



ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) UA

(11) 71874

(13) U

(51) МПК

G01N 31/22 (2006.01)

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: **u 2012 01466**

(22) Дата подання заявки: **13.02.2012**

(24) Дата, з якої є чинними
права на корисну
модель: **25.07.2012**

(46) Публікація відомостей
про видачу патенту: **25.07.2012, Бюл.№ 14**

(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)**

(54) СПОСІБ ЕКСТРАКЦІЙНО-СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧНОГО ВИЗНАЧЕННЯ ДОДЕЦИЛСУЛЬФАТУ НАТРІЮ

(57) Реферат:

Спосіб екстракційно-спектрофотометричного визначення додецилсульфату натрію 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, а переведення в іонний асоціат проводять при концентрації барвника 0,0001 моль/л та кислотності середовища pH 1-8.

UA 71874 U

Корисна модель належить до 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 досягуваним результатом 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 корисної моделі є збільшення чутливості екстракційно-спектрофотометричного визначення додецилсульфату натрію, а також спрощення методики та покращення інших метрологічних характеристик.

Поставлена задача вирішується таким чином, що згідно з способом екстракційно-спектрофотометричного визначення додецилсульфату натрію, який включає утворення іонного асоціату додецилсульфату натрію з органічною основою, екстракцію його органічним розчинником і наступне фотометрування екстрактів, відповідно до корисної моделі, 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 табл. 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	Пропонований спосіб

45 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 (астрафлоксину FF), моль/л 10^{-4}	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

$C_{\text{ддс}}$, 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 $l=0,1$ 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.

20 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 Корисна модель може бути використана 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 КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

15 Спосіб екстракційно-спектрофотометричного визначення додецилсульфату натрію, що включає 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
20 проводять при концентрації барвника 0,0001 моль/л та кислотності середовища pH 1-8.

Комп'ютерна верстка Л. Купенко

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