



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

(11) 922075

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(61) Дополнительное к авт. свид-ву -

(22) Заявлено 10.07.80 (21) 2989434/23-26

(51) М. Кл.³

с присоединением заявки № -

C 01 F 17/00
G 01 N 31/22

(23) Приоритет -

Опубликовано 23.04.82. Бюллетень № 15

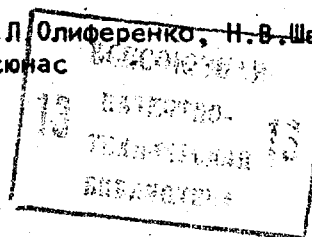
(53) УДК 546.662:
:543.257.5
(088.8)

Дата опубликования описания 23.04.82

(72) Авторы
изобретения

З.А.Галлай, Н.М.Шейна, Г.П.Олиференко, Н.В.Шведене
и Е.Н.Стасюнас

(71) Заявитель



(54) СПОСОБ АМПЕРОМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГАДОЛИНИЯ

1

Изобретение относится к аналитической химии, конкретно к способам определения гадолиния амперометрическим титрованием с использованием органических реагентов.

Известны способы амперометрического определения гадолиния с использованием органических реагентов. Например, известен способ амперометрического титрования гадолиния этилендиаминтетрауксусной кислотой с использованием соли двухвалентного железа в качестве индикатора [1].

Однако указанный способ обладает низкой селективностью и позволяет определять гадолиний только в чистых растворах. Кроме того, способ осложнен необходимостью удаления растворенного кислорода из титруемого раствора и необходимостью контроля за отсутствием окислителей, а также трудностью выбора концентрации электрохимического индикатора.

2

Известно также амперометрическое определение гадолиния этилендиаминтетрауксусной кислотой на установке с танталовым вращающимся электродом и с использованием двух платиновых электродов [2].

Известно титрование гадолиния этилендиаминтетраметилфосфоновой кислотой на двух платиновых электродах в среде безводной уксусной кислоты [3].

Способы пригодны для определения гадолиния лишь в чистых растворах.

Наиболее близким к изобретению по технической сущности и достигаемому результату является способ амперометрического определения гадолиния с использованием в качестве органического реагента диэтилентриаминпентауксусную кислоту ДТПА. Способ основан на реакции образования комплексного соединения ДТПА с гадолинием. Конечную точку титрования определяют по току окисления избыт-

ка реагента при анодной поляризации индикаторного электрода. Способ позволяет определять 0,5-60 мкг/мл гадолиния с относительным стандартным отклонением менее 1% [4].

Однако в одних и тех же условиях с помощью ДТПА можно титровать рядом с гадолинием Zn, Cd, PЗЭ (La, Nd, Y), что свидетельствует о низкой селективности данного способа и делает невозможным определение гадолиния в сложных объектах. Кроме того, оптимальные условия комплексобразования не совпадают с оптимальными условиями протекания электрохимической реакции, что приводит к необходимости использования трудоемкого расчетного метода определения конечной точки титрования в отличие от обычно применяемого графического метода.

Предлагаемый карбидотанталовый электрод, который можно применять во всем интервале pH, пригодном для титрования гадолиния, малодоступен по сравнению с платиновым и графитовым электродами, обычно используемыми в амперометрии.

Цель изобретения - повышение селективности определения гадолиния.

Поставленная цель достигается способом амперометрического определения гадолиния, включающим титрование исследуемого раствора органическим реагентом (комплексобразователем), при этом, в качестве реагента используют N-д-нитроцианнамоилфенилгидроксиламин.

Титрование анализируемого раствора гадолиния проводят стандартным раствором реагента в этаноле. Титр раствора вычисляют исходя из постоянного молярного соотношения N-д-нитроцианнамоилфенилгидроксиламина к гадолинию, равного 3:1. В качестве фона используют буферные растворы с pH 6,3-7,5, при потенциале графитового вращающегося микроэлектрода 0,7 В (нас.к.э.).

Данный способ позволяет определять 1-100 мкг/мл гадолиния. Относительное стандартное отклонение не превышает 2% при числе параллельных определений, равном 5. Определению гадолиния не мешают следующие элементы в весовых отношениях (Gd:Э):

K, Na (1:10000); Ca, Ba (1:300); Mg (1:500); Al (1:60); Fe (III) (1:3); Pb (II) (2:1); Cr (III) (2:1); Y (2:1);

La (2:1); Eu (3:1); Dy (2:1); Pr (1:1); Tb (2:1).

Пример. Определение гадолиния в люминофорах на основе Ca_2O_3 , $\text{Ca}_2\text{O}_2\text{S}$, активированных Eu и Tb (1-10%).

Навеску люминофора растворяют при нагревании в 7 мл царской водки, упаривают полученный раствор приблизительно до 1 мл, переносят водой в мерную колбу на 100 мл, доводят содержимое колбы до метки водой и перемешивают. Аликвотную часть раствора, содержащую от 0,05 до 0,15 мг гадолиния, переносят в стакан для титрования, прибавляют буферный раствор с pH 6,5 до общего количества 10 мл. Опускают в стакан графитовый электрод и электрод сравнения, налагают на графитовый электрод потенциал 0,7 В и титруют 0,01 M этанольным раствором N-д-нитроцианнамоилфенилгидроксиламина, фиксируя конец титрования по току окисления избытка реагента. После графического определения конечной точки титрования рассчитывают содержание гадолиния (С) в навеске по формуле

$$C = \frac{T \cdot v \cdot V}{\alpha \cdot V_d} \cdot 100\%,$$

где T - титр раствора ДТПА по гадолинию, мг/мл;

v - объем колбы, мл;

V_d - объем аликвоты, мл;

V - объем раствора ДТПА, затраченный на титрование, мл;

α - навеска образца, мг.

Изобретение позволяет определять гадолиний в широком интервале концентраций с высокой селективностью, в частности в присутствии соизмеримых количеств ряда PЗЭ и может быть использовано для определения гадолиния в сложных объектах, например в сплавах магния и алюминия, оптических стеклах, а также в рентгено- и катодолюминофорах, активированных PЗЭ.

Формула изобретения

Способ амперометрического определения гадолиния, включающий титрование исследуемого раствора органическим реагентом (комплексобразователем), отличающийся тем, что, с целью повышения селективности анализа, в

качестве реагента используют N - m -
-нитроциннамоилфенилгидроксиламин.

Источники информации,

принятые во внимание при экспертизе

1. Goldstein G., Manning D.L.,
Zittel H.E. Iron (II) as an Indica-
tor Ion for Amperometric Titrations
with (Ethylenedinitrilo)tetraacetic
Acid.-Analyt. Chem, 1962, V. 34.

№ 3, p.358-361.

2. Мархабаев И.А, Жданов А.К. При-
боры для амперометрического титрова-
ния.- Узбекский химический журнал,
1972, № 5, с.8-10.

3. Хадеев В.А., Геворгян А.М.,
Костылев В.С., Талипов Ш.Т. Биамперо-
метрическое титрование ионов $P33$
этилендиаминтетраметилфосфоновой
кислотой в среде безводной уксусной
кислоты, 1978. (Рукопись депонирована
ВИНИТИ № 2713-78. ДЕП.)

4. Хадеев В.А. Применение диэтилен-
триаминпентауксусной кислоты в амперо-
метрии. Сообщение II. Титрование
лантана, ниодима, гадолиния, иттрия,
циркония, цинка и кадмия, (Рукопись
депонирована ВИНИТИ № 153-77. ДЕП.),
1977.

Составитель А.Шер

Редактор Н.Гунько Техред М.Гергель Корректор М.Коста

Заказ 2488/30 Тираж 514 Подписное
ВНИИПИ Государственного комитета СССР
по делам изобретений и открытий
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4