



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **56984** (13) **U**
(51) МПК (2011.01)
G01N 33/15

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ФОТОМЕТРИЧНОГО ВИЗНАЧЕННЯ ОСМІЮ (VI)

1

2

(21) u201005647

(22) 11.05.2010

(24) 10.02.2011

(46) 10.02.2011, Бюл. № 3, 2011 р.

(72) КОРМОШ ЖОЛТ ОЛЕКСАНДРОВИЧ, КОРОЛЬЧУК СВІТЛАНА ІВАНІВНА

(73) ВОЛИНСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ІМ. ЛЕСІ УКРАЇНКИ

(57) Спосіб фотометричного визначення осмію (VI), що полягає у застосуванні окисно-відновної реакції осмію (VI) з гідрозидом родаміну 6Ж при 0,1-0,2 моль/л сульфатної кислоти та $(7,5-17,3) \cdot 10^{-4}$ моль/л гідрозиду родаміну 6Ж.

Корисна модель належить до галузі аналітичної хімії і може бути використана для аналізу природних та промислових речовин та/або сполук з малим вмістом Осмію (VI). Корисна модель може бути використана для аналізу матеріалів з малим вмістом Осмію (VI) у заводських, випробувальних та науково-дослідних лабораторіях.

Фотометричні методи аналізу і надалі залишаються актуальними у вирішенні багатьох проблем аналітичної хімії, зокрема при визначенні Осмію в різних об'єктах.

Відомий спосіб сорбційного визначення Осмію (VI) кремнеземами, хімічно модифікованими похідними тіосечовини [Лосев В. Н., Бахтина М. П., Бахвалова І. П., Трофимчук А. К., Рунов В. К. Закономерности сорбционного выделения осмия в различных степенях окисления (VIII, VI, IV) кремнеземами, химически модифицированными, производными тиомочевин. Журнал аналитической химии. - 2001. Т. 56, № 4. - С. 386-393.[1]] базується на сорбції Осмію кремнеземами. Недоліком даного методу є по-перше, довготривалість визначення; по-друге, необхідність введення станум (II) хлориду, що призводить до зниження селективності визначення.

Найбільш близьким по суті до запропонованого способу є спосіб редокс екстракційно-фотометричного визначення Осмію (VI) [Кормош Ж. О., Корольчук С. І. Спосіб редокс екстракційно-

фотометричного визначення Осмію (VI) /Патент України на корисну модель. № 34778; МПК G01N33/15; опубл. 26.08.2008, [2]]. Екстракційно-фотометричне визначення Осмію (VI) базується на його окисно-відновній взаємодії з йодид іонами в кислому середовищі та наступним переходом виділеного вільного йоду в органічну фазу і утворенням іонного асоціату з катіоном стирилового барвника і йодид-іону. Недоліком даного визначення є багатостадійність послідовних операцій та використання органічних розчинників.

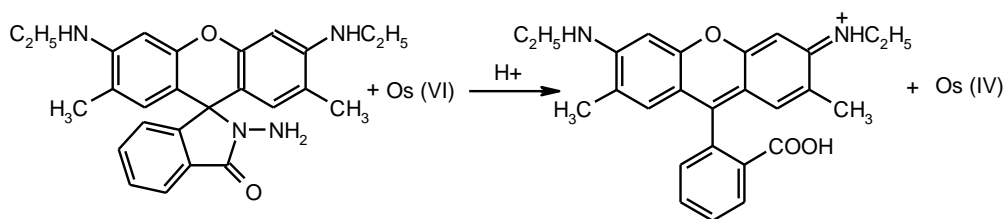
Для вирішення завдання - визначення Осмію (VI) на яке спрямована корисна модель, що заявляється є фотометричний метод визначення Осмію (VI) за допомогою органічного реагенту - гідрозиду родаміну 6Ж.

Поставлене завдання вирішується таким чином:

Спосіб фотометричного визначення Осмію (VI) полягає у застосуванні окисно-відновної реакції Осмію (VI) з гідрозидом родаміну 6Ж при 0,1-0,2 моль/л сульфатної кислоти та $(7,5-17,3) \cdot 10^{-4}$ моль/л гідрозиду родаміну 6Ж.

Окисно-відновне визначення Осмію (VI) за допомогою гідрозиду родаміну 6Ж проходить в сульфатнокислому середовищі згідно поданої схеми:

(13) **U**
(11) **56984**
(19) **UA**



Вихідна стабільна спіролактамна форма гідрозину родаміну 6Ж є безбарвною і стійкою в нейтральному та слабкокислому середовищі, а в процесі окиснення переходить в інтенсивно забарвлену форму.

Експеримент проводили наступним чином.

В пробірки вносили від 1,14-13,30 мкг осмію (VI) додавали 0,5 мл $1,0 \cdot 10^{-2}$ моль/л гідрозиду родаміну 6Ж, 0,75 мл 1 моль/л розчину сульфатної кислоти та бідистильованої води до загального об'єму 5 мл. Вимірювання оптичної густини проводили на спектрофотометрі СФ-2000 в кварцових кюветах товщиною шару 0,5 см при довжині хвилі 530,4 нм. Паралельно вимірювали оптичну густину нульового розчину без вмісту Осмію.

Дані, що наведені в таблицях 1-2 показують оптимальні умови фотометричного визначення Осмію (VI) з гідрозидом родаміну 6Ж. Згідно даного способу оптимальне значення концентрації гід-

разиду родаміну 6Ж $(7,5-17,3) \cdot 10^{-4}$ моль/л та кислотності середовища 0,1-0,2 моль/л H_2SO_4 .

Для порівняння наводимо дані інших способів визначення Осмію (VI), де наводяться їхні чутливості та лінійність калібрувального графіка в таблиці (див. табл. 3).

Із вище наведених даних слідує, що під час фотометричного визначення Осмію (VI) розроблена методика дає змогу проводити визначення при 5000-кратних кількостях Zn (II), Cr (III), бромід-, хлорид-, сульфат-, фторид-, фосфат іонів, 1000-кратних кількостях Mn (II), 200-кратних кількостях Co (II)*, Al (III) та нітрат-іонів, 100-кратних кількостях Cu (II), Pb (II), Cd (II), 20-кратних кількостях Ru (VI), Ru (VII), 5-кратних кількостях Fe (Ш)*, тартрат-, цитрат- іонів. Заважають визначенню Cr (VI), Hg (II), Sn (II), Ag (I), Ni (II), Bi (III), роданід-, йодад-, перрутенат-, ванадат-, хлорат-іони.

* - масковані ЕДТА.

Таблиця 1

Вплив концентрації гідрозиду родаміну 6Ж

Концентрація HR6G $\times 10^{-4}$ моль/л	1,0	0,4	0,6	10,0	14,0	16,0	20,0	25,0	30,0
Оптична густина (ΔA)	0,16	0,43	0,52	0,71	0,74	0,75	0,78	0,68	0,58

Таблиця 2

Вплив концентрації сульфатної кислоти

Концентрація H_2SO_4 , моль/л	0,01	0,02	0,04	0,10	0,13	0,15	0,18	0,20	0,25
Оптична густина (ΔA)	0,30	0,48	0,66	0,73	0,74	0,74	0,74	0,75	0,64

Таблиця 3

Порівняння характеристик методів визначення Осмію

Показник	Аналог [1]	Прототип [2]	Запропонований спосіб
Чутливість (ϵ)/ мкг	-/0,1	$5,1 \cdot 10^4$ /0,004	$7,4 \cdot 10^4$ /0,0025
λ_{\max} , нм	590,0	587,4	530,4
Лінійність калібрувального графіка, мкг	10-1500	0,95-14,25	0,64-13,30