



СОЮЗ СОВЕТСКИХ СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ РЕСПУБЛИК

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

АВТОРСКОЕ СВИДЕТЕЛЬСТВО

№ 1270694

На основании полномочий, предоставленных Правительством СССР, Государственный комитет СССР по делам изобретений и открытий выдал настоящее авторское свидетельство на изобретение:

"Способ определения мышьяка (✓)"

Автор (авторы): Шафран Леонид Моисеевич, Шепелина Светлана Ивановна, Рыбалка Валерий Борисович и Лобуренко Александр Петрович

Заявитель: ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ АН УССР И ФИЛИАЛ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОГО ИНСТИТУТА ГИГИЕНЫ ВОДНОГО ТРАНСПОРТА

Заявка №

3786793

Приоритет изобретения

1 сентября 1984 г.

Зарегистрировано в Государственном реестре изобретений СССР

15 июля 1986 г.

Действие авторского свидетельства распространяется на всю территорию Союза ССР.

Председатель Комитета

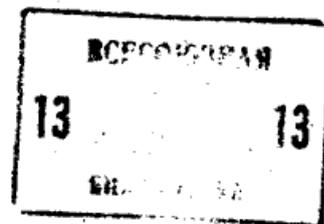
Начальник отдела



(51)4 G 01 N 31/22

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ



(21) 3786793/23-26

(22) 01.09.84

(46) 15.11.86. Бюл. № 42

(71) Физико-химический институт
АН УССР и Филиал Научно-исследова-
тельского института гигиены водного
транспорта

(72) Л.М.Шафран, С.И.Шепелина,

В.Б.Рыбалка и А.П.Лобуренко

(53) 543.062(088.8)

(56) Бирюк Е.А. и др. Пирокатехин,
его производные и основные красители
как реагенты для экстракционно-фото-
метрического определения таллия. Сб.
Физико-химические методы анализа,
Горький, 1981, с. 31 - 34.

Пилипенко А.Т. Органические реак-
тивы в неорганическом анализе. Киев,
Высшая школа, 1972, с. 185.

Kiyooki K., Shoji M., Kuoyi F.
Спектрофотометрическое определение
мышьяка (V) экстракцией с производ-
ными пирокатехина и катионными краси-
телями. - Бунсэки Кагаку, 1977, т.26,
№ 9, с. 609 - 614.

(54) СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЫШЬЯКА (V)

(57) Изобретение относится к спосо-
бу определения мышьяка, может быть
использовано в химической промыш-
ленности и позволяет повысить чувст-
вительность и ускорить время анали-
за. К анализируемому раствору добав-
ляют концентрированную азотную кис-
лоту (1-2 капли), упаривают его, а
затем вводят $1,0 \cdot 10^{-2}$ М раствор тет-
рабромпирокатехина и повторно упари-
вают. К сухому остатку добавляют
 10^{-3} М водный раствор роданина бЖ,
0,2 М аммиачно-ацетатный буфер (рН
5,0), толуол и экстрагируют. Затем
фотометрируют органический слой. Со-
держание мышьяка находят по калибро-
вочному графику. 1 табл.

Изобретение относится к аналитической химии, а именно к методам спектрофотометрического определения мышьяка, и может быть использовано при аналитическом контроле мышьяка, например, мышьяк - органических пестицидов в аэрозолях.

Цель изобретения - повышение чувствительности и ускорение анализа.

Пример. К 10 мл анализируемого раствора, содержащего 5 мкг мышьяка (V) и в качестве индифферентного электролита 11 мг хлорида натрия, прибавляют 1 - 2 капли концентрированной азотной кислоты и упаривают раствор в кварцевой чашке на песчаной бане досуха, затем прибавляют 1 мл $1,0 \cdot 10^{-2}$ М раствора тетрабромпирокатехина и повторяют упаривание

(продолжительность 3 - 5 мин). Сухой остаток после добавления 4 мл дистиллированной воды и 1 мл 10^{-3} М водного раствора роданина бЖ переносят в делительную воронку (емкостью 20 мл), добавляют 0,5 мл 0,2 М аммиачно-ацетатного буфера (рН 5,0), 5 мл толуола и экстрагируют образующийся ионный ассоциат в течение 3 мин. Содержимое делительной воронки центрифугируют 1 мин при 8000 об/мин и фотометрируют органический слой при 545 нм на спектрофотометре. Содержание мышьяка находят по калибровочному графику.

В таблице приведены данные сравнительного анализа предлагаемого способа и прототипа.

Параметры	Способ	
	Прототип	Предлагаемый
Разложение проб сожжением в атмосфере кислорода по Шенигеру		
Найдено As (V), мкг	$14,0 \pm 2,20$	$14,5 \pm 1,95$
Sr (n 5; p 0,95)	0,126	0,109
Относительная ошибка, %	15,7	13,5
Упаривание с производными пирокатехина, мин	30 - 40	10 - 12
Экстракция, мин	60	3
Время, затрачиваемое на определение As (V) в 2-х пробах по 5 параллельным (без учета времени разложения проб), мин	3,5	1,0

Разложение проб "мокрым" озолением смесью серной и азотной кислот

Найдено As (V), мкг	$4,8 \pm 0,73$	$4,3 \pm 0,82$
Sr (n 5, p 0,95)	0,124	0,153

Параметры	Способ	
	Прототип	Предлагаемый
Относительная ошибка, %	15,4	19,0
Упаривание досуха с производным пирокатехина, t, мин	30 - 40	10 - 15
Экстракция, t, мин	60	3
Время, затрачиваемое на определение As (V) в 2-х пробах по 5 параллельным, ч (без учета времени разложения проб)	3 - 3,5 ч	До 1 ч

Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

Способ определения мышьяка (V), включающий его перевод в комплексное соединение с органическим реагентом из класса производных пирокатехина, экстракцию образующегося комплекса толуолом в присутствии катионного

красителя и последующее фотометрирование экстракта, отличающийся тем, что, с целью повышения чувствительности и ускорения анализа, в качестве органического реагента используют тетрабромпирокатехин, а катионного красителя - родамин 6Ж.

Редактор Н.Киштулинец Составитель Г.Цой
 Техред Л.Олейник Корректор Г.Решетник

Заказ 6237/47

Тираж 778

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР
 по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-полиграфическое предприятие, г. Ужгород, ул. Проектная, 4.