

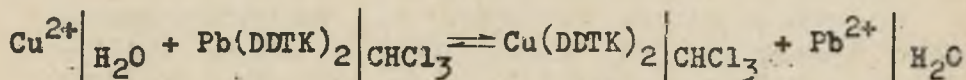
KONRAD OGIÓŁDA, JAN KULIK, TADEUSZ PUKAS

Katedra Chemii Nieorganicznej

SZYBKA SPEKTROFOTOMETRYCZNA METODA OZNACZANIA
ŚLADOWYCH IŁOŚCI MIEDZI W METALICZNEJ CYNIE
DWUETYLODWUTIOKARBAMINIANEM OŁOWIU

Dwuetylodwutiokarbaminian ołowiu - $Pb(DDTK)_2$ zastosowali po raz pierwszy do oznaczania miedzi Sedivec i Vasak [1, 2] w 1951 r.

W metodzie tej, opartej na reakcji:



cytrynianowo-amoniakalny roztwór zawierający jony miedzi wytrząsa się z chloroformowym roztworem $Pb(DDTK)_2$. Do fazy organicznej oprócz Cu^{2+} przechodzą tylko jony metali, których DDTK w podanych warunkach są trwalsze od $Pb(DDTK)_2$, a mianowicie Hg^{2+} , Ag^+ , Bi^{3+} i Tl^{3+} .

Dokładne studia nad wpływem obcych jonów przy oznaczaniu miedzi $Pb(DDTK)_2$ w roztworze cytrynianowo-amoniakalnym przeprowadzili Classen i Bastings [3], natomiast Kreimer i Butykin [4] oraz Adamiec [5] wskazali na możliwość zastosowania tego odczynnika w roztworze kwaśnym.

Przy oznaczaniu miedzi, jak również innych domieszek w metalicznej cynie, najczęściej roztwarza się próbkę metalu w mieszaninie kwasu bromowodorowego i ciekłego bromu [6]. Nadmiar mieszaniny roztwarzającej oraz powstały $SnBr_4$ oddestylowuje się przez ogrzewanie do sucha na łaźni wodnej lub piaskowej. Czas potrzebny do przygotowania roztworu wynosi 3-4 godz.

W opracowanej metodzie dla skrócenia czasu analizy zastosowano uproszczony sposób rozpuszczania metalu w mieszaninie kwasu solnego i azotowego. Po wygotowaniu tlenków azotu i rozcieńczeniu wodą oznaczano miedź bezpośrednio w otrzymanym roztworze.

Ustalono warunki ekstrakcji miedzi oraz wpływ obcych jonów na wyniki oznaczenia. Stwierdzono, że cyna w ilościach nie większych od 3g oraz kwas solny w zakresie stężeń 1-5 moli/litr nie wywiera istotnego wpływu na uzyskiwane wyniki.

Jony As^{3+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Sb^{3+} w ilościach 1000 μg oraz jony Ag^+ , Bi^{3+} , Fe^{3+} , Tl^{3+} w ilościach 100 μg nie przeszkadzają w oznaczeniu 5 μg Cu^{2+} w roztworze zawierającym 1g Sn oraz kwas solny o stężeniu 1 mol/litr. We wszystkich oznaczeniach stosowano jednorazową ekstrakcję miedzi 10 ml $5 \cdot 10^{-4}$ molarnego roztworu $Pb(DDTK)_2$ w czterochlorku węgla. Czas kontaktu faz wynosił 4 min. a objętość fazy wodnej ok. 30 ml.

Pomiarów absorpcji dokonywano na spektrofotometrze VSU-1 f-my Zeiss, przy długości fali $\lambda = 436 m$, w kiuwetach o grubości warstwy $l = 2$ cm względem roztworu odczynnika.

Opracowaną metodą oznaczono miedź w kilku próbkach cyny o zawartościach 10^{-2} - $10^{-4}\%$ Cu.

Czas wykonania pojedynczego oznaczenia wynosił około 40 min., zaś powtarzalność uzyskiwanych wyników 5-10%.

LITERATURA

- [1] Marczenko Z.: Odczynniki organiczne w analizie nieorganicznej, Warszawa (1959).
- [2] Sedivec V., Vasak V.: Chem.Listy, 45, 435 (1951).
- [3] Classen A., Bastings L.: Z.anal.Chem., 153,30(1956).

- [4] Kreimer S.E., Butylkin L.P.: Zawod.Lab., 24, 131 (1958).
- [5] Adamiec I.: Rudy i Metale Nieżelazne, 10, 409 (1960).
- [6] Ivantschaft G.: Das Dithizon und seine Anwendung in der Mikro- und Spurenanalyse, Weinheim (1958).