



УКРАЇНА

(19) UA (11) 37944 (13) A

(51) 7 G01N21/74

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС

ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ
НА ВИНАХІДвидається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ПРОБОПІДГОТОВКИ ДЛЯ ЕЛЕКТРОТЕРМІЧНОГО АТОМНО-АБСОРБЦІЙНОГО ВИЗНАЧЕННЯ СТИБІУ В МІДІ ТА СРІБНИХ ПРИПОЯХ

(21) 2000052601

(22) 05.05.2000

(24) 15.05.2001

(33) UA

(46) 15.05.2001, Бюл. № 4, 2001 р.

(72) Алемасова Антоніна Сергіївна, Рафалюк
Вячеслав Володимирович(73) Алемасова Антоніна Сергіївна, Рафалюк
Вячеслав Володимирович

(57) Спосіб пробопідготовки для електротермічного атомно-абсорбційного визначення стибію в міді та срібних припоях, який полягає в розчиненні проби при нагріванні в присутності азотної кислоти, охолодженні отриманого розчину, який **відрізняється** тим, що після охолодження в розчин додатково вводять оксихінолінат магнію в кількості 0,001-0,01 моль/л.

Винахід відноситься до аналітичної хімії, а саме, до способу підготовки проби при визначенні стибію в міді та срібних припоях.

Відомий спосіб пробопідготовки для полуменевого атомно-абсорбційного (АА) визначення стибію в сріблі та його сплавах з попереднім концентруванням стибію співосадженням на MnO_2 або гідроксидах цирконію, заліза, лантану, або з відділенням основи у вигляді хлориду срібла. Межа визначення стибію $3 \cdot 10^{-4}\%$, точність 10-15% (1). Недоліком цього способу пробопідготовки є необхідність відокремлення стибію, що приводить до зниження точності визначення та збільшення часу аналізу.

Відомий спосіб пробопідготовки для фотометричного визначення стибію в міді та мідних сплавах у вигляді комплексу з родаміном В полягає в розчиненні проби в соляній кислоті з додаванням пероксиду водню та екстракції хлориду стибію (V) ізопропиловим ефіром. Межа визначення стибію $5 \cdot 10^{-4}\%$, точність визначення 15% (2). Недоліком способу є необхідність відокремлення стибію, а також використання органічних розчинників.

Найбільш близьким за технічною сутністю та досягаємим результатом є спосіб пробопідготовки при електротермічному атомно-абсорбційному визначенні слідів стибію в міді високої чистоти, що ґрунтується на розчиненні зразків в присутності азотної кислоти. Межа визначення стибію $1,6 \cdot 10^{-5}\%$, похибка 8-10% (3). Недоліком способу є вплив основи (сполук міді) на величину межі визначення стибію та відтворюваність результатів.

В основу винаходу було поставлене завдання створення способу пробопідготовки при електротермічному АА визначенні стибію в міді та срібних припоях, в якому додаткове введення металоком-

плексної сполуки - оксихіноліната магнію дозволить забезпечити зниження межі визначення і збільшення точності аналізу без відокремлення стибію від основи.

Поставлене завдання вирішується тим, що у способі пробопідготовки при електротермічному АА визначенні стибію в міді та срібних припоях, що містить у собі розчинення проби при нагріванні в розчині азотної кислоти (1:1), охолодженні отриманого розчину, згідно з винаходом у розчин додатково вводять металокомплексний реагент - оксихінолінат магнію у кількості 0,001-0,01 моль/л. При меншій концентрації оксихіноліната магнію домішка менш ефективна. Збільшення концентрації домішки приводить до збільшення неселективного поглинання реагенту та до підвищення межі визначення.

Введення у розчин оксихіноліната магнію дозволяє знизити межу визначення стибію в присутності солей міді та срібла в 8 разів.

Оксихінолінат магнію синтезують за відомою методикою (4).

Приклад. Наважку сплава масою 0,2 г, яка береться з точністю до четвертого знаку, розчиняють в 15 мл азотної кислоти (1:1) та нагрівають до усунення оксидів азоту. Охолоджені до кімнатної температури розчини переносять до мірних колб об'ємом 25 мл, розбавляють дистильованою водою до позначки та перемішують.

Аліквоту азотнокислого розчину об'ємом 5 мл переносять в мірну пробірку об'ємом 10 мл, додають 1 мл 0,05 моль/л водного розчину оксихіноліната магнію, який отримують розчиненням 0,1561 г хелата в 10 мл дистильованої води з додаванням 5 крапель концентрованої азотної кислоти, розбавляють дистильованою водою до 10 мл та пере-

(19) UA (11) 37944 (13) A

мішують. 20 мкл отриманого розчину вміщують дозатором в електротермічний атомізатор - графітову піч на графітову платформу з піролітичним покриттям АА спектрометра Сатурн-3. Нагрівання печі в електротермічному атомізаторі відбувається таким чином: сушіння - 15 с при 100°C, попередня обробка - 15 с до температури 1200°C зі швидкістю підйому температури 80°C за секунду, прискорений розігрів печі до температури 3000°C за 0,40 с, атомізація - 5 с при температурі 2400°C. На стадії атомізації зупиняють подавання аргону у внутрішню порожнину печі. Роботу проводять за однопровменевою схемою з дейтерієвим коректором фону для усунення неселективного поглинання. Враховують величину холостого дослідів - власне поглинання реактиву та розчинників, що вводять. Аналітичний сигнал реєструється в одиницях інтегрального поглинання. Вміст стибію встановлюють за градуированою залежністю. Для приготування градуированих розчинів використовують 4 М розчин HNO₃.

В табл.1 наведені експериментальні дані з перевірки правильності запропонованого методу на прикладі аналізу стандартного зразка латуні та припою типу СрМ (довірна ймовірність - 95%).

В табл.2 наведені порівняльні експериментальні дані величини межі визначення стибію в залежності від домішки, що вводять.

Наведені експериментальні результати свідчать, що введення в розчин оксихіноліната магнію більш ефективно, так як дозволяє знизити межу визначення стибію порівняно з розчином без до-

мішки в більшому ступені, ніж хлорид паладію та оксихінолінат міді.

Для зниження межі електротермічного атомно-абсорбційного визначення стибію вперше використовується металокомплексний реагент - оксихінолінат магнію. Передбачити його ефективність заздалегідь було неможливо.

Досліджена оптимальна концентрація домішки оксихінолінату магнію. Дані табл. 3 свідчать, що максимальна ефективність домішки досягається при її концентрації 0,001-0,01 моль/л. При меншій концентрації оксихіноліната магнію домішка менш ефективна. Збільшення концентрації домішки приводить до збільшення неселективного поглинання реагенту та до підвищення межі визначення

Технічним результатом запропонованого способу є зниження межі визначення стибію в сплавах на основі міді та срібла в 8 разів.

Джерела інформації:

1. Malusecka M., Jedrzejewska H. Preconcentration and atomic absorption determination of impurities in pure silver// Chem. Anal. - 1976. - Т. 21, № 3. - с. 575-584.

2. Анализ металлов //Под ред. К. Вандельбурга. М.: Металлургия, 1984. - с. 74-77.

3. Millena E., Sentimenti E., Mazzeto G. Analysis of impurities in high-purity copper by Zeeman graphite-furnace AAS// At. Spectrosc. -1993. - Т. 14, №1. - . 1-3 (прототип).

4. Виноградов А.В., Елинсон С.В. 8-Оксихинолин. - М.: Наука, 1979. - 328с.

Таблица1

Зразок	Введено, %	Знайдено, %		
		n	c±δ, %	S _r
Латунь М80 (М377х) Cu-80,1% Zn-19,8% атестований вміст стибію (0,0053±0,0004)%	-	6	0,0050±0,0002	0,067
Припой типу СрМ Ag-92% Cu-7%	-	9	0,0037±0,0001	0,041
	0,0015	9	0,0051±0,0001	0,037

Таблица2

Домішка	Концентрація домішки, моль/л	Межа визначення стибію в розчині з концентрацією 20г/л міді(II) та 20г/л срібла (I), %
Без домішки (прототип)	-	1,6·10 ⁻⁵
Хлорид паладію(II)	0,005	1,0·10 ⁻⁵
Оксихінолінат міді	0,005	5,0·10 ⁻⁶
Оксихінолінат магнію	0,005	2,0·10 ⁻⁶

Таблиця 3

Концентрація оксихіноліната магнію, моль/л	Границя виявлення стибію в розчині з концентрацією 20г/л міді (II) та 20г/л срібла (I), $C_{\min} \cdot 10^6, \%$
0,0005	1,0
0,001	2,0
0,005	2,0
0,01	2,0
0,03	3,0
0,05	3,6

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 60x84 1/8.
Обсяг _____ обл.-вид. арк. Тираж 50 прим. Зам. _____

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