



УКРАЇНА

(19) UA (11) 38067 (13) U  
(51) МПК (2006)  
C02F 1/62

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ

## ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під  
відповідальність  
власника  
патенту

### (54) СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ СВИНЦЮ У РОЗЧИНАХ

1

(21) u200807126

(22) 22.05.2008

(24) 25.12.2008

(46) 25.12.2008, Бюл.№ 24, 2008 р.

(72) ЛАТАЄВА АННА ВОЛОДИМИРІВНА, UA, ЧУ-  
ЄНКО АПОЛІНАРІЯ ВАЛЕНТИНІВНА, UA, ТРОХИ-  
МЧУК АНАТОЛІЙ КОСТЯНТИНОВИЧ, UA, НІКІПЕ-  
ЛОВА ОЛЕНА МИХАЙЛІВНА, UA

(73) УКРАЇНСЬКИЙ НАУКОВО-ДОСЛІДНИЙ ІН-  
СТИТУТ МЕДИЧНОЇ РЕАБІЛІТАЦІЇ ТА КУРОРТО-  
ЛОГІЇ, UA

2

(57) Спосіб визначення свинцю, що включає поєд-  
нання атомно-абсорбційної спектрометрії з елект-  
ротермічною атомізацією, який відрізняється тим,  
що атомно-абсорбційну спектрометрію поєднують  
з попереднім концентруванням за допомогою сор-  
бції на модифікованих N-аліл-N-  
пропілтіосечовиною аеросилах, після чого здійс-  
нюють десорбцію 0,1 М розчином азотної кислоти,  
а кількість свинцю визначають за допомогою стан-  
дартних домішок.

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

Відомий спосіб визначення свинцю (1) шляхом  
електротермічної атомізації з використанням у  
якості модифікатора суміші нітратів амонію та  
паладію, аскорбінової, лимонної та щавлевої  
кислот, оксалату амонію, трилона Б, фруктози,  
глюкози. Визначення елементу 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:  
трудомісткість, незадовільна відтворюваність  
результатів, значне скорочення часу роботи  
графітової трубки.

Відомий спосіб визначення цинку (2) шляхом  
електротермічної атомізації з використанням по-  
переднього концентрування проби на катоніті КУ-  
2-8 та на його модифікованих аналогах. Показана  
задовільна відтворюваність результатів тільки для  
мінеральних вод з мінералізацією від 0,5 до  
7,5 г/дм<sup>3</sup>. Проте, по-перше, даним методом не про-  
водили дослідження з високомінералізованими  
водами та, по-друге, розроблена сорбційно-  
атомно-абсорбційна методика передбачає спеціа-  
льну конструкцію атомізатора "піч в атмосфері  
повітря", дозволяючи аналітичне навішування  
(5мг) воздушно-сухих зразків концентратів поміща-  
ти в кратер графітової печі.

За найближчий аналог прийнятий спосіб ви-  
значення важких металів (3) шляхом атомно-

абсорбційної спектрометрії з електротермічною  
атомізацією при визначенні свинцю в підземних і  
поверхневих водах. Отримані розчини в об'ємі  
20мкл за допомогою автоматичного дозування  
вводять в графітову піч. Потім проводять термічну  
обробку за заданою програмою: висушування 35с  
при 100°C, озолення 20с при 400°C, атом нація 5с  
при 2000°C для свинцю. Атомне поглинання вимі-  
рюють по резонансній лінії для свинцю .....  
283,3нм. 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. Спо-  
сіб має ряд недоліків: трудомісткість, задовільна  
точність і відтворюваність. Але ж пряме атомно-  
абсорбційне визначення низького вмісту свинцю в  
складних об'єктах таких, як високомінералізовані  
розчини, ускладнене через значний вплив супутніх  
макрокомпонентів.

У основу корисної моделі поставлене завдан-  
ня удосконалення способу визначення свинцю,  
шляхом поєднання атомно-абсорбційної спектро-  
метрії з попереднім концентруванням за допомо-  
гою сорбції на модифікованих N-аліл-N-  
пропілтіосечовиною аеросилах, що дозволить зна-  
чно зменшити негативний вплив макрокомпонент-  
ного складу визначаємого зразку, що приведе до  
зростання точності, відтворюваності і сходимості  
результатів при визначенні свинцю у високоміне-  
ралізованих розчинах.

(13) U

(11) 38067

(19) UA

Поставлене завдання вирішується тим, що у способі визначення свинцю шляхом атомно-абсорбційної спектроскопії з електротермічною атомізацією, згідно корисної моделі, атомно-абсорбційну спектроскопію поєднують з попереднім концентруванням за допомогою сорбції на модифікованих N-аліл-N-пропілтіосичовиною аеросілах, після чого здійснюють десорбцію 0,1М розчином азотної кислоти, а кількість свинцю визначають шляхом стандартних домішок.

Сутність способу заключається у тому, що розчини в об'ємі 50дм<sup>3</sup> пропускають скрізь колонки, заповнені модифікованим N-аліл-N-пропілтіосичовиною аеросилом з діаметром рівним 0,2-0,3мм, навішуванням від 0,05-0,2г зі швидкістю від 0,2-0,4мл/хв. Сорбційне концентрування проводять при pH=7-9. Далі проводять десорбцію аналізованого металу розчином 0,1М азотної кислоти до об'єму 25дм<sup>3</sup>. Після цього отримані розчини в об'ємі 20мл за допомогою автоматичного дозування вводять в графітову піч і проводять термічну обробку за заданою програмою: висушування 35с при 100°C, озолення 20с при 400°C, атомізація 5с при 2000°C для свинцю. Вимірювання виконують на спектрометрі атомної абсорбції С-115 М1 з дейтерієвим коректором фону і електротермічним атомізатором Графіт-5. Джерелом світла служить свинцева лампа з порожнистим катодом. Атомне поглинання вимірюють по резонансній лінії для свинцю - 283,3нм. Для визначення свинцю у високомінералізованих розчинах за способом атомної абсорбції з прямою електротермічною атомізацією проб пропонується модернізована методика вимірювання кількості свинцю. Так, для підвищення селективності, чутливості, відтворюваності результатів вимірювань кількості свинцю поєднують пряму атомну абсорбцію з електротермічною атомізацією з попереднім сорбційним концентруванням. Тим самим досягається концентрування визначаемого компоненту і одночасне відділення його від макрокомпонентів проби, що оказують негативний вплив на кількісне визначення свинцю у випадку прямої атомно-абсорбційної спектроскопії з електротермічною атомізацією. Залишковий вплив складу проби виключається проведенням кількісного визначення по способу домішок. Для цього роблять дві паралельні проби. В одну із цих проб вносять домішку металу, який визначається. У випадку свинцю добувка складає 5-10мкг/дм<sup>3</sup>. Визначення проводять при однакових умовах за приведеним вище способом. Обробку результатів визначення концентрації металу X, мкг/дм<sup>3</sup> у високомінералізованих розчинах проводять по формулі:

$$X = \frac{X_{\text{пп}} \cdot X_{\text{доб}}}{X_{\text{д}} - X_{\text{пр}}}$$

X<sub>пр</sub> - концентрація металу, знайдена по градієнтній залежності, мкг/дм<sup>3</sup>;

X<sub>д</sub> - концентрація металу, знайдена у пробі с добувкою, мкг/дм<sup>3</sup>;

X<sub>доб</sub> - концентрація добувки металу до проби, мкг/дм<sup>3</sup>.

Приклад 1: хлоридна натрієва мінеральна вода, Куяльницького лиману, Одеська обл., ДП «Клінічний санаторій ім. Пирогова», M=198,89г/дм<sup>3</sup>.

Мінеральну воду в об'ємі 50дм<sup>3</sup> пропускають скрізь колонки, заповнені модифікованим N-аліл-N-пропілтіосичовиною аеросилом з діаметром рівним 0,2-0,3мм, навішуванням 0,1г зі швидкістю від 0,2мл/хв. Сорбційне концентрування проводять при pH=8. Далі проводять десорбцію аналізованого металу розчином 0,1М азотної кислоти до об'єму 25дм<sup>3</sup>. Після цього отримані розчини в об'ємі 20мл за допомогою автоматичного дозування вводять в графітову піч і проводять термічну обробку за приведеною вище програмою. В даному випадку кратність паралельних вимірювань складає 10 разів. Потім розраховують масову концентрацію свинцю в мінеральній воді, яка складає 2,60мкг/дм<sup>3</sup>.

Результати 10 вимірювань представлено в таблиці 1 "Результати визначення свинцю у мінеральній хлоридній натрієвій воді, Куяльницького лиману".

Розраховано: середнє значення, середньоквадратичне відхилення S і довірчий інтервал S $\bar{X}$ .

Відносне стандартне відхилення складає 10%, що істотно нижче за норми погрішностей, 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 свинцю, при його концентрації 2,60мкг/дм<sup>3</sup>, нормована погрішність складає 0,8+0,10·2,60=1,06мкг/дм<sup>3</sup>, що відповідає відносному стандартному відхиленню 20,4%. Для діапазону концентрацій свинцю від 0,5 до 10мкг/дм<sup>3</sup> РД дає норми погрішності ±50%. Таким чином, з таблиці 1 витікає, що пропонований спосіб у порівнянні з відомими способами визначення свинцю у високомінералізованих розчинах характеризується істотно меншим розкидом результату, а, отже, більшою точністю і відтворюваністю.

Приклад 2: хлоридна натрієва мінеральна вода, свердловина №28 РГ, Львівська обл., м. Трускавець, M=358,54г/дм<sup>3</sup>.

Мінеральну воду в об'ємі 50дм<sup>3</sup> пропускають скрізь колонки, заповнені модифікованим N-аліл-N-пропілтіосичовиною аеросилом з діаметром рівним 0,2-0,3мм, навішуванням 0,15г зі швидкістю від 0,2-0,4мл/хв. Сорбційне концентрування проводять при pH=7-8. Далі проводять десорбцію аналізованого металу розчином 0,1М азотної кислоти до об'єму 25дм<sup>3</sup>. Після цього отримані розчини в об'ємі 20мл за допомогою автоматичного дозування вводять в графітову піч і проводять термічну обробку за приведеною вище програмою. В даному випадку кратність паралельних вимірювань складає 4 рази. Потім розраховують масову концентрацію свинцю в мінеральній воді, яка складає 7,14мкг/дм<sup>3</sup>. Для свинцю, при його концентрації 7,14мкг/дм<sup>3</sup> нормована погрішність складає 0,8+0,10·7,14=1,514мкг/дм<sup>3</sup>, що відповідає відносному стандартному відхиленню 10,6%. Для діапазону концентрацій свинцю від 0,5 до 10мкг/дм<sup>3</sup> РД дає норми погрішності ±50%.

Результати 4 вимірювань представлено в таблиці 2 "Результати визначення свинцю у хлоридній натрієвій мінеральній воді, свердловина №8 РГ".

Приклад 3: хлоридна натрієва мінеральна вода, свердловина №746-Г, Запорізька обл., м. Бердянськ, М-58,86г/дм<sup>3</sup>.

Мінеральну воду в об'ємі 50дм<sup>3</sup> пропускають скрізь колонки, заповнені модифікованим N-аліл-N-пропілтіосечовиною аеросілом з діаметром рівним 0,2-0,3мм, навішуванням 0,1г зі швидкістю від 0,2-0,4мл/хв. Сорбційне концентрування проводять при рН=8. Далі проводять десорбцію аналізованого металу розчином 0,1М азотної кислоти до об'єму 25дм<sup>3</sup>. Після цього отримані розчини в об'ємі 20мл за допомогою автоматичного дозування вводять в графітову піч і проводять термічну обробку за приведеною вище програмою. В даному випадку кратність паралельних вимірювань складає 6 разів. Потім розраховують масову концентрацію свинцю в мінеральній воді, яка складає 3,08мкг/дм<sup>3</sup>. Для свинцю, при його концентрації 3,08мкг/дм<sup>3</sup>, нормована погрішність складає 0,8+0,10·3,08=1,108мкг/дм<sup>3</sup>, що відповідає відносному стандартному відхиленню 17,98%. Для діа-

пазону концентрацій свинцю від 0,5 до 10мкг/дм<sup>3</sup> РД дає норми погрішності ±50%.

Результати 6 вимірювань представлено в таблиці 3 "Результати визначення свинцю у хлоридній натрієвій мінеральній воді, свердловина №746-Г".

У порівнянні з прототипом і іншими відомими способами корисна модель, що заявляється, дозволить значно зменшити негативний вплив макрокомпонентного складу визначаємого зразка, що призводить до зростання точності, відтворюваності і сходимості результатів при визначенні свинцю у високомінералізованих розчинах.

#### Література.

1. Чмиленко Ф.А., Бакланова Л.В. // Химия и технология воды. - 1997. - 19, №3 -268-274с.

2. Чеботарев А.Н., Щербаоква Т.М., Топоров С.В., Никипелова Е.М. // Медицинская реабилитация, курортология и физиотерапия. - 1998. - №1 - 48 - 50с.

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

Таблица 1

№	Оптична густина, А		Концентрація мкг/дм <sup>3</sup>
	Проба без добав-ки, мкг/дм <sup>3</sup>	Проба з добав-кою, мкг/дм <sup>3</sup>	
1	0,007	0,030	2,21
2	0,011	0,034	3,38
3	0,012	0,037	3,50
4	0,013	0,047	2,57
5	0,013	0,047	2,56
6	0,013	0,071	1,61
7	0,015	0,048	3,02
8	0,010	0,054	1,63
9	0,016	0,054	2,84
10	0,017	0,060	2,65
$\bar{X}$	2,60		
Середньоквадратичне відхилення, S	0,64		
Довірчий інтервал, $S\bar{X}$	0,20		
Відносна погрішність, Sr	0,08		

Таблица 2

№	Концентрація мкг/дм <sup>3</sup>
1	7,10
2	6,44
3	7,94
4	7,08
$\bar{X}$	7,12
Середньоквадратичне відхилення, S	0,62
Довірчий інтервал, $S\bar{X}$	0,31
Відносна погрішність, Sr	0,04

Таблиця 3

№	Концентрація мкг/дм <sup>3</sup>
1	3,14
2	3,28
3	3,08
4	3,57
5	2,85
6	2,55
$\bar{X}$	3,08
Середньоквадратичне відхилення, S	0,35
Довірчий інтервал, $S\bar{X}$	0,14
Відносна погрішність, Sr	0,05