



ДЕРЖАВНА СЛУЖБА  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ  
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **88575** (13) **U**  
(51) МПК  
**G01N 33/52** (2006.01)

## (12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: <b>u 2013 10798</b>	(72) Винахідник(и): <b>Авдєєнко Анатолій Петрович (UA)</b>
(22) Дата подання заявки: <b>09.09.2013</b>	(73) Власник(и): <b>ДОНБАСЬКА ДЕРЖАВНА МАШИНОБУДІВНА АКАДЕМІЯ,</b>
(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: <b>25.03.2014</b>	вул. Шкадінова, 72, м. Краматорськ, Донецька обл., 84313 (UA)
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: <b>25.03.2014, Бюл.№ 6</b>	

## (54) СПОСІБ ПРЯМОГО ФОТОМЕТРИЧНОГО ВИЗНАЧЕННЯ ВАНАДІЮ В СТАЛЯХ

### (57) Реферат:

Спосіб прямого фотометричного визначення ванадію в сталях включає застосування комплексоутворюючого органічного реагенту азометинового ряду. Як органічний реагент використовують комплексоутворюючу сполуку класу азометинів (основа Шиффа) - ізофталальдегід-біс-(2-оксіаніл).

UA 88575 U



Корисна модель належить до галузі аналітичної хімії, зокрема до фізико-хімічних методів визначення ванадію, і може знайти застосування при прямому фотометричному визначенні ванадію в металах і сплавах.

Відомий спосіб прямого фотометричного визначення ванадію в металах і сплавах, який оснований на реакціях утворення кольорових комплексних сполук ванадію з органічними реагентами-комплексоутворювачами, наприклад: оксином (8-оксихіноліном), 8-меркаптохіноліном, 5,7-дибром-8-оксихіноліном, 7-йодо-8-оксихінолін-5-сульфокислотою, 4-(2-піридилазо)-резорцином (ПАР), 1-(2-піридилазо)-2-нафтолом, арсеназо I, хромотроном 2В, сульфаназо, сульфонілтразо, ванадоксом (о-карбоксифенілантраніловою кислотою), алюмініоном, формазоном, фталексонами (кислиновим помаранчевим, метилтимоловим синім, пірокатехіновим фіолетовим, тимолфталексоном 3, м-крезолфталексоном Б, о-хлорфталексоном А, о-хлорфталексоном Б, фталексоном А, сульфофталексонами), пірокатехіном (о-діоксибензолом), оксифлавонами, морином, антипірином, пікраміназо Н, галіоном, люмогаліоном, магнетоном, еріохромом зеленим В, кислотним хром темно-синім К, алізарином S, піразолоном, дитіокарбамінатом натрію, N-бензоїл-N-фенілгідроксиламіном (БФГА), бензоїлгідразидом антранілової кислоти, гідроксамовою кислотою (N-бензоїл-2-нафтогідроксамовою кислотою, бензгідроксамовою кислотою, саліцилгідроксамовою кислотою, N-м-толіл-N-о-метоксибензоїлгідроксамовою кислотою), N-феніл-2-метил-3-окси-4-піридоном, 2-метил-3-окси-4-піроном, 2-метокси-5-окси-4-піроном [Музгин В.Н., Хамзина Л.Б., Золотавий В.Л., Безруков И.Я. Аналитическая химия ванадия. - М.: Наука, 1981, 216 с.; Смирнов А.Н. Изучение фталексонов как реагентов для спектрометрического определения ванадия. Дисс. анд. хим. наук, Саратов, 1983, 192 с.].

Найбільш близьким аналогом до способу, що заявляється, є прямий фотометричний метод визначення ванадію (V) з трополоном (основною Шиффа, отриманою сполученням 1-аміно-8-нафтол-3,6-дисульфокислоти з саліциловим альдегідом) [Музгин В.Н., Хамзина Л.Б., Золотавий В.Л. Аналитическая химия ванадия. Изд. Московского университета, 1981. 216 с.].

Загальними суттєвими ознаками найближчого аналога і способу, що заявляється, є прямий фотометричний метод визначення ванадію (V) за допомогою комплексоутворюючого органічного реагенту, який належить до основ Шиффа.

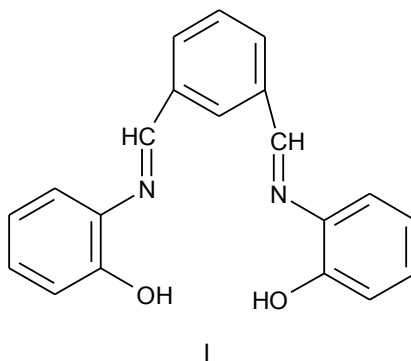
Основним недоліком способу-аналога є використання малодоступного реагенту, відносно складним перебігом аналізу, пов'язаним з необхідністю маскування декількох іонів металів, які входять до складу сталей. Тобто прополон не є селективним реагентом визначення ванадію (V) в сталях.

В основу корисної моделі поставлено задачу удосконалення відомого способу фотометричного визначення ванадію (V) за рахунок використання легкодоступного фотометричного комплексоутворюючого органічного реагенту з більш високою чутливістю, селективністю і простою методикою самого прямого фотометричного визначення ванадію.

Поставлена задача вирішується за рахунок того, що як комплексоутворювач в прямому фотометричному визначенні ванадію (V) в сталях застосовують основу Шиффа, отриману сполученням ізофталевого альдегіду з о-амінофенолом в спиртовому середовищі - ізофталальдегід-біс-(2-оксіанілу) (I).

Ізофталальдегід-біс-(2-оксіаніл) (I) синтезовано нами вперше [Авдеенко А.П., Сурмий А.Н., Атясова Л.П., Ключник Н.П. Новые комплексообразователи. Сообщение I. Синтез фталальдегид-бис-оксанилов. Сб. Вопросы химии и хим. технологи. Изд. Харьковского ун-та, 1980. Вып. 60. - С. 10-14].

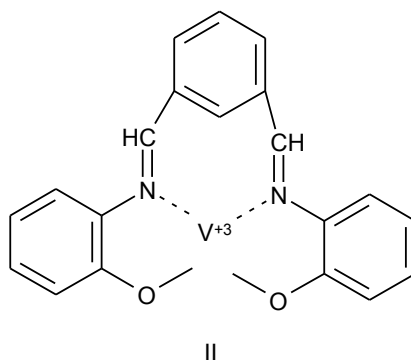
Синтез його дуже простий. Ізофталальдегід-біс-(2-оксіаніл) є світло-коричневим кристалічним продуктом, добре розчиняється в розбавлених і концентрованих кислотах HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, в ацетоні, диметилформаміді, спиртах.



Сполука (I) є тетрадентною і утворює кольорові комплекси: рожевий з іонами V (V), рожево-коричневий з Mo (VI), буро-коричневий з Cr (III), червоно-бурий з Fe (III). Не утворює комплексів з іонами Cr (VI), Ni (II), Co (II), Cu (II), Mn (II), Na, K, NH<sub>4</sub>.

Основні елементи легованих сталей: Cr, Ni, Mo, Ti, W, Cu не заважають визначенню ванадію прямим фотометричним методом. Для врахування впливу заліза на результати аналізу паралельно з основним аналізом виконують "холосту пробу".

Сполука (I) з ванадієм (V) утворює стійку комплексну сполуку рожевого кольору з  $\lambda_{\max}=490$  нм в 9...12N розчині сірчаної кислоти. Співвідношення стехіометричних коефіцієнтів, визначене методами ізомольарних серій та насичення, складає 1:1, що відповідає формулі (II) комплексу.



Отриманий інтервал концентрацій V (V) 1...225 мкг в 50 мл розчину при вмісті його в сталях 0,02...2,0 %.

На основі проведених досліджень розроблено метод, який дозволяє з достатньою точністю визначати ванадій в сталях без маскування або видалення супутніх металів.

Як досліджувані об'єкти використані стандартні зразки сталей. Величина наважки в залежності від вмісту ванадію є наступною:

Вміст ванадію, %	0,01...0,1	0,1...0,5	0,5...2,0
Наважка, г	1,0	0,5	0,25

Спосіб виконують наступним чином.

Наважку зразка розчиняють в стакані в 50 мл H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (1:4), додають азотну кислоту для окиснення іонів металів і випаровують до утворення туману сірчаної кислоти над поверхнею розчину. Рідину охолоджують, додають 50...60 мл води і нагрівають до цілковитого розчинення солей. Знову охолоджують і краплями додають розчин 0,1 N KMnO<sub>4</sub>, перемішуючи до отримання стійкого на протязі 3...5 хвилин рожевого забарвлення. Надлишок перманганату калію зв'язують 2,5 %-ним розчином щавлевої кислоти, додаючи її по краплях, добре розмішуючи, не створюючи її надлишку. Розчин переносять в мірну колбу ємністю в 100 мл і доводять об'єм, додаючи воду, до риски.

Для фотометрування відбирають 10 мл розчину при вмісті ванадію до 1 % і 5 мл при вмісті 1...2 %. Якщо аліквота дорівнює 5 мл, то додають розчин сірчаної кислоти (1:9) до об'єму 10 мл.

Аліквотну частину поміщають в мірну колбу ємністю 50 мл, додають 5 мл ортофосфорної кислоти, 20 мл сірчаної кислоти (1:1), 5 мл 0,03 %-ного розчину реагента (I) в 12N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> і доливають воду до мітки.

В кожен пробу усі реактиви приливають одночасно і витримують півгодини.

Як розчин порівняння використовують розчин проби, до якого додано усі реактиви, крім реагенту (I).

Одночасно з пробю проводять аналіз карбонільного заліза. Визначається величина "холостої проби" з реагентом (I), яка віднімається від оптичної гущини розчину проби.

Оптична густина вимірюється на ФЕК-56М в кюветі з  $l=30$  мм, світлофільтр № 5 - 490 нм.

Результати визначення ванадію наведені в таблиці.

Таблиця

Стандартний зразок	Вміст ванадію відповідно з паспортом, %	Вміст ванадію за результатами аналізу, %	Відносна помилка, %
127-5a	0,021	0,021	0,0
127-12a	0,051	0,054	+5,9
127-3	0,117	0,114	-2,7
349	0,277	0,275	-0,7
218	0,340	0,343	+0,9
260	1,88	1,88	0,0
1226	2,14	2,11	-0,14

10 Запропонований спосіб фотометричного визначення ванадію в сталях є достатньо селективним, має достатній інтервал концентрацій ванадію, які визначаються, точність визначення ванадію є високою (відносна помилка в залежності від вмісту ванадію коливається в інтервалі 0...6 %. Аналіз є простим у виконанні. Чутливість методу дорівнює 0,02 мкг/мл.

#### 15 ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

Спосіб прямого фотометричного визначення ванадію в сталях, який полягає у застосуванні комплексоутворюючого органічного реагенту азометинового ряду, який **відрізняється** тим, що як органічний реагент використовують комплексоутворюючу сполуку класу азометинів (основа Шиффа) - ізофталальдегід-біс-(2-оксіаніл).

---

Комп'ютерна верстка М. Ломалова

---

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