природних та промислових об'єктів.

Серед сучасних методів визначення ртуті найбільш часто застосовують полярографію та атомно-абсорбційну спектроскопію [Журн. аналит. хімії. - 1996. - 51, №1. - С. 166-123]. Проте, при визначенні концентрацій ртуті $> 10^{-4}$ мг/л, раціонально використовувати фотометричні методи з використанням органічних реагентів [Журн. аналит. хімії. - 1992. - 47, № 10-11. - С. 1750-1764].

Відомо, що для фотометричного (екстракційно-фотометричного) визначення ртуті широко застосовують сірковміщуючі органічні реагенти, такі як дитизон [Гаврилюк А.И. Определение ртути, селена и телура в сплавах - Львов: Физ. электрон., 1989. - 80 с; Завод. лабор. - 1987. - 58, №5. - С. 1-3] та його аналоги [Гладышев В.П., Левицкая С.А., Филиппова Л.М. Аналитическая химия ртути. - М.: Наука, 1974. - С. 104], 8-меркаптохінолін [Журн. неорганич. химии. - 1979. - 24, №9. - С. 2371-2377], тіокетон Міхлера [Журн. аналит. химии. - 1983. - 38, № 6. - С. 1008-1013], п-фенолазо-3-амінороданін [Журн. аналит. химии. - 1985. - 40, №5. - С. 820-822] та інші. Методи достатньо вибіркові. Недоліком їх є невисока чутливість.

Відомі способи екстракційно-фотометричного визначення ртуті, які базуються на екстракції йонних асоціатів ртуті у системі: йон металу-галогенід(роданід) - основний барвник. В якості останніх використовують трифенілметанові [Доп. АН УРСР. Серія Б. -1972. - №12. - С. 104-1087], антипірінові [Журн. аналит. химии. - 1967. - 22, №6. - С. 857-862] та ксантенові [Anal. chim. acta. - 1976. - 84, №2. - Р. 369-375] барвники, методи чутливі, проте, вибірковість їх не достатньо висока. В якості основного барвника використовують, також, астрафлосин ФФ [Гигиена и санитария. - 1975. - №11. - С. 74-76].

Найбільш близьким по технічному рішення та досягаемому результату до даного винаходу є спосіб екстракційно-фотометричного визначення ртуті, який базується на утворенні та екстракції йонних асоціатів (ІА) з 2-меркаптобензимидазолом та бромкрезоловим пурпуровим [Журн. аналит. химии. - 1977. - 32, №2. - С. 270-274]. Екстракцію проводять при рН 3,8-5,0. Максимум поглинання комплексу знаходиться при 410 нм, молярний коефіцієнт поглинання $3,8 \cdot 10^4$. Визначенню ртуті заважають Ag(I) , Sn(II) , Pd(II) , Au(II) . Недоліком способу є недостатньо висока чутливість та селективність.

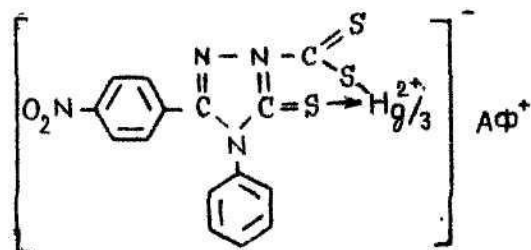
Завданням винаходу є розробка більш чутливого, селективного та експресного способу екстракційно-фотометричного визначення ртуті.

Поставлене завдання досягається тим, що в способі екстракційно-фотометричного визначення ртуті, який включає в себе утворення та екстракцію йонного асоціату (ІА) з органічним реагентом та основним барвником з послідовним його фотометруванням, в якому, згідно винаходу, для утворення ІА використовують 4-феніл-5-п-нітрофеніл-2-тіокарбоніл-1,2,4-тріазоліон-3 (ФНТТ) та основний барвник астрафлосин (АФ), екстракцію проводять толуолом при рН 8,3-10,8.

Відмінною ознакою способу є те, що для утворення зарядженого комплексу ртуті(II) використовують ФНТТ.

Екстракцію ІА ртуті(II) проводять толуолом при рН 8,3-10,8 (1 М ацетатно-амонійний буферний розчин). Рівновага екстракції встановлюється за 1 хвилину та екстракти стійкі протягом доби. Одноразовою екстракцією ртуть вилучається кількісно ($R=100\%$).

Методами зсуву рівноваг та ізомольарних серій визначений склад ІА ртуті та показано, що мольне відношення компонентів в ньому Hg : ФНТТ: АФ рівне 1:3:1. Будову ІА ртуті можна представити слідуючим чином:



Досліджено вплив концентрації диметилформаміду (ДМФА) на повноту вилучення ІА ртуті та встановлено, що оптимальна концентрація ДМФА рівна 20-22 об.ч., %.

Максимуми поглинання толуольних екстрактів ІА ртуті знаходяться при 560 нм. Молярний коефіцієнт поглинання рівний $1,43 \cdot 10^5$. Границя виявлення ртуті 0,0015 мг/л. Забарвлені екстракти підлягають закону Бера до концентрації ртуті 8 мг/л. На основі екстракційної системи Hg(II) -ФНТТ-АФ можливо проводити 10-кратне концентрування ртуті.

В оптимальних умовах екстракції (рН 8,3-10,8; 22 об.ч.,% ДМФА) визначенню ртуті не заважає велика кількість катіонів, в тому числі Ti(II) , Bi(II) , Pb(II) , Cd(II) , Pd(II) , Cu(II) , Zn(II) , Mn(II) та інші. Заважають іони золота(III), та в незначній мірі Ag(I) та Pt(II) . Проте, при аналізі складних об'єктів, рекомендуємо вводити надлишок трилону Б.

Порівняльна оцінка чутливості та селективності відомих та пропонуємого способів визначення ртуті наведена у таблиці.

На основі екстракційної системи Hg(II) -ФНТТ-АФ можливо проводити визначення ртуті в різноманітних природних та промислових об'єктах. Можливо визначати кількість ртуті при її концентрації на рівні граничнодопустимій (0,005 мг/л у природних водах).

Приклад. Аналіз природних вод.

20 мл аналізуємої води переносять у ділительну лійку, додають 0,2 мл 0,01 М розчину ФНТТ (у ДМФА), 1,5 мл 0,1 н розчину трилону Б, 0,4 мл 0,001 М водного розчину АФ, 4,3 мл ДМФА, 2,0 мл буферного розчину (рН 9,5). Приливають 5,0 мл толуолу та екстрагують протягом 2-3 хвилин. Екстракт відділяють, центрифугують та вимірюють оптичну густину при 560 нм в кюветах 1,0 см відносно контрольного досліджу.

Кількість ртуті знаходять методом добавок. Правильність методики перевіряли методом введено -

знайдено.

Селективність способу досягається специфікою утворення аніонного комплексу ртуті з 4-феніл-5-п-нітрофеніл-2-тіокарбоніл-1,2,4-триазолтіоном-3, чутливість - використання основного барвника астрафлоксину, експресність - одноразовою екстракцією толуолом.

Розроблений спосіб екстракційно-фотометричного визначення ртуті може бути використаний аналітичними лабораторіями для аналізу вод, ґрунтів, сплавів, медичних препаратів, крові.

Порівняльна характеристика фотометричних методів визначення ртуті

Показник	Аналоги (способи з використанням ...)			Прототип	Пропонуємий спосіб
	дитизону	п-фенолазо-3-амінороданіну	бромід-іонів та астрафлоксину ФФ		
Молярний коефіцієнт поглинання, $\epsilon \times 10^{-4}$	8,4	2,0	10,2	3,8	14,3
Границя виявлення ртуті, мг/л	0,01	0,03	0,005	0,02	0,0015
Заважаючі катіони	Cd, Zn, Co(II), Cu(II), Ag(I) та інші	Pd (II), Ag(I), Au(III)	Ag(I), Sb(V), Tl(III), Cd, Au(III)	Ag(I), Pd(II), Sn(II)	Au(III), Ag(I), Pt(II)