



УКРАЇНА

(19) UA (11) 28528 (13) U

(51) МПК (2006)

C02F 1/62

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ
НА КОРИСНУ МОДЕЛЬвидається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ ЦИНКУ

1

2

(21) u200709423

(22) 20.08.2007

(24) 10.12.2007

(72) ЛАТАЄВА АННА ВОЛОДИМИРІВНА, UA,
ЧУЄНКО АПОЛІНАРІЯ ВАЛЕНТИНІВНА, UA,
НІКІПЕЛОВА ОЛЕНА МИХАЙЛІВНА, UA(73) УКРАЇНСЬКИЙ НАУКОВО-ДОСЛІДНИЙ
ІНСТИТУТ МЕДИЧНОЇ РЕАБІЛІТАЦІЇ ТА
КУРОРТОЛОГІЇ, UA

(56)

(57) Спосіб визначення цинку, що включає атомно-абсорбційну спекторметрію з електротермічною атомізацією, який відрізняється тим, що після висушування і озолення мінералізованої проби здійснюють атомізацію при швидкості потоку інертного газу від 5 до 15 л/годину.

Корисна модель відноситься до аналітичної хімії при визначенні важких металів в поверхневих і підземних водах, ґрунтах, харчових продуктах.

Відомий спосіб визначення цинку (1) шляхом полум'яної спекторметрії. Полум'яні системи дозволяють провести вимірювання різних зразків, використовуючи техніку ведення розчину в атомізатор. Визначення елемента засноване на вимірюванні атомної абсорбції шляхом розприскування проби (заздалегідь переведеною в аерозоль) безпосередньо в полум'я пальника. Проте чутливість цього методу обмежена наступними чинниками: низькою ефективністю розпилювання, коротким часом перебування атомів в реакційній зоні, побічними реакціями, що відбуваються в полум'ї.

Відомий спосіб визначення цинку (2) шляхом електротермічної атомізації з використанням у якості модифікатора суміші двічі заміщеною фосфату амонію з нітратами нікелю, міді і паладію. Визначення елемента засновано на вимірюванні атомної абсорбції в графітовій кюветі при випаровуванні, що нагрівається електрострумом, введеній спільно з модифікатором аналізованої проби з її внутрішньої поверхні. Проте недоліками такого способу є незадовільна відтворюваність результатів, значне скорочення часу роботи і графітової трубки.

За прототип прийнятий спосіб визначення важких металів (3) шляхом атомно-абсорбційної спекторметрії з електротермічною атомізацією при визначенні цинку в підземних і поверхневих водах, ґрунтах і харчових продуктах. Отримані розчини в об'ємі 20мкл за допомогою автоматичного

дозування вводять в графітову піч. Потім проводять термічну обробку за заданою програмою: висушування 30с при 90°C, озолення 10с при 500-700°C, атомізація 5с при 1400-1700°C зі швидкістю потоку газу 0л/годину для цинку. Атомне поглинання вимірюють по резонансній лінії для цинку -213,7нм. У основі методу лежить ефект резонансного поминання випромінювання певної довжини хвилі вільними атомами визначуваного елемента, при проходженні цього випромінювання через атомну пару досліджуваного зразка. Тобто, визначення засноване на вимірюванні атомної абсорбції на резонансній спектральній лінії визначуваного металу в графітовій трубці, що нагрівається електрострумом, при випаровуванні аналізованої проби з її внутрішньої поверхні. Атомізатор має вигляд графітової трубчастої печі, яка значно зменшує фізичні і хімічні обмеження, пов'язані з процесом полум'яної атомізації. Але ж цинк не визначається; тому використовують полум'яну абсорбцію. Спосіб має ряд істотних недоліків: трудомісткість, низька чутливість, недостатня точність і відтворюваність.

У основу корисної моделі поставлене завдання удосконалення способу визначення цинку шляхом збільшення швидкості потоку інертного газу на стадії атомізації, що призводить до спрощення способу, зростання точності, відтворюваності і сходимості результатів при визначенні цинку.

Поставлене завдання вирішується тим, що у способі визначення цинку шляхом атомно-абсорбційної спекторметрії з електротермічною атомізацією, згідно корисної моделі, після

(13) U

(11) 28528

(19) UA

висушування і озолення мінералізованої проби здійснюють атомізацію при швидкості потоку інертного газу від 5 до 15л/годину.

Сутність способу заключається у тому, що отримані розчини в об'ємі 20мл за допомогою автоматичного дозування вводять в графітову піч і проводять термічну обробку за заданою програмою. висушування 30с при 90°C, озолення 10с при 500-700°C, атомізація 5с при 1400-1700°C зі швидкістю потоку інертного газу (наприклад, аргон) 5-15л/години для цинку. Вимірювання виконують на епскіромстрі атомної абсорбції С-115 М1 з дейтерієвим коректором фону і електротермічним атомізатором Графить-5.

Джерелом світла служить цинкова лампа з порожнистим катодом Люмис поглинання вимірюють по резонансній лінії для цинку - 213,7нм. Для визначення цинку в мінеральних водах за способом атомної абсорбції з прямою електротермічною атомізацією проб пропонується модернізований режим роботи графітового атомізатора. Так, для зниження рівня сигналу нульовою розчину змінюють швидкість подачі інертного газу. При варіюванні швидкості надходження аргону при температурі атомізації, можливо знизити сигнал нульового розчину, отримати лінійний градуировочний графік, а потім виконати вимірювання концентрації цинку в мінеральних водах. Необхідно підібрати таке співвідношення температури атомізації і швидкості надходження газу, при якому сигнал нульового розчину буде не вищий за оптичну щільність 0,020. Необхідна швидкість потоку аргону залежить від чутливості використовуваної графітової кювети і складає зазвичай 5-15л/годину. Потім розраховують масову концентрацію визначуваного металу в пробах води C_x , мкг/дм³ по формулі:

$$C_x = C_{\text{вим}} : F$$

де: $C_{\text{вим}}$ - концентрація металу, знайдена по градуировальній залежності. F - кратність розбавлення проби.

Приклад 1: мінеральна хлоридна натрієва вода, свердловина №10, Одеська обл., ДП «Клінічний санаторій ім. Пирогова».

Мінеральну воду в об'ємі 20мл за допомогою автоматичного дозування вводять в графітову піч і проводять термічну обробку за приведеною вище програмою. Швидкість потоку інертного газу (аргон) на стадії атомізації склала 15л/годину. В даному випадку кратність паралельних вимірювань склада 10 разів.

Потім розраховують масову концентрацію цинку в мінеральній воді з свердловини №10; яка складає 4,11мкг/дм³.

Результати 10 вимірювань представлено в таблиці 1 "Результати визначення цинку у мінеральній хлоридній натрієвій воді, свердловина №10".

Розраховано: середнє значення, середньоквадратичне відхилення S і довірчий інтервал S_x . Відносне стандартне відхилення складає 10%, що істотно нижче за норми погрешностей, які регламентуються [Руководящий документ (РД) 52.24.377-95. Методические

указания. Атомно-абсорбционное определение металлов (Al, Ag, Be, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Mo, Ni, Pb, V, Zn) в поверхностных водах суши с прямой электротермической атомизацией проб. Ростов-на-Дону. - 1995. - 138с.]. Для цинку, при його концентрації 4,11мкг/дм³ нормована погрешність складає $0,8+0,14 \cdot 4,11 \text{ мкг/дм}^3 = 1,38 \text{ мкг/дм}^3$, що відповідає відносному стандартному відхиленню 30%. Для діапазону концентрацій цинку від 1 до 5мкг/дм РД дає норми погрешності $\pm 50\%$. Таким чином, з таблиці 1 витікає, що запропонований спосіб у порівнянні з відомими способами визначення цинку характеризується істотно меншим розкидом результату, а, отже, більшою точністю і відтворюваністю.

Приклад 2: мулові сульфідні лікувальні грязі (пелоїди) Кляльницького лиману, м. Одеса, сан. «Куяльник».

Заздалегідь проводять мінералізацію висушеної грязі. Відважують 0,2г досліджуваної грязі і переносять до фарфорової чашки. Потім додають 50мл азотної кислоти (1:1) і кип'ятять отриманий розчин протягом 10хв. Додають 10мл перекису водню, продовжують кип'ятити розчин ще 10хв. Далі прокип'ячений розчин фільтрують в мірну колбу об'ємом 100мл, залишок перевіряють синьою стрічкою. Додають 40мл 1М азотної кислоти до фільтру і кип'ятять протягом 30хв. Потім проводять фільтрування розчину в ту ж мірну колбу і доводять до мітки (100мл) дистильованою водою. Далі отриманий мінералізація в об'ємі 20мл за допомогою автоматичного дозування вводять у графітову піч і проводять термічну обробку за приведеною вище програмою.

Швидкість потоку інертного газу на стадії атомізації складає 15л/годину В даному випадку кратність паралельних вимірювань - 3 рази.

Потім розраховують масову концентрацію цинку в мулових сульфідних грязях (пелоїдах) Куяльницького лиману по формулі:

$$X = \frac{a \cdot V_{\text{колб}} \cdot (100 - W) \cdot P}{m \cdot 10 - 9}$$

де: a - концентрація металу, мкг/дм³ (різниця з холостою пробую)

V колби - об'єм мірної колби; P - розбавлення проби:

V - об'єм 1л (1000мл); W - масова частка вологи %

m - наважка грязі, г;

Отримані і розраховані результати представлено в таблиці 2 "Результати визначення цинку у мулових сульфідних лікувальних грязях Куяльницького лиману".

Приклад 3: вишня (густа і рідка фракція)

Заздалегідь проводять і мінералізацію висушеної вишні. Відважують 0,5г досліджуваної речовини і переносять у фарфорову чашку. Потім додають 50мл азотної кислоти (1:1) і кип'ятять отриманий розчин протягом 10хв. Додають 10мл H₂O₂, продовжують кип'ятити розчин ще 10хв. Далі прокип'ячений розчин фільтрують в мірну колбу об'ємом 100мл, залишок перевіряють синьою стрічкою. Додають 40мл 1М азотної кислоти до

фільтру і кип'ятять протягом 30хв. Потім проводять фільтрування розчину в ту ж мірну колбу і доводять до мітки дистильованою водою. Проби розбавляють у 200 разів.

Далі отриманий мінераліза́т в об'ємі 20мл за допомогою автоматичного дозування вводять у графітову піч і проводять термічну обробку за приведеною вище програмою. Швидкість потоку інертного газу на стадії атомізації складає 15л/годину. В даному випадку кратність паралельних вимірювань - 3 рази.

Потім розраховують масову концентрацію цинку в густій і рідкій фракції вишні аналогічно прикладу 2.

Отримані і розраховані результати представлено в таблиці 3 "Результати визначення цинку у густій та рідкій фракції вишні".

У порівнянні з прототипом і іншими відомими способами корисна модель, що заявляється, дозволить значно спростити спосіб, призвести до зростання точності, відтворюваності і сходимості результатів при визначенні цинку.

2	0,69	
3	0,77	
\bar{x}	0,73	
$S_{\bar{x}}$	0,032	
Sr	0,04	

Література

1 Ермаченко Л.А. Атомно-абсорбционный анализ в санитарно-гигиенических исследованиях. Под ред. к. мед. н. Подуновой Л.Г., М. - 1997 - 207с.

2. Демченко В.Я. //Химия и технология воды. 2000. - 22, №1. - С. 25-29)

3. Ермаченко Л.Л., Ермаченко В.М. Атомно-абсорбционный анализ с графитовой печью. Под ред. Л.Г. Подуновой М: ПАИМС 1999 - "220с. - прототип.

Таблиця 1

№	Оптична густина, А	Концентрація мкг/дм ³
1	0,043	3,4062
2	0,048	3,8819
3	0,058	4,6043
4	0,049	3,9277
5	0,055	4,3932
6	0,055	4,4313
7	0,039	4,7187
8	0,036	4,3364
9	0,032	3,7997
10	0,030	3,6368
\bar{x}	4,1136	
Середньоквадратичне відхилення, S	0,4410	
Довірчий інтервал, $S_{\bar{x}}$	0,1395	
Відносна погрішність, Sr	0,03	
% повернення	107,0%	

Таблиця 2

№	Оптична густина, А	Концентрація мкг/дм ³
1	0,034	14,870
2	0,037	16,391
3	0,031	13,361
\bar{x}	14,87	
$S_{\bar{x}}$	1,237	
Sr	0,08	

Таблиця 3

№	Вишня	
	Рідка фракція	Густа фракція
	Концентрація, мкг/100г	Концентрація мкг/100г
1	0,73	1,14