



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(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 сшитом 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.

RU
2 532 922
C 1

RU
2 532 922
C 1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21)(22) Application: 2013113764/04, 27.03.2013

(24) Effective date for property rights:
27.03.2013

Priority:

(22) Date of filing: 27.03.2013

(45) Date of publication: 20.11.2014 Bull. № 32

Mail address:

620000, g.Ekaterinburg, pr. Lenina, 51, Ural'skij
federal'nyj universitet

(72) Inventor(s):

Petrova Julija Sergeevna (RU),
Neudachina Ljudmila Konstantinovna (RU),
Pestov Aleksandr Viktorovich (RU)

(73) Proprietor(s):

Federal'noe gosudarstvennoe avtonomnoe
obrazovatel'noe uchrezhdenie vysshego
professional'nogo obrazovanija "Ural'skij
federal'nyj universitet imeni pervogo Prezidenta
Rossii B.N. El'tsina" (RU)

(54) **METHOD OF IDENTIFYING COPPER IN NATURAL AND POTABLE WATER**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: method includes copper concentration on a sorption material, placed in a cartridge, by passing samples to be analysed through it, elution of copper with nitric acid and identification of copper by methods of atomic spectroscopy. The concentration of copper is carried out on cross-linked N-2-sulphoethylchitosan with a degree of the substitution equal to 0.5 with the rate of the sample

passing through the cartridge of 1.0-2.0 ml/min. Elution is realised with a nitric acid solution with the concentration of 0.1 mol/l. The nitric acid solution is passed through the cartridge at a rate of 1.0-2.0 ml/min.

EFFECT: method makes it possible to increase the efficiency of copper concentration and expressiveness of copper identification in natural and potable water.

2 tbl, 1 ex

RU 2 532 922 C1

RU 2 532 922 C1

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 -аминометиленфосфоновые 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 рН 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,

5 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.

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

Сшитый 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 гидроксиламина солянокислого для предотвращения выпадения в осадок гидроксида железа (III). Доводят значение кислотности среды раствора на иономере аммиачно-ацетатным буферным раствором до рН 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.

30 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-найдено» (табл.2).

35 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
40 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
45 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 сшитом 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.



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ИЗВЕЩЕНИЯ К ПАТЕНТУ НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

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**

R U
2 5 3 2 9 2 2
C 1

R U
2 5 3 2 9 2 2
C 1