



УКРАЇНА

(19) UA (11) 41187 (13) U
(51) МПК (2009)
G01N 21/71МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ
НА КОРИСНУ МОДЕЛЬвидається під
відповідальність
власника
патенту(54) СПОСІБ ЕЛЕКТРОТЕРМІЧНОГО АТОМНО-АБСОРБЦІЙНОГО ВИЗНАЧЕННЯ ТАЛІЮ(I) ТА ТАЛІЮ(III)
В БІОЛОГІЧНИХ МАТЕРІАЛАХ

1

2

(21) u200814092

(22) 08.12.2008

(24) 12.05.2009

(46) 12.05.2009, Бюл.№ 9, 2009 р.

(72) ДМИТРУК НАТАЛІЯ ПЕТРІВНА, UA, ШЕВЧУК
ІВАН ОЛЕКСІЙОВИЧ, UA(73) ДОНЕЦЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИ-
ТЕТ, UA(57) Спосіб електротермічного атомно-
абсорбційного визначення талію(I) та талію(III) в
біологічних матеріалах, який включає розчинення

зразка при нагріванні у суміші $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{O}_2$, охолодження отриманого розчину, екстракцію розчинником і подальше атомно-абсорбційне визначення, який відрізняється тим, що при визначенні талію(III) його переводять в іонний асоціат з метиловим фіолетовим, причому екстракцію проводять толуолом після додавання фосфорної кислоти, а мінералізатор окислюють пероксидом водню в присутності хлориду заліза і визначають загальний вміст талію, а талій(I) розраховують за різницею.

Корисна модель відноситься до аналітичної хімії, а саме до способу визначення талію і може бути використана у санітарно-токсикологічних дослідженнях.

Відомий спосіб атомно-абсорбційного (AA) визначення талію у біологічних матеріалах (волосі та сечі), який полягає у тому, що біологічний зразок (100мг) розчиняють у $0,5\text{см}^3$ HNO_3 при 100°C , розводять розчином модифікатора Pd-W або Pd-W- NH_4NO_3 (для сечі) та аналізують проби у графітовій печі [1]. Недоліком цього способу є неможливість окремого визначення талію (I) та талію (III).

Відомий спосіб AA визначення талію у біологічних зразках, який полягає у тому, що пробу волосся (0,1г) розчиняють у 3см^3 HNO_3 в автоклаві на протязі 1 години, або у 5см^3 HNO_3 і 3см^3 H_2O_2 , доводять до 5см^3 водою, та аналізують у графітовій печі на платформі, обробленій ZrOCl_2 або Ta_2O_5 з межею визначення (МВ) - $0,1\text{мкг/г}$ [2]. Але цей спосіб має низьку чутливість і не надає можливості визначати окремо талій (I) та талій (III).

Найбільш близьким за технічною сутністю та досягаемого результату є спосіб AA визначення талію у сечі з МВ - 2мкг/дм^3 , який полягає в розкладанні зразка при нагріванні в суміші $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{O}_2$, випаровуванні досуха, розчиненні залишку в 30%-вій HCl , екстрагуванні диізобутилкетонном, введенні в електротермічний атомізатор з добавкою паладієвого модифікатора та AA визначенні [3]. Недоліком цього способу є неможливість окремого визначення талію (I) та талію (III) і низька чутливість.

В основу корисної моделі поставлено завдання створення способу окремого визначення талію (I) та талію (III) в біологічних матеріалах атомно-

абсорбційним методом та збільшення його чутливості.

Поставлене завдання вирішується за рахунок того, що спосіб електротермічного атомно-абсорбційного визначення талію (I) та талію (III) в біологічних матеріалах, який включає розчинення зразка при нагріванні у суміші $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{O}_2$, охолодження отриманого розчину, екстракцію розчинником і подальше атомно-абсорбційне визначення, згідно корисної моделі, при визначенні талію (III) його переводять в іонний асоціат з метиловим фіолетовим, причому екстракцію проводять толуолом після додавання фосфорної кислоти, а мінералізатор окислюють пероксидом водню в присутності хлориду заліза і визначають загальний вміст талію, а талій (I) розраховують за різницею.

Приклади конкретного виконання

Приклад 1. Пробу волосся (1г) обробляють 20см^3 етилового спирту при механічному страхуванні, 20см^3 5%-вого розчином комплексону III. Після цього волосся промивають дистильованою водою (3 порції по 50см^3) і висушують при температурі 105°C до постійної маси. Наважку проби волосся масою 1г розчиняють при нагріванні в 20см^3 концентрованої азотної кислоти і 20см^3 пероксиду водню. Випаровують до об'єму 5см^3 , розводять дистильованою водою до об'єму 50см^3 . Отриманий розчин поміщають в ділильну воронку, додають 30см^3 фосфорної кислоти ($\rho = 1,16\text{г/см}^3$), $0,5\text{см}^3$ 20%-ного розчину FeCl_3 , $0,5\text{см}^3$ 30%-го розчину пероксиду водню й залишають на 30 хвилин до закінчення окислення T1(I) до T1(III). Розводять дистильованою водою до об'єму 100см^3 , до-

(13) U
(11) 41187
(19) UA

дають 1см^3 толуолу і 1см^3 0,2%-го розчину метилового фіолетового і струшують воронку протягом 1 хвилини. Після відстоювання фаз фільтрують органічну фазу крізь сухий фільтр в бюкс з притертою кришкою. Аліквоту 20мкл екстракту дозатором вносять на платформу з пірографіта електротермічного атомізатора Графіт-2 атомно-абсорбційного спектрофотометра Сатурн-3. Джерелом резонансного випромінювання є лампа ВСБ-2 (ток 140мА). Використовують резонансну лінію 276,8нм. Для усунення завад вимірювання проводять з дейтерієвим коректором фона. Нагрів печі проводять за програмою: 1) сушка - протягом 30с при температурі кипіння розчинника; 2) піроліз - плавний нагрів до максимально допустимої температури піроліза; 3) атомізація при 2400°C протягом 5с при зупиненому потоці аргона. Перед атомізацією на додатковій стадії проводять автоматичну компенсацію нуля при температурі, що дорівнює температурі піроліза, на протязі 2с. Проводять також прискорений розігрів печі до температури 3100°C за 0,45с перед атомізацією. Використовують інтегральну реєстрацію сигналів. Градування пристрою проводять методом добавок. При цьому знаходять загальний вміст талію.

Приклад 2. Для визначення Т1(III) методика була аналогічною за прикладом 1 за виключенням стадії окислення. Пробу волосся (1г) обробляють 20см^3 етилового спирту при механічному страхуванні, 20см^3 5%-вого розчином комплексу III. Після цього волосся промивають дистильованою водою (3 порції по 50см^3) і висушують при температурі 105°C до постійної маси. Наважку проби волосся масою 1г розчиняють при нагріванні в 20см^3 концентрованої азотної кислоти і 20см^3 пероксиду водню. Випаровують до об'єму 5см^3 , розводять дистильованою водою до

об'єму 50см^3 . Отриманий розчин поміщають в ділільну воронку, додають 30см^3 фосфорної кислоти ($\rho = 1,16\text{г/см}^3$), $0,5\text{см}^3$ 20%-ного розчину FeCl_3 . Розводять дистильованою водою до об'єму 100см^3 , додають 1см^3 толуолу і 1см^3 0,2%-го розчину метилового фіолетового і струшують воронку протягом 1 хвилини. Після відстоювання фаз фільтрують органічну фазу крізь сухий фільтр в бюкс з притертою кришкою. Аліквоту 20мкл екстракту дозатором вносять на платформу з пірографіта електротермічного атомізатора Графіт-2 атомно-абсорбційного спектрофотометра Сатурн-3. Джерелом резонансного випромінювання є лампа ВСБ-2 (ток 140мА). Використовують резонансну лінію 276,8нм. Вимірювання проводять з дейтерієвим коректором фона. Нагрів печі проводять за програмою: 1) сушка - протягом 30с при температурі кипіння розчинника; 2) піроліз - плавний нагрів до максимально допустимої температури піроліза; 3) атомізація при 2400°C протягом 5с при зупиненому потоці аргона. Перед атомізацією на додатковій стадії проводять автоматичну компенсацію нуля при температурі, що дорівнює температурі піроліза, на протязі 2с. Проводять також прискорений розігрів печі до температури 3100°C за 0,45с перед атомізацією. Використовують інтегральну реєстрацію сигналів. Градування пристрою проводять методом добавок. У цьому випадку екстрагують тільки трьохвалентний талій, а одновалентний талій розраховують за різницею загального вмісту та вмісту талію(III).

У таблиці наведені експериментальні дані з перевірки правильності запропонованого способу методом добавок (кількість паралельних визначень - 5; довірна ймовірність - 0,95).

Таблиця

$C_{T1}, \text{мкг/дм}^3$				S_r	
Введено		Знайдено			
T1(I)	T1(III)	T1(I)	T1(III)	T1(I)	T1(III)
0,20	0,20	$0,18 \pm 0,02$	$0,21 \pm 0,02$	0,10	0,10
2,00	2,00	$2,10 \pm 0,15$	$1,90 \pm 0,14$	0,07	0,07

Відносне стандартне відхилення S_r не перевищує 0,1. Межа визначення запропонованого способу складає $0,001\text{мкг/г}$ волосся.

Технічним результатом запропонованого способу є окреме визначення талію (I) та талію (III) на рівні його фонового вмісту в біологічних зразках (волосся, сеча), збільшення чутливості.

Джерела інформації:

1. Tsalev D.L., Slaveykova V.I., Georgieva R.B. Electrothermal atomic absorption spectrometric determination of volatile elements in biological materials

in the presence of a mixed palladium-tungsten chemical modifier // Analytical Letters. - 1996. - Vol. 29, №1. - P.73-88.

2. Han H., Ni Z. Atomic-absorption spectrometric determination of thallium in environmental and biological samples with a graphite-furnace platform // Fenxi Huaxue. - 1983. - Vol. 11, №12. - P.908-912.

3. Collett D.L.N., Jones S.M. Determination of thallium in urine by graphite furnace atomic absorption spectrometry // Atom. Spectrosc. - 1991. - Vol.12, №3. - P.69-73. (прототип)