

**ЕКСТРАКЦІЙНО-КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД  
ВИЗНАЧЕННЯ МІДІ В ДРУКАРСЬКИХ СПЛАВАХ**

Друкарські сплави лінотипних і стереотипних марок застосовуються для виготовлення друкарських форм та їх елементів. Головні складники сплавів — свинець, сурма й олово, а мідь, цинк, нікель, залізо — домішки, які шкідливо впливають на якість друкарських сплавів, оскільки підвищують температуру плавлення сплаву, роблять відливки неоднорідними. Крім цього, вони понижують якість нікельованих деталей, особливо стереотипів.

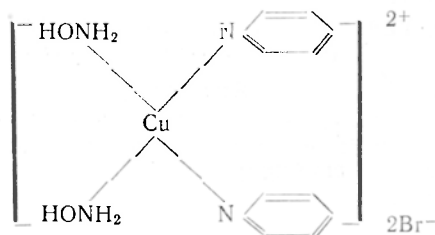
Ми поставили перед собою завдання — розробити метод визначення малих кількостей міді у друкарських сплавах. У літературі описані в основному електролітичні та фотометричні методи визначення міді [2].

Електролітичні методи досить поширені, однак вони мають деякі недоліки. При проведенні аналізу треба строго дотримуватися режиму електролізу, інакше відкладена на електроді мідь може бути в губчастому або окисленому вигляді, що, звичайно, впливає на результати аналізу. Крім цього, не всі підприємства мають змогу користуватися платиновими електродами. При фотокolorиметричних методах аналізу треба багато часу витратити на виготовлення стандартних розчинів і побудову калібрувальних кривих. При цьому одержані результати не завжди бувають точними.

Для визначення малих кількостей міді застосували екстракційно-комплексометричний метод. Чеські та фінські хіміки [3] розробили ряд методів екстракції, які дають змогу збагатити досліджуваний розчин відносно визначуваного елемента настільки, що подальше його визначення мікротитруванням не становить жодних труднощів.

За нашим методом катіони міді переводяться в комплекс за допомогою гідроксиламіну, броміду калію і піридину [4, 5] при  $\text{pH}=5,5$ , створеному буферною сумішшю уротропіну (40 г уротропіну + 10 мл концентрованої соляної кислоти і 100 мл води [5]).

Найбільш вірогідна структура комплексної сполуки міді, що екстрагується хлороформом, така:



Екстракт утвореного комплексу нагрівали до видалення хлороформу. Комплекс розкладали азотною кислотою, і в одержаному розчині катіони міді відтитровували 0,02 н. розчином трилону Б. Титрування проводили з мікробюретки на 2 мл. Розчин трилону Б виготовляли з фіксаналу. Для фіксування точки еквівалентності використовували індикатор мурексид (амонійна сіль пурпурової кислоти, аніон якої забарвлений у червоно-фіолетовий колір, з іонами металів утворює сполуки з червоно-жовтим забарвленням). Цей індикатор рекомендується застосовувати для визначення міді в аміачному середовищі при рН=8—9 [3]. Щоб не погіршувалась інтенсивність дії індикатора, ми виготовляли його в сухому вигляді: суміш 1 г мурексиду і 500 г хлориду натрію [5].

**Хід аналізу.** Наважку 3 г сплаву в конічній колбі розчиняють в 30 мл концентрованої сірчаної кислоти при нагріванні. Колбу під час розчинення накривають лійкою. Після розчинення колбу охолоджують і обережно по стінках доливають 100 мл води і знову нагрівають. Виділеному осадку сульфату свинцю дають відстоятися і відфільтровують його з промиванням холодною водою. До фільтрату доливають 10 мл 20%-ного розчину винної кислоти, нейтралізують розчином аміаку (1:1) до рН=5 за універсальним індикатором. Далі до розчину додають 30 мл буферної суміші уротропіну, 2 мл гідроксиламіну, 2 мл піридину і 2 мл броміду калію. Розчин переливають у роздільну лійку (250 мл), доливають 15 мл хлороформу і перемішують кілька хвилин, екстрагуючи комплекс міді. Нижній шар екстракту зливають у стакан, а в роздільну лійку знову доливають 15 мл хлороформу і ще 1 мл піридину. Екстрагування проводять так три рази з додаванням 1 мл піридину. Зібрані всі три хлороформні екстракти переливають у чисту роздільну лійку, доливають 15 мл води з додаванням 2 мл піридину і 2 мл броміду калію. Перемішують кілька хвилин і відливають екстракт у фарфорову чашку. Нагріваючи, випаровують хлороформ, а комплекс міді розкладають додаванням декількох краплин концентрованої азотної кислоти. Залишок у чашці розчиняють водою і переливають у конічну колбу. Розчин у колбі доводять до 100 мл водою, додають 3 мл концентрованого розчину аміаку та мурексиду в сухому стані і титрують 0,02 н. розчином трилону Б до появи червоно-фіолетового забарвлення.

Розрахунки проводять за формулою

$$\% \text{Cu} = \frac{V \cdot T \cdot 100}{m},$$

де  $V$  — витрачений об'єм трилону Б, мл;  $T$  — титр 0,02 н. розчину трилону Б за міддю (0,0006354 г/мл);  $m$  — наважка, г.

Паралельно визначали мідь у досліджуваному сплаві фотометричним методом, описаним у ГОСТі [1], який ґрунтується на роз-

**Порівняння результатів  
визначення проценту міді  
в друкарських сплавах**

Екстракційно- фотометричний метод % Cu	Екстракційно- комплексометричний метод % Cu
0,0364	0,0367
0,0369	0,0368
0,0362	0,0369
0,0363	0,0368
0,0368	0,0369
0,0367	0,0367
<hr/>	
Середня величина 0,0365	0,0368

чиненні наважки сплаву в концентрованій сірчаній кислоті, виділенні осаду сульфату свинцю та знаходженні міді за реакцією з диметилдітіокарбаматом свинцю екстракційно-фотометричним способом.

Результати аналізу подані в таблиці.

Відхилення у визначеннях за цими методами становить 0,0003% при більшій точності екстракційно-комплексометричного методу.

Запропонований метод має ту перевагу над іншими методами, що не вимагає складної апаратури і набагато скорочує час аналізу.

**Список літератури:** 1. ГОСТ 1429.4—69. Припой оловянно-свинцовые, методы химического анализа. М., 1970. 2. Киселева Н. А. Химический анализ полиграфических материалов. М., Искусство, 1958. 3. Пришибил Р. Комплексоны в химическом анализе. М., ИЛ, 1960. 4. Справочник химика, М., Химия, 1965, т. 4. 5. Borchert Otto. Maßanalytische Schnellmethoden für Beizen und galvanische Elektrolyte. — VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie. Leipzig, 1966.

I. I. KURNUTSKY, L. M. SHARNETSKA, R. I. BARANSKY

**EXTRACTION COMPLEX-METRIC METHOD OF ASSIGNING A SHARE  
OF COPPER IN TYPE ALLOYS**

**S u m m a r y**

The method is based on the formation in the solution of copper complex with the help of hydroksinamin, bromide and piridin and its extracting by chloroform with the following decomposition by nitric acid and cation titration of copper by the solution of trilon B.