

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(21) **201900345** (13) **A1**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ

(43) Дата публикации заявки
2020.01.31

(51) Int. Cl. *G01N 21/17* (2006.01)
C01F 7/00 (2006.01)

(22) Дата подачи заявки
2019.05.31

(54) СПОСОБ СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ

(96) 2019/024 (AZ) 2019.05.31

(72) Изобретатель:

(71) Заявитель:
**БАДАЛОВА КАМАЛЯ КАМАЛ
КЫЗЫ (AZ)**

**Искендеров Гаибверди Башир оглы,
Бадалова Камал Казим кызы (AZ)**

(74) Представитель:
Абасова Е.А. (AZ)

(57) Изобретение относится к области аналитической химии, а именно к спектрофотометрическому методу анализа и может применяться для определения Al(III) в растворах его солей, содержащих алюминий в очень низкой концентрации. Задача изобретения заключается в повышении точности, чувствительности, селективности, обеспечении простоты работы, уменьшении длительности метода при спектрофотометрическом определении Al(III) в результате замены желатина более подходящим ПАВ - стероидным или тритерпеновым сапонином с точно известным химическим составом и исключением процесса нагревания конечного раствора. Сущность изобретения заключается в том, что в способе спектрофотометрического определения Al(III) в растворах его солей, включающем переводение его в комплексное соединение с алюминоном и 3-м компонентом сапонином, в кислой среде к раствору Al(III) с pH 1-2 добавляют 10-кратное количество алюминона, 0,5 мл 1% раствора сапонины и воды до 10 мл объема. Проводят спектрофотометрическое измерение на спектрофотометре, $\lambda=490$ нм, $l=1$ см.

A1

201900345

201900345

A1

СПОСОБ СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ

МПК: G01N 33/52

Изобретение относится к области аналитической химии, а именно к спектрофотометрическому методу анализа и может применяться для определения Al(III) в растворах его солей, содержащих алюминий в очень низкой концентрации.

Известен способ спектрофотометрического определения алюминия с помощью 2,3,4-триоксифенилазо-5'-сульфонафталина в присутствии катионных поверхностно-активных веществ (ПАВ) – цетилпиридиния и бромида цетилтриметиламмония [1]. Недостатками известного способа являются невысокая чувствительность, малая точность, а также длительность выполнения метода в связи с синтезом азосоединения – лиганда.

Наиболее близким способом (прототипом) является способ [2] фотометрического определения Al(III) в растворах чистых солей и искусственных смесей, сущность которого заключается в том, что в способе определения Al(III) в растворах чистых солей и искусственных смесей, включающим переводение его в комплексное соединение с алюминоном, в кислой среде к раствору Al(III) с pH 0-2 добавляют 100-120 кратное количество алюминона, 0,3-0,5 мл раствора ПАВ, содержащего 2% раствор желатина, воды до 10 мл объёма с последующим нагреванием на водяной бане при температуре 80-98°C.

Недостатками известного способа (прототипа) являются:

1. Невысокая точность, чувствительность, селективность в связи с использованием в качестве ПАВ желатина, не имеющего определенного химического состава;
2. Нерастворимость желатина в воде в обычных условиях;
3. Застывание раствора желатина при охлаждении в студень, что делает невозможным дальнейшее измерение;
4. Обязательность использовать раствор только лишь после нагревания,

что не может обеспечить точность измерения на фотометрическом приборе в связи с образованием пара в кювете для измерения;

5. Длительность метода за счет нагревания конечного раствора.

Задача изобретения заключается в повышении точности, чувствительности, селективности, обеспечении простоты работы, уменьшении длительности метода при спектрофотометрическом определении $Al(III)$ в результате замены желатина более подходящим ПАВ – стероидным или тритерпеновым сапонином с точно известным химическим составом и исключением процесса нагревания конечного раствора.

Сущность изобретения заключается в том, что в способе спектрофотометрического определения $Al(III)$ в растворах его солей, включающим переведение его в комплексное соединение с алюминоном и 3-им компонентом сапонином, в кислой среде к раствору $Al(III)$ с рН 1-2 добавляют 10-кратное количество алюминона, 0,5 мл 1% раствора сапонины и воды до 10 мл объема. Проводят спектрофотометрическое измерение на спектрофотометре, $\lambda=490$ нм, $l=1$ см.

Преимущества предлагаемого способа спектрофотометрического определения $Al(III)$ с алюминоном в присутствии сапонины состоят в следующем:

1. Резко возрастают точность, чувствительность, селективность определения $Al(III)$ по сравнению с известными методами в связи с использованием в качестве ПАВ сапонины стероидного или тритерпенового ряда;

Результаты параллельных определений $Al(III)$ в одинаковых объемах растворов одинаковы, что говорит о высокой степени точности определения. В подобных случаях не имеет место статистическая обработка, позволяющая установить относительную ошибку.

По сравнению с прототипом, на разовое определение $Al(III)$ используется в 10 раз меньше исследуемого вещества, что увеличивает чувствительность метода в 10 раз.

Исследование проверяли в присутствии ионов, имеющих одинаковые аналитические свойства с катионом алюминия. Поэтому способ намного более

селективный, определению не мешают многократные количества цинка (II), хрома (III), свинца (II).

2. Образуется устойчивый и прозрачный раствор внутрикомплексного соединения Al(III) , что способствует проведению спектрофотометрического определения.
3. Отсутствует возможность образования студня, осадка и коллоидных частиц;
4. Устойчивость образующегося комплекса благодаря заполнению вакантных орбиталей иона Al(III) за счет наличия гидроксильных групп в молекуле сапонины в достаточном количестве;
5. Отсутствие процесса нагревания укорачивает длительность процесса и упрощает проведение способа;
6. Способ экономически выгоден: а) не применяются различные органические растворители; б) уменьшается количество реактива алюминона; с) используется в качестве ПАВ – сапонин, получаемый из растительного сырья в достаточном количестве простым способом.
7. Успешная воспроизводимость анализа;
8. Достаточное обеспечение избирательности метода, т.к. здесь не мешает присутствие катионов, близких по химическому свойству;
9. Возможность исследования раствора без нагревания, что не создает образования паров в кювете спектрофотометрического прибора.

Для анализа используют различные химически-чистые соли Al(III) : $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{Al(NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, $\text{KAl(SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, из которых готовят 10^{-5} моль/л растворы. В отдельные пробирки помещают определенный объем (0,1; 0,3; 0,5; 0,7; 0,9; 1,1 мл) 10^{-5} М раствора Al(III) , в каждую из них добавляют 2 мл буферного раствора с $\text{pH}=1$, 0,5 мл 10^{-4} М раствора алюминона, 0,5 мл 1%-го раствора сапонины, доводят объем раствора до 10 мл очищенной водой. Измеряют оптическую плотность на спектрофотометре (UV-VIS спектрофотометр UV 752D), $\lambda=490$ нм, $l=1$ см по сравнению с контрольным раствором (указанные компоненты без сапонины). Процесс повторяют трижды для каждого взятого

отдельного объема.

Параллельно измеряют оптическую плотность раствора стандартного образца Al(III), обработанного аналогично исследуемому раствору. Закон Бугера-Ламберта-Бера соблюдается в пределах концентрации Al(III) 0,027-0,297 мкг/10 мл.

Содержание Al(III) в образцах вычисляют по формуле:

$$x = \frac{D \cdot m_0 \cdot V_{об} \cdot 100}{D_0 \cdot m \cdot V_{ан}}$$

где, D – оптическая плотность исследуемого раствора;

D₀ – оптическая плотность стандартного раствора;

m – масса навески исследуемой соли Al(III), в граммах;

m₀ – масса Al(III) в измеряемом стандартном растворе, в граммах;

V_{об} – общий объем раствора Al(III);

V_{ан} – объем измеряемого раствора Al(III)

Пример 1: 0,1205 г (точная навеска) AlCl₃ · 6H₂O помещают в мерную колбу вместимостью 500 мл, растворяют в небольшом количестве воды и доводят объем до метки. Отбирают 1 мл раствора в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят объем очищенной водой до метки. Из этого раствора отбирают 0,9 мл, помещают в пробирку и дальнейшую работу проводят аналогично тому, как указано выше.

Содержание Al(III) в образцах вычисляют по формуле:

$$x = \frac{1,17 \cdot 0,135 \cdot 10^{-6} \cdot 5 \cdot 10^4 \cdot 100}{0,65 \cdot 0,1205 \cdot 0,9}$$

$$x = 11,2\% \text{ (Экспериментально)}$$

где, D – 1,17

D₀ – 0,65

$$m - 0,1205 \text{ г}$$

$$m_0 - 0,135 \cdot 10^{-6} \text{ г}$$

$$V_{об} - 5 \cdot 10^4 \text{ мл}$$

$$V_{ан} - 0,9 \text{ мл}$$

Теоретический расчет:

$$241,5 \text{ г (AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O)} - 27 \text{ г (Al)}$$

$$100\% (\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) - x \% (\text{Al})$$

$$X = 11,18\%$$

Пример 2. 0,1875 г (точная навеска) $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ помещают в мерную колбу вместимостью 500 мл, растворяют в небольшом количестве воды и доводят объем до метки. Отбирают 1 мл раствора в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят объем очищенной водой до метки. Из этого раствора отбирают 0,9 мл, помещают в пробирку и дальнейшую работу проводят аналогично тому, как указано выше.

Содержание Al(III) в образцах вычисляют по формуле:

$$x = \frac{1,17 \cdot 0,135 \cdot 10^{-6} \cdot 5 \cdot 10^4 \cdot 100}{0,65 \cdot 0,1875 \cdot 0,9}$$

$$x = 7,2\% \text{ (Экспериментально)}$$

где, D – 1,17

$$D_0 - 0,65$$

$$m - 0,1875 \text{ г}$$

$$m_0 - 0,135 \cdot 10^{-6} \text{ г}$$

$$V_{об} - 5 \cdot 10^4 \text{ мл}$$

$$V_{ан} - 0,9 \text{ мл}$$

Теоретический расчет:

$$375 \text{ г (AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O)} - 27 \text{ г (Al)}$$

$$100\% (\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) - x \% (\text{Al})$$

$$X=7,2 \%$$

Пример 3. 0,237 г (точная навеска) $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ помещают в мерную колбу вместимостью 500 мл, растворяют в небольшом количестве воды и доводят объем до метки. Отбирают 1 мл раствора в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят объем очищенной водой до метки. Из этого раствора отбирают 0,9 мл, помещают в пробирку и дальнейшую работу проводят аналогично как указано выше.

Содержание Al(III) в образцах вычисляют по формуле:

$$x = \frac{1,17 \cdot 0,135 \cdot 10^{-6} \cdot 5 \cdot 10^4 \cdot 100}{0,65 \cdot 0,237 \cdot 0,9}$$

$$x = 5,69\% \text{ (Экспериментально)}$$

где, D – 1,17

$$D_0 - 0,65$$

$$m - 0,237 \text{ г}$$

$$m_0 - 0,135 \cdot 10^{-6} \text{ г}$$

$$V_{об} - 5 \cdot 10^4 \text{ мл}$$

$$V_{ан} - 0,9 \text{ мл}$$

Теоретический расчет:

$$474 \text{ г } (AlCl_3 \cdot 6H_2O) - 27 \text{ г } (Al)$$

$$100\% (AlCl_3 \cdot 6H_2O) - x \% (Al)$$

$$X=5,69 \%$$

Предложенный метод позволяет определить содержание Al(III) в различных его солях с достаточно высокой точностью, что полностью совпадает с результатами теоретических расчетов.

Приготовление стандартного раствора:

0,241 г (точная навеска) химически-чистого $AlCl_3 \cdot 6H_2O$, количественно

помещают в мерную колбу вместимостью 1 л, растворяют в небольшом количестве очищенной воды и доводят объем очищенной водой до метки. Отбирают 1 мл раствора в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят объем очищенной водой до метки. В 1 мл раствора имеется 0,27 мкг Al (III). Из этого раствора отбирают 0,5 мл, помещают в пробирку и дальнейшую работу проводят аналогично исследуемому раствору.

Авторы:



Г.Б.Искендеров



К.К.Бадалова

ЛИТЕРАТУРА

1. Нагиев Х.В., Кулиева Ф.В., Сулейманова Р.И. Спектрофотометрическое определение алюминия в воде Каспийского моря с применением 2,3,4-три-оксифенилазо-5'-сульфонафталина и катионных ПАВ // Азербайджанский Химический Журнал, 2006, №4, 2006, с.97-100.
2. Новопольцева В.М., Осипов А.К., Нищев К.Н. Патент РФ, «Ru 2312339 C1», 2006136349/04, 10.12.2007.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

Способ спектрофотометрического определения $Al(III)$ в растворах его различных солей, включающий переводение его во внутрикомплексное соединение с алюминоном, в кислой среде с добавлением ПАВ, отличающийся тем, что в качестве ПАВ применяют сапонин, процесс протекает без последующего нагревания и завершается спектрофотометрическим измерением.

Авторы:



Г.Б.Искендеров



К.К.Бадалова

ЕВРАЗИЙСКОЕ ПАТЕНТНОЕ ВЕДОМСТВО

ОТЧЕТ О ПАТЕНТНОМ
ПОИСКЕ(статья 15(3) ЕАПК и правило 42
Патентной инструкции к ЕАПК)Номер евразийской заявки:
201900345

Дата подачи: 31 мая 2019 (31.05.2019)		Дата испрашиваемого приоритета:	
Название изобретения: СПОСОБ СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ			
Заявитель: Бадалова Камала Камал кызы			
☐ Некоторые пункты формулы не подлежат поиску (см. раздел I дополнительного листа) ☐ Единство изобретения не соблюдено (см. раздел II дополнительного листа)			
А. КЛАССИФИКАЦИЯ ПРЕДМЕТА ИЗОБРЕТЕНИЯ:			
МПК: G01N 21/17 (2006.01) C01F 7/00 (2006.01)		СПК: G01N 21/17 (2013-01) C01F 7/00 (2013-01)	
Согласно Международной патентной классификации (МПК) или национальной классификации и МПК			
Б. ОБЛАСТЬ ПОИСКА:			
Минимум просмотренной документации (система классификации и индексы МПК) C01F 7/00, G01N 21/00, G01N 21/17			
Другая проверенная документация в той мере, в какой она включена в область поиска:			
В. ДОКУМЕНТЫ, СЧИТАЮЩИЕСЯ РЕЛЕВАНТНЫМИ			
Категория*	Ссылки на документы с указанием, где это возможно, релевантных частей		Относится к пункту №
A	ГОСТ 28914-91. КОНСЕРВЫ И ПРЕСЕРВЫ ИЗ РЫБЫ И МОРЕПРОДУКТОВ. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ. 01.02.1992		1
A	RU 2312339 C1 (ГОУ ВПО "МОРДОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМ. Н.П. ОГАРЕВА") 10.12.2007		1
A	CN 0102033045 A (SILVER COLORED GROUP CO., LTD.) 27.04.2011		1
A	RU 2416791 C1 (ГОУ ВПО "МОРДОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМ. Н.П. ОГАРЕВА") 20.04.2011		1
☐ последующие документы указаны в продолжении графы В ☐ данные о патентах-аналогах указаны в приложении			
* Особые категории ссылочных документов: "А" документ, определяющий общий уровень техники "Е" более ранний документ, но опубликованный на дату подачи евразийской заявки или после нее "О" документ, относящийся к устному раскрытию, экспонированию и т.д. "Р" документ, опубликованный до даты подачи евразийской заявки, но после даты испрашиваемого приоритета "D" документ, приведенный в евразийской заявке			
"Т" более поздний документ, опубликованный после даты приоритета и приведенный для понимания изобретения "Х" документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска, порочащий новизну или изобретательский уровень, взятый в отдельности "У" документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска, порочащий изобретательский уровень в сочетании с другими документами той же категории "&" документ, являющийся патентом-аналогом "L" документ, приведенный в других целях			
Дата действительного завершения патентного поиска: 26 ноября 2019 (26.11.2019)			
Наименование и адрес Международного поискового органа: Федеральный институт промышленной собственности РФ, 125993, Москва, Г-59, ГСП-3, Бережковская наб., д. 30-1. Факс: (499) 243-3337, телетайп: 114818 ПОДАЧА		Уполномоченное лицо :  Кишкович О.В. Телефон № 8 (499) 240 25 91	