

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(11) **036947**(13) **B1**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ

(45) Дата публикации и выдачи патента
2021.01.19

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

(21) Номер заявки
201900345

(22) Дата подачи заявки
2019.05.31

(54) СПОСОБ СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ

(43) **2020.01.31**

(96) **2019/024 (AZ) 2019.05.31**

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:
**БАДАЛОВА КАМАЛЯ КАМАЛ
КЫЗЫ (AZ)**

(56) ГОСТ 28914-91. КОНСЕРВЫ И ПРЕСЕРВЫ
ИЗ РЫБЫ И МОРЕПРОДУКТОВ. МЕТОД
ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ. 01.02.1992
RU-C1-2312339
CN-A-0102033045
RU-C1-2416791

(72) Изобретатель:
**Искендеров Гаибверди Башир оглы,
Бадалова Камал Казы (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.

B1**036947****036947****B1**

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, включающем переведение 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 объема 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. Обязательно 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, включающем переведение 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.

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 $Al(III)$: $AlCl_3 \cdot 6H_2O$, $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$,

$KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$, 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 $pH=1$, 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;

D_0 - оптическая плотность стандартного раствора;

m - масса навески исследуемой соли $Al(III)$, г;

m_0 - масса $Al(III)$ в измеряемом стандартном растворе, г;

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

$V_{ан}$ - объем измеряемого раствора $Al(III)$.

Пример 1. 0,1205 г (точная навеска) $AlCl_3 \cdot 6H_2O$ 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 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;

D_0 - 0,65;

m - 0,1205 г;

m_0 - $0,135 \cdot 10^{-6}$ г;

$V_{об}$ - $5 \cdot 10^4$ мл;

$V_{ан}$ - 0,9 мл.

Теоретический расчет:

241,5 г ($AlCl_3 \cdot 6H_2O$)-27 г (Al)

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

X=11,18%

Пример 2. 0,1875 г (точная навеска) $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ 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 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 г;

m_0 - $0,135 \cdot 10^{-6}$ г;

$V_{об}$ - $5 \cdot 10^4$ мл;

$V_{ан}$ - 0,9 мл.

Теоретический расчет:

375 г ($AlCl_3 \cdot 6H_2O$)-27 г (Al)

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

D₀ - 0,65;

m - 0,237 г;

m₀ - 0,135·10⁻⁶ г;

V_{об} - 5·10⁴ мл;

V_{ан} - 0,9 мл.

Теоретический расчет:

474 г (AlCl₃·6H₂O)-27 г (Al)

100% (AlCl₃·6H₂O)-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 AlCl₃·6H₂O 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.

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'-сульфонафталила 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.



Евразийская патентная организация, ЕАПВ

Россия, 109012, Москва, Малый Черкасский пер., 2