



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2012133980/15, 07.08.2012

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
07.08.2012

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 07.08.2012

(45) Опубликовано: 27.02.2014 Бюл. № 6

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: PŘÍVIL R. et. al. Coll. Czech. Chem. Comm., 1951, - v.16, p.80-84. RU 2382355 C1, 20.02.2010. RU 2383014 C1, 27.02.2010. SU 136589 A1, 01.01.1969. SU 1303924 A1, 15.04.1987. SU 320767 A1, 11.03.1972. SU 162701 A1, 08.05.1964. CN 102012391 A, 13.04.2011.

Адрес для переписки:

656049, г.Барнаул, пр. Ленина, 61, Алтайский
государственный университет, отдел
инновационного развития и охраны
интеллектуальной собственности

(72) Автор(ы):

**Чеботарев Виктор Константинович (RU),
Терентьев Роман Александрович (RU),
Пасека Александра Евгеньевна (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

**Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего
профессионального образования
"Алтайский государственный университет"
(RU)**

(54) СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА

(57) Реферат:

Изобретение относится к аналитической химии и может быть использовано для определения цинка (II) в технических и природных объектах. Способ заключается в потенциометрическом титровании пробы

комплексом (III) с индикаторным электродом из металлического висмута с буферным раствором при pH 4,1 - 9,0. Достигается упрощение, а также - повышение точности и безопасности анализа. 2 табл., 1 ил.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
G01N 31/16 (2006.01)
G01N 27/26 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21)(22) Application: **2012133980/15, 07.08.2012**

(24) Effective date for property rights:
07.08.2012

Priority:

(22) Date of filing: **07.08.2012**

(45) Date of publication: **27.02.2014 Bull. 6**

Mail address:

**656049, g.Barnaul, pr. Lenina, 61, Altajskij
gosudarstvennyj universitet, otdel
innovacionnogo razvitija i okhrany
intelektual'noj sobstvennosti**

(72) Inventor(s):

**Chebotarev Viktor Konstantinovich (RU),
Terent'ev Roman Aleksandrovich (RU),
Paseka Aleksandra Evgen'evna (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federal'noe gosudarstvennoe bjudzhetnoe
obrazovatel'noe uchrezhdenie vysshego
professional'nogo obrazovanija "Altajskij
gosudarstvennyj universitet" (RU)**

(54) **METHOD OF DETERMINING ZINC**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: method involves potentiometric titration of a sample with complexon (III) with an indicator electrode made of bismuth metal with a

buffer solution at pH 4.1-9.0.

EFFECT: easier, more accurate and safer analysis.

2 tbl, 1 dwg

RU 2 508 539 C1

RU 2 508 539 C1

Изобретение относится к аналитической химии, а именно для определения концентраций цинка (II) в различных объектах, в частности сплавах и растворах для гальванического покрытия, а также в медицинских препаратах.

Известен способ (аналог) комплексонометрического определения цинка в растворе путем его титрования комплексоном (III) с использованием металлоиндикаторов, представленный рядом методик, использующих в качестве органического индикатора различные вещества и смеси, такие как эриохром черный Т, мурексид, пирокатехиновый фиолетовый, цинкон, смесь комплексоната меди(II) и ПАН и прочие. [Liteanu C., Murgu G., Beitrage zur komplexometrischen bestimmung von kationengemischen // Z. Anal. Chem., 1960. - Vol.175. - P.1-4; Ashton A.A. Titrimetric microdetermination of copper and zinc. with edta // Analytica Chimica Acta 1963. - Vol.28. - P.296-298; Ringbom A., Pensar G., Wahlinen E. A complexometric titration method for determining calcium in the presence of magnesium // Anal. Chim. Acta 1958. - Vol.19. - P.525-531; Flashka H., Abdine H. Mikrotitrationen mit dthylendiamintetraessigsaeure. XV 1-(2Pyridyl-azo)-2-naphthol als komplexometrischer indikator // Microchimica Acta, 1956. - Vol.44. - P.770-777]. Данные способы позволяют определять цинк(II) в растворах при его содержании до 250 мкг/мл.

К недостаткам представленных методик с визуальным контролем конечной точки титрования является сложность регистрации последней в мутных или окрашенных посторонними ионами растворах и побочные реакции металлоиндикатора.

Из известных технических решений наиболее близким (прототипом) по назначению и технической сущности к заявляемому объекту является потенциометрический способ определения цинка на ртутном микроэлектроде [Pribil R., Kondela Z., Matyska B. Use of complexones in chemical analysis. XIII. Potentiometric determination of certain cations by means of "complexone III" solutions // Coll. Czech. Chem. Comm., 1951. - Vol.16, p.80-84]. Для применения используется потенциометрическое обратное титрование нитратом ртути (II) при добавлении в ячейку соответствующего комплексоната ртути (II).

К недостаткам данного способа (прототипа) можно отнести:

- несоответствие требованиям «зеленой химии» в связи с использованием металлической ртути и ее солей;

- необходимость введения дополнительного реагента (комплексоната ртути (II));
- увеличение ошибки и времени анализа из-за применения обратного титрования;
- использование различных способов определения точки эквивалентности на потенциометрической кривой в зависимости от определяемого иона

Сущность изобретения.

Способ определения цинка заключается в прямом потенциометрическом титровании в ацетатном буферном растворе при рН от 4,1-9,0 с индикаторным электродом из металлического висмута.

Предлагаемый способ устраняет недостатки прототипа

- прямое титрование цинка в ацетатном буферном растворе,
- электрод из металлического висмута, не требующий введения ртути и ее соединений,
- точка эквивалентности находится на пике дифференциальной кривой титрования.

Осуществление способа.

Определению цинка по заявляемому способу не мешает наличие в растворе таллия(I), щелочных и щелочноземельных металлов, содержание которых может превышать содержание цинка в растворе на порядок и более. Ионы меди(II), свинца(II), олова(II), кобальта(II), никеля(II), кадмия(II), галлия(III), хрома(III) и

алюминия(III) титруются совместно с цинком и должны быть удалены любым из известных способов. Наличие в растворах железа (III) и серебра даже в небольших количествах делают анализ невозможным вследствие окисления поверхности индикаторного электрода. Галогениды в анализируемом растворе могут привести к образованию нежелательных соединений с материалом электрода и должны быть удалены.

Собирают гальваническую цепь, состоящую из высокоомного потенциометра, хлоридсеребряного электрода сравнения, индикаторного электрода из металлического висмута в ячейке для титрования и соединительного электролитического мостика (ключа), заполненного насыщенным раствором нитрата калия. Нитрат калия в данном способе заменяет собой хлорид калия во избежание образования оксохлорида висмута (III) на поверхности висмутового электрода. Индикаторный электрод выбирают с наибольшей площадью поверхности для получения максимального отклика и зачищают от окислов фильтровальной бумагой. Азотнокислый или серноокислый анализируемый раствор, содержащий 0,14-7,0 мг цинка на каждые 10 мл, помещают в ячейку для титрования, нейтрализуют ацетатом натрия и вводят 0,1 мл 1М ацетатного буферного раствора с рН 4,1-7,0 или 0,1 мл 1 М раствора ацетата натрия. Максимальные скачки потенциала в точке эквивалентности достигают при рН раствора 5,0-9,0.

Определение цинка проводят следующим образом. Титруют пробу из микробюретки 0,001-0,05 моль/л раствором комплексона (III) большими порциями, ожидая установления потенциала в каждой точке не менее 1 минуты. Точка эквивалентности соответствует потенциалу середины скачка на интегральной кривой потенциала или пику на дифференциальной кривой. Скачки потенциала составляют от 20 до 45 мВ, но прослеживаются очень четко, так как вблизи точки эквивалентности в процессе титрования потенциал практически не изменяется. Вид интегральной и дифференциальной кривой потенциометрического титрования цинка (II) комплексона(III) при рН 7,2 показывает (Фиг.1).

Анализируют не менее трех различных аликвот, рассчитывают содержание цинка в образце и проводят статистическую обработку данных. Контрольные определения цинка проводят в различных ацетатных буферных смесях, исследования ведут при рН 3,5-9,0. В табл.1 приведены экспериментальные результаты зависимости величины скачка потенциала от рН раствора. Как видно из табл.1, при значениях рН 3,5-9,0 ошибки определения цинка не превышают 1%. Наибольшие скачки потенциала в точке эквивалентности при определении цинка, наибольшая чувствительность и точность достигается при значениях рН от 5,0 до 9,0.

Контрольные определения проводят при различных концентрациях цинка(II) в пробе. Табл.2 показывает, что способ позволяет определить содержание цинка (II) в исходном растворе 14-708 мкг/мл с ошибкой до 1%.

рН р-ра	Введено, мг	Найдено, мг	Величина скачка потенциала, мВ	Ошибка, %
3,6	17,71	-	-	- *
4,1	17,71	17,90	20	-1,07
4,4	17,71	17,74	35	-0,17
4,7	17,71	17,74	35	-0,17
5,0	17,71	17,74	40	-0,17
7,2	17,71	17,81	40	-0,56

9,0	17,71	17,74	45	-0,17
- * - Скачка потенциала в точке эквивалентности не наблюдается				

5

					Таблица 2
Контрольные определения цинка (II) (объем раствора 25 мл, температура 25°C, время 5-10 мин, рН=7,2, число параллельных определений 3)					
Введено, мг	Найдено, мг	Опр. конц., моль/л	Опр. конц., мкг/мл	Скачок потенциала, мВ	Ошибка, %
17,70	17,65	$1,083 \times 10^{-2}$	708,0	60	0,28
8,851	8,864	$5,417 \times 10^{-3}$	359,0	35	-0,1
2,655	2,660	$1,625 \times 10^{-3}$	106,2	35	-0,1
1,770	1,765	$1,083 \times 10^{-3}$	70,80	35	0,28
0,8851	0,8866	$5,420 \times 10^{-4}$	35,90	35	-0,1
0,3541	0,3522	$2,170 \times 10^{-4}$	14,16	20	0,54

15

Формула изобретения

Способ определения цинка, включающий потенциометрическое титрование, отличающийся тем, что в процессе прямого титрования в ацетатном буферном растворе при рН от 4,1 до 9,0 используют индикаторный электрод из металлического висмута.

25

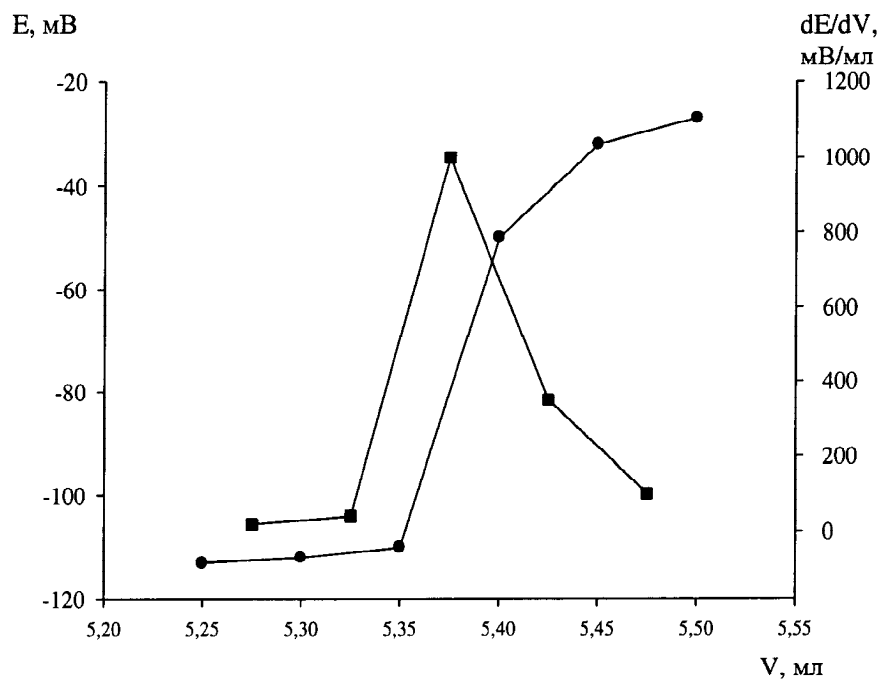
30

35

40

45

50



Вид интегральной и дифференциальной кривой
потенциометрического титрования цинка (II) комплексон(III) при рН 7,2
Фиг. 1