



ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **70642** (13) **U**
(51) МПК (2012.01)
G01N 21/00

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: u 2011 12385	(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-ФОТОМЕТРИЧНОГО ВИЗНАЧЕННЯ МОЛІБДЕНУ В БЕНЗИНІ

(57) Реферат:

Спосіб екстракційно-фотометричного визначення молібдену в бензині включає екстракційне вилучення металу з бензину у водну фазу розчином хлорного вапна. Проводять фотометричне визначення молібдену у вигляді комплексу з тіоціанат-іонами і ізоаміловим спиртом 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 70642 U

Корисна модель належить до аналітичної хімії молібдену і може бути використана для фотоколориметричного 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 фотоколориметричні методи [1,2].

Найбільш близьким по технічній сутності та результатам до методу, що пропонується, є спосіб визначення заліза в бензині спектрофотометричним методом, який включає екстракційне вилучення заліза з бензину у водну фазу розчином хлорного вапна [2].

Фотоколориметричне визначення молібдену в бензині не описано. Найбільш відомо екстракційно-фотоколориметричне визначення молібдену в різних об'єктах з тіоціанат-іонами та ізоаміловим спиртом [3].

В основу корисної моделі поставлена задача одержання способу екстракційно-фотоколориметричного визначення молібдену в бензині, в якому за рахунок окислення ГКМ розчином гіпохлориту натрію, переведення молібдену, що входить до складу ГКМ, у водну фазу і подальшому фотоколориметричному визначенні молібдену з тіоціанат-іонами і ізоаміловим спиртом, є можливим визначення молібдену в бензині з використанням доступного аналітичного обладнання, яким є фотоелектроколориметри, та реагентів зі зниженою небезпечністю.

Поставлена задача вирішується тим, що в способі визначення молібдену, який включає екстракційне вилучення металу з бензину у водну фазу розчином хлорного вапна, згідно корисної моделі, проводять фотометричне визначення молібдену у вигляді комплексу з тіоціанат-іонами і ізоаміловим спиртом 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 %. В екстракті визначають вміст молібдену у вигляді комплексу з тіоціанат-іонами фотоколориметричним методом.

При дослідженні оптимальних умов екстракційного вилучення молібдену з бензину вміст молібдену в водній фазі контролювали атомно-абсорбційним методом.

Приклади конкретного виконання

Приклад 1. 20 см³ проби досліджуваного бензину фільтрують крізь паперовий фільтр "синя стрічка". В ділільну воронку місткістю 50 см³ вносять 5 см³ розбавленої у відповідності із таблицею 1, профільованої проби бензину, додають 7,5 см³ розчину гіпохлориту натрію з концентрацією активного хлору $2,0$ моль/дм³ та $2,0$ 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. В екстракті визначають вміст молібдену у вигляді комплексу з тіоціанат-іонами фотоколориметричним методом [3]. Для цього від екстракту відбирають аліквоту 5 см³, вносять в екстракційну воронку місткістю 50 см³, додають 5 см³ концентрованої соляної кислоти, $7,5$ см³ 10 %-го розчину тіоціанату калію, $0,1$ см³ 10 %-го розчину хлориду олова (II). Потім додають 3 см³ ізоамілового спирту та струшують протягом 3 хв. Через 10 хвилин вимірюють оптичну густину отриманого екстракту на спектрофотометрі типу СФ або на фотоелектроколориметрі при довжині світлової хвилі в області (470 ± 20) нм в кюветах з робочою довжиною стінки 10 мм. Вміст молібдену встановлюють за градувальник графіком. Готують градувальні розчини з концентрацією молібдену, г/дм³: $0,0020$; $0,0040$; $0,0050$; $0,0060$; $0,010$. Для цього в 5 колб об'ємом 25 см³ приливають $0,5$; $1,0$; $1,25$; $1,5$; $2,5$ см³ стандартного розчину молібдену з концентрацією $0,1000$ г/дм³, приготованого з амонію молібденовокислого. Від отриманих розчинів відбирають аліквоту 5 см, вносять в екстракційну воронку місткістю 50 см, додають 3 см³ концентрованої соляної кислоти, $7,5$ см³ 10 %-го розчину тіоціанату калію, $0,1$ см³ 10 %-го розчину хлориду олова (II). Потім додають 5 см³ ізоамілового спирту та струшують протягом 3 хв. Визначають оптичну густину отриманих градувальних розчинів на спектрофотометрі типу СФ або на фотоелектроколориметрі при довжині світлової хвилі в області (470 ± 20) нм в кюветах з робочою довжиною стінки 10 мм. Як розчин порівняння використовують розчин ізоамілового спирту.

При дослідженні оптимальних умов екстракційного вилучення молібдену з бензину вміст молібдену в водній фазі контролювали атомно-абсорбційним методом.

Таблиця 1

Об'єм проби бензину, що використовують для аналізу

Передбачувана масова концентрація молибдену, г/дм ³	Попереднє розбавлення проби бензину	Об'єм зразка бензину, см ³
До 0,01	1:2	5,0
Від 0,01 до 0,05	1:5	5,0
Від 0,05 до 0,1	1:10	5,0
Від 0,1 до 0,5	1:15	5,0
Від 0,5 до 1,0	1:25	5,0
Вище 1,0	1:30	5,0

Приклад 2. Подібно до прикладу 1, але замість 4 хвилин екстрагують 1; 2; 3; 5; 6 хвилин. Результати залежності ступеня вилучення молибдену від часу екстракції представлені в таблиці 2.

5

Таблиця 2

Результати дослідження залежності ступеня вилучення молибдену від часу контакту фаз. $C(\text{NaClO})=1,0$ моль/дм³, $C(\text{HCl})=2,0$ моль/дм³, $V_o:V_v=1:2$.

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

Найбільше вилучення спостерігається при 4 хвилинах екстракції. Якщо екстрагувати менше ніж 4 хвилини, молибден вилучається не кількісно. Якщо екстрагувати більше ніж 4 хвилини, то ступень вилучення не змінюється, тому найбільш прийнятний результат спостерігається при екстракції протягом 4 хвилин.

10

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 молибдену від концентрації активного хлору в розчині гіпохлориту натрію представлені в таблиці 3.

15

Таблиця 3

Результати досліджень залежності ступеню вилучення молибдену від концентрації активного хлору у розчині гіпохлориту натрію. $C(\text{HCl})=2,0$ моль/дм³, $V_o:V_v=1:2$, $t=5$ хв.

Концентрація NaClO, моль/дм ³	R, %
0,01	67,2
0,1	89,6
1,0	98,9
1,5	98,9

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, молибден 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.

20

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/дм³ соляної кислоти. Результати

досліджень залежності ступеня вилучення молібдену від концентрації соляної кислоти представлені в таблиці 4.

Таблиця 4

Результати досліджень залежності ступеня вилучення молібдену від концентрації соляної кислоти $C(\text{NaClO})=1,0$ моль/дм³, $V_o:V_v=1:2$, $t=5$ хв.

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

5 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.

10 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.

Таблиця 5

Результати дослідження залежності ступеня вилучення молібдену від співвідношення органічної та водної фаз. $C(\text{NaClO})=1,0$ моль/дм³, $C(\text{HCl})=2,0$ моль/дм³, $t=4$ хв.

$V_o:V_v$	R, %
1:1	91,3
1:2	98,9
1:5	98,9

15 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.

20 Оптимальні умови вилучення молібдену з бензину, які досліджено в прикладах 1-5, покладено в основу екстракційно-фотоколориметричного методу визначення молібдену в бензині. Правильність визначення молібдену в екстракті перевіряли методом стандартних добавок (таблиця 6).

25

Таблиця 6

Правильність фотоколориметричного 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

30 Техніко-економічна ефективність. Розроблено спосіб екстракційно-фотометричного визначення молібдену в бензині, який дає можливість проводити визначення молібдену в бензині з використанням доступного аналітичного обладнання, яким є фотоелектроколориметри, та реагентів зі зниженою небезпечністю.

Джерела інформації:

1. ГОСТ Р 52530-2006. Бензины автомобильные. Фотоколориметрический метод определения железа.

2. Патент на корисну модель № 43596. Заявка № и 2009 02824 від 19.03.2009 "Спосіб фотоколориметричного визначення заліза в бензині"/ Рокун А.М., Божков С.О., Лазарева К.В., Лозинський М.С. (прототип).

3. Марченко З. Методы спектрофотометрии в УФ и видимой областях в неорганическом анализе. - М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2007.-711С.: ил. - (Методы в химии).

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

Спосіб екстракційно-фотометричного визначення молібдену в бензині, який включає екстракційне вилучення металу з бензину у водну фазу розчином хлорного вапна, який **відрізняється** тим, що проводять фотометричне визначення молібдену у вигляді комплексу з тіоціанат-іонами і ізоаміловим спиртом 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.

Комп'ютерна верстка Г. Паяльніков

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