



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

218249
(11) (B1)

(22) Přihlášeno 26 08 81
(21) [PV 6362-81]

(40) Zveřejněno 30 04 82

(45) Vydáno 15 02 85

(51) Int. Cl.³
G 01 N 27/06

(75)
Autor vynálezu NOVÁK JOSEF RNDr. CSc., PRAHA

(54) Způsob kvantitativního stanovení obsahu dvojmocné platiny
ve vodných roztocích

1

2

Vynález se týká způsobu kvantitativního stanovení dvojmocné platiny ve vodných roztocích, při kterém se k analyzovanému vzorku obsahujícímu $2,5 \times 10^{-6}$ až 5×10^{-4} platnatých iontů přidá, v prostředí 0,1 až 5 N kyseliny chlorovodíkové, 5×10^{-3} až $2,5 \times 10^{-2}$ M vodného roztoku (tris-fenantrolin) ferrikomplexu, načež takto vytvořené červené zbarvení komplexu železnatých iontů s 1,10-fenantrolinem se v rozmezí 0,01 až 60 minut po jeho vzniku stanoví fotometricky při vlnové délce 530 nm.

Vynález se týká způsobu kvantitativního stanovení malých koncentrací dvojmocné platiny ve vodných roztocích na bázi světelné absorpce analyzovaného roztoku. Přesněji řečeno, předmětem vynálezu je postup sloužící k zajištění nevelkých množství platnatých iontů v roztocích obsahujících vyšší valence platiny.

Ze světové literatury zabývající se metodami stanovení dvojmocné platiny v roztocích, obsahujících také vyšší valence platiny, jsou známy odměrné postupy, které používají vizuální nebo elektrometrickou indikaci bodu ekvivalence a které popsal J. Čihálek (Potenciometrie, ČSAV Praha 1961) a W. Kitt (Div. Dept. Sci. and Ind. Res. Rep. 2272. 1978). Jsou také známy fotometrické postupy založené na tvorbě barevného komplexu v přítomnosti redukčního prostředku, kterým může být kyselina askorbová, chlorid cínatý nebo kysličník siřičitý; tyto metody, které popsal M. Malát (Anorganická absorpční spektrofotometrie, Praha 1973) a O. G. Koch-Dedic a kol. (Handbuch der Spurenanalyse. Berlin 1974) mají však nevýhodu, že jsou nepoužitelné v přítomnosti platičtých iontů.

Dále jsou známy některé práce Y. Yamamota (K. Chem. Soc. Japan 88, 745. 1967) a jiných, zabývajících se reakcemi činidly na ionty čtyřmocné platiny v přítomnosti 1,10-fenantrolinu. Jejich nevýhodou je však buď nestabilita, nebo nízká citlivost, nebo malá druhová citlivost v přítomnosti iontů čtyřmocné platiny a zejména jejich nevhodnost pro kvantitativní analýzy dvojmocné platiny v přítomnosti organických látek.

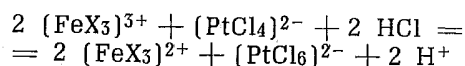
Až do současné doby nebyla ani známá ani popsaná metoda pro stanovení nízkých koncentrací dvojmocné platiny v nepřítomnosti redukčních prostředků a za přítomnosti výše než dvojmocných iontů platiny nebo organických látek.

Ukázalo se proto jako účelné a potřebné, aby byl vyřešen pracovní postup, který umožní i stanovení malých množství platiny ve vodných roztocích obsahujících mimoto i další anorganické nebo organické látky. Tento cíl je splněn vyřešením vynálezu, jehož předmětem je způsob kvantitativního stanovení obsahu dvojmocné platiny ve vodných roztocích, popřípadě obsahujících cizí nečistoty.

Podstatou vynálezu je postup, při kterém se k analyzovanému vzorku obsahujícímu platnaté ionty v koncentraci $2,5 \times 10^{-6}$ až 5×10^{-4} přidá v prostředí 0,1 až 5 N kyseliny chlorovodíkové, 5×10^{-3} až $2,5 \times 10^{-2}$ M vodného roztoku (tris-fenantrolin) ferrikomplexu, načež takto vytvořené červené zbarvení komplexu železnatých iontů s 1,10-fenantrolinem se v rozmezí 0,01 až 60 minut po jeho vzniku stanoví fotometricky při vlnové délce 530 nm.

Vynález je založen na poznatku, že intenzita červeného zbarvení (tris-fenantrolin)ferrikomplexu vzniklého reakcí iontů

dvojmocné platiny s ferriinem podle obecné rovnice



kde symbol X znamená 1,10-fenantrolin, je lineárně úměrná koncentraci platnatých iontů v rozmezí 1,0 až 250 mikrogramů v 50 mililitrech vodného roztoku.

Jestliže acidita roztoku je v rozmezí 0,1 až 5 N kyseliny chlorovodíkové nebo v rozmezí 0,5 až 5 N kyseliny sírové za přítomnosti 0,5 N chloridových iontů, zbarvení vytvořené bezprostředně po smíšení reakčních činidel je nezávislé na kyselosti prostředí. Vzniklé zbarvení roztoku je při normální teplotě místnosti stálé po dobu 60 minut; jestliže reakční nádoba je chráněna před světelným zářením, zamezí se tím také katalytické redukci ferriinu působením organických látek.

Postup podle tohoto vynálezu umožňuje, aby ve zkoumaných vzorcích byly stanoveny nízké koncentrace dvojmocné platiny v přítomnosti vyšších koncentrací čtyřmocné platiny, a to i v poměru 1:1000, a v přítomnosti nadměrně vysokých koncentrací některých organických látek jako jsou soli triglycinia v poměru až 1:10⁶. Citlivost této metody je podle potřeby možno ještě zvýšit. Tak například po přidání alkalického chloristanu lze červené zbarvení kvantitativně extrahovat do směsi nitrobenzenu a chloroformu v poměru 1:4.

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

Příklad 1

K roztoku obsahujícímu až 100 μg Pt^{2+} se přidá 5,0 ml kyseliny chlorovodíkové zředěné 1:1, objem roztoku se upraví destilovanou vodou na 15 ml, přidá se 2,5 ml roztoku ferriinu a vše se vpraví do odměrné baňky na 25 ml, která se doplní destilovanou vodou po značku.

Roztok ferriinu, modře zbarvený komplex železitých iontů s 1,10-fenantrolinem se připraví smísením 140 mg síranu železnatého kryst. nebo 71 mg chloridu železnatého tetrahydrátu s 260 mg 1,10-fenantrolinu v suché odměrné baňce na 100 ml, do které se přidá 5 ml kyseliny chlorovodíkové zředěné 1:1, obsah baňky se ředí na 70 ml destilovanou vodou. Po 30minutovém stání se přidávkem ceričité soli ve formě síranu zoxiduje červené zbarvení ferroinu v modré zbarvení ferriinu těsně pod bod ekvivalence, obsah baňky se doplní po značku a po promíchání se uloží v temnu nebo v obalu chráněném před vniknutím světla.

Intenzita červeného zbarvení se měří na spektrofotometru při vlnové délce 530 nm v časovém rozmezí 7 až 12 minut po smíse-

ní, a to ve srovnání s kontrolním vzorkem. Cejchovní křivka se sestrojí postupným odměřením roztoku platnaté soli obsahujícího $100 \mu\text{g Pt}^{2+}/\text{ml}$ do odměrných baněk na 25 mililitrů, a to v hodnotě odpovídající 0, 0,5 a 1,0 ml. Dále se postupuje stejně jako je uvedeno výše.

Příklad 2

Do dělicí nálevky na 125 ml se odpipetuje 50 ml vzorku obsahujícího nejvýše $100 \mu\text{g}$ platnaté soli, přidají se 2 ml kyseliny chlorovodíkové zředěné 1:1 a 5 ml roztoku ferriinu. Dále se přidá 1 ml 10% chloristanu amonného a 15 ml směsi nitrobenzen-chloroform v objemovém poměru 1:4 a za 2 minuty po přidání ferriinu se provede extrakce 30minutovým protřepáním. Oddělená dolní organická fáze se zfiltruje suchým filtrem do kyvety o délce 3 cm, a obsah kyvety se ihned proměří při vlnové délce 530 nm ve srovnání s vodou nebo čistou směsí chloroformu a nitrobenzenem. Cejchov-

ní křivka se sestrojí postupným odměřením standardního roztoku platnaté soli obsahujícího $100 \mu\text{g}/\text{ml}$ a dále tak jako je uvedeno v předchozím příkladě 1.

Příklad 3

Při stanovení dvojmocné platiny v organických materiálech například v síranu triglycinia se do suché 25 ml odměrné baňky odváží 100 mg rozdrčeného vzorku, přidá se 0,2 ml kyseliny chlorovodíkové zředěné 1:1 a objem roztoku se destilovanou vodou upraví na 20 ml. Přidá se 2,5 ml roztoku ferriinu, baňka se destilovanou vodou doplní po značku a promíchá. Obsah baňky se změní přesně za 30 sekund po přidání ferriinu na spektrofotometru v 5cm kyvetě při vlnové délce 530 nm a porovná se s kontrolním vzorkem prostým triglycinia, který je stálý pouze 8 minut. Cejchovní křivka se sestrojí stejným způsobem jako je uvedeno v příkladech 1 a 2.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob kvantitativního stanovení obsahu dvojmocné platiny ve vodných roztocích, vyznačený tím, že se k analyzovanému vzorku obsahujícímu $2,5 \times 10^{-6}$ až 5×10^{-4} platnatých iontů přidá v prostředí 0,1 až 5 N kyseliny chlorovodíkové, 5×10^{-3} až $2,5 \times$

$\times 10^{-2}$ M vodného roztoku (tris-fenantrolin) ferrikomplexu, načež takto vytvořené červené zabarvení komplexu železnatých iontů s 1,10-fenantrolinem se v rozmezí 0,01 až 60 minut po jeho vzniku stanoví fotometricky při vlnové délce 530 nm.