



УКРАЇНА

(19) **UA**

(11) **102322**

(13) **C2**

(51) МПК

G01N 31/22 (2006.01)

G01N 21/78 (2006.01)

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД

- (21) Номер заявки: **а 2012 01461**
(22) Дата подання заявки: **13.02.2012**
(24) Дата, з якої є чинними права на винахід: **25.06.2013**
(41) Публікація відомостей про заяву: **25.03.2013, Бюл.№ 6**
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: **25.06.2013, Бюл.№ 12**

- (72) Винахідник(и):
**Лавра Василина Михайлівна (UA),
Гнида Магдалина Павлівна (UA),
Базель Ярослав Рудольфович (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:
SU 1352352 A1, 15.11.1987
SU 1352329 A1, 15.11.1987
SU 1675746 A1, 07.09.1991
UA 19579 A, 25.12.1997
UA 28610 A, 16.10.2000
RU 2041460 C1, 09.08.1995

(54) СПОСІБ ЕКСТРАКЦІЙНО-СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧНОГО ВИЗНАЧЕННЯ ДОДЕЦИЛСУЛЬФАТУ НАТРІЮ

(57) Реферат:

Винахід належить до галузі аналітичної хімії, а саме до способів 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 - суміш тетрахлорметану з дихлоретаном у співвідношенні (4:1). Переведення в іонний асоціат проводять при концентрації барвника 0,0001 моль/л та кислотності середовища рН 1-8. Спосіб не потребує використання токсичних екстрагентів та багаторазової екстракції, забезпечує високу чутливість аналізу, дає можливість проводити визначення в присутності сторонніх іонів.

UA 102322 C2

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

З літератури відомий спосіб спектрофотометричного визначення додецилсульфату натрію (ДДС), що базується на його здатності утворювати іонні асоціати з барвником родаміном 6Ж у водній фазі [1].

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 проводять 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.

Найбільш близьким за технічною суттю та технічним результатам до заявленого 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 654 нм [2].

Недоліком даного способу є недостатньо висока чутливість, а також те, що екстракція ДДС спостерігається у вузькому інтервалі рН: рекомендується підтримувати точно визначене значення рН = 10. Для визначення необхідно брати великий надлишок реагенту. Окрім того, 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.

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

Поставлена задача досягається таким чином, що згідно зі способом 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 - суміш тетрахлорметану з дихлоретаном у співвідношенні (4:1), а переведення в іонний асоціат проводять при концентрації барвника 0,0001 моль/л та кислотності середовища рН 1-8.

За таких умов екстракції при співвідношенні об'ємів водної та органічної фаз 50:1, молярний коефіцієнт поглинання екстрактів іонного асоціату становить $4,15 \cdot 10^6$ (при 540 нм), а визначенню ДДС не заважають великі надлишки хлоридів, фторидів, бромідів, сульфатів, нітратів, карбонатів, фосфатів, а також іони кальцію, магнію, феруму, нікелю, купруму, цинку, алюмінію.

Порівняння чутливості визначення ДДС відомими методами та запропонованим способом екстракційно-спектрофотометричного визначення ДДС наведено в таблиці 1.

Таблиця 1

Порівняння чутливості визначення ДДС відомими методами та запропонованим способом

Реагент	Екстрагент	рН	λ_{\max} , нм	ϵ , л/моль·см	C_{\min} , мкг/мл	Джерела інформації
Родамін 6Ж	-	0,5-3	534	$8,5 \cdot 10^4$	0,0350	[1]
Метиленовий синій	хлороформ	10	654	$2,2 \cdot 10^5$	0,0114	[2, 3]
Астрафлосин FF	тетрахлорметан + дихлоретан (4:1)	1-8	540	$4,2 \cdot 10^6$	0,0007	Запропонований спосіб

λ_{\max} - максимальна довжина хвилі визначення іонного асоціату ДДС,

ϵ - молярний коефіцієнт світлопоглинання,

C_{\min} - межа визначення ДДС.

Забарвлення екстрактів іонного асоціату стійке щонайменше годину. Нижче приведено експериментальні дані (табл. 2-5), що доказують суттєвість рН розчину, концентрацій барвника, складу суміші екстрагентів та концентрації додецилсульфату натрію.

Таблиця 2

Вплив кислотності середовища на оптичну густину екстрактів іонного асоціату

рН	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
$\Delta A_{\text{ддс}}$	0,42	0,40	0,45	0,45	0,44	0,44	0,43	0,4	0,36	0,36	0,35

5

Таблиця 3

Вплив концентрації барвника астрафлоксину FF на оптичну густину екстрактів іонного асоціату

$C_{\text{(астрафлоксину FF)}, 10^{-4} \text{ моль/л}}$	0,04	0,08	0,14	0,2	0,6	1	1,4
ΔA	0,29	0,30	0,33	0,36	0,38	0,41	0,37

Таблиця 4

Залежність оптичної густини екстрактів від вмісту дихлоретану (ДХЕ) в суміші з тетрахлорметаном

ДХЕ, %	0	20	40	50	60	80
$\Delta A_{\text{ддс}}$	0,22	0,42	0,41	0,43	0,44	0,25

Таблиця 5

Залежність оптичної густини екстрактів від концентрації додецилсульфату натрію

$C_{\text{ддс}}, \text{ мкг/мл}$	0,058	0,173	0,288	0,403	0,576
ΔA	0,09	0,22	0,39	0,55	0,77

Приклад

- 10 Методика екстракційно-спектрофотометричного визначення додецилсульфату натрію з астрафлоксином FF.

Аліквоту досліджуваного розчину об'ємом 10-40 мл переносять у колбу, додають 5 мл $1 \cdot 10^{-4}$ М барвника астрафлоксину FF, 5 мл ацетатно-аміачного буферного розчину із рН 5 і доводять об'єм бідистилятом до 50 мл. Тоді додають 1 мл суміші тетрахлорметану із дихлоретаном у співвідношенні (4:1), екстрагують протягом 30 секунд, органічну фазу відділяють, центрифугують і вимірюють оптичну густину екстрактів при 540 нм в кюветі з товщиною шару 1 = 0,1 см. Вміст ДДС визначають за градувальним графіком, побудованим аналогічно, табл. 5. Закон Бера справджується в інтервалі концентрації ДДС від 0,002 до 0,576 мкг/мл.

- 15 Для експериментальної перевірки запропонованого способу проведено визначення додецилсульфату натрію у питній та річковій воді. Відносне стандартне відхилення (S_r) при визначенні ДДС складає 0,011-0,059 ($n = 5$, $P = 0,95$). Правильність визначення перевіряли методом добавок, а також порівнянням з результатами, отриманими стандартною методикою визначення ДДС [2, 3].

- 25 Таким чином, використання запропонованого способу екстракційно-спектрофотометричного визначення додецилсульфату натрію забезпечує високу чутливість аналізу. Спосіб є простим, не потребує використання токсичних екстрагентів та багаторазової екстракції. Суттєвою перевагою способу є можливість проводити визначення в присутності хлоридів, фторидів, бромідів, сульфатів, нітратів, карбонатів, фосфатів, іонів кальцію, магнію, феруму, нікелю, купруму, цинку, алюмінію.

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

Джерела інформації:

1. 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.
- 5 2. ДСТУ ISO 7875. Якість води. Визначення поверхнево-активних речовин. Ч. 1 Метод визначення вмісту аніонних поверхнево-активних речовин вимірюванням індексу метиленового блакитного (ISO 7875-1:1996/Cor 1:2003. Water quality - Determination of surfactants - Part 1:Determination of anionic surfactants by measurement of the methylene blue index (MB AS), IDT) - прототип.
- 10 3. Rodenas-Torral E. An environmentally friendly multicommutated alternative to the reference method for anionic surfactant determination in water / E. Rodenas-Torral, B. F. Reis, A. Morales-Rubio, M. de la Guardi // Talanta. - 2005. - Vol. 66. - P. 591-599.

ФОРМУЛА ВИНАХОДУ

- 15 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
- 20 **відрізняється** тим, що як органічну основу використовують основний барвник астрафлосин FF, як органічний розчинник - суміш тетрахлорметану з дихлоретаном у співвідношенні (4:1), а переведення в іонний асоціат проводять при концентрації барвника 0,0001 моль/л та кислотності середовища pH 1-8.

Комп'ютерна верстка Л. Ціхановська

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