



Республика Таджикистан

(19) **TJ** (11) **296**

ГОСУДАРСТВЕННОЕ ПАТЕНТНОЕ
ВЕДОМСТВО

(51) **7 G01N 21/78**

(12) **Описание изобретения** К ПАТЕНТУ

1

2

(21) 97000502

(22) 16.12.97

(46) 30.03.2001 Бюл. № 21

(72) Рустамов Сухроб, Кимсанов Бури Хакимович, Каримов Махмадкул Бобоевич, Муспахиддинова Наргис (TJ)

(71)(73) Таджикский государственный национальный университет (TJ)

(56) Бимиш В.Ф. Аналитическая химия благородных металлов. Часть 2. М.: "Мир", 1969.

(54) СПОСОБ СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОСМИЯ

(57) Изобретение относится к области аналитической химии, к спектрофотометрическому определению осмия.

Целью изобретения является повышение чувствительности и точности определения осмия. В качестве органического фотометрического реагента используют 5(3'-изопропокси-2'-оксипропилтио)-2-амино-1,3,4-тиадизол, который дает возможность определять осмий в присутствии большого количества неблагородных металлов.

Поставленная цель достигается введением анализируемого раствора осмия (VI) в раствор 1 н. H_2SO_4 и добавлением к полученному раствору 1 мл 5%-ного водного раствора указанного органического реагента с образованием ярко-красного раствора.

Количественную регистрацию осуществляют спектрофотометрическим методом, путем измерения оптической плотности раствора при длине волны $\lambda=520$ нм, по истечении 10 мин. после проведения фотометрической реакции.

Определению осмия (VI) с помощью органического реагента мешает присутствие в анализируемом ионов кобальта (II), мешающее действие которого устраняется его отделением от осмия (VI), путем введения в раствор 5 мл соли железа (0,01 моль $FeCl_3$) и осаждением $Fe(OH)_3$ постепенным добавлением разбавленного раствора NaOH при pH=13. При этом кобальт (II) соосаждается с $Fe(OH)_3$ и переходит в твердую фазу, а осмий (VI) остается в анализируемом растворе.

Изобретение относится к области аналитической химии, а более конкретно к спектрофотометрическому определению осмия.

Известен спектрофотометрический способ определения осмия с помощью тиомочевина [1] с некоторыми общими признаками с заявляемым изобретением. К совпадающим признакам относятся: определения осмия проводится из сернокислых растворов 0,2-6 н. H_2SO_4 при комнатной температуре образование ярко-красного соединения с близкими спектрами поглощения устойчивость в раствора течение более 10 суток. Чувствительность определения осмия (VI) с помощью тиомочевина равно 0,2 мкг/мл, интервал определяемых концентраций 0,2-20 мкг/мл.

Однако, при определении осмия с известным реагентом не достигается высокой избирательности и чувствительности анализа. Кроме того, затрудняется определение осмия из солянокислых и азотнокислых растворов. Определению осмия мешают присутствие в растворе палладия, рутения, меди (II), железо (III), платина (IV), а также SiI^- , BrI^- , I^- , NO_3^- .

Целью изобретения является повышение чувствительности и точности определения осмия. В качестве органического фотометрического реагента используют 5(3'-изопропокси-2'-оксипропилтио)-2-амино-1,3,4-тиадизол дающего возможность определить осмий в присутствии превосходящего количества благородных металлов.

Поставленная цель достигается введением анализируемого раствора осмия (VI) в раствор 1 н. H_2SO_4 и добавлением к полученному раствору 1 мл 5%-ного водного раствора указанного органического реагента с образованием ярко-красного раствора.

Количественную регистрацию осуществляют спектрофотометрическим методом, путем измерения оптической плотности раствора при длине волны $\lambda=520$ нм, по истечение 10 мин. после проведения фотометрической реакции.

Определению осмия (VI) с помощью органического реагента мешает присутствие в анализируемом растворе ионов кобальта (II), действие которого устраняется отделением его от осмия (VI), путем введения в раствор 5 мл соли железа (0,01 моль $FeCl_3$) и осаждением $Fe(OH)_3$ при постепенным добавлением разбавленного раствора $NaOH$ $pH=13$. При этом кобальт (II) соосаждается с $Fe(OH)_3$ и переходит в твердую фазу, а осмий (VI) остается в анализируемом растворе.

Пример 1. Анализируемый раствор, содержащий осмий (VI), помещают в колбу на 50 мл, добавляют серную кислоту до кислотности 1 н. и 1 мл 5%-ного раствора 5(3'-изопропокси-2'-оксипропилтио)-2-амино-1,3,4-тиадизола и доводят водой до метки. Полученный раствор тщательно перемешивают и через 10 мин. измеряют оптическую плотность при 520 нм. Содержание осмия (VI) находят по калибровочному графику.

Пример 2. Для определения осмия (VI) в присутствии кобальта (II), к анализируемому раствору добавляют 5 мл 0,01 М раствор хлорида железа (III) и до достижения $pH=13$ к раствору постепенно добавляют 2 н. $NaOH$. При этом в осадок выпадает $Fe(OH)_3$, который с собой захватывает ионы кобальта (II). Через 30 мин. отделяют раствор от осадка с помощью бумажного фильтра и в полученном фильтрате производят спектрофотометрическое определение осмия (VI). Способ позволяет определить осмия (VI) в среде 0,2-6,0 н. по серной, соляной и азотной кислот в присутствии миллиграммовых количеств благородных и неблагородных металлов. Чувствительность определения 0,06 мкг/мл. Точность определения 5%, интервал определяемых концентраций 0,06-30 мкг/мл.

Мешающее влияние кобальта (II) на спектрофотометрическое определение осмия (VI) устраняется путем его соосаждения с $Fe(OH)_3$ при $pH=13$.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ спектрофотометрического определения осмия (VI) с помощью органических реагентов, *отличающийся* тем, что в качестве органического реагента используют 5(3'-изопропокси-2'-оксопропилтио)-2-амино-1,3,4-тиодиазол.

2. Способ по п.1, *отличающийся* тем, что отрицательное влияние кобальта (II)

устраняют путем добавления в анализируемый раствор 0,01 М раствора хлорида железа (III) и 2 М раствора натриевой щелочи до достижения pH=13-14, при этом образовавшийся гидроксид железа (III) выпадает в осадок, захватывая ионы кобальта.