



ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) **UA**

(11) **68850**

(13) **U**

(51) МПК

G01N 33/15 (2006.01)

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: **u 2011 12319**

(22) Дата подання заявки: **21.10.2011**

(24) Дата, з якої є чинними
права на корисну
модель: **10.04.2012**

(46) Публікація відомостей **10.04.2012, Бюл.№ 7**
про видачу патенту:

(72) Винахідник(и):

**Кормош Жолт Олександрович (UA),
Антал Ірина Петрівна (UA)**

(73) Власник(и):

**ВОЛИНСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ
УНІВЕРСИТЕТ ІМЕНІ ЛЕСІ УКРАЇНКИ,
пр. Волі, 13, м. Луцьк, 43025 (UA)**

(54) СПОСІБ ЕКСТРАКЦІЙНО-ФОТОМЕТРИЧНОГО ВИЗНАЧЕННЯ ГАЛІЮ

(57) Реферат:

Спосіб екстракційно-фотометричного визначення Галію включає зв'язування Ga-вмісної речовини в іонний асоціат із поліметиновим барвником в водно-органічному середовищі, екстракцію отриманого комплексу толуеном та наступне фотометрування екстракту. Як реагент для визначення Галію використовують поліметиновий барвник ацетат.

UA 68850 U

Корисна модель належить до аналітичної хімії, а саме - до способів екстракційно-фотометричного визначення Галію, та може бути використана у технологіях напівпровідникових матеріалів, де його вміст є дуже малим.

В розділі аналітичної хімії, що стосується, Галію, доводиться мати справу, головним чином, із матеріалами, в яких вміст цього елемента є дуже малим. Тому, частіше всього кінцевому визначенню вмісту Галію передують концентрування. Концентрування проводиться різними методами, вибір яких визначається характером аналізуючого матеріалу: комбінуються методи вилучення та відділення Галію від елементів, які його супроводжують.

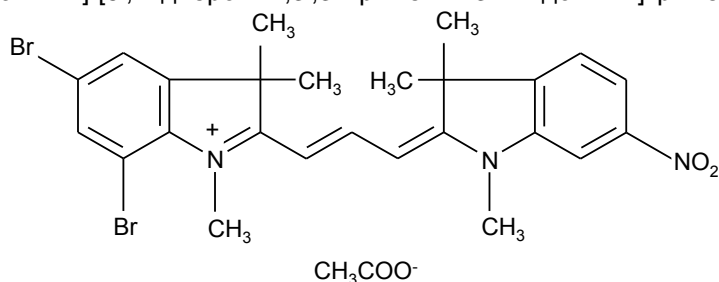
Визначення мікрокілківостей Галію є дуже важливим з точки зору промислових потреб, де він використовується як легуюча домішка (дифузанти) та напівпровідник. Для цього необхідними є аналітичні способи, а, відповідно, й нові реагенти, які б забезпечували високу чутливість визначення Галію.

Одними з найбільш ефективних аналітичних реагентів для фотометричного визначення мікрокілківостей елементів залишаються основні барвники, які здатні утворювати сполуки типу іонних асоціатів.

Так, найбільш близьким за суттю до способу, що заявляється, є спосіб визначення Галію, при якому як барвник використовують стириловий барвник. Екстракційно-фотометричне визначення Галію за допомогою стирилового барвника 2-[1-(диметиламінотієні-2)-вініл-2]-1,3,3-триметил-3Н-індолію хлориду (ДТВТІ) [Базель Я.Р., Киш П.П., Шевчук Л.И. Экстракция и фотометрическое определение Галлия в виде хлоридных комплексов стириловым красителем // Журн. аналит. химии - 1991. - Выпуск 8. - С. 1520. [1]].

Задачею, на вирішення якої спрямована корисна модель, що заявляється, є підвищення чутливості визначення Галію, шляхом отримання для процесу визначення Галію нового барвника.

Поставлена задача вирішується тим, що у відомому способі екстракційно-фотометричного визначення Галію, що включає в себе зв'язування Ga-вмісної речовини в іонний асоціат із поліметинним барвником в водно-органічному середовищі, екстракцію отриманого комплексу толуеном та наступне фотометрування екстракту, згідно з корисною моделлю, як реагент для визначення Галію використовують поліметинний барвник ацетат[6-нітро-1,3,3-триметил-3Н-індолій-2-]-[5',7'-дибром-1',3',3'-триметил-3'Н-індолій-2']триметинціаніну (ДБ6НІК).



Ацетат [6-нітро-1,3,3-триметил-3Н-індолій-2-]-[5',7'-дибром-1,3,3-триметил-3'Н-індолій-2']триметинціаніну (ДБ6НІК)

Водні розчини ДБ6НІК стійкі не менше одного місяця та мають інтенсивне забарвлення. Рівновага екстракції іонного асоціату $[GaCl_4]R^+$ досягається за 60 сек. Забарвлені екстракти стійкі більше 24 год. Закон Бера виконується в інтервалі 0,05-1,8 мкг/мл Ga^{3+} . Нижче наведені приклади та експериментальні дані (див. таблиці 1-4), які показують вплив кислотності, концентрації ліганду, барвника та вмісту диметилформаміду (ДМФА) (водорозчинного органічного розчинника) на процес утворення та екстракції іонного асоціату Галію з ДБ6НІК. Повне зв'язування Галію в іонний асоціат, що екстрагується, досягається при кислотності водної фази 9,3-6,0 моль/л H_2SO_4 ; 2,0-3,5 моль/л $LiCl$; в присутності (0,025-0,150) об % донорно-активного розчинника диметилформаміду, при концентрації барвника $(1,5-2,5) \cdot 10^{-4}$ моль/л. У таких умовах визначенню Галію не заважають іони Cu^{2+} , Cd^{2+} , Zn^{2+} , Ni^{2+} , In^{3+} , Co^{2+} , NO_3^- , SeO_3^{2-} (в межах концентрацій від 0 до $3 \cdot 10^{-2}$ моль/л).

Спосіб, що заявляється, реалізують таким чином.

Екстракцію проводять при кімнатній температурі (18-20 °C) в пробірках із притертими пробками. Застосовують такий порядок додавання реактивів: в пробірці вводять 0,2 мл $1 \cdot 10^{-3}$ М розчину Галію, 1 мл 10 М розчину літію хлористого, 0,5 мл $1 \cdot 10^{-3}$ М розчину ДБ6НІК, 0,2 мл водоорганічного розчинника ДМФА, 1мл 15 М H_2SO_4 для створення відповідної кислотності розчину та доводять дистильованою водою об'єм водної фази до 5 мл. Приливають 5 мл органічного розчинника толуену та перемішують протягом 1 хвилини. Після розділення фаз екстракти відділяють, центрифугують та вимірюють оптичну густину на спектрофотометрі СФ-

2000 при довжині хвилі 569,5 нм. Паралельно проводять контрольний дослід. Фотометрування розчинів проводять в кварцових кюветах ($l=0,1$ см), розчином порівняння служить толуен.

Основні хіміко-аналітичні характеристики операцій у способі, що заявляється, для визначення Галію з основними барвниками надано у таблиці 5.

5 Як видно з таблиці 5, спосіб визначення Галію у складних халькогенідах за допомогою поліметинового барвника ДБ6НІК за чутливістю визначення, яка становить 0,011 мкг/мл Галію за Кайзером, є кращою у порівнянні з способом екстракційно-фотометричного визначення Галію з ДТВТІ.

10 Приклад конкретного виконання способу визначення Галію у напівпровідникових матеріалах (CdGa_2Se_4 , $\text{Cu}_2\text{Se} \cdot 49\text{CdSe} \cdot 50\text{Ga}_2\text{Se}_3$, $5\text{Cu}_2\text{Se} \cdot 45\text{CdSe} \cdot 50\text{Ga}_2\text{Se}_3$), що заявляється.

Мікронаважку (3-6 мг) напівпровідникового матеріалу розчиняють у 2 мл концентрованої нітратної кислоти з додаванням пероксиду водню. Розчин випаровують досуха, додають 3 мл концентрованої сульфатної кислоти і доводять до мітки у колбі на 100 мл бідистильованою водою.

15 Аліквотну частину розчину 0,5 мл, який аналізується, переносять у градуйовані пробірки з притертими пробками, додають 1 мл 10 М LiCl, 0,5 мл $1 \cdot 10^{-3}$ М R^+ , 0,2 мл ДМФА, 1 мл 15 М H_2SO_4 і доводять об'єм водної фази водою до 5 мл. Приливають 5 мл толуену та екстрагують протягом 60 с. Відділяють органічний шар, екстракт центрифугують і вимірюють оптичну густину на спектрофотометрі СФ-2000 при довжині хвилі 569,5 нм в кюветах $l=0,1$ см відносно
20 контрольного розчину. Кількість Галію визначають за методом калібрувального графіка або за методом стандартних добавок.

Спосіб, що пропонується, надає можливість підвищення чутливості визначення Галію фотометричним методом, що може бути використано для визначення мікрокількостей Галію у зразках із невисоким його вмістом.

25

Таблиця 1

Вплив кислотності середовища на екстракцію іонного асоціату Галію з ДБ6НІК

$\text{C}(\text{H}_2\text{SO}_4)$, моль/л	0,5	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0	6,0
Оптична густина (ΔA)	0,1801	0,2108	0,3811	0,4581	0,4633	0,4450	0,4057

Таблиця 2

Вплив концентрації ліганду на екстракцію іонного асоціату Галію з ДБ6НІК

$\text{C}(\text{LiCl})$, моль/л	0,4	1,0	1,5	2,0	3,0	4,0
Оптична густина (ΔA)	0,0758	0,2268	0,4410	0,5068	0,5068	0,4518

Таблиця 3

Вплив концентрації ДБ6НІК на екстракцію іонного асоціату Галію

$\text{C}(\text{ДБ6НІК})$, моль/л	0,00	0,25	0,5	0,75	1,0	1,25	1,5	1,75	2,00	2,25
Оптична густина (ΔA)	0,0000	0,1824	0,3004	0,4517	0,6203	0,6687	0,6685	0,6685	0,6685	0,6685

Таблиця 4

Вплив концентрації ДМФА на екстракцію іонного асоціату Галію з ДБ6НІК

$\text{C}(\text{ДМФА})$, об. %	0,00	0,012	0,040	0,060	0,080	0,100	0,120	0,200	0,250	0,400
Оптична густина (ΔA)	0,4820	0,4906	0,5243	0,5147	0,5016	4863	0,4756	0,3667	0,3081	0,1285

30

Таблиця 5

Основні хіміко-аналітичні характеристики методик для визначення Галію

Реагент	λ , нм	ϵ , 10^5 л/моль·см	Закон виконується, Ga	Бера мкг/мл	$C_{min}(Ga)$, мкг/мл
ДТВТІ	566	0,89	0,05-1,80		0,800
Запропонований (ДБ6НІК)	569,5	1,2	0,05-1,80		0,011

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

- 5 Спосіб екстракційно-фотометричного визначення Галію, що включає зв'язування Ga-вмісної речовини в іонний асоціат із поліметиновим барвником в водно-органічному середовищі, екстракцію отриманого комплексу толуеном та наступне фотометрування екстракту, який **відрізняється** тим, що як реагент для визначення Галію використовують поліметиновий барвник ацетат[6-нітро-1,3,3-триметил-3Н-індолій-2-]-[5',7'-дибром-1',3',3'-триметил-3'Н-індолій-2']триметинціаніну (ДБ6НІК).
- 10

Комп'ютерна верстка Л.Литвиненко

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601