



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU 227239

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 29 09 82
(21) PV 6952-82

(11) (B1)

(51) Int. Cl. G 01 N 21/33

(40) Zveřejněno 29 07 83
(45) Vydáno 15 11 85

(75)
Autor vynálezu

BIČOVSKÝ KAREL ing.,
KONRÁD VLADISLAV ing.,
KUTÝ VÁCLAV, PRAHA

(54)

Způsob spektrofotometrického stanovení mědi

Způsob spektrometrického stanovení mědi podle vynálezu kvantitativním, přímým a specifickým způsobem stanovení mědi, spočívajícím v tom, že se k vodnému kyselému roztoku (pH 0,5 až 5) Cu^{2+} , v rozmezí koncentrací $1 \cdot 10^{-6}$ až $5 \cdot 10^{-5}$ M, v prostředí kyseliny sírové přidá 0,2% roztok tetramethylthiuramdisulfidu v 30% etylalkoholu, v množství minimálně osminásobného přebytku oproti koncentraci mědi. Vybarvovací reakce proběhne ve zlomku sekundy a intenzita zbarvení komplexu činidla s mědí je stálá po dobu min. 24 hod. Citlivost reakce je vysoká, Lambert-Beerův zákon je splněn v rozmezí koncentrací Cu^{2+} $1 \cdot 10^{-6}$ až $5 \cdot 10^{-5}$ M.

Vynález se týká způsobu kvantitativního, přímého a specifického spektrofotometrického stanovení mědi v průmyslových, biologických a ekologických vzorcích.

Měď je významnou a běžně analyzovanou složkou mnoha průmyslových, zemědělských a dalších materiálů, i vzorků znečištění životního prostředí. Pro její stanovení, zejména ve stopových koncentracích, se používá řady způsobů, založených na nejrozumnějších principech - spektroskopických, elektromechanických a dalších. Z nich zatím pro svou jednodušost a rychlost převládají způsoby fotometrického stanovení mědi, založené na měření intenzity specifického zbarvení komplexu mědi s různými činidly. Pro volbu činidla se kromě jednoduchosti a rychlosti postupu zvažují také parametry, jako je citlivost a selektivita stanovení. Jedním z častěji používaných činidel je např. tetraethylthiuramdisulfid, známý též pod triviálními názvy dikupral, Stopethyl, Antethyl, Antabus aj. Nevýhodou způsobu kvantitativního spektrofotometrického stanovení mědi, založeného na použití tohoto činidla pro vybarvovací reakci, je malá rozpustnost činidla i jeho komplexu s mědí ve vodě, což vede k nutnosti pracovat v prostředí minimálně 50% etylalkoholu nebo použít extrakce.

Další nevýhodou tohoto způsobu stanovení je, že se reakcí s tímto činidlem nedosáhne maximální a stále intenzity zbarvení komplexu s mědí okamžitě, a proto provozní předpisy povolují měření až po 15 minutách.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob spektrofotometrického stanovení mědi podle vynálezu, jehož podstatou je, že se k vodnému kyselému roztoku o pH 0,5 až 5, měďnatých iontů, v rozmezí koncentrací $1 \cdot 10^{-6}$ až $5 \cdot 10^{-5}$ M, v prostředí kyseliny sírové přidá 0,2% roztok tetramethylthiuramdisulfidu v 30% etylalkoholu, v množství minimálně osminásobného molárního přebytku oproti koncentraci mědi.

Výhodou tohoto způsobu kvantitativního stanovení mědi za použití tetramethylthiuramdisulfidu je, že vybarvovací reakce s činidlem proběhne ve zlomku sekundy a intenzita zbarvení komplexu činidla s mědí je stálá po dobu minimálně 24 hod. Toto činidlo je lépe rozpustné ve vodě (v porovnání s tetraethylthiuramdisulfidem), a proto lze pracovat v prostředí 30% etylalkoholu. Citlivost reakce je vysoká - molární extinkční koeficient je $3,3 \cdot 10^4$. Maximum absorbance je při vlnové délce 422 nm. Lambert-Beerův zákon je splněn v rozmezí koncentrací měďnatých iontů $1 \cdot 10^{-6}$ až $5 \cdot 10^{-5}$ M. Barevná reakce, která nastává v roztocích o pH v rozmezí 0,5 až 5, není rušena cizími kationty, s výjimkou nadbytku iontu Ag^+ , Mg^{2+} , Ti^+ . Vliv kationtů na vlastní zbarvení v oblasti maxima absorbance lze eliminovat maskováním (např. Fe^{3+} kyselinou fosforečnou) nebo odečtením hodnoty slepého pokusu bez přidání činidla. Pro dosažení plné intenzity zbarvení komplexu činidla s mědí postačí osmi- až desetinasobný přebytek činidla oproti koncentraci mědi.

Vynález je objasněn na třech příkladech přípravy různých druhů vzorků obsahujících měď a na popisu způsobu vlastního kvantitativního stanovení mědi v těchto vzorcích, odpovídajícímu podstatě vynálezu.

P ř í k l a d 1

Příprava vzorku pro uhlíkovou a středně legovanou ocel a litinu

1,00 g vzorku se rozpustí ve 20 ml směsi kyseliny dusičné a kyseliny chloristé v poměru 1:1 a odpaří se do dýmů kyseliny chloristé. Odparek se rozpustí a převede do odměrné banky na 250 ml. Doplněním destilovanou vodou se připraví 250 ml zásobního roztoku, z kterého se ke stanovení mědi odpipetuje 5 až 10 ml, podle obsahu mědi.

P ř í k l a d 2

Příprava vzorku pro hliníkové slitiny

1,00 g vzorku se rozpustí ve 20 ml kyseliny chlorovodíkové (1 + 1) a 5 ml kyseliny dusičné (1 + 1). Přidá se 15 ml kyseliny chloristé a odpaří do dýmů. Odparek se rozpustí a kvantitativně zfiltruje do odměrné baňky na 250 ml. Doplněním destilovanou vodou se připraví 250 ml zásobního roztoku, z kterého se pro stanovení mědi odpipetuje 5 až 10 ml, podle obsahu mědi.

P ř í k l a d 3

Příprava vzorku oleje s oděrem mědi (dle AO 189 838)

5 ml oleje se protřepe v 5 ml směsi kyseliny chlorovodíkové a kyseliny dusičné v poměru 2:1, zředí 45 ml vody a protřepe dvakrát s 10 ml metylisobutylketonu. Vodná fáze, která obsahuje rozpuštěné oděrové kovy, se použije k vlastnímu stanovení mědi. Měď se stanoví z 5 ml tohoto vodného extraktu.

Obsah mědi se pak v těchto vzorcích stanoví tak, že se ke slabě kyselému roztoku (který se připraví pomocí kyseliny sírové, kyseliny fosforečné nebo kyseliny chloristé) 0,02 až 0,15 mg Cu^{2+} přidá 10 ml směsi 5 dílů kyseliny fosforečné, 20 dílů kyseliny sírové a 75 dílů vody, 5 ml 0,2% roztoku tetrametylthiuramdisulfidu v 30% etylalkoholu, doplní se destilovanou vodou na 50 ml, a pak se zjišťují hodnoty absorpance v rozmezí vlnových délek 410 až 430 nm.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob spektrofotometrického stanovení mědi, vyznačující se tím, že se k vodnému kyselému roztoku, o pH 0,5 až 5, měďnatých iontů, v rozmezí koncentrací $1 \cdot 10^{-6}$ až $5 \cdot 10^{-6}$ M v prostředí kyseliny sírové přidá 0,2% roztok tetrametylthiuramdisulfidu v 30% etylalkoholu, v množství minimálně osminásobného molárního přebytku, vztaženo na koncentraci mědi.