



ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) **UA**

(11) **88570**

(13) **U**

(51) МПК

G01N 33/52 (2006.01)

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: **u 2013 10793**

(22) Дата подання заявки: **09.09.2013**

(24) Дата, з якої є чинними
права на корисну
модель: **25.03.2014**

(46) Публікація відомостей
про видачу патенту: **25.03.2014, Бюл.№ 6**

(72) Винахідник(и):

**Авдєєнко Анатолій Петрович (UA),
Картамишев Дмитро Олександрович (UA)**

(73) Власник(и):

**ДОНБАСЬКА ДЕРЖАВНА
МАШИНОБУДІВНА АКАДЕМІЯ,
вул. Шкадінова, 72, м. Краматорськ,
Донецька обл., 84313 (UA)**

(54) СПОСІБ ПРЯМОГО ФОТОМЕТРИЧНОГО ВИЗНАЧЕННЯ МОЛІБДЕНУ

(57) Реферат:

Спосіб прямого фотометричного визначення молібдену полягає у застосуванні органічного реагенту класу азосполук класу азометанів (основа Шиффа) - саліцилальсалікоїлгідрозон.

UA 88570 U

Корисна модель належить до галузі аналітичної хімії, зокрема до фізико-хімічних методів визначення молибдену, і може знайти застосування при прямому фотометричному визначенні молибдену в металах і сплавах та інших матеріалах металургійного виробництва.

Відомий спосіб фотометричного визначення молибдену в металах і сплавах, який полягає в утворенні кольорових комплексних сполук молибдену з органічними реагентами-комплексоутворювачами, наприклад фенілгідразиним, дифенілкарбазоном, 8-оксихіноліном, 8-оксихінолін-5-сульфокислотою, солохромовим фіолетовим R, солохромовим темно-блакитним B, солохромовим темним RN, солохромовим чорним AS, кислотним хромсинім 2K, пірокатехіном, пірокатехін-3,5-дисульфокислотою, морином, кверцетином, 3,3',4',5,7-пентаоксифлавоном, пірогалолом, галовою кислотою, комплексом III, тіогліколевою кислотою, тіоляблуневою кислотою, 8-меркаптохіноліном, толуол-3,4-дитіолом, похідними дитіокарбамінової кислоти (наприклад, діетилдитіокарбамінатом натрію), саліцилгідроксамовою кислотою, 5-фенілпіразолін-1-дитіокарбаматом натрію, ксантогенатами, 5,7-дибром-8-оксихіноліном, магнезоном, бромпірогалоловим червоним у присутності п-полібензолпідніхлориду, о,о-діоксіязосполуками, гетероциклічними азосполуками (ПАР, 5-BrПААФ) [Бусев А.Н. Аналитическая химия молибдена. Изд-во АН СССР. М.: 1962, 386 с.; Сендел Е. Колориметрические методы определения следов металлов. Изд-во "Мир". М.: 1964; Бабко А.К., Пилипенко А.Т. Фотометрический анализ. Изд-во "Химия". М.: 1968; Кочелаева Г.А. Спектроскопические и вольтамперометрические методы определения молибдена с использованием адсорбционных эффектов. Дисс. канд. хим. наук, Москва, 2000. 142 с.].

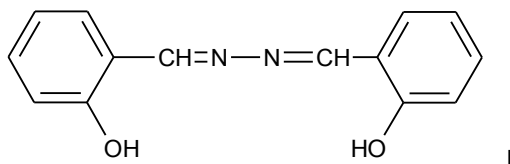
Найбільш близьким аналогом до способу, що заявляється, є прямий фотометричний спосіб визначення молибдену (VI) з люмогаліоном (2-гідрокси-3-сульфо-5-хлорбензеназорезорцином), який належить до азосполук.

Загальними суттєвими ознаками найближчого способу і способу, що заявляється, є прямий фотометричний спосіб визначення молибдену (VI) за допомогою комплексоутворюючого органічного реагенту, який належить до азосполук.

Основним недоліком відомого способу є той факт, що кількісному визначенню молибдену (VI) заважають іони Al і Fe(III), тобто неможливо застосовувати цей спосіб для аналізу дуже поширених сплавів алюмінію і заліза.

В основу корисної моделі поставлено задачу удосконалення відомого способу прямого фотометричного визначення молибдену (VI) для розширення сфери застосування, і зокрема для застосування цього способу для аналізу дуже поширених сплавів алюмінію і заліза.

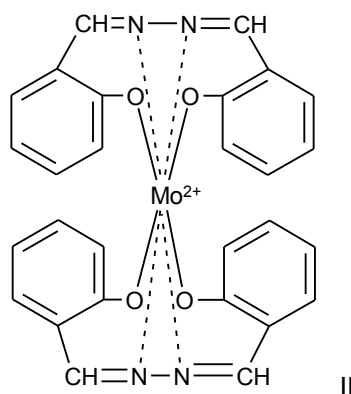
Поставлена задача вирішується за рахунок того, що як комплексоутворюючий реагент в прямому фотометричному способі аналізу застосовують органічну сполуку саліцилаль-салікоїлгідрозон (I), який належить до азосполук, а саме до класу азометинів



(основ Шиффа). Це є безбарвна, кристалічна речовина, нерозчинна у воді, хлороформі, помірно розчинна в гарячих кислотах (HCl, H₂SO₄, CH₃COOH), добре розчинна в лугах, аміаку, ацетоні.

Фотометричний реагент, що використовують корисній моделі - саліцилаль-салікоїлгідрозон синтезований нами уперше за загальноприйнятою методикою синтезу азометинів - кип'ятінням суміші саліцилового альдегіду з гідразидом саліцилової кислоти в спиртовому середовищі, аналогічно методиці, використаній в роботах [Авдеенко А.П., Сурмий А.Н., Атясова Л.П., Ключник Н.П. Новые комплексообразователи. Сообщение I. Синтез фтальальдегид-бис-оксианилов. Сб. Вопросы химии и хим. технологи. Изд. Харьковского ун-та, 1980. Вып. 60. С. 10-14; Авдеенко А.П., Сурмий А.Н., Атясова Л.П., Бурмистров С.И. Новые комплексообразователи. Сообщение II. Синтез фтальальдегид-бис-гидразонов и -диоксимов. Сб. Вопросы химии и хим. технологи. Изд. Харьковского ун-та, 1979. Вып. 57. С. 81-83].

Саліцилаль-салікоїлгідрозон є тетрадентантним аналітичним реагентом. Можливо припустити утворення двозарядного комплексу Мо (VI) з двома молекулами саліцилаль-салікоїлгідрозону (II), що підтверджується експериментальними даними.



Спосіб заснований на реакції іонів Mo (VI) з саліцилаль-салікоїлгідрозоном у 20 % ацетоні при pH=1...4 з утворенням комплексної сполуки (II) яскраво-жовтого кольору, розчинної у водно-ацетоновому середовищі. Оптимальна область концентрацій 25...170 мкг молібдену (VI) в 25 мл розчину при товщині шару 20...30 мл, при цьому добре виконується закон Бугера-Ламберта-Бера. Найбільша оптична густина спостерігається при pH=1...4, максимум поглинання комплексу знаходиться при 400 нм.

Встановлено, що прямому фотометричному визначенню молібдену (VI) не заважає більшість іонів, в тому числі іони Cr(III), Ni(II), Mn(II), Co(II), Zn, Al, Pb, Ti, V(V), Bi(III), Sb(III), Mg, Ca, Cd.

Вплив іонів Fe(III) легко усувається аскорбіною кислотою. Розчин саліцилаль-салікоїлгідрозону є стійким впродовж року. Забарвлення комплексу розвивається миттєво і стійке впродовж місяця.

Усі ці чинники дозволяють швидко визначати вміст молібдену в багатьох металах і сплавах та інших матеріалах металургійного виробництва на тлі багатьох складових і, зокрема, в дуже поширених сплавах алюмінію і заліза.

Новий спосіб прямого фотометричного визначення молібдену (VI) з використанням як органічного реагенту - саліцилаль-салікоїлгідрозону дозволяє також виключити операцію екстракції та інші засоби з забезпечення високої точності аналізу.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

Спосіб прямого фотометричного визначення молібдену, який полягає у застосуванні органічного реагенту класу азосполук, який **відрізняється** тим, що використовують азосполуку класу азометанів (основа Шиффа) - саліцилальсалікоїлгідрозон.

Комп'ютерна верстка Л. Литвиненко

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601