



УКРАЇНА

(19) UA (11) 44482 (13) A

(51) 6 G01N31/22

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ
НА ВИНАХІДВидається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ФОТОМЕТРИЧНОГО ВИЗНАЧЕННЯ ПЛАТИНИ

1

2

(21) 2001042582

(22) 18 04 2001

(24) 15 02 2002

(46) 15 02 2002, Бюл. № 2, 2002 р.

(72) Базель Ярослав Рудольфович, Зимомря Іван
Іванович, Воронич Ольга Гаврилівна(73) УЖГОРОДСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ
УНІВЕРСИТЕТ(57) Спосіб фотометричного визначення платини,
який включає в себе утворення йонного асоціату з

органічною основою, стабілізацію його поверхнево-активною речовиною з наступним фотометруванням, який відрізняється тим, що як органічну основу використовують поліметиновий барвник астрафлосин (АФ), як поверхнево-активну речовину - ОП-10, переведення в йонний асоціат проводять без введення ліганду при концентрації сірчаної кислоти, сульфату літію, барвника АФ відповідно (0,8-1,6), (0,8-1,4), (0,00010-0,00016) моль/л, ОП-10 - (0,016-0,020)%

Винахід відноситься до аналітичної хімії, а саме до способів фотометричного визначення Платини.

Платина, як і більшість платинових металів, утворює комплекси з великою кількістю органічних реагентів, що містять донорні атоми сірки, кисню, азоту [1]. Проте селективність методів невисока. Одним з кращих реагентів для фотометричного визначення Платини вважається 5-[п-(диметиламіно) бензиліден] роданін. Комплекс червоного кольору з максимумом поглинання при 590 нм утворюється лише після відновлюючої дії аскорбінової кислоти при нагріванні суміші протягом 5 хвилин на водяній бані при 70°C. Визначенню заважають майже всі платинові метали, а також Аргентум, Купрум, Аурум [1].

Більш ефективними можуть бути методи визначення Платини, що базуються на її здатності утворювати трикомпонентні комплекси (йонні асоціати) з електровідємними лігандами та основними барвниками.

Відомий спосіб визначення Платини з барвником трифенілметанового ряду малахітовим зеленим (МЗ) в присутності тиоціанат-іонів [2]. Молярний коефіцієнт поглинання бензольних екстрактів при 630 нм становить 56000. Йонний асоціат з співвідношенням компонентів Pt(IV) : МЗ = 1 : 2 утворюється у вузькому інтервалі рН 2,5 - 3,0. Крім того, реакція між Платиною і тиоціанатом при кімнатній температурі відбувається дуже повільно і тому суміш необхідно нагрівати щонайменше 40 хвилин при температурі 85 - 90°C. Визначенню заважає чимало сторонніх іонів, в тому числі і Пала-

дій. Використані екстрагенти (бензол) є високотоксичними.

Заміна тиоціанатного ліганду йодидом хоча і збільшує молярний коефіцієнт поглинання розчинів комплексів Платини з основними барвниками, але практично не покращує інші хіміко-аналітичні характеристики методу. Так, йонний асоціат Платини з йодид-іонами та барвником роданіном С [3] утворюється в дуже вузькому інтервалі рН 3,0 - 3,8, а калібрувальний графік підлягає закону Бера лише до 1,2 мкг/мл Платини. Заважають визначенню іони, здатні утворювати йодидні комплекси: Pb, Hg, Ag, Bi, Pd, а також іони, здатні окислювати йодид-іони, наприклад Fe, Cu, Ti.

Найбільш близьким за технічною сутністю та досягасимим результатам до заявляемого є спосіб фотометричного визначення Платини, який передбачає використання як аналітичної форми для безекстракційного фотометричного визначення Платини його асоціату з тиоціанат-іонами та барвником кристалічним фіалковим [4]. Це суттєво спрощує аналіз, проте селективність визначення залишається низькою. Визначенню Платини заважають всі іони, здатні утворювати стійкі тиоціанатні комплекси (Hg, Ag, Au, Fe, Pd, Ru, Rh, Os, Zn та інші). Молярний коефіцієнт поглинання при 540 нм становить 72000. Суттєво знижує аналітичну цінність методу вузький інтервал виходу комплексу (рН 0,9 - 1,3) та дотримання закону Бера (1,2 - 2,0 мкг/мл), невисока стійкість забарвлення розчинів у часі.

Завданням винаходу є збільшення селективності методики фотометричного визначення Пла-

(13) A
44482
(11) UA
(19)

тини, спрощення методики та покращення інших метрологічних характеристик

Поставлене завдання досягається таким чином, що згідно способу фотометричного визначення Платини, який включає в себе утворення йонного асоціату Платини з органічною основою, стабілізацію її забарвлення поверхнево-активною речовиною і наступне фотометрування, який відрізняється тим, що як органічну основу використовують поліметиновий барвник астрафлорсин (АФ), як , поверхнево-активну речовину ОП-10, переведення в йонний асоціат проводять без введення ліганду при концентрації сірчаної кислоти, сульфату літію, барвника АФ відповідно 0,8 - 1,6, 0,8 - 1,4, 0,00010 - 0,00016моль/л

За таких умов молярний коефіцієнт поглинання стабілізованих розчинів йонного асоціату Платини становить 63000 (при 620нм), а визначенню не заважають великі кількості Ni, Al, Cr, Co, Fe, Cd, Mn, 1000-кратні кількості Ru, Rh, 10 - 30- кратні кількості Cu, Ag, Hg, Pd, Ir Така висока селективність визначення пояснюється тим, що на відміну від описаних способів у заявляемому утворення йонного асоціату Платини з основним барвником відбувається без додаткового введення ліганду (йодиду чи тіоціанату)

Забарвлення стабілізованих ОП-10 розчинів йонного асоціату Платини стійке щонайменше годину Закон Бера справджується в межах 0,1 - 2,4мкг/мл Крім того, висока контрастність реакції (76нм) забезпечує практично повне усунення сигналу фону (при оптимальній довжині хвилі 620нм), що дуже рідко спостерігається для систем з участю основних барвників

Нижче приведено експериментальні дані (табл 1 - 4), що доказують суттєвість концентрацій кислоти, сульфату літію, барвника АФ і стабілізатора ОП-10

Таблиця 1

Вплив концентрації сірчаної кислоти на оптичну густину йонного асоціату Платини

C(H ₂ SO ₄), M	0,2	0,4	0,8	1,2	1,4	1,8	2,4	3,0
A	0,39	0,50	0,64	0,79	0,74	0,67	0,52	0,36

Таблиця 2

Вплив концентрації сульфату літію на оптичну густину йонного асоціату Платини

C(Li ₂ SO ₄), M	0	0,1	0,3	0,4	0,5	0,6	0,8	1,0
A	0,09	0,20	0,26	0,33	0,44	0,61	0,78	0,80

Таблиця 3

Вплив концентрації барвника АФ на оптичну густину йонного асоціату Платини

C(AФ), 10 ⁻⁴ M	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0	1,2	1,6	2,0
A	0,07	0,16	0,42	0,61	0,72	0,78	0,76	0,70

Таблиця 4

Вплив концентрації ОП-10 на оптичну густину йонного асоціату Платини

C(ОП 10), %	0,002	0,01	0,016	0,020	0,040	0,060
A	0,26	0,64	0,76	0,79	0,70	0,65

Для експериментальної перевірки запропонованого способу проведено визначення Платини в модельних сумішах

Приклад 1 У градуйовані пробірки з притертими пробками вносять 0,5 - 1,0мл суміші, що містить до 12мкг Платини, 50мкг Ауруму, 200мкг Купруму, 5000мкг Рутенію, Родію Створюють концентрацію сірчаної кислоти, сульфату літію, барвника АФ відповідно 1,2, 0,8, 0,00012моль/л, ОП-10 - 0,016% в загальному об'ємі 5мл Вміст пробірок струшують і через кілька хвилин вимірюють оптичну густину на фотоелектрокопириметрі з $\lambda_{\text{вф}} = 590\text{нм}$ чи спектрофотометрі при 620нм в кюветах з товщиною шару 0,3см відносно розчину порівняння (без Платини) Вміст Платини знаходять за калібрувальним графіком, побудованим аналогічно або методом добавок Відносне стандартне відхилення складає 0,013 - 0,053 (n = 5, P = 0,95)

Таким чином, використання запропонованого способу фотометричного визначення Платини забезпечує високу чутливість і селективність аналізу Спосіб є простим, не потребує використання токсичних екстрагентів Суттєвою перевагою способу є можливість проводити визначення в присутності інших металів платинової групи, а також практично повна відсутність сигналу фону

Спосіб може бути використаний у заводських, науково-дослідних лабораторіях при аналізі різних платиновмісних матеріалах

Література

1 Хольцбехер З, Дивини Л, Крал М, Шуха Л, Влчил Ф Органические реагенты в неорганическом анализе -М Мир, 1979 - С 598

2 Пилипенко А Т, Хваткова З М, Головина В В // Журн аналит химии -1986 -Т 41, №11 -С 2045 - 2049

3 Mudakavi JR, Ramakrishna T V //J Indian Inst Sci -1983 -V 64, N2 -P 57 - 62

4 Пилипенко А Д, Ольхович П Ф // Укр хим журн -1971 -Т 37, №22 -С 1146 - 1149

а