



УКРАЇНА

(19) UA (11) 18370 (13) U
(51) МПК
G01N 21/78 (2006.01)МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ
НА КОРИСНУ МОДЕЛЬвидається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧНОГО ВИЗНАЧЕННЯ КІЛЬКОСТІ АЛЮМІНІЮ

1

(21) u200603793
(22) 06.04.2006
(24) 15.11.2006
(46) 15.11.2006, Бюл. № 11, 2006 р.
(72) Федін Олександр Володимирович
(73) ДНІПРОПЕТРОВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ
УНІВЕРСИТЕТ ЗАЛІЗНИЧНОГО ТРАНСПОРТУ
ІМЕНІ АКАДЕМІКА В. ЛАЗАРЯНА

2

(57) Спосіб спектрофотометричного визначення кількості алюмінію, при якому розчин досліджуваної речовини обробляють хімічним органічним реагентом з наступним вимірюванням оптичної густини отриманої суміші, який **відрізняється** тим, що як хімічний органічний реагент використовують 4-нітро-2',4',5'-дифенілметанол - напівпродукт синтезу п-нітрофенілфлуорону.

Корисна модель відноситься до аналітичної хімії - кількісному аналізу неорганічних сполук і може знайти застосування при контролі складу стічних вод залізничних підприємств, складу матеріалів верхньої будови колії, конструкційних матеріалів, моніторингу забруднення природних об'єктів важкими металами уздовж залізничної колії.

Для виконання названих аналізів застосовуються хімічні органічні реагенти (ОР), які симбатно змінюють забарвлення розчину проби матеріалу зі вмістом в останньому алюмінію [Тихонов В.Н. Аналитическая химия алюминия. - М.: Наука, 1971. - С.91]. Однак ОР, що випускаються промисловістю, містять домішки, кількість яких змінюється від партії до партії, а також може бути різним для тих самих ОР, вироблених різними фірмами. Використання ж забруднених ОР приводить до неправильних результатів визначень алюмінію. Тому ще до використання ОР невідомої якості необхідно проводити перевірку ОР як індивідуальної хімічної сполуки і вибраковувати неякісний препарат [Индикаторы. / Под ред. Э. Бишоп. - М.: Мир, 1976. - С.5]. Прописи очищення ОР, що рекомендуються в літературі [Пешкова В.М. и др. Аналитические реагенты. Оксимы. - М.: Наука, 1977. - С.50], дозволяють лише видалити сліди домішок з ОР, але практично марні, коли домішок більше, ніж самого ОР. Саме це характерно для більшості доступних зразків ОР. Дефіцит якісних ОР приводить до необхідності виконувати аналізи фізичними методами, що, у свою чергу, вимагають стандартних зразків складу, атестованих хімічними методами з застосуванням ОР.

Удосконалення способу спектрофотометричного визначення кількості алюмінію обумовлено необхідністю правильно оцінювати вміст важких металів у стоках, технічних конструкційних матері-

алах і природних середовищах з метою контролю якості названих матеріалів і охорони навколишнього середовища.

Відомий спосіб спектрофотометричного визначення кількості алюмінію, у якому розчин досліджуваної речовини обробляється ОР з наступним виміром оптичної густини отриманої суміші, що використовує при контролі забруднення стічних вод у якості ОР еріохромціанін RC і хромазурол S [Коренман И.М. Органические реагенты в неорганическом анализе. - М.: Химия, 1980. - С.429, 443].

Недолік цього способу полягає в тому, що чисті названі ОР виготовляються під замовлення і тому надзвичайно дорогі, а їх промислові зразки містять до 40% темнозабарвлених домішок. Тому пуста проба, тобто розчин ОР, який не містить алюмінію, виявляється інтенсивно забарвленою. Для компенсації забарвлення такого розчину на спектрофотометрі необхідно встановлювати значну ширину щілини компаратора, що приводить до широкої спектральної смуги світлового пучка і, отже, до великих погрешностей у результатах спектрофотометричних визначень.

Найбільш близьким аналогом є спосіб спектрофотометричного визначення кількості алюмінію, у якому розчин досліджуваної речовини обробляється ОР з наступним виміром оптичної густини отриманої суміші, що використовує у якості ОР п-нітрофенілтриоксифлуорон (ТОФ) [Назаренко В.А., Антонович В.П. Аналитические реагенты. Триоксифлуороны. - М.: Наука, 1973. - С.61].

Недолік цього способу полягає в тому, що клас реагентів, до яких належить ТОФ, надзвичайно дефіцитний, тому що на Україні промисловістю хімічних реактивів не виробляється, технічні умови (ТУУ) відсутні. Тому для спектрофотометричного визначення кількості алюмінію за допомогою ТОФ

(19) UA (11) 18370 (13) U

хіміки-аналітики змушені або використовувати ТОФ зі своїх старих запасів, що уже частково де-структуровані, або синтезувати ТОФ самостійно. Однак вихід ТОФ високого ступеня чистоти по доступних прописках у край низький при великій кількості побічних продуктів. Використання таких сильно забруднених препаратів ТОФ у якості ОР приводить до великих помилок у результатах спектрофотометричних визначень.

Технічною задачею, розв'язуваною корисною моделлю, що заявляється, є збільшення правильності визначень кількості алюмінію в технічних і природних об'єктах без використання в якості ОР дефіцитних реагентів.

Суть корисної моделі складається в способі спектрофотометричного визначення кількості алюмінію, у якому розчин досліджуваної речовини, що містить алюміній, обробляється ОР з наступним вимірюванням оптичної густини отриманої суміші, при якому в якості ОР використовується побічний продукт синтезу ТОФ - 4-нітро-2',4',5'-дифенілметанол. Ця речовина утворюється у ході синтезу ТОФ і дає такі ж якісні реакції з алюмінієм, що і сам ТОФ. Тому 4-нітро-2',4',5'-дифенілметанол можна використовувати для спектрофотометричного визначення кількості алюмінію замість дефіцитного ТОФ.

Суть корисної моделі пояснюється на Фіг.1-2.

Згідно Фіг.1, при синтезі ТОФ альдегід I конденсується з оксигідрохиноном (ArH) з утворенням 4-нітро-2',4',5'-дифенілметанолу (продукту III). Реакція відбувається швидко і характеризується великим виходом чистого продукту III. З часом продукт III, що існує в рівновазі з формою IV, продовжує конденсуватися з ArH (продукт V), переходячи переважно в смолоподібний полімер VI. ТОФ при цьому утворюється у невеликих кількостях як побічний продукт Vб. При лабораторному препаративному синтезі ТОФ прагнуть по можливості більш повно відмити від смоли VI, витрачаючи великі кількості розчинників і значну частину самого ТОФ. У промислових же синтезах ТОФ так і залишають у суміші зі смолою темного кольору,

вміст якої перевищує 50% і тому такий продукт ТОФ не дозволяє правильно оцінювати вміст алюмінію в промислових зразках. Однак названа задача може бути успішно вирішена при використанні у якості ОР напівпродукту синтезу дефіцитного ТОФ - продукту III.

Приклад конкретного виконання способу

Для виділення продукту III використовують реакційну масу після відділення з неї продуктів V і VI. До фільтрату додають воду, що підкислена хлоридною кислотою, відфільтровують осад червоного кольору, який при необхідності очищається простим переосадженням з етанолу водою. Результат аналізу продукту III: знайдено, %: С 55,9; Н 4,4; N 4,9; C₁₃H₁₁NO₆. Обчислено: С 56,32; Н 4,00; N 5,05.

Шляхом розкладання спектрів поглинання розчинів сполуки продукту III з бором (Фіг.2), що є тестом для визначення якості гідроксилвміщуючих органічних спектрофотометричних реагентів [Федін О.В. Деклараційний патент на винахід №58046, 2003р. Бюл. №7. Федін О.В. Деклараційний патент на винахід №68686, 2004р. Бюл. №8], на лоренціани виду

$$\text{Lorentz}(x, y_0, x_0, w, S) = y_0 + \frac{2 \cdot S}{\pi} \cdot \frac{w}{4(x - x_0)^2 + w^2};$$

(x - поточна координата; y_0 - зсув базової лінії; x_0 - центр піка; w - ширина піка на його половині висоти; S - площа під піком) показано, що перша довгохвильова смуга поглинання розчину (кр.1) являє собою індивідуальний контур (кр.2), не ускладнений домішками інших компонентів (кр.3 і 4 являють собою другу довгохвильову смугу поглинання внутрікомплексної сполуки та залишок від розкладення сумарної кривої (кр.1) на індивідуальні смуги відповідно). Це доводить чистоту продукту III. Результати визначень алюмінію у внутрішньому стандартному зразку складу, що використовується для аналізу стоків локомотивного депо, у якому діють технології алітування й електрохімічного анодування деталей з алюмінію і його сплавів, наведені у таблиці:

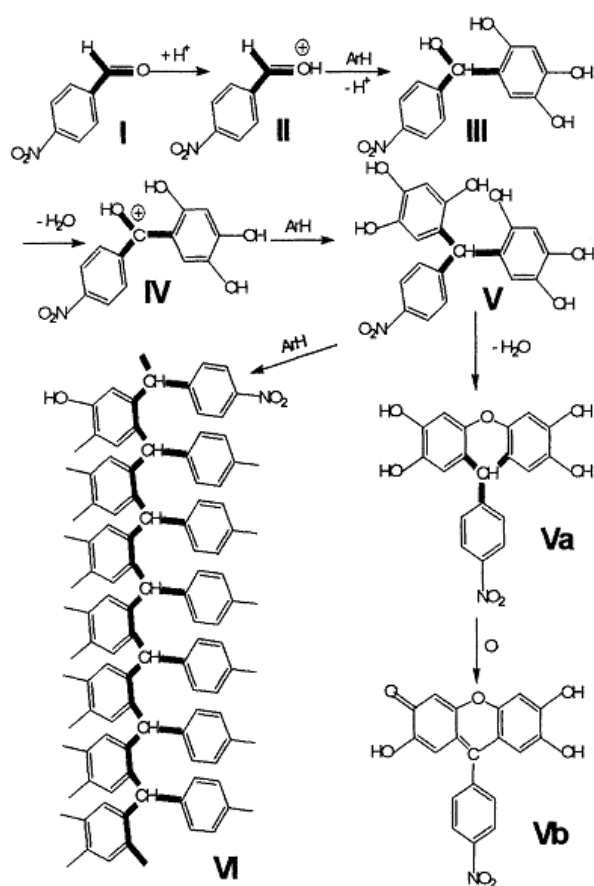
Таблиця

Порівняння результатів визначення алюмінію за допомогою ТОФ і способу, що заявляється

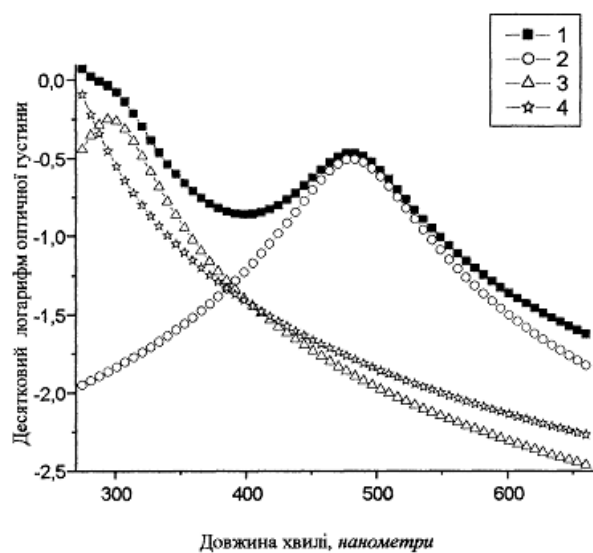
Статистичні характеристики	Результати визначення алюмінію		Дійсний вміст алюмінію у внутрішньому стандартному зразку складу стоків
	відомим способом з використанням забрудненого промислового зразка ТОФ	способом, що заявляється	
Знайдено алюмінію (середнє значення), мг·л ⁻¹	6,02	7,03	7,11
Дисперсія	мкг·л ⁻¹	0,73	
	%	12,1	
Вірогідна випадкова похибка при $\alpha=0,95$; $n=5$	мкг·л ⁻¹	0,92	
	%	15,3	

З таблиці випливає, що застосування способу, що заявляється, при якому використовується для названої мети 4-нітро-2',4',5'-дифенілметанол,

напівпродукт синтезу ТОФ, дозволяє набагато правильніше оцінити вміст алюмінію в пробах і не вимагає застосування дефіцитного реагенту ТОФ.



Фиг. 1



Фиг. 2