Новые сорбционно-аналитические системы для определения палладия

Чмиленко Ф.А., Худякова С.Н. Днепропетровский национальный университет им. Олеся Гончара, Украина, г. Днепропетровск analyticdnu@mail.ru

В последнее время все большее значение в аналитической практике приобретают методы определения металлов, в том числе платиновых, на основе твердофазной реакции с органическими реагентами. Среди экспресс-методов, обеспечивающих быстрое выявление и определение вещества с минимальной подготовкой пробы, отдельную группу составляют химические тест-методы. Особый интерес представляют прозрачные материалы, позволяющие наблюдать аналитический эффект с помощью распространенного фотометрического оборудования. работе использованы отвердевшие желатиновые слои В коммерческих фотопленок, модифицированные алкил- и фенилпроизводными димеркаптотиопирона в присутствии полиоксипропилена в желатиновый гель. Примечательно, что время иммобилизации можно прервать в любой момент, получив при этом индикаторную пленку (ИП) с различной сорбционной емкостью по реагенту-модификатору. В случае 3-пропил-2,6-димеркапто-1,4-тиопирона $(H_2\Pi)$ сорбционная емкость была практически на порядок выше по сравнению с фениллироизводным ($H_2\Phi$). Лучшие аналитические эффекты – чувствительность и контрастность цветной реакции, протекающей в фазе полученного сорбента при контакте с раствором Pd(II), наблюдались в случае использования H₂Ф. Светопоглощение сорбционно-аналитической системы измеряли против «холостой» ИП, которая не контактировала с аналитом. Установлено, что максимальное развитие окраски в процессе сорбции Pd(II) происходит через 10 с и не изменяется до 1 мин. При увеличении времени контакта ИП с аналитом в спектрах наблюдались изменения, что, возможно, связано либо с облегчением проникновения металла вглубь желатиновых слоев вследствие их набухания, либо с другими причинами (гидролиз в поверхностном слое). Разработаны условия спектрофотометрического определения Pd(II), который концентрируется в ИП, методом градуировочного графика в интервале концентраций данного иона: 0,02-21,30 мкг/2 мл пробы в среде 1 M HCl, 2 M H₂SO₄ и при pH 2. Для определения Pd(II) в растворах с данной кислотностью разработана концентрационная шкала для визуального тест-определения Pd(II) (мкг/мл) в объеме пробы 2 мл: 0,2; 0,6; 1,0; 2,0; 4,0; 8,0; 10. Предложено также определение данного иона, который концентрируется в ИП, по величине аналитического сигнала, измеренного с использованием компьютерных сканер-технологий. Установлено, что 500кратный избыток платины не мешает определению палладия выше описанными методами. Предложены соответствующие методики его определения в сплавах с платиной и в шламах. Методики характеризуются экспрессностью (15–30 мин), достаточной чувствительностью и точностью. При определении палладия в данных объектах разработанным тест-методом с использованием сканертехнологий S_r не превышало 0,04, а спектрофотометрическим методом – 0,02.