



УКРАЇНА

(19) UA (11) 17348 (13) A

(51) G 01 N 31/22

ДЕРЖАВНЕ  
ПАТЕНТНЕ  
ВІДОМСТВООПИС ДО ПАТЕНТУ  
НА ВІНАХІДбез проведення експертизи по суті  
на підставі Постанови Верховної Ради України  
№ 3769-XII від 23.XII. 1993 р.Публікується  
в редакції заявника

(54) СПОСІБ ЕКСТРАКЦІЙНО-ФОТОМЕТРИЧНОГО ВИЗНАЧЕННЯ АЛЮМІНІЮ

1

(21) 93006212  
(22) 29.06.93  
(24) 01.04.97  
(46) 31.10.97. Бюл. № 5  
(47) 01.04.97  
(72) Чундак Степан Юрійович, Сухарев  
Сергій Миколайович, Студеняк Ярослав  
Іванович, Зимомря Іван Іванович  
(73) Ужгородський державний університет  
(UA)

2

(57) Спосіб екстракційно-фотометричного  
визначення алюмінію, який включає в себе  
утворення та екстракцію трикомпонентного  
комплексу з послідовним фотометруванням,  
який відрізняється тим, що трикомпо-  
нентний комплекс утворюють, використовую-  
ючи саліциліденгідразон капронової  
кислоти та N, N'-диметиліндокарбоцианін,  
екстракцію проводять толуолом при pH 6,9-  
9,8.

Винахід відноситься до аналітичної  
хімії, а саме до способів екстракційно-фото-  
метричного визначення і може бути викори-  
станий для аналізу природних та  
промислових об'єктів.

Відомо, що для фотометричного визна-  
чення алюмінію широко застосовують триком-  
понентні системи: іон алюмінію-органічний  
реагент/хромазурол S, еріохромціанін R, суль-  
фохром/-катіонний ПАР (Антонович В.П., Ман-  
дхагаладзе О.В., Новоселов М.М. Применение  
поверхностно-активных веществ в фотометри-  
ческих методах анализа. Тбилиси, изд. Тби-  
лисск. у-та, 1983, с.111).

Недоліком способів є низька селек-  
тивність і як правило вузький інтервал опти-  
мальної кислотності.

Більш селективним є спосіб екст-  
ракційно-фотометричного визначення  
алюмінію, який включає в себе утворення  
змішаного комплексу з 5-бром-  
саліцилфлуороном та 5,7-дібромоксіхіноліном

в ізобутанолі та послідовне фотометрування  
екстракту (Назаренко В.А., Костенко І.Г.,  
Бирюк Е.А. - Журн.анал.хим., 1979, т.34 10,  
1937-1942).

Недоліком способу є низька чутливість  
та тривалий час проведення аналізу.

Відомі способи екстракційно-фотомет-  
ричного визначення алюмінію, які базують-  
ся на утворенні та екстракції в активні  
розчинники трикомпонентних комплексів  
алюмінію з органічними реагентами /кис-  
лотним хром темно-синім, пірокатехіновим  
фіолетовим, алізариновим червоним,  
еріохром чорним Т/ та органічними основа-  
ми /дифенілгуанідінієм, диметилбензил-  
феніламонієм, етилтридодециламонієм/ та  
фотометруванням екстрактів (Пилипенко  
А.Т., Тананайко М.М. Разнотандные и раз-  
нометалльные комплексы и их применение в  
аналитической химии. М., Химия, 1983.  
с.119).

(19) UA (11)

17348

(13) A

Недоліком способів є низька чутливість та селективність. Заважають Mg, Zn, Mn/2/, Cu, Fe, Ni, Cr/3/, Mo/6/, Ti/4/, Ga. З аніонів  $F^-$ ,  $PO_4^{3-}$ ,  $C_2O_4^{2-}$ .

Найбільш близьким по технічному рішенню та досягаемому результату до даного винаходу є екстракційно-фотометричний спосіб визначення алюмінію, який базується на утворенні та екстракції трикомпонентного комплексу з пірокатехіновим фіолетовим та зефіраміном з послідовним фотометруванням екстракту [див. Kogepaga T., Motomizu S., Toei K., Talanta, 27, 33/1980/]. Екстракцію проводять хлороформом при pH 9,5. Молярний коефіцієнт поглинання  $8,9 \cdot 10^4$ . Співвідношення компонентів рівне 1:2:3.

Недоліком способу є низька селективність та тривалий час проведення аналізу.

Метою винаходу була розробка більш чутливого, селективного та експресного екстракційно-фотометричного способу визначення алюмінію.

Поставлена мета досягається тим, що пропонується спосіб екстракційно-фотометричного визначення алюмінію, який включає в себе утворення та екстракцію трикомпонентного комплексу з послідовним фотометруванням, в якому згідно винаходу, для утворення трикомпонентної сполуки використовують саліциліденгідрозон капронової кислоти /СГКК/ та основний барвник N,N'-диметиліндокарбоціанін /ДІК/, екстракцію проводять толуолом при pH 6,9–9,8.

Відмінною ознакою способу є те, що вперше для визначення алюмінію використовують екстракційну систему: іон металу – органічний реагент – основний барвник.

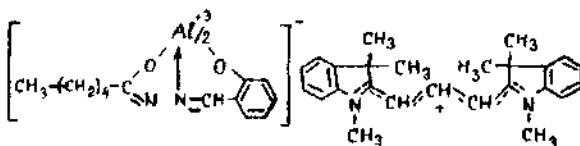
Екстракцію іонного асоціату алюмінію проводять толуолом при pH 6,9–9,8 /буферна система оцтова кислота – аміак/. Рівновага екстракції встановлюється за 30 секунд і екстракти стійкі протягом доби.

В якості екстрагентів для вилучення трикомпонентного комплексу алюмінію досліджені похідні бензолу, ефіри оцтової кислоти,  $CCl_4$ . Найбільш повне вилучення іонного асоціату алюмінію з СГКК та ДІК досягається бензолом і толуолом. Внаслідок токсичності бензолу як екстрагент вибраний толуол.

В якості комплексоутворювачів досліджені саліциліденгідрозони оцтової, масляної, капронової, бензойної,  $\alpha$ -нафтоїної, нафтілоцтової, п-нітробензойної, оксibenзойних та оксінафтоїних кислот. Найбільш придатним виявився саліциліденгідрозон капронової кислоти /СГКК/, для якого характерне максимальне

вилучення алюмінію у вигляді трикомпонентного комплексу.

Співвідношення компонентів в розчині Al – СГКК – ДІК рівне 1:2:1.



Максимум поглинання толуольних екстрактів знаходиться при  $\lambda = 560$  нм. Молярний коефіцієнт поглинання  $1,13 \cdot 10^5$ . Границя визначення по 3S-критерію 0,0055 мкг/мл [при  $n = 6$ ]. Забарвлені екстракти підлягають закону Бера в інтервалі концентрацій алюмінію 0,006 – 3,24 мкг/мл.

На основі екстракційної системи Al – СГКК – ДІК можливе 10 – кратне концентрування алюмінію.

Визначенню алюмінію не заважають лужні та лужноземельні елементи /в тому числі Be/, хлориди, сульфати, тіосульфати, 3000-кратні кількості фосфат-іону, 1000-кратні оксалат-іону, 100-кратні нітрат-іону.

D-елементи утворюють з СГКК комплекси, які не вилучаються у вигляді потрібних сполук.

Заважають  $F^-$ , Cu, Fe, In, Ga, PЗЕ.

100-кратні кількості фторид-іону маскують бурою, 10000 – кількості Cu та Fe маскують тіосульфатом та 1,10-фенантроліном, що дозволяє безпосередньо визначати алюміній в сплавах.

На основі екстракційної системи Al – СГКК – ДІК розроблені методики визначення алюмінію в питтєвій та природних водах. Відносне стандартне відхилення при визначенні 0,1 мкг/мл Al складає 0,025.

П р и к л а д. 3,0 мл аналізованої проби переносять в ділільну воронку, додавають 2,0 мл 0,01M розчину СГКК /в ДМФА/, 0,5 мл 0,05M розчину тіосульфату натрію, 0,5 мл 0,05M розчину 1,10-фенантроліну, 0,5 мл 0,001M розчину ДІК, 0,5 мл 0,05M розчину бури і доводять до об'єму 10 мл буферним розчином /pH 7–8/. Приливають 3,0 мл толуолу і встряхують протягом 30 секунд. Екстракт відділяють, центрифугують і вимірюють оптичну густину при  $\lambda = 560$  нм в кюветах з товщиною шару 0,3 см відносно холостого досліджу.

Кількість алюмінію знаходять по калібровочному графіку.

На основі даної екстракційної системи розроблені методики експресного визначення алюмінію в сталях, бронзах, латунях та нікельових сплавах. Правильність методик

перевірялись аналізом стандартних зразків /М1096х, М1042х, М1904, М446х, С-29а та Іп./ з вмістом алюмінію на рівні 0,01–0,17%. Відносна похибка визначення складає 3,8% при вмісті алюмінію 0,01%.

П р и к л а д. 1,0 мл розчину аналізованого сплаву /0,5 г в 100 мл НСІ або Н<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> сталі, бронзи або латуні/ переносять в ділільну воронку, додають 5,0 мл 0,01М розчину СГКК /в ДМФА/, 0,5 мл 0,1М розчину тіосульфату натрію, 2,5 мл 0,1М розчину 1,10-фенантроліну, 1,0 мл 0,001М розчину ДІК та буфером доводять до об'єму 15 мл. Приливають 5,0 мл толуолу і встряхують протягом 1 хвилини. Екстракт відділяють, центрифугують і вимірюють оптичну густину в кюветах з товщиною шару 0,5 см при  $\lambda$  = 560 нм відносно холостого дослід.

Аналогічно готують холостий дослід, в який вводять 0,2 мл насиченого розчину NaF

Концентрацію алюмінію знаходять методом добавок /0,2 та 0,4 мл 0,0005М розчину алюмінію/.

Селективність способу досягається специфікою утворення аніонного комплексу з саліциліденгідразом капронової кислоти, чутливість – використанням основного барвника N,N'-диметиліндокарбоціаніна, експресність – одноразовою екстракцією толуолом.

Розроблений спосіб екстракційно-фотометричного визначення алюмінію може бути використаний екологічними лабораторіями для аналізу питтєвих та природніх вод, лабораторіями стандартизації сплавів та заводськими лабораторіями для аналізу сталей, бронз, латуней та нікелевих сплавів.

Упорядник

Техред Н.Румянцева

Коректор Н.Король

Замовлення 4228

Тираж

Підписне

Державне патентне відомство України,  
254655, ГСП, Київ-53, Львівська пл., 8

Відкрите акціонерне товариство "Патент", м. Ужгород, вул.Гагаріна, 101

