



ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **70641** (13) **U**
(51) МПК (2012.01)
G01N 21/00

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: u 2011 12384	(72) Винахідник(и): Рокун Антоніна Миколаївна (UA), Коротун Марина Сергіївна (UA)
(22) Дата подання заявки: 21.10.2011	
(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: 25.06.2012	(73) Власник(и): ДОНЕЦЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ, вул. Університетська, 24, м. Донецьк, 83000, Україна (UA)
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 25.06.2012, Бюл.№ 12	

(54) СПОСІБ ЕКСТРАКЦІЙНО-АТОМНО-АБСОРБЦІЙНОГО ВИЗНАЧЕННЯ МОЛІБДЕНУ В БЕНЗИНІ

(57) Реферат:

Спосіб екстракційно-атомно-абсорбційного визначення молібдену в бензині включає атомно-абсорбційне визначення металу в бензині. Проводять атомно-абсорбційне визначення молібдену в екстракті, для отримання якого використовують розчин гіпохлориту натрію з концентрацією активного хлору 1,0-1,5 моль/дм³ та соляної кислоти з концентрацією 2,0-2,5 моль/дм³, при співвідношенні водної та органічної фаз 2:1 та часом екстракції протягом 4 хвилин.

UA 70641 U

Корисна модель належить до аналітичної хімії молібдену і може бути використана для атомно-абсорбційного визначення гексакарбонілмолібдену $\text{Mo}(\text{CO})_6$ (ГКМ) у бензинах з метою підвищення точності визначення, зниження небезпеки та вартості методики аналізу.

Для визначення металів у бензині використовують атомно-абсорбційний метод після пробопідготовки шляхом розведення проби бензину органічними розчинниками [1,2].

Найбільш близьким за технічною сутністю і результатом до запропонованого є тест-метод атомно-абсорбційного визначення марганцю в бензині з введенням в полуменевий атомізатор розчину проби бензину, попередньо обробленої бромом і розведеної метилізобутилкетонем (1:10) [2].

Недоліки цього методу:

1) метод не можна застосовувати до бензинів, що містять продукти глибокого крекінгу з бромним числом більше 20;

2) використання як стандартів метал-органічних сполук, добре розчинних у бензині;

3) використання небезпечних реагентів - бром, тетрахлорид вуглецю та метилізобутилкетону;

4) використання дуже дорогого реагенту - метилізобутилкетону (вартість більше 80 доларів США за 1 літр).

В основу корисної моделі поставлена задача створення способу визначення молібдену, в якому за рахунок окиснення ГКМ розчином гіпохлориту натрію, переведення молібдену, що входить до складу ГКМ, у водну фазу, утворення у водній фазі стійкого хлоридного комплексу молібдену, і подальшому розпилюванні в полум'я атомізатора водного розчину, а не розчину бензину в токсичному та дорогому органічному розчиннику - метилізобутилкетоні, підвищується точність визначення молібдену шляхом усунення заважаючого впливу ненасичених вуглеводнів, поліпшуються умови праці, спрощується процес аналізу та знижується його вартість.

Поставлена задача вирішується тим, що в способі визначення молібдену, який включає атомно-абсорбційне визначення металу в бензині, згідно корисної моделі, проводять атомно-абсорбційне визначення молібдену в екстракті, для отримання якого використовують розчин гіпохлориту натрію з концентрацією активного хлору $1,0-1,5$ моль/дм³ та соляної кислоти з концентрацією $2,0-2,5$ моль/дм³, при співвідношенні водної та органічної фаз 2:1 та часом екстракції протягом 4 хвилин.

При екстракції проби бензину сумішшю гіпохлориту натрію та соляної кислоти ГКМ руйнується, при цьому молібден переходить у водну фазу (екстракт) на 98-99 %. Екстракт розпилюють в полум'я ацетилен-закис азоту атомно-абсорбційного спектрометра. Вміст молібдену встановлюють за градувальним графіком. Розчин гіпохлориту натрію готують за відомою методикою [3]. Концентрацію активного хлору у розчині гіпохлориту натрію встановлюють титруванням з йодидом калію [3].

Приклади конкретного виконання

Приклад 1. 20 см³ проби досліджуваного бензину фільтрують крізь паперовий фільтр «синя стрічка». В ділительну воронку місткістю 50 см³ вносять 5 см³ розбавленої у відповідності із таблицею 1, профільрованої проби бензину, додають 7,5 см³ розчину гіпохлориту натрію з концентрацією активного хлору 2,0 моль/дм³, 2,0 см³ 12,5 М соляної кислоти, екстракують 4 хвилини. Концентрація активного хлору в екстракті складає 1,5 моль/дм³, соляної кислоти 2,5 моль/дм³, співвідношення органічної та водної фаз складає 1:2. Після розділення фаз екстракт (нижній водний шар) відділяють. Екстракт розпилюють в полуменевий атомізатор атомно-абсорбційного спектрометра. Використовують полум'я ацетилен-закис азоту. Аналітичний сигнал вимірюють при довжині хвилі резонансного поглинання 313,3 нм.

Таблиця 1

Об'єм проби бензину, що використовують для аналізу

Передбачувана масова концентрація молібдену, г/дм ³	Розбавлення проби бензину	Об'єм зразка бензину, см ³
До 0,01	-	5,0
Від 0,01 до 0,05	1:2	5,0
Від 0,05 до 0,1	1:5	5,0
Від 0,1 до 0,5	1:15	5,0
Від 0,5 до 1,0	1:20	5,0
Вище 1,0	1:25	5,0

Вміст молібдену встановлюють за градуювальним графіком. Готують градуювальні розчини з концентрацією молібдену(VI), г/дм³: 0,0020; 0,0040; 0,010; 0,016; 0,020. Для цього в 5 колб об'ємом 25 см³ приливають 0,5; 1,0; 2,5; 4,0; 5,0 см³ стандартного розчину молібдену(VI) з концентрацією 0,1000 г/дм³, приготованого з амонію молібденовокислого. Для усунення впливу екстрагенту на атомне поглинання в кожну колбу додають 4 см³ концентрованої соляної кислоти, 12,5 см³ розчину гіпохлориту натрію з концентрацією 2,0 моль/дм³, доводять об'єм до мітки дистильованою водою. Таким чином, в досліджуваних та градуювальних розчинах створюється однакова концентрація всіх компонентів, крім молібдену.

Приклад 2. Подібно до прикладу 1, але замість 4 хвилин екстрагують 1; 2; 3; 5; 6 хвилин. Результати залежності ступеня вилучення молібдену від часу екстракції представлені в таблиці 2. Найбільше вилучення спостерігається при 4 хвилинах екстракції. Якщо екстрагувати менше ніж 4 хвилини, молібден вилучається не кількісно. Якщо екстрагувати більше ніж 4 хвилини, то ступінь вилучення не змінюється, тому найбільш прийнятний результат спостерігається при екстракції протягом 4 хвилин.

Таблиця 2

Результати дослідження залежності ступеня вилучення молібдену від часу контакту фаз.
C (NaClO) = 1,0 моль/дм³, C (HCl) = 2,0 моль/дм³, V_о: V_в = 1:2

τ , хв.	R, %
1	76,8
2	97,2
3	98,8
4	98,9
5	98,9
6	98,9

Приклад 3. Подібно до прикладу 1, але замість 7,5 см³ розчину гіпохлориту натрію додають 0,5; 4,0; 5,0; 8,0 см³ розчину гіпохлориту натрію, що відповідає 0,10; 0,80; 1,0; 1,6 моль/дм³ активного хлору. Результати досліджень залежності ступеня вилучення молібдену від концентрації активного хлору в розчині гіпохлориту натрію представлені в таблиці 3. Найбільше вилучення спостерігається при концентрації активного хлору в розчині гіпохлориту натрію 1,0-1,5 моль/дм³. Якщо концентрація активного хлору у розчині гіпохлориту натрію менше ніж 1,0 моль/дм³, молібден вилучається не кількісно. Якщо концентрація активного хлору у розчині гіпохлориту натрію більше ніж 1,5 моль/дм³, то ступінь вилучення не змінюється, тому найбільш прийнятний результат спостерігається при концентрації активного хлору у розчині гіпохлориту натрію від 1,0 до 1,5 моль/дм³.

Таблиця 3

Результати досліджень залежності ступеня вилучення молібдену від концентрації активного хлору, у розчині гіпохлориту натрію. C (HCl) = 2,0 моль/дм³, V_о: V_в = 1:2, τ = 5 хв.

Концентрація NaClO, моль/дм ³	R, %
0,10	89,6
0,80	95,8
1,0	98,9
1,5	98,9
1,6	98,9

Приклад 4. Подібно до прикладу 1, але замість 2,0 см³ соляної кислоти додають 0,4; 0,8; 1,6 см³ соляної кислоти, що відповідає 0,5; 1,0; 2,0 моль/дм соляної кислоти. Результати досліджень залежності ступеня вилучення молібдену від концентрації соляної кислоти представлені в таблиці 4. Найбільше вилучення спостерігається при концентрації соляної кислоти 2,0-2,5 моль/дм³. Якщо концентрація соляної кислоти менше ніж 2,0 моль/дм³, молібден вилучається не кількісно. Якщо концентрація соляної кислоти більше ніж 2,5 моль/дм³, то ступінь вилучення не змінюється, тому найбільш прийнятний результат спостерігається при концентрації соляної кислоти від 2,0 до 2,5 моль/дм³.

Таблиця 4

Результати досліджень залежності ступеня вилучення молібдену від концентрації соляної кислоти. $C(\text{NaClO}) = 1,0$ моль/л, $V_0:V_B = 1:2$, $\tau = 5$ хв.

Концентрація HCl, моль/дм ³	R, %
0,5	65,4
1,0	71,2
2,0	98,9
2,5	98,9

Приклад 5. Подібно до прикладу 1, але замість 5,0 см³ проби бензину, додають 10,0; 2,0 см³ проби бензину, що відповідає співвідношенню органічної та водної фаз 1:1 та 1:5. Результати досліджень залежності ступеня вилучення молібдену від співвідношення органічної та водної фаз представлені в таблиці 5. Найбільше вилучення спостерігається при співвідношенні органічної та водної фаз 2:1. Якщо співвідношення органічної та водної фаз менше ніж 2:1, молібден вилучається не кількісно. Якщо співвідношення органічної та водної фаз більше ніж 2:1, то ступінь вилучення не змінюється, тому найбільш прийнятний результат спостерігається при співвідношенні органічної та водної фаз 2:1.

Таблиця 5

Результати дослідження залежності ступеня вилучення молібдену від співвідношення органічної та водної фаз. $C(\text{NaClO}) = 1,0$ моль/л, $C(\text{HCl}) = 2,0$ моль/л, $\tau = 4$ хв.

$V_0:V_B$	R, %
1:1	91,3
1:2	98,9
1:5	98,9

Оптимальні умови вилучення молібдену з бензину, які досліджено в прикладах 1-5, покладено в основу екстракційно-атомно-абсорбційного методу визначення молібдену в бензині.

Правильність визначення молібдену в бензині перевіряли методом стандартних добавок (таблиця 6).

Таблиця 6

Правильність атомно-абсорбційного визначення молібдену методом добавок. ($n=5$; $p=0.95$)

Марка бензину	Концентрація молібдену, мг/см ³		
	Введено	Знайдено	
		$\bar{X} \pm \delta$	S_r
A-80	0,020	0,019 \pm 0,001	0,02
A-76	0,020	0,019 \pm 0,001	0,02

Техніко-економічна ефективність. Запропонований спосіб дозволяє підвищити точність атомно-абсорбційного визначення молібдену в бензині шляхом переведення молібдену з проби бензину у водну фазу, усунувши таким чином вплив компонентів бензину, та знизити вартість методики аналізу за рахунок виключення дорогого розчинника – метилізобутилкетону та дорогих еталонних зразків ГKM, знизити небезпеку за рахунок виключення токсичних реагентів – бром, тетрахлориду вуглецю та метилізобутилкетону.

Джерела інформації.

1. Хавезов И, Цалев Д. Атомно-абсорбционный анализ. - Л.: Химия, 1983.-144 С.

2. ASTM D 3831-01 Standard Test Method for Manganese in Gasoline By Atomic Absorption Spectroscopy (прототип).

3. ГОСТ 26489-85. Почвы. Определение обменного аммония по методу ЦИНАО.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

- 5 Спосіб екстракційно-атомно-абсорбційного визначення молібдену в бензині, що включає атомно-абсорбційне визначення металу в бензині, який **відрізняється** тим, що проводять атомно-абсорбційне визначення молібдену в екстракті, для отримання якого використовують розчин гіпохлориту натрію з концентрацією активного хлору 1,0-1,5 моль/дм³ та соляної кислоти з концентрацією 2,0-2,5 моль/дм³, при співвідношенні водної та органічної фаз 2:1 та часом екстракції протягом 4 хвилин.
- 10

Комп'ютерна верстка Д. Шеверун

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