

MARIAN KOWALCZYK

Katedra Chemii Nieorganicznej

SPEKTROFOTOMETRYCZNA METODA OZNACZANIA  
ŚLADOWYCH ILOŚCI MIEDZI W METALICZNYM ANTYMONIE

Jednym z najczęściej stosowanych obecnie odczynników do oznaczania miedzi jest dwuetylodwutiokarbaminian sodu zwany również w skrócie Na-DDTK [1]. W środowisku amoniakalnym, w obecności cytrynianu amonowego, winianu amonowego i wersenianu dwusodowego odczynnik ten tworzy z jonami miedzi żółtobrazowy trudno rozpuszczalny osad, łatwo ekstrahujący się organicznymi rozpuszczalnikami, takimi jak  $\text{CHCl}_3$ ,  $\text{CCl}_4$  i inne [2]. Dodatek wersenianu sodowego, cytrynianu amonowego oraz winianu amonowego konieczny jest dla zamaskowania przeszkadzających jonów [3,4].

Oznaczenie miedzi w roztworach soli antymonu możliwe jest po uprzednim utlenieniu jonów Sb(III) do Sb(V) [4] i związaniu ich w trwałe kompleksy przy pomocy jonów winianowych w celu uniknięcia tworzenia trudno rozpuszczalnych produktów hydrolizy. W przypadku oznaczania mikrośladów miedzi w większych odważkach antymonu, duża ilość winianu amonowego w analizowanym roztworze może być przyczyną błędów oznaczania. Z tych powodów dla uniknięcia wprowadzenia dużych ilości winianu amonowego w opracowanej metodzie, miedź oznacza się po uprzednim usunięciu podstawowego składnika antymonu w postaci lotnych związków z halogenami. W tym celu drobno sproszkowany metal roztwarza się w mieszaninie  $\text{HCl} + \text{Br}_2$ , uzyskany roztwór odparowuje się do sucha kilkakrotnie z kwasem solnym, suchą pozostałość roztwarza na gorąco w kwasie solnym. Do uzyskanego roztworu dodaje się kilka kropel 6% roztworu  $\text{KBrO}_3$  w celu utlenienia jonów antymonowych oraz winianu amonowego i wersenianu dwusodowego, a następnie amoniaku do odczynu alkalicznego. Na-DDTK dodaje się po 30 min. Utworzony kom

pleks miedziowy ekstrahuje się dwukrotnie 4 ml  $\text{CHCl}_3$  i ekstrakty organiczne zbiera się w suchych kolbkach poj. 10 ml. Po dopełnieniu kolbek do kreski chloroformem mierzy się absorpcje roztworu wobec roztworu "ślepej próby" jako odnośnika. Zawartość miedzi w badanej próbce odczytuje się z krzywej wzorcowej uzyskanej na podstawie pomiarów absorpcji chloroformowych roztworów o znanej zawartości miedzi.

Ekstrakcja kompleksu miedziowego małą objętością rozpuszczalnika organicznego oraz pomiar absorpcji roztworu przy zastosowaniu mikrokiuwet o grubości warstwy absorbującej 5 cm, pozwala na oznaczenie  $0,1 \mu\text{g Cu}$  w badanej próbce.

Pomiary absorpcji wykonano przy użyciu uniwersalnego spektrofotometru VSU-1 f-my Zeiss.

#### LITERATURA

- [1] Sandell E.B.: Colorimetric Determination of Traces of Metals, New York 1959, 442.
- [2] Picotti M., Baldassi G.: Mikrochemie, 30, 77 (1942).
- [3] Šedivec V., Vašak V.: Chem. Listy, 44, 103 (1950).
- [4] Claassen A., Bastings L.: Z.anal.Chem., 153, 30 (1956).