

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 532 922** ⁽¹³⁾ **С1**

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(51) МПК

[G01N 21/63 \(2006.01\)](#)**(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ**

Статус: прекратил действие, но может быть восстановлен (последнее изменение статуса):
28.11.2016)
Пошлина: учтена за 3 год с 28.03.2015 по 27.03.2016

(21)(22) Заявка: [2013113764/04](#), 27.03.2013(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
27.03.2013

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 27.03.2013

(45) Опубликовано: [20.11.2014](#) Бюл. № [32](#)

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: **ЗЕМСКОВА Л.А. и др., Применение волокнистого хитозан-углеродного сорбента для предварительного концентрирования меди (II) при анализе природных вод, Заводская лаборатория. Диагностика материалов, 2009, т. 75, N 10, с. 17-19 . ВУ 9746 С1, 30.10.2007. RU 2180959 С2, 27.03.2002. RU 2013766 С1, 30.05.1994**

Адрес для переписки:

620000, г.Екатеринбург, пр. Ленина, 51,
Уральский федеральный университет

(72) Автор(ы):

**Петрова Юлия Сергеевна (RU),
Неудачина Людмила Константиновна (RU),
Пестов Александр Викторович (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина" (RU)

(54) СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ В ПРИРОДНЫХ И ПИТЬЕВЫХ ВОДАХ

(57) Реферат:

Изобретение относится к способу определения меди в природных и питьевых водах. Способ включает концентрирование меди на сорбционном материале, помещенном в патрон, путем пропускания через него анализируемой пробы, элюирование меди азотной кислотой и определение меди методами атомной спектроскопии. При этом концентрирование меди проводят на шитом N-2-сульфоэтилхитозане со степенью замещения 0.5 со скоростью пропускания пробы через патрон 1.0-2.0 мл/мин. Элюирование осуществляют раствором азотной кислоты с концентрацией 0.1 моль/л. Раствор азотной кислоты пропускают через патрон со скоростью 1.0-2.0 мл/мин. Способ позволяет повысить эффективность концентрирования меди и экспрессность определения меди в природных и питьевых водах. 2 табл., 1 пр.

Изобретение относится к аналитической химии, в частности к сорбционно-спектроскопическим способам определения ионов меди(II) в элюате с

предварительным их концентрированием из природных и питьевых вод на комплексообразующем сорбенте, и может быть использовано в лабораториях санитарно-эпидемиологических исследований и сертификации, в практике химико-токсикологических лабораторий.

Известен способ определения микроконцентрации меди (патент РФ №2013766, МПК G01N 21/63, опубл. 30.05.1994 г.), включающий сорбционное концентрирование меди на полиакрилонитрильном волокне, содержащем α -аминометилфосфоновые группировки с последующим фотометрическим определением аналита в элюате.

Основным недостатком данного способа является большая трудоемкость фотометрического анализа элюата по сравнению с атомно-спектроскопическим.

Наиболее близким по технической сущности и достигаемому результату к заявляемому изобретению является способ сорбционно-атомно-абсорбционного определения меди в водопроводных (питьевых) и природных водах с предварительным концентрированием на волокнистом хитозан-углеродном сорбенте, помещенном в полиэтиленовую колонку, путем пропускания анализируемой пробы через колонку с последующим элюированием катионов меди и их определение методом атомно-абсорбционной спектроскопии (Земскова Л.А., Войт А.В., Емелина Т.Б. и др. Применение волокнистого хитозан-углеродного сорбента для предварительного концентрирования меди (II) при анализе природных вод // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2009. Т.75. №10, с.17-19).

Недостатком данного способа является длительность анализа - десорбция меди с поверхности сорбента занимает 1 час. Для десорбции аналита с поверхности сорбента используется достаточно концентрированный раствор элюента (HNO_3 , (1:2)). Отмечается, что одновременно с медью происходит концентрирование железа.

Кроме того, вышеуказанный способ не позволяет значительно упростить состав элюата по сравнению с исходной пробой.

Задачей изобретения является повышение эффективности концентрирования меди за счет использования селективного сорбционного материала, обладающего экологичностью, а также повышение экспрессности определения меди в природных и питьевых водах.

Поставленная задача решается за счет того, что в способе определения меди в природных и питьевых водах, включающем концентрирование меди на сорбционном материале, помещенном в патрон, путем пропускания через него анализируемой пробы, элюирование меди азотной кислотой и определение меди методами атомной спектроскопии, концентрирование меди проводят на шитом N-2-сульфоэтилхитозане со степенью замещения 0.5 со скоростью пропускания пробы через патрон 1.0-2.0 мл/мин, а элюирование осуществляют раствором азотной кислоты с концентрацией 0.1 моль/л, при этом раствор азотной кислоты пропускают через патрон со скоростью 1.0-2.0 мл/мин, в полученном элюате определяют содержание меди методами атомной спектроскопии.

Использование для извлечения меди в качестве сорбционного материала шитого N-2-сульфоэтилхитозана со степенью замещения 0.5, полученного на основе природного биополимера, делает способ экологически более безопасным, чем некоторые известные.

Экспериментально установлено, что при динамическом извлечении ряда ионов щелочноземельных и переходных металлов (кальция (II), магния (II), стронция (II), бария (II), меди (II), кобальта (II), цинка (II), марганца (II), никеля (II), свинца (II), кадмия (II)), находящихся в растворе в эквимольных количествах, степень извлечения мешающих ионов металлов при pH 6.0 (аммиачно-ацетатный буферный раствор) и скорости пропускания раствора 1 мл/мин не превышает 10%. Таким образом, заявляемый способ позволяет повысить эффективность концентрирования меди и определения меди за счет использования предлагаемого селективного сорбционного материала, обладающего улучшенными селективными характеристиками.

Кроме того, десорбция меди проводится путем пропускания раствора азотной кислоты через патрон, заполненный сорбционным материалом, со скоростью 1-2 мл/мин, что позволяет повысить экспрессность определения меди в природных и питьевых водах.

Заявленный способ определения меди в природных и питьевых водах иллюстрируется следующим примером.

Шитый N-2-сульфоэтилхитозан со степенью замещения 0.5 получают путем взаимодействия хитозана с 2-бромэтансульфонатом натрия, экстракции охлажденной реакционной массы этиловым спиртом, последующей обработки раствором глутарового альдегида в кислой среде, промывания и сушки (Пестов А.В., Петрова Ю.С., Бухарова А.В., Неудачина Л.К., Корякова О.В., Маточкина Е.Г., Кодесс М.П.,

Ятлук Ю.Г. Синтез в геле и сорбционные свойства N-2-сульфоэтилхитозана // Журнал прикладной химии. 2013. Т.86, №2, с.290-293).

К 200.0 мл отфильтрованной от механических примесей анализируемой воды добавляют 3 мл концентрированной азотной кислоты и несколько капель концентрированной перекиси водорода. Пробу кипятят в течение 20 минут для разрушения комплексов ионов металлов с органическими примесями. Добавляют 10 мл 10% раствора гидроксилamina солянокислого для предотвращения выпадения в осадок гидроксида железа (III). Доводят значение кислотности среды раствора на иономере аммиачно-ацетатным буферным раствором до pH 6.0. Затем полученный раствор пропускают со скоростью 1-2 мл/мин через концентрирующий патрон, содержащий 0.1 г сшитого N-2-сульфоэтилхитозана, предварительно промытого деионизованной водой. Сорбированные ионы металлов элюируют пропусканием через патрон 10.0 мл 0.1 моль/л раствора азотной кислоты со скоростью 1-2 мл/мин. Определение концентраций элементов проводят методами атомно-эмиссионной или атомно-абсорбционной спектроскопии при оптимальных условиях анализа рассматриваемых элементов (табл.1). Правильность предложенного способа определения ионов меди в водах подтверждается методом «введено-найденно» (табл.2).

Таблица 1			
Результаты концентрирования металлов, содержащихся в природных и питьевых водах методом атомно-абсорбционной спектроскопии с электротермической атомизацией			
Металл	Найдено металла в пробе воды, мкг	Найдено металла в элюате, мкг	Степень извлечения металла, %
	Анализ водопроводной	воды, г.Екатеринбург	
Cu	8.97±.18	8.66±0.46	96.5
Ni	5.70±0.81	0.22±0.05	3.9
Co	1.14±0.01	0.02±0.01	1.8
Zn	62.93±4.85	4.06±0.11	6.5
Cd	1.27±0.06	0.00	0.0
Pb	2.35±0.01	0.21±0.01	8.9
Mn	18.32±1.37	0.26±0.01	1.4
Fe	260.05±3.88	11.27±0.17	4.3
Mg	38405.49±763.30	32.17±1.12	0.1
Ca	17738.99±1322.09	23.66±0.24	0.1
Sr	17.46±0.78	10.08±0.02	0.5
Ba	2.33±0.05	0.09±0.01	3.9
Анализ воды из р. Исеть, г.Екатеринбург			
Cu	2.49±0.09	2.42±0.04	97.2
Ni	2.01±0.15	0.16±0.01	8.0
Co	0.33±0.08	0.02±0.01	6.1
Zn	31.82±3.64	3.01±0.13	9.5
Cd	1.16±0.06	0.00	0.0
Pb	2.50±0.02	0.18±0.01	7.2
Mn	84.84±4.43	0.46±0.02	0.5
Fe	25.38±0.32	3.79±0.11	14.9
Mg	60233.62±1646.04	14.32±0.18	0.02
Ca	2074.03±113.36	24.1 1±0.42	1.2
Sr	22.29±0.11	0.18±0.01	0.8
Ba	2.91±0.18	0.07±0.01	2.4

Таблица 2			
Результаты определения меди в водах г.Екатеринбурга методом атомно-абсорбционной спектроскопии с пламенной атомизацией с предварительным концентрированием сшитым N-2-сульфоэтилхитозаном			
Введено меди, мкг/л	Найдено меди в водопроводной воде г.Екатеринбурга	Введено меди, мкг/л	Найдено меди в воде р. Исеть, г.Екатеринбург
0	43.3±2.3	0	12.1±0.2
30	74.5±2.5	10	21.1±0.7
60	101.1±3.3	20	31.6±0.1

Из полученных данных (табл.1) видно, что содержащиеся в питьевых и природных водах ионы металлов извлекаются сшитым N-2-сульфоэтилхитозаном со степенью замещения 0.5 не более чем на 10% (исключение составляет железо, степень извлечения 15%). Медь при этом извлекается на 100%, что подтверждается методом «введено-найденно» (табл.2). Таким образом, использование сшитого N-2-сульфоэтилхитозана со степенью замещения 0.5 для предварительного концентрирования ионов меди из природных и питьевых вод позволяет значительно упростить состав элюата по сравнению с исходной пробой, что позволяет увеличить эффективность концентрирования аналита. Кроме этого, проведение десорбции путем

пропускания через патрон с сорбентом 0.1 моль/л раствора азотной кислоты позволяет сделать способ более экспрессным по сравнению с прототипом.

Формула изобретения

Способ определения меди в природных и питьевых водах, включающий концентрирование меди на сорбционном материале, помещенном в патрон, путем пропускания через него анализируемой пробы, элюирование меди азотной кислотой и определение меди методами атомной спектроскопии, отличающийся тем, что концентрирование меди проводят на шлоте N-2-сульфозтилхитозане со степенью замещения 0.5 со скоростью пропускания пробы через патрон 1.0-2.0 мл/мин, а элюирование осуществляют раствором азотной кислоты с концентрацией 0.1 моль/л, при этом раствор азотной кислоты пропускают через патрон со скоростью 1.0-2.0 мл/мин.

ИЗВЕЩЕНИЯ

ММ4А Досрочное прекращение действия патента из-за неуплаты в установленный срок пошлины за поддержание патента в силе

Дата прекращения действия патента: **28.03.2016**

Дата публикации: [27.11.2016](#)