



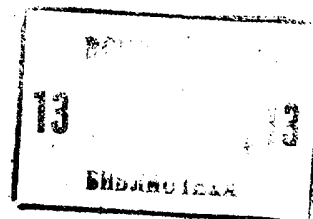
СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1100565 A

3(51) G 01 N 31/00

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ



(21) 3555400/23-26
(22) 16.02.83
(46) 30.06.84. Бюл. № 24
(72) В.Н.Кокосей, В.В.Скопенко
и В.А.Павленко
(71) Киевский ордена Ленина госу-
дарственный университет им. Т.Г.Шев-
ченко
(53) 543.062(088.8)
(56) 1. Яковлева В.Г., Иванов Ю.М.,
Андрейчук А.М. Определение избыточ-
ного компонента в нестехиометричных
кристаллах теллурида кадмия. Журнал
аналитической химии, 1976, т.31,
с.884.
2. Авторское свидетельство СССР
№ 916403, кл. С 01 G 11/00, 1980.

(54)(57) СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕТАЛ-
ЛИЧЕСКОГО КАДМИЯ В ПРИСУТСТВИИ ЕГО
ХАЛЬКОГЕНИДОВ, включающий обработку
анализируемого образца химическими
реагентами и последующую количест-
венную регистрацию одним из извест-
ных методов, отличающийся тем, что, с целью ускорения и упро-
щения процесса, обработку проводят
раствором йодида аммония в пропано-
ле, диметилформамиде или диметил-
сульфоксиде в присутствии пиридина.

(19) SU (11) 1100565 A

Изобретение относится к аналитической химии, а именно к способам определения металлического кадмия, и может быть использовано для очистки и анализа, в частности, халькогенидов кадмия, которые нашли применение в электронной промышленности для изготовления термогенераторов, термостабилизаторов, термоэлектростатических диодов, диэлектрических диодов и триодов; в оптоэлектронике при производстве твердотельных люминесцентных преобразователей и усилителей изображения, фотоспротивлений, фоточувствительных экранов и фоторезисторов, многослойных фильтров, просветляющих покрытий и светоделиителей; в гелиотехнике в качестве преобразователей солнечной энергии.

Известен способ определения металлического кадмия в присутствии теллурида кадмия, включающий пересублимацию исследуемого образца, конденсацию пара на холодной подложке с последующим анализом конденсата [1].

Однако данный способ сложен в аппаратурном отношении, поскольку требует нагрева в высоком вакууме, и длителен (производительность - 2-3 анализа в день).

Наиболее близким по технической сущности и достигаемому результату к изобретению является способ определения металлического кадмия в присутствии его селенида, включающий обработку анализируемого образца химическими реагентами и последующую количественную регистрацию. Обработку проводят раствором нитрата серебра, иодида калия. После обработки выпавший осадок отфильтровывают [2].

Однако известный способ длителен (на одно определение уходит 2-3 ч) и сложен из-за большого количества операций и аппаратурного оформления. Кроме того, анализируемые образцы не должны содержать других восстановителей, а также источников галогенидных ионов.

Цель изобретения - ускорение и упрощение процесса.

Поставленная цель достигается тем, что согласно способу определения металлического кадмия в присутствии его халькогенидов, включающему обработку анализируемого образца химическими реагентами, обработку проводят раствором иодида аммония в пропаноле, диметилформамиде или диметилсульфоксиде в присутствии пиридина.

Определение проводят в колбе или стакане на 50-100 мл. Анализируемый

образец вносят в колбу, добавляют иодид аммония, приливают один из названных растворителей, добавляют пиридин и нагревают в течение 10-15 мин. После остывания и фильтрации количество кадмия в полученном растворе определяют одним из известных методов.

Селективное извлечение металлического кадмия по предлагаемому способу идет и при обычных условиях. Однако нагревание реакционной смеси увеличивает скорость процесса. Таким образом, температурный интервал определения ограничивается снизу комнатной температурой, сверху - температурой кипения выбранного растворителя. При этом следует учитывать, что диметилформамид и диметилсульфоксид при кипячении подвергаются частичному разложению, что может отрицательно сказываться на результатах определения.

Количество иодида аммония и пиридина подбирают с учетом ожидаемого количества металлического кадмия в анализируемом образце. Причем молярное отношение иодида аммония: пиридин желательно брать равным 1:2.

Пример 1. Навеску, состоящую из смеси металлического кадмия и его сульфида, не более 0,5 г, содержащую 41,2% кадмия, вносят в колбу, добавляют 0,9 г иодида аммония, 25 мл диметилформамида, 1 мл пиридина и нагревают при 60°C в течение 10 мин. В растворе определяют кадмий комплексонометрическим методом. Обнаружено: 40,9% кадмия.

Пример 2. 0,4 г смеси, состоящей из металлического кадмия и его селенида и содержащей 49,4% кадмия, вносят в колбу, добавляют 0,9 г иодида аммония, 25 мл диметилсульфоксида, 1 мл пиридина и нагревают в течение 10 мин при 70°C. В растворе обнаружено 49,2% кадмия.

Пример 3. 0,6 г смеси металлического кадмия и его теллурида, содержащей 32,8% кадмия, вносят в колбу, добавляют 0,9 г иодида аммония, 25 мл пропанола, 1 мл пиридина и нагревают при 70°C в течение 10 мин. В растворе обнаружено 32,5% кадмия.

Предлагаемый способ позволяет ускорить определение кадмия до 30 мин. Кроме того, предлагаемый способ позволяет отказаться от использования приборов высокого класса точности.