



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 102161

(13) C2

(51) МПК

G01N 31/22 (2006.01)

G01N 21/78 (2006.01)

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ**(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД**

- (21) Номер заявки: **а 2011 15441**
(22) Дата подання заявки: **27.12.2011**
(24) Дата, з якої є чинними права на винахід: **10.06.2013**
(41) Публікація відомостей про заявку: **25.05.2012, Бюл.№ 10**
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: **10.06.2013, Бюл.№ 11**

- (72) Винахідник(и):
**Базель Ярослав Рудольфович (UA),
Лавра Василина Михайлівна (UA),
Гнида Магдаліна Павлівна (UA),
Зимомря Іван Іванович (UA)**
(73) Власник(и):
**ДЕРЖАВНИЙ ВИЩИЙ НАВЧАЛЬНИЙ
ЗАКЛАД "УЖГОРОДСЬКИЙ
НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ",
вул. Підгірна, 46, м. Ужгород, 88000 (UA)**
(56) Перелік документів, взятих до уваги експертизою:
UA 85449 C2, 26.01.2009
UA 19579 A, 25.12.1997
RU 2041460 C1, 09.08.1995
SU 1352329 A1, 15.11.1987
SU 1675746 A1, 07.09.1991

(54) СПОСІБ ЕКСТРАКЦІЙНО-СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧНОГО ВИЗНАЧЕННЯ ДОДЕЦИЛСУЛЬФАТУ НАТРІЮ**(57) Реферат:**

Винахід належить до галузі аналітичної хімії, а саме до способів екстракційно-спектрофотометричного визначення додецилсульфату натрію. Спосіб включає утворення іонного асоціату додецилсульфату натрію з органічною основою, екстракцію його органічним розчинником і наступне фотометрування екстрактів. Як органічну основу використовують основний барвник астрафлосин FF. Як органічний розчинник використовують нетоксичний ізоамілацетат. Переведення в іонний асоціат проводять при концентрації барвника астрафлосину FF $2 \cdot 10^{-5}$ - $4 \cdot 10^{-5}$ моль/л і кислотності середовища pH 2-9. Спосіб не потребує використання токсичних екстрагентів та багаторазової екстракції, забезпечує високу чутливість і селективність аналізу, дає можливість проводити визначення в присутності сторонніх іонів.

UA 102161 C2

Винахід належить до галузі аналітичної хімії, а саме до способів спектрофотометричного визначення додецилсульфату натрію.

Відомий спосіб екстракційно-спектрофотометричного визначення додецилсульфату натрію (ДДС) із родаміном 6Ж, що дозволяє визначати додецилсульфат натрію з похибкою 5-10 %. Як органічний реагент використовується тетрахлорметан, максимум світлопоглинання утворених іонних асоціатів спостерігається при 510-515 нм.

Недоліком способу є низька ефективність екстракції, а саме: одноразовою екстракцією тетрахлоретаном вдається перевести в органічну фазу лише 55-65 % ДДС і тому проводять чотирикратну екстракцію. Використання інших розчинників (амілацетат) виключається через сильне світлопоглинання екстрактів контрольної проби. Окрім того, складною і довготривалою є процедура приготування розчину реагенту. В роботі не приведені важливіші спектрофотометричні характеристики екстрактів, а також вплив заважаючих іонів на визначення ДДС [1].

Інший спосіб спектрофотометричного визначення додецилсульфату натрію базується на його здатності утворювати іонні асоціати із барвником родаміном 6Ж у водній фазі [2].

Недоліком даного способу є те, що утворений іонний асоціат спочатку адсорбується на стінках посудини з поліетилентерефталату при енергійному струшуванні, а вже після цього іонний асоціат розчиняють в полярному розчиннику (метанол, ацетон, тощо) і проводяться вимірювання оптичної густини. Процедура визначення є трудомісткою, струшування в горизонтальній площині слід проводити не менше 5 хвилин. Існує цілий ряд факторів, які суттєво можуть впливати на дане визначення. Серед них: температура, однорідність поверхні і матеріал посудини, час і швидкість струшування. Тому відтворюваність результатів вимірювання оптичної густини є невисокою.

Відомий також спосіб спектрофотометричного визначення додецилсульфату натрію, який базується на утворенні іонного асоціату з катіонним барвником акридиновим оранжевим [3]. Як екстрагенту використовується толуен. Даний екстрагент є токсичним, його використання в аналітичній практиці обмежене ще й тим, що толуен входить до переліку прекурсорів. Окрім того, інтенсивність забарвлення даного барвника є невисокою, тому за чутливістю метод поступається відомим аналогам. Окрім того, визначенню додецилсульфату натрію заважають вже невеликі надлишки іонів металів (As, Hg, Cr, Zn, Cu, Ni).

Найбільш близьким за технічною суттю та результатом, що досягається, до заявлюваного є спосіб спектрофотометричного визначення додецилсульфату натрію, що ґрунтується на утворенні в лужному середовищі іонних асоціатів ДДС з метиленовим синім, екстракції цих сполук хлороформом з наступною обробкою отриманих екстрактів кислотою і вимірюванням оптичної густини при 650 нм.

Недоліком даного способу є те, що екстракція ДДС спостерігається у вузькому інтервалі рН, рекомендується підтримувати точно визначене значення рН = 10. Для визначення необхідно брати великий надлишок реагенту. Процедура визначення є достатньо складною і трудомісткою, так як екстракцію хлороформом повторюють три рази, вимірюють оптичну густину об'єднаних екстрактів (об'єм органічної фази становить 25 мл). Окрім того, методика передбачає використання двох розчинів реагенту (нейтрального і кислого), а використовуваний екстрагент (хлороформ) є токсичним [4].

Задачею винаходу є збільшення чутливості та селективності екстракційно-спектрофотометричного визначення додецилсульфату натрію, спрощення методики та покращення інших метрологічних характеристик.

Поставлена задача досягається таким чином, що згідно способу екстракційно-спектрофотометричного визначення додецилсульфату натрію, який включає в себе утворення іонного асоціату додецилсульфату натрію з органічною основою, екстракцію його органічним розчинником і наступне фотометрування екстрактів, який відрізняється тим, що як органічну основу використовують основний барвник астрафлосин FF, як органічний розчинник - ізоамілацетат, а переведення в іонний асоціат проводять при концентрації барвника астрафлосину $FF \cdot 2 \cdot 10^{-5} - 4 \cdot 10^{-5}$ моль/л, кислотності середовища рН 2-9.

За таких умов молярний коефіцієнт поглинання екстрактів іонного асоціату становить $1,09 \cdot 10^5$ (при 550 нм), а визначенню ДДС не заважають великі надлишки хлоридів, фторидів, бромідів, сульфатів, нітратів, карбонатів, а також іони кальцію, магнію, феруму, нікелю, купруму, цинку.

В таблиці 1 приведено порівняння деяких характеристик зазначених способів спектрофотометричного визначення ДДС.

Таблиця 1

Порівняльна характеристика спектрофотометричних методів визначення ДДС

Реагент	Екстрагент	$\lambda_{\text{эф}}$, нм	ε , л/моль·см	Джерела інформації:
Родамін 6Ж	Тетрахлорметан	510-515	-	[1]
Родамін 6Ж	-	534	$8,5 \cdot 10^4$	[2]
Акридиновий оранжевий	Толуен	467	-	[3]
Метиленовий синій	Хлороформ	650	-	[4]
Астрафлосин FF	Ізоамілацетат	550	$1,09 \cdot 10^5$	Пропонований спосіб

5 Забарвлення екстрактів іонного асоціату стійке щонайменше годину, рівновага екстракції встановлюється вже за 10 с, а процент екстракції становить 97-98 %. Нижче приведено експериментальні дані (табл. 2-4), що доказують суттєвість рН водного розчину, концентрацій барвника та вплив часу екстракції на зміну оптичної густини екстрактів утвореного іонного асоціату (ІА).

Таблиця 2

Вплив кислотності середовища на оптичну густину екстрактів іонного асоціату

рН	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
$\Delta A_{\text{ДДС}}$	1,06	1,04	1,09	1,09	1,08	1,08	1,07	1,04	1,00	1,00	0,99

Таблиця 3

Вплив концентрації барвника астрафлосину FF на оптичну густину екстрактів іонного асоціату

$C_{\text{(астрафлосину FF)}}, 10^{-5}, \text{ моль/л}$	0,2	0,6	1,0	1,4	2	3	4
ΔA	0,24	0,69	0,89	1,07	1,10	1,11	1,10

10

Таблиця 4

Вплив часу екстракції на зміну оптичної густини екстрактів іонного асоціату

t , сек	10	20	30	40	50	60
ΔA	1,10	1,10	1,07	1,05	1,08	1,07

Приклад

15 Методика екстракційно-спектрофотометричного визначення додецилсульфату натрію з астрафлосином FF.

20 Аліквоту досліджуваного розчину об'ємом 0,1-1,0 мл переносять у пробірку з притертим корком, додають 0,5 мл $2 \cdot 10^{-4}$ М барвника астрафлосин FF, 0,5 мл ацетатно-аміачного буферного розчину із рН 5 і доводять дистильованою водою об'єм водної фази до 5 мл. Тоді додають 5 мл нетоксичного екстрагенту - ізоамілацетату, екстрагують протягом 20 секунд, органічну фазу відділяють, центрифугують і вимірюють оптичну густину екстрактів на спектрофотометрі при 550 нм в кюветі з товщиною шару $l = 1$ см.

25 Вміст ДДС визначають за градувальним графіком, побудованим аналогічно, табл. 5. Закон Бера справджується в інтервалі концентрації ДДС від 0,08 до 3,46 мкг/мл. Відносне стандартне відхилення (S_r) при визначенні ДДС складає 0,014-0,046 ($n=5$, $P=0,95$), процент екстракції становить 97-98 %.

Таблиця 5

Залежність оптичної густини екстрактів від концентрації додецилсульфату натрію

С _{ддс} , мкг/мл	0,58	1,15	1,73	2,30	2,88	3,46
ΔА	0,24	0,43	0,65	0,87	1,07	1,29

Для експериментальної перевірки запропонованого способу проведено визначення додецилсульфату натрію у зразку миючого засобу "Tide". 0,1 г миючого засобу розчиняли у воді і доводили об'єм до 1000 мл. Аліквоту досліджуваного розчину 1,0 мл переносять у пробірку з притертим корком і далі визначення проводять як описано вище.

Таким чином, використання запропонованого способу екстракційно-спектрофотометричного визначення додецилсульфату натрію забезпечує високу чутливість і селективність аналізу. Спосіб є простим, не потребує використання токсичних екстрагентів та багаторазової екстракції, рівновага екстракції встановлюється за 10 с, зміна рН в межах 2-9 та концентрації барвника астрафлорсин FF в межах $2 \cdot 10^{-5}$ - $4 \cdot 10^{-5}$ моль/л не впливають на результати вимірювань, а процент екстракції становить 97-98 %. Суттєвою перевагою способу є можливість проводити визначення в присутності хлоридів, фторидів, бромідів, сульфатів, нітратів, карбонатів, іонів кальцію, магнію, феруму, нікелю, купруму, цинку.

Винахід може бути використаний у заводських, науково-дослідних, хіміко-аналітичних лабораторіях.

Джерела інформації:

1. Дрозд А.В. Одновременное экстракционно-спектрофотометрическое определение анионных ПАВ с родамином 6Ж / А.В. Дрозд, В.Г. Климов // Журн. аналит. химии. - 1998. - Т. 53, № 8. - С. 811-814.

2. Kamaya Minori. Spectrophotometric method for the determination of an anionic surfactant without liquid-liquid extraction / Minori Kamaya, Yoko Tomizawa, Kunio Nagashima // Anal. Chim. Acta. - 1998. - Vol. 362. - P. 157-161.

3. Adak Asok. Spectrophotometric determination of anionic surfactant in wastewater using acridine orange / Asok Adak, Anjali Pal, Manas Bandyopadhyay // Indian J. Chem. Technol. - 2005. - Vol. 12. - P. 145-148.

4. ГОСТ Р 51211-98. Вода питьевая. Методы определения содержания поверхностно-активных веществ. Введ. 1999-07-01 - прототип.

ФОРМУЛА ВИНАХОДУ

Спосіб екстракційно-спектрофотометричного визначення додецилсульфату натрію, який включає в себе утворення іонного асоціату додецилсульфату натрію з органічною основою, екстракцію його органічним розчинником і наступне фотометрування екстрактів, який відрізняється тим, що як органічну основу використовують основний барвник астрафлорсин FF, як органічний розчинник - ізоамілацетат, а переведення в іонний асоціат проводять при концентрації барвника астрафлорсину $2 \cdot 10^{-5}$ - $4 \cdot 10^{-5}$ моль/л і кислотності середовища рН 2-9.

Комп'ютерна верстка А. Крулевський

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