



УКРАЇНА

(19) UA (11) 37019 (13) A

(51) 7 G01N30/48

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС

ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ
НА ВИНАХІДвидається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ (I) СРІБЛА

(21) 2000031367

(22) 09.03.2000

(24) 16.04.2001

(33) UA

(46) 16.04.2001, Бюл. № 3, 2001 р.

(72) Сухан Василь Васильович, Трохименко Ольга
Митрофанівна, Набиванець Богдан Йосипович(73) Київський національний університет імені Та-
раса Шевченка

(57) Спосіб визначення срібла (I) у воді, шляхом концентрування, розчинення концентрату та наступного атомно-абсорбційного фотометрування розчину концентрату, що **відрізняється** тим, що концентрування срібла (I) здійснюють сорбцією при рН 4,5-10,0 на молібдофосфаті, іммобілізованому на 0,05-0,2 г пінополіуретану, десорбцію срібла (I) здійснюють водним розчином HNO_3 з рН 0,4-0,7.

Винахід належить до аналітичної хімії, зокрема - до способів визначення срібла, і може бути використаний заводськими та науково-дослідними лабораторіями для контролю вмісту срібла в техногенних розчинах та в об'єктах довкілля.

Широке застосування срібла в різноманітних галузях народного господарства і науки, токсичність та кумулятивність його сполук потребують високочутливих і надійних способів його визначення в складних об'єктах.

При низькому вмісті срібла в об'єктах, що аналізуються, у відомих способах використовують його попереднє концентрування осадженням або співосадженням [1], екстракцією [2] іонним обміном [3]. Недоліком осадження є низька чутливість; співосадження - високий сольовий фон у розчинах концентратів, який може негативно впливати на наступне визначення срібла; екстракції - застосування токсичних органічних розчинників; іонного обміну - утрудненість десорбції іонів срібла (I) з колонок.

Найбільш близьким до пропонованого за технічною суттю та результатами, що досягаються, є атомно-абсорбційний спосіб [4]. Цей спосіб ґрунтується на концентруванні срібла (I) упарюванням проби води досуха на водяній бані, розчиненні залишку в амоніаку та наступному атомно-абсорбційному визначенні срібла у розчині концентрату. До недоліків відомого способу можна віднести: недостатню чутливість, обумовлену низьким ступенем концентрування; малу точність, що обумовлена втратами при упарюванні проби та розчиненні сухого залишку.

В основу винаходу поставлено задачу підвищення чутливості та точності в способі визначення срібла (I) у воді. Це досягається за рахунок сорбції срібла (I) молібдофосфатом, іммобілізованим на

поверхні пінополіуретану (МФ-ППУ) [5, 6] та його десорбції розчином нітратної кислоти, що забезпечує чутливість визначення 0,5 мкг срібла в пробі (1000 см^3) з точністю 8%. Поставлена задача вирішується тим, що в способі визначення срібла (I) у воді його сорбують на МФ-ППУ, десорбують та визначають атомно-абсорбційним фотометруванням десорбату. Сорбцію срібла (I) здійснюють на 0,2-0,05 г сорбенту при рН 4,5-10,5, десорбцію - розчином нітратної кислоти з рН 0,4-0,7.

Відмінними ознаками даного способу є: сорбція срібла (I) на сорбенті МФ-ППУ з водних розчинів при рН 4,5-10,5 та його десорбція розчином нітратної кислоти з рН 0,4-0,7.

В основу пропонованого способу визначення срібла (I) у воді покладено виявлений ефект практично повної сорбції на МФ-ППУ слідових кількостей срібла (I) з слабкокислого, нейтрального і лужного середовища та його десорбції розчином нітратної кислоти.

Інтервал кислотності, згідно з даним патентом, забезпечує кількісну сорбцію срібла (I) на МФ-ППУ з водних розчинів у вигляді малорозчинного молібдофосфату срібла (I), закріпленого на поверхні пінополіуретанового сорбенту, що дозволяє за рахунок концентрування досягти вищої чутливості і точності визначення порівняно з прототипом.

Слід відзначити, що тільки у випадку використання як сорбента молібдофосфату, іммобілізованого на пінополіуретані, досягається висока чутливість визначення, оскільки молібдофосфатна кислота розчинна у воді і без іммобілізації на пінополіуретані не утворює твердої фази. Окрім того, пінополіуретан без іммобілізації на його поверхні молібдофосфату кількісно не вилучає срібло (I) з водних розчинів.

Таким чином, сукупність суттєвих ознак пропонованого способу є достатньою для забезпечуваного винаходом технічного результату: нижня межа визначуваного вмісту – 0,5 мкг срібла (I) в пробі, що аналізується, точність – 8%.

Спосіб реалізується наступним чином. Наважку 0,05-0,2 г сорбенту МФ-ППУ, нарізаного у вигляді кубиків розміром – 5х5х5 мм, поміщають у 1000 см³ води з рН – 4,5-10,0, що містить 0,5-20 мкг срібла (I). Натискають на кубики сорбенту скляною паличкою до видалення з них бульбашок повітря і суміш перемішують 20 хв. Сорбент виймають з розчину, промивають дистильованою водою, віджимають між аркушами фільтрувального паперу і вносять у 10 см³ розчину HNO₃ з рН 0,4-0,7. Після перемішування протягом 5 хв десорбат фотометрують атомно-абсорбційним методом за аналітичною лінією срібла 328,1 нм. Вміст срібла (I) розраховують за градувальним графіком.

Приклад конкретного виконання. 0,1 г сорбенту МФ-ППУ, нарізаного у вигляді кубиків розміром 5х5х5 мм, поміщають у 1000 см³ води з рН 7,0, що містить 2 мкг срібла (I). Натискають на кубики скляною паличкою для видалення з них бульбашок повітря і суміш перемішують 20 хв магнітною мішалкою. Сорбент виймають з розчину, промивають 20 см³ дистильованої води, віджимають між аркушами фільтрувального паперу і вносять у 10 см³ розчину HNO₃ з рН 0,5. Після перемішування протягом 5 хв десорбат фотометрують атомно-абсорбційним методом у повітряно-пропанобутановому полум'ї за аналітичною лінією срібла 328,1 нм. Вміст срібла розраховують за градувальним графіком. Знайдено 2,04±0,40 мкг срібла. Відносна помилка визначення срібла становила 8% (табл. 2, приклад 3).

Параметри способу для визначення срібла (I) (маса сорбенту 0,05-0,2 г, рН сорбції 4,5-10,0, рН десорбції 0,4-0,7) вибрані з умов, що забезпечують кількісну сорбцію слідових кількостей срібла (I) з води і кількісну його десорбцію, що дозволяє досягти чутливості і точності визначення (табл. 1, приклади 1-13).

Замежове зниження рН сорбції срібла (I) до 2,0 призводить до підвищення нижньої межі визначуваного вмісту срібла до 2 мкг (табл. 1, приклад 14). Замежове збільшення рН сорбції срібла (I) до 11,0 призводить до підвищення нижньої межі визначуваного вмісту до 3 мкг срібла (I) (табл. 1 приклад 15) внаслідок лужного гідролізу сполуки срібла (I) з молибдофосфатом, іммобілізованим на поверхні сорбенту.

Замежове зменшення маси сорбенту МФ-ППУ при збереженні всіх інших параметрів способу в заявлених інтервалах супроводжується підви-

щенням нижньої межі визначуваного вмісту срібла (I) до 5 мкг при масі МФ-ППУ 0,03 г (табл. 1 приклад 16) за рахунок неповної сорбції. Замежове збільшення маси МФ-ППУ призводить до підвищення нижньої межі визначуваного вмісту срібла (I) внаслідок незручності проведення процесу десорбції, оскільки об'єм десорбуючого розчину 10 см³. Це призводить до підвищення нижньої межі визначуваного вмісту срібла (I) до 2 мкг при масі МФ-ППУ 0,3 г (табл. 1, приклад 17).

На чутливість способу важливий вплив виявляє рН десорбції срібла (I). Збільшення рН десорбції до 2,0 призводить до різкого підвищення нижньої межі визначуваного вмісту срібла (I) до 30 мкг (табл.1, приклад 18) за рахунок неповного руйнування сполуки срібла (I) з молибдофосфатом на поверхні сорбенту. Замежове зниження кислотності десорбції до 1 моль/дм³ HNO₃ (табл. 1, приклад 19) призводить до незначного підвищення нижньої межі визначуваного вмісту срібла до 1 мкг, ймовірно, за рахунок часткового руйнування іммобілізованого молибдофосфату та частково самого сорбенту.

Переваги даного способу визначення срібла (I) порівняно з прототипом [4] відображені в табл. 2, де представлені результати визначення срібла (I) при числі паралельних дослідів, що дорівнює 3, та довірчій імовірності 0,95. Визначення проводили за методикою, описуваною у прикладі конкретного визначення.

Порівняно з прототипом [4], даний спосіб дозволяє знизити нижню межу визначуваного вмісту срібла (I) з 20 мкг в пробі до 0,5 мкг в пробі.

Джерела інформації

1. Пятницкий И.В., Сухан В.В. Аналитическая химия серебра. - М.: Наука, 1975. - 260с.
2. Пилипенко А.Т. Каретникова Е.А. Экстракционно-фотометрическое определение серебра в сточных водах // Химия и технология воды. - 1987. - Т. 9. - № 6. - С. 6529-530.
3. Амфлет Ч. Неорганические нониты. - 1966. - М.: Мир, 1966. - С. 94-112.
4. Талалаев Б.М., Миронова О.Н. Атомно-абсорбционное определение серебра в сточных водах // Журнал аналит. химии. - 1970. - Т. 25. - № 7. - С. 1317-1320.
5. Khaa A.S., Chow A. Studies on the extraction of phosphomolybdate by polyether foam // Talanta, 1983, v. 30, № 3, p. 173-176.
6. Трохименко О.М., Сухан В.В., Набиванец Б.И. Сорбция желтых молибдофосфатных гетерополикомплексов на пенополиуретане // Журнал общей химии. - 1999. - Т. 69. - № 2. - С. 217-218.

Таблиця 1*

| Приклад | РН сорбції Ag(I) на МФ-ППУ | Маса МФ-ППУ | РН десорбції Ag(I) | Нижня межа визначуваного вмісту Ag, мкг |
|---------|----------------------------|-------------|---|---|
| 1 | 4,5 | 0,1 | 0,5 | 0,5 |
| 2 | 7,0 | 0,1 | 0,5 | 0,5 |
| 3 | 9,0 | 0,1 | 0,5 | 0,5 |
| 4 | 10,0 | 0,1 | 0,5 | 0,5 |
| 5 | 5,0 | 0,05 | 0,5 | 0,5 |
| 6 | 5,0 | 0,2 | 0,5 | 0,5 |
| 7 | 5,0 | 0,1 | 0,8 | 0,5 |
| 8 | 5,0 | 0,1 | 0,6 | 0,5 |
| 9 | 5,0 | 0,1 | 0,4 | 0,5 |
| 10 | 4,5 | 0,05 | 0,4 | 0,5 |
| 11 | 10,0 | 0,2 | 0,8 | 0,5 |
| 12 | 10,0 | 0,05 | 0,8 | 0,5 |
| 13 | 4,5 | 0,2 | 0,4 | 0,5 |
| 14 | 2,0 | 0,1 | 0,5 | 2 |
| 15 | 11,0 | 0,1 | 0,5 | 3 |
| 16 | 5,0 | 0,03 | 0,5 | 5 |
| 17 | 5,0 | 0,3 | 0,5 | 2 |
| 18 | 5,0 | 0,1 | 2,0 | 30 |
| 19 | 5,0 | 0,1 | 1 моль/дм ³ HNO ₃ | 1 |

* Відносна похибка визначення нижньої межі визначуваного вмісту срібла (I) не перевищує 8%.

Таблиця 2*

| Приклад | Введено Ag, мкг | Пропонований спосіб | | Відомий спосіб | |
|---------|-----------------|---------------------|---------------------|------------------|---------------------|
| | | Знайдено Ag, мкг | Відносна похибка, % | Знайдено Ag, мкг | Відносна похибка, % |
| 1 | 0,5 | 0,51±0,10 | 8 | Не визначено | - |
| 2 | 1,0 | 0,98±0,20 | 8 | Те саме | - |
| 3 | 2,0 | 2,04±0,40 | 8 | "- | - |
| 4 | 4,0 | 4,03±0,72 | 7 | "- | - |
| 5 | 8,0 | 7,83±1,22 | 6 | "- | - |
| 6 | 10,0 | 9,87±1,59 | 6 | "- | - |
| 7 | 20,0 | 20,30±3,26 | 6 | "- | 10 |

* Умови: об'єм водної фази 1000 см³, рН 5,0-0,1 г МФ-ППУ. Десорбція 10 см³ водного розчину HNO₃ з рН 0,5 при числі паралельних дослідів, що дорівнює 3, та довірчій імовірності 0,95.

ДП "Український інститут промислової власності" (Укрпатент)
Україна, 01133, Київ-133, бульв. Лесі Українки, 26
(044) 295-81-42, 295-61-97

Підписано до друку _____ 2001 р. Формат 60х84 1/8.
Обсяг _____ обл.-вид. арк. Тираж 50 прим. Зам. _____

УкрІНТЕІ, 03680, Київ-39 МСП, вул. Горького, 180.
(044) 268-25-22