



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

224 747

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 25 06 82
(21) PV 4751-82

(51) Int. Cl.³ G 01 N 27/06

(40) Zveřejněno 29 04 83
(45) Vydáno 01 08 85

(75)

Autor vynálezu NOVÁK JOSEF RNDr. CSc.

VYHLÍDKA PAVEL ing., PRAHA

(54) Způsob kvantitativního stanovení platiny ve vodných roztocích

1

Předmětem vynálezu je způsob stanovení obsahu platiny v roztocích. Přesněji řečeno, vynález se týká kvantitativního elektrometrického stanovení nízkých obsahů platičitých iontů ve vodných roztocích.

Ve světové technice je známa řada fotometrických postupů pro stanovení mikrogramových obsahů platiny, které však jsou relativně málo citlivé (M. Malát: Absorpční anorganická spektrometrie, Academia Praha 1973). Jsou také známy polarografické postupy využívající difuzní nebo katalytické vlny v přítomnosti chelatotvorných látek, které obsahují v ligan-du vázanou síru nebo dusík (G. S. Majpanovskij: Katalitičeskije i kinetičeskije volny v polarografii, Nauka, Moskva 1966; dále též M. Kopanica, S. Stará: Kinetické metody v chemické analýze, SNTL, Praha 1978). Jejich nedostatkem jest, že jsou to jen studijní práce čistých látek, které nejsou průmyslově ověřeny.

Ukázalo se proto účelné a potřebné, aby byl vyřešen pracovní postup, který umožní stanovení platiny i ve velmi nízkých koncentracích v rozmezí $0,01$ až $2,0 \cdot 10^{-7}$ g kovu/l ml roztoku, a který bude možno využít i v průmyslových laboratořích.

Tento cíl je splněn metodou stanovení nízkých obsahů platiny, založenou na vyhodnocení katalytického proudu vodíku vznikajícího na rtuťové kapkové elektrodě ve vodných roztocích.

Předmětem vynálezu je způsob kvantitativního stanovení platiny ve vodných roztocích

obsahujících $0,01$ až $2,0 \cdot 10^{-7}$ g platiny/1 ml roztoku, počítáno na kovovou platinu, při kterém se změří velikost katalytického proudu vodíku vytvořeného redukcí komplexu platiny na rtuťové kapkové elektrodě. Podstatou vynálezu je pracovní postup, při kterém látkou tvořící komplex s ionty čtyřmocné platiny jest diethylenetriaminpentaoctová kyselina o koncentraci $5 \cdot 10^{-3}$ až $2 \cdot 10^{-2}$ M v prostředí tlumeném octanem sodným na hodnotu pH 3 až 6,5.

Vynález je založen na poznatku, že jestliže k roztoku platičité sole o koncentraci $2 \cdot 10^{-8}$ až $5 \cdot 10^{-7}$ M přidá takové množství pevné diethylenetriaminpentaoctové kyseliny, aby její koncentrace v konečném zředění byla $5 \cdot 10^{-3}$ až $2 \cdot 10^{-2}$ M, a kyselost roztoku se pomocí octanu sodného s výslednou koncentrací $5 \cdot 10^{-2}$ až $4 \cdot 10^{-1}$ M upraví na hodnotu $4,5 \pm 0,3$ pH, získá se tak roztok vhodný pro další práci. Jeho objem se upraví přidávkou destilované vody na cca 60 ml, zahřeje se k varu a zahřívá 20 až 30 minut. Po ochlazení se roztok převede do 100 ml odměrné baňky a doplní destilovanou vodou po značku. Část roztoku se převede do polarografické nádoby, kyslík se odstraní pobubláním roztoku dusíkem, a registrace proudu se provede polarograficky v rozmezí 0,9 až 1,5 V s indikační kapkovou rtuťovou elektrodou, přičemž kalomelová elektroda se použije jako srovnávací. Výška získané vlny d.c. nebo TAST polarografií, nebo výška píku zaznamenaného diferenčně pulsní polarografií je úměrná obsahu platiny která je přítomna v roztoku.

Postup podle vynálezu umožňuje, aby ve 100 ml roztoku bylo s chybou ± 5 % stanoveno ještě $5 \cdot 10^{-7}$ g platiny, a to nejen v čistých roztocích, ale i za přítomnosti dalších látek. Postup není ovlivněn ani přítomností chloridů, dusičnanů nebo síranů, ale ani některými kationty, například hlinitými ionty. Pouze přítomnost železitých, nikelnatých nebo paladnatých iontů stanovení ruší, protože tyto látky znemožňují vznik katalytického proudu. Neosvědčují se ani některé analogické komplexotvorné látky jako například 1,2-diaminocyklohexantetraoctové kyseliny či nitrilotrioctové kyseliny popřípadě další příměsi které snižují citlivost postupu o několik řádů nebo úplně znemožňují vznik katalytického proudu.

Předmět vynálezu je možno využít všude kde je zapotřebí zjistit nepatrná až stopová množství platiny, s výhodou zejména v sektoru elektrotechnického, a strojírenského průmyslu a ve vodohospodářství.

Výhody tohoto řešení jsou zřejmé z následujících příkladů upotřebení, které objasňují podstatu vynálezu, aniž by ho jakýmkoliv způsobem omezovaly.

Příklad 1

Ze účelem sestrojení cejchovní křivky se do čtyř odměrných baňek po 100 ml odměří roztok platičitých iontů obsahující 0,0 (slepý pokus) 2,0, 5,0 a 10,0 mikrogramu kovu, přidá se 2 ml kyselina chlorovodíkové zředěné 1:1 a 0,3 g pevné kyseliny diethylenetriaminpentaoctové. Ke směsi se přileje 5 ml 50 %ního octanu sodného, a roztok se destilovanou vodou doplní na objem 50 až 60 ml. Baňky se zahřejí k varu a při této teplotě se udržují po 25 minut; na to se schladí, doplní vodou po značku a promíchají. Část roztoku se odleje do polarografické nádoby a probublá dusíkem. Polarografický záznam se provede v rozmezí 0,9 až 1,5 V SKE, a získané hodnoty výšky vln se zanesou do grafu.

Příklad 2

Pro stanovení platiny v tenkých vrstvách, například v epitaxních vrstvách pro bublinové paměti se podložka s vrstvou umístí do 50 ml kádinky, přidá se 0,2 g chloridu sodného a 10 ml koncentrované kyseliny chlorovodíkové. Obsah kádinky se zahřeje k varu a při této teplotě udržuje po dobu 10 minut. Podložka se na to vyjme a opláchne destilovanou vodou. Obsah kádinky se pak odpaří téměř k suchu na cca 2 ml roztoku, zředí se 10 ml vody a vhodí se do ní 0,3 g hliníkové folie. Roztok se ponechá za občasného míchání v klidu po 1,5 až 2 hodiny, folie se vyjme, opláchne vodou a vloží do jiné 50 ml kádinky, přidají se 2 ml konc. kyseliny chlorovodíkové, 1 ml konc. kyseliny dusičné a folie se za současného zahřívání rozpustí; vzorek se pak odpaří na vodní lázni téměř k suchu. Po zředění vodou se obsah kádinky převede do 100 ml odměrné baňky, přidají se 2 ml kyseliny chlorovodíkové zřed. 1+1 a 0,3 g kyseliny diethylenetriaminpentaoctové, a dále se postupuje jako je uvedeno v příkladu 1. Vyhodnocení obsahu platiny se provede metodou cejchovní křivky.

Příklad 3

Za účelem stanovení stop platiny v organických látkách, například v síranu triglycinia se navážka 0,3 g vzorku rozpustí ve 30 ml 1,5 M kyseliny chlorovodíkové, přidají se 2 ml kovové rtuti a 20 ml roztoku chloridu cínatého (získaného rozpuštěním za tepla 25 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve 20 ml koncentrované kyseliny chlorovodíkové, a po ochlazení na pokojovou teplotu doplněním destilovanou vodou na 100 ml). Roztok se po 1 hodinu míchá magnetickým míchadlem. Rtuť se potom několikrát promyje dekantací vodou a oddělí se od vody papírovým filtrem, na to se přemístí do křemenné lodičky a zahřívá v proudu dusíku při 350 °C v zařízení pro odpařování rtuti. Zbytek v lodičce se rozpustí v 0,5 ml lučavky královské a vypláchne do kádinky obsahu 50 ml. Získaný roztok se odpaří na vodní lázni při teplotě 70 až 80 °C až do sucha, zbytek se rozpustí ve 2 ml kyseliny chlorovodíkové, převede se do 100 ml odměrné baňky, přidají se 0,3 g kyseliny diethylenetriaminpentaoctové kyseliny a dále se postupuje stejně jako dle příkladu 1. Vyhodnocení se provede metodou cejchovní křivky nebo metodou konstantního přídatku.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob kvantitativního stanovení platiny ve vodných roztocích obsahujících 0,01 až $2,0 \cdot 10^{-7}$ g platiny/1 ml roztoku, počítáno na kovovou platinu, při kterém se měří velikost katalytického proudu vodíku vytvořeného redukcí komplexu platiny na rtuťové kapkové elektrodě, vyznačený tím, že látkou tvořící komplex s ionty čtyřmocné platiny jest diethylenetriaminpentaoctová kyselina o koncentraci $5 \cdot 10^{-3}$ až $2 \cdot 10^{-2}$ M v prostředí tlumeném octanem sodným na hodnotu pH 3 až 6,5.