



ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **87898** (13) **U**
(51) МПК
G01N 33/15 (2006.01)

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: u 2013 10184	(72) Винахідник(и): Кормош Жолт Олександрович (UA), Корольчук Світлана Іванівна (UA)
(22) Дата подання заявки: 19.08.2013	(73) Власник(и): СХІДНОЄВРОПЕЙСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ІМ. ЛЕСІ УКРАЇНКИ, пр. Волі, 13, м. Луцьк, 43025 (UA)
(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: 25.02.2014	(74) Представник: Кужель Емма Вікторівна, реєстр. №144
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 25.02.2014, Бюл.№ 4	

(54) СПОСІБ ЛЮМІНЕСЦЕНТНОГО ВИЗНАЧЕННЯ ОСМІЮ (VI)

(57) Реферат:

Спосіб люмінесцентного визначення осмію (VI) полягає у створенні кислого середовища. Додатково створюють умови взаємодії осмію (VI) з гідразидом родаміну С при концентрації 0,1-0,3 моль/л фосфатної кислоти та $(2,0-4,0) \cdot 10^{-5}$ моль/л гідразиду родаміну С. При цьому одночасно в процесі взаємодії реєструють інтенсивність люмінесценції при $\lambda_{\text{збудження}}$ - 560 нм і $\lambda_{\text{люмінесценції}}$ - 585 нм, а як середовище вибирають фосфатокисле.

UA 87898 U

Корисна модель належить до галузі аналітичної хімії і може бути використана для аналізу природних та промислових речовин та/або сполук з досить низьким вмістом осмію (VI). Корисна модель може бути використана для аналізу матеріалів з малим вмістом осмію (VI) у заводських, випробувальних та науково-дослідних лабораторіях.

Люмінесцентний метод аналізу як один із самих чутливих та селективних методів дозволяє проводити визначення слідових кількостей елементів.

Відомий спосіб сорбційного визначення осмію (VI) кремнеземами, хімічно модифікованими похідними тіосечовини, що базується на сорбції осмію кремнеземами [Лосев В.Н., Бахтина М.П., Бахвалова И.П., Трофимчук А.К., Рунов В.К. Закономерности сорбционного выделения осмия в различных степенях окисления (VIII, VI, IV) кремнеземами, химически модифицированными, производными тиомочевини. Журнал аналитической химии. - 2001. - Т. 56, № 4. - С. 386-393]. Недоліком даного методу є по-перше, довготривалість визначення; по-друге, необхідність введення станум (II) хлориду, що призводить до зниження селективності визначення.

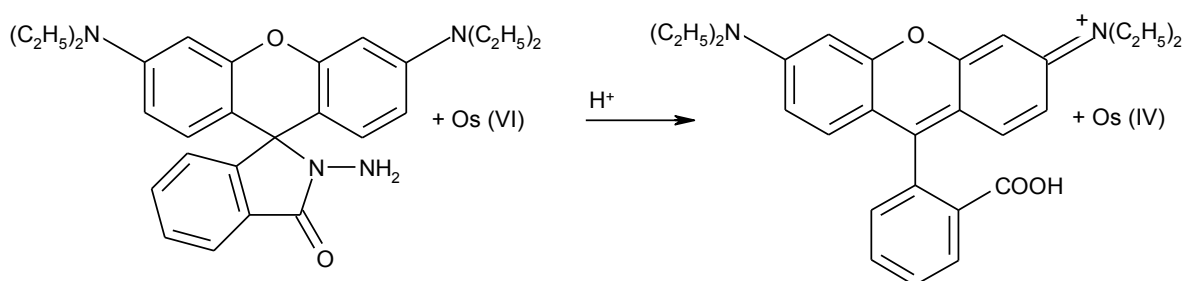
Найбільш близьким аналогом за технічною суттю до запропонованого способу є спосіб редокс екстракційно-фотометричного визначення осмію (VI), який базується на його окисно-відновній взаємодії з йодид іонами в кислому середовищі та наступним переходом виділеного вільного йоду в органічну фазу і утворенням іонного асоціату з катіоном стирилового барвника і йодид-іону [Патент України на корисну модель. № 34778; МКЗ G01N 33/15; опубл. 26.08.2008].

Суттєвим недоліком даного визначення є багатостадійність послідовних операцій та необхідність використання дефіцитних органічних розчинників, використання органічного реагенту гідразиду родаміну С (HRC) з отриманням технічного результату, що полягає у підвищенні точності та технологічності визначення осмію (VI).

Поставлена задача вирішується таким чином.

У відомому способі люмінесцентного визначення осмію (VI), що полягає у створенні кислого середовища, згідно з корисною моделлю, що заявляється, додатково створюють умови взаємодії осмію (VI) з гідразидом родаміну С при концентрації 0,1-0,3 моль/л фосфатної кислоти та $(2,0-4,0) \cdot 10^{-5}$ моль/л гідразиду родаміну С, при цьому одночасно в процесі взаємодії реєструють інтенсивність люмінесценції при $\lambda_{\text{збудження}}$ - 560 нм і $\lambda_{\text{люмінесценції}}$ - 585 нм, а як середовище вибирають фосфатокисле.

Крім того люмінесцентне визначення осмію (VI) за допомогою гідразиду родаміну С проводять у фосфатно-кислому середовищі згідно з поданою схемою:



Вихідна стабільна спіролактамна форма гідразиду родаміну С є безбарвною і стійкою в нейтральному та слабкокислому середовищі, а в процесі окислення переходить в забарвлену форму.

Спосіб здійснюють наступним чином.

У пробірку вносять 87-192 нг осмію (VI) додають 0,75 мл $1 \cdot 10^{-4}$ моль/л HRC, дистильованої води з відповідним розрахунком загального об'єму 5 мл і 0,5 мл 1 моль/л розчину фосфатної кислоти з наступною витримкою протягом 13-17 хвилин та реєструють інтенсивність люмінесценції при довжині хвилі збудження 560 нм і при довжині хвилі реєстрації 585 нм. При цьому одночасно вимірюють інтенсивність люмінесценції нульового розчину.

Для ілюстрації способу, що заявляється, наведені дані в таблицях 1-2, які показують оптимальні умови люмінесцентного визначення осмію (VI) з гідразидом родаміну С. Згідно з даним способом оптимальне значення концентрації гідразиду родаміну С $(2,0-4,0) \cdot 10^{-5}$ моль/л та кислотності середовища 0,1-0,3 моль/л H_3PO_4 .

Для порівняння наводимо дані інших відомих способів визначення осмію (VI), де зазначені їхні чутливості та лінійність калібрувального графіка (див. табл. 3).

При проведенні люмінесцентного визначення осмію (VI) запропонованим способом отримана змога його визначати при 100-кратних кількостях $Cu(II)$, перенат-, цитрат-іонів, 1000-кратних кількостях $Ni(II)$, $Co(II)$, $Fe(III)^*$, $Pb(II)$, $Cd(II)$, $Al(III)$, тар трат-іонів, 2-кратних

кількостях, Ru (VI), кратних кількостях Ru (VII), 20-кратних кількостях Mn (II)*, 5-кратних кількостях йодат- та хлорат-іонів, 40-кратних кількостях нітрат-іонів, 5000-кратних кількостях бромід-, хлорид-, фторид-, сульфат-іонів, Cr (III), Zn (II). Заважають визначенню Cr (VI), Hg (II), Sn (II), Ag (I), роданід-, ванадат-іони.

5 * - масковані ЕДТА.

Таблиця 1

Вплив концентрації фосфатної кислоти

Концентрація H_3PO_4 , моль/л	0,001	0,02	0,04	0,06	0,10	0,15	0,20	0,25	0,30
Інтенсивність люмінесценції (в.о.)	341	410	463	515	630	630	630	630	630

Таблиця 2

Вплив концентрації гідрозиду родаміну С

Концентрація $\text{HRC} \times 10^{-5}$ моль/л	0	0,4	0,5	1,0	2,0	2,5	3,0	3,5	4,0
Інтенсивність люмінесценції (в.о.)	0	126	356	539	632	633	632	633	633

Таблиця 3

Порівняння характеристик способів визначення осмію

Показник	Аналог	Прототип	Запропонований спосіб
Чутливість (ϵ)/мгк	-/0,1	$5,1 \cdot 10^4$ /0,004	-/0,0005
$\lambda_{\text{мах}}$, нм	590,0	587,4	560 _{збудження} 585 _{люмінесценції}
Лінійність калібрувального графіка, мкг	10-1500	0,95-14,25	0,09-0,28

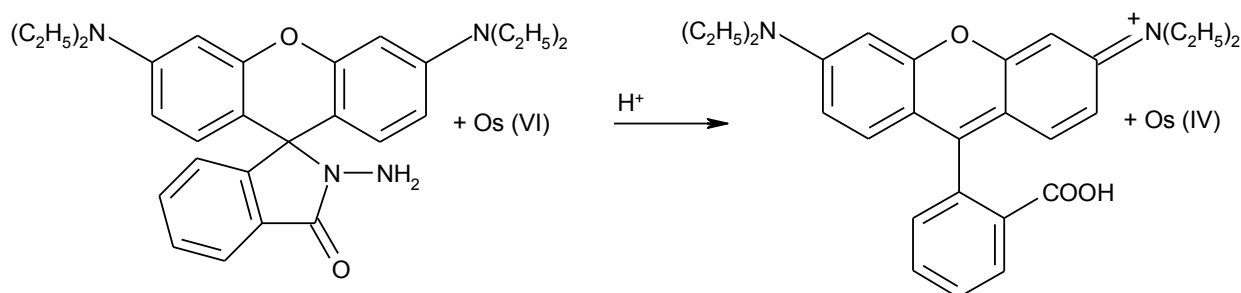
10

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

1. Спосіб люмінесцентного визначення осмію (VI), що полягає у створенні кислого середовища, який **відрізняється** тим, що додатково створюють умови взаємодії осмію (VI) з гідрозидом родаміну С при концентрації 0,1-0,3 моль/л фосфатної кислоти та $(2,0-4,0) \cdot 10^{-5}$ моль/л гідрозиду родаміну С, при цьому одночасно в процесі взаємодії реєструють інтенсивність люмінесценції при $\lambda_{\text{збудження}} - 560$ нм і $\lambda_{\text{люмінесценції}} - 585$ нм, а як середовище вибирають фосфатокисле.

15

2. Спосіб люмінесцентного визначення осмію (VI) за п. 1, який **відрізняється** тим, що фосфатнокисле середовище утворюють за схемою:



20

.

Комп'ютерна верстка А. Крулевський

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