



УКРАЇНА

(19) UA (11) 42282 (13) A

(51) 7 G01N33/52, 7/04

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІОПИС  
ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ  
НА ВИНАХІДвидається під  
відповідальність  
власника  
патенту**(54) СПОСІБ СОРБЦІЙНО-ДЕСОРБЦІЙНО-ФОТОМЕТРИЧНОГО ВИЗНАЧЕННЯ ЗАЛІЗА (III) У ВИГЛЯДІ ТІОЦІАНАТУ В ТІОЦІАНАТАХ НАТРІЮ, КАЛІЮ І АМОНІЮ**

(21) 2000127441

(22) 22 12 2000

(24) 15 10 2001

(33) UA

(46) 15 10 2001, Бюл. № 9, 2001 р

(72) Сухан Василь Васильович, Набиванець Богдан Йосипович, Трохименко Ольга Митрофанівна, Лисенко Олена Миколаївна

(73) КИЇВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ІМЕНІ ТАРАСА ШЕВЧЕНКА, UA

(57) Спосіб сорбційно-десорбційно-фотометричного визначення заліза(III) у вигляді тіоціанату в

тіоціанатах натрію, калію і амонію шляхом розчинення наважки препарату у воді, підкислення водного розчину проби сірчаною кислотою, сорбції пінополіуретаном утвореного забарвленого тіоціанатного комплексу заліза(III) та наступного фотометрування концентрату, який відрізняється тим, що для аналізу беруть наважку препарату масою 2-2,5 г, забарвлений комплекс з поверхні пінополіуретану десорбують 5-10 мл ацетону протягом 5-10 хв та здійснюють фотометрування ацетонових розчинів концентратів

Винахід належить до аналітичної хімії, зокрема, до способів визначення заліза, і може бути використаний заводськими та науково-дослідними лабораторіями для контролю вмісту заліза(III) у тіоціанатах лужних металів і амонію

За фізико-хімічними показниками хімічні реактиви кваліфікують так  $ос\ ч$ ,  $х\ ч$ ,  $ч\ д\ а$ ,  $ч$ , техн тощо. Зокрема, у тіоціанатах лужних металів і амонію, поряд з іншими домішками, лімтується вміст заліза, який повинен відповідати нормам, наведеним на фігурі [1-3]

Для визначення таких малих кількостей заліза у тіоціанатах лужних металів і амонію застосовуються спектрофотометричні способи, що ґрунтуються на утворенні сульфосаліцилатного комплексу заліза(III) [1-4], а також 2-2'-дипіридилового комплексу заліза(II) для визначення заліза у тіоціанаті амонію [3, 4]

До недоліків відомих способів можна віднести - недостатню чутливість, що обумовлена малим коефіцієнтом світлопоглинання сульфосаліцилату заліза(III) та 2-2'-дипіридилового комплексу заліза(II), внаслідок чого способи потребують відбору наважок препаратів великої маси (до 10 г),

- необхідність відновлення заліза(III) до заліза(II) нестійким розчином аскорбінової кислоти у випадку способу з використанням 2-2'-дипіридилового комплексу,

- необхідність додаткового введення фотометричних реагентів (сульфосаліцилату, 2-2'-дипіридилу), хоч матриця препаратів, тобто їх основний компонент - тіоціанат-іони - утворює комплекс

си червоного кольору з визначуваною домішкою (залізом(III))

Найбільш близьким до пропонованого за технічною суттю та результатами, що досягаються, є сорбційно-фотометричний спосіб визначення заліза(III) у тіоціанаті калію у вигляді тіоціанатного комплексу [5]. Цей спосіб ґрунтується на розчиненні у воді наважки препарату, що аналізується, утворенні в сірчаноокислому середовищі тіоціанату заліза(III) червоного кольору, сорбції його на таблетці пінополіуретану з пластифікованою поверхнею, висушуванні сорбенту з концентратом на повітрі, вимірюванні величини дифузного відбиття, розрахунку функції Гуревича-Кубелки-Мунка. Визначення здійснюють методом добавок

До недоліків відомого способу можна віднести

- неекономічність внаслідок використання наважок препаратів великої маси,

- малодоступність, що обумовлена складністю апаратурного оформлення, тобто використанням малорозповсюдженого і дорогого обладнання для вимірювання величини дифузного відбиття сорбату на поверхні сорбенту,

- незручність внаслідок необхідності а) нарізання пінополіуретанового сорбенту у вигляді таблеток сталої товщини з рівною поверхнею, що можливе лише на обладнанні промислового виготовлення, б) пластифікації поверхні таблеток сорбенту

В основу винаходу поставлено задачу підвищення економічності, доступності та зручності в способі визначення заліза в тіоціанатах лужних металів і амонію при збереженні чутливості визначення. Це досягається за рахунок зменшення на-

(19) UA (11) 42282 (13) A

важок препаратів для аналізу, десорбції забарвленого комплексу тіоціанату заліза(III) з поверхні сорбенту органічним розчинником та фотометрування розчину концентрату

Відмінними ознаками способу, що пропонується, є використання наважок препаратів для аналізу масою 2,0-2,5 г, десорбція тіоціанату заліза(III) з поверхні пінополіуретану 5-10 мл ацетону протягом 5-10 хвилин, фотометрування ацетонового розчину концентрату

В основу пропонованого способу визначення заліза(III) у тіоціанаті натрію, калію і амонію покладено виявлений ефект практично повної десорбції ацетоном з поверхні пінополіуретану слідових кількостей тіоціанатного комплексу заліза(III) та пропорційності між вмістом заліза(III) в препараті та оптичною густиною десорбатів

Маса наважок препаратів, що пропонується, забезпечує чутливість визначення, необхідну для аналізу препаратів найвищої кваліфікації, що дозволяє досягти економічності порівняно з прототипом

Десорбція тіоціанату заліза(III) з поверхні сорбенту об'ємом ацетону, що заявляється, протягом часу, що заявляється, забезпечує практично повне вилучення забарвленого комплексу, що забезпечує доступність способу визначення порівняно з прототипом за рахунок вимірювання величини оптичної густини розчинів на дешевих і широко розповсюджених в контрольно-аналітичних лабораторіях фотоелектрокопиметрах та зручність способу, оскільки розмір та форма шматочків сорбенту можуть бути довільними

Таким чином, сукупність суттєвих ознак пропонованого способу є достатньою для забезпечуваного винаходом технічного результату підвищення економічності, доступності та зручності при збереженні чутливості визначення

Спосіб реалізується таким чином. Наважку проби тіоціанатної солі калію, натрію чи амонію масою 2-2,5 г розчиняють у 25 мл води. Аліквотну частину одержаного розчину переносять у хімічний стакан, додають 1,5 мл 0,2 М розчину сірчаної кислоти і воду до загального об'єму 25 мл. Потім в стакан додають 0,05±0,1 г пінополіуретану на основі простих ефірів у вигляді шматка чи шматочків довільної форми і розмірів, витискають з сорбенту повітря та перемішують суміш протягом 30 хв. Пінополіуретан виймають, віджимають між аркушами фільтрувального паперу, вносять у 5-10 мл ацетону, перемішують протягом 5-10 хв і вимірюють оптичну густину ацетонового розчину. Вміст заліза знаходять методом добавок. Для цього в три хімічних стаканчики вводять по 5 мл розчину, що аналізується, 2,5, 5,0 і 7,5 мкг заліза. Далі діють, як описано вище, і будують градувальний графік в координатах оптична густина - добавка заліза, мкг. Вміст заліза знаходять за відрізком, що відсичеться на осі абсцис

Приклад конкретного визначення

Наважку проби тіоціанату амонію кваліфікації х ч масою 2,5000 г розчиняють у 25 мл води. Аліквотну частину (5 мл) одержаного розчину переносять у хімічний стакан, додають 1,5 мл 0,2 М розчину сірчаної кислоти і воду до загального об'єму

25 мл. Потім в стакан додають 0,05 г пінополіуретану на основі простих ефірів у вигляді шматочка довільної форми, скляною паличкою витискають з нього повітря та перемішують суміш протягом 30 хв. Сорбент виймають, віджимають між аркушами фільтрувального паперу, вносять у 5 мл ацетону, перемішують скляною паличкою протягом 5 хв і вимірюють оптичну густину ацетонового розчину концентрату. Вміст заліза знаходять методом добавок. Для цього в три хімічних стаканчики вводять по 5 мл розчину, що аналізується, 2,5, 5,0 і 7,5 мкг заліза. Далі діють, як описано вище, і будують градувальний графік в координатах оптична густина - добавка заліза, мкг. Вміст заліза знаходять за відрізком, що відсичеться на осі абсцис зліва від осі ординат. Знайдено заліза  $(1,0 \pm 0,2) 10^{-4} \%$  мас

Параметри способу, що пропонується, (наважки препаратів масою 2-2,5 г, десорбція тіоціанату заліза(III) 5-10 мл ацетону, час десорбції 5-10 хв, вибрані з умов, що забезпечують кількісну десорбцію слідових кількостей заліза, що дозволяє досягти підвищення економічності (витрати тіоціанатів для аналізу зменшуються в 25 разів), доступності та зручності визначення (табл. 1, прикл. 1-10)

Замежове зниження маси наважки препаратів до 1 г призводить до зниження чутливості визначення до 1,0 мкг, що робить неможливим застосування способу для аналізу препаратів кваліфікації х ч (табл. 1, прикл. 11). Замежове збільшення маси наважок препаратів до 5 г призводить до зменшення економічності при збереженні чутливості, що нерационально (табл. 1, прикл. 12)

Замежове зменшення об'єму ацетону до 3 мл призводить до не кількісної десорбції тіоціанату заліза(III), завдяки чому чутливість визначення знижується до 0,8 мкг (табл. 1, прикл. 13). Замежове збільшення об'єму ацетону до 15 мл призводить до розбавлення розчину концентрату, що фотометрується, внаслідок чого чутливість визначення знижується до 0,7 мкг (табл. 1, прикл. 14)

Замежове зменшення часу десорбції до 2 хв призводить до не кількісної десорбції тіоціанату заліза(III), завдяки чому чутливість визначення знижується до 1,0 мкг (табл. 1, прикл. 15). Замежове збільшення часу десорбції до 20 хв призводить до збільшення витрат часу при збереженні чутливості, що нерационально (табл. 1, прикл. 16)

Джерела інформації

1 Реактивы Натрий роданистый Технические условия ГОСТ 10643-75

2 Реактивы Калий роданистый Технические условия ГОСТ 4139-75

3 Реактивы Аммоний роданистый Технические условия Стандарт СЭВ 222-85

4 Реактивы и особо чистые вещества Колориметрические методы определения примеси железа ГОСТ 10555-75 (СТ СЭВ 1748-79)

5 Дмитриенко С. Г., Косырева О. А., Рунов В. К. Сорбционно-фотометрическое определение кобальта и железа с использованием пенополиуретанов В кн. Современные методы аналитического контроля на промышленных предприятиях М. Знание, 1981 С. 64-66

Таблиця 1

Приклад	m препарату, г	V ацетону, мл	Час десорбції, хвилини	Нижня межа визначуваного вмісту Fe, мкг
1	2	7	7	0,5
2	2,5	7	7	0,5
3	2	5	7	0,5
4	2	10	7	0,5
5	2	7	5	0,5
6	2	7	10	0,5
7	2,5	10	10	0,5
8	2	5	5	0,5
9	2,5	5	5	0,5
10	2	10	10	0,5
11	1	5	5	1,0
12	5	5	5	0,5
13	2,5	3	5	0,8
14	2,5	15	5	0,7
15	2,5	10	1	1,0
16	2,5	10	15	0,5

Порівняно з прототипом [5] пропонується спосіб дозволяє підвищити економічність (витрати препаратів для аналізу зменшуються у 25 разів),

доступність (простота апаратного оформлення) та зручність (довільна форма та розмір шматочків сорбенту без пластифікації їх поверхні) (табл. 2)

Таблиця 2

Переваги пропонуваного способу порівняно з відомим [5]

Спосіб	Маса наважок препаратів для аналізу	Необхідність дорогого та малодоступного обладнання	Спеціальна нарізка та пластифікація поверхні сорбенту
Відомий [5]	50 г	Так	Так
Розроблений	2-2,5 г	Ні	Ні

Кваліфікація реактиву	Масова частка заліза, %, не більше		
	NaSCN	KSCN	NH <sub>4</sub> SCN
х ч	0,0001	0,0001	0,0001
ч д а	0,0001	0,0002	0,0001
ч	0,0002	0,0005	0,0005

Нормований вміст заліза в тiocанатах натрію, калію і амонію різної кваліфікації

**Фіг.**

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

Підписано до друку \_\_\_\_\_ 2002 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