



(51) МПК  
*B01D 17/025* (2006.01)  
*B01D 11/04* (2006.01)  
*B01D 9/02* (2006.01)  
*G01N 1/28* (2006.01)  
*G01N 21/78* (2006.01)  
*G01N 31/22* (2006.01)

## (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК

*B01D 17/0214* (2006.01); *B01D 11/0411* (2006.01); *B01D 9/02* (2006.01); *G01N 1/28* (2006.01); *G01N 1/40* (2006.01); *G01N 2001/4061* (2006.01); *G01N 21/78* (2006.01); *G01N 31/22* (2006.01)

(21)(22) Заявка: 2016133541, 15.08.2016

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
15.08.2016

Дата регистрации:  
27.12.2017

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 15.08.2016

(45) Опубликовано: 27.12.2017 Бюл. № 36

Адрес для переписки:

656049, г. Барнаул, пр. Ленина, 61, ФГБОУ ВО  
"Алтайский государственный университет",  
отдел охраны интеллектуальной собственности

(72) Автор(ы):

Петров Борис Иосифович (RU),  
Петухов Виктор Анатольевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

федеральное государственное бюджетное  
образовательное учреждение высшего  
образования "Алтайский государственный  
университет" (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете  
о поиске: SU 1495675 A1, 23.07.1989. RU  
2407002 C1, 20.12.2010. SU 1488256 A1,  
23.06.1989. SU 1552049 A1, 23.03.1990. CN  
101956196 A, 26.01.2011.

(54) Способ концентрирования микроэлементов

(57) Реферат:

Изобретение относится к аналитической химии и может быть использовано в практике аналитических, агрохимических, медицинских лабораторий. Осуществляют концентрирование микроэлементов для последующего аналитического определения путем соосаждения с диантипирилметаном, образующим в системе вода - минеральная кислота - тиоцианат аммония коллектор дитиоцианат диантипирилметания.

Соосаждение микроэлементов ведут при оптимальной концентрации ионов водорода в интервале 0,05-2,0 моль/л и тиоцианат-ионов в интервале 0,05-2,0 моль/л. Обеспечивается уменьшение токсичности и повышение устойчивости анионного фона водного раствора к действию внешних факторов, повышение эффективности извлечения и расширение перечня извлекаемых ионов металлов. 2 табл., 1 пр.



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.  
*B01D 17/025* (2006.01)  
*B01D 11/04* (2006.01)  
*B01D 9/02* (2006.01)  
*G01N 1/28* (2006.01)  
*G01N 21/78* (2006.01)  
*G01N 31/22* (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC

*B01D 17/0214* (2006.01); *B01D 11/0411* (2006.01); *B01D 9/02* (2006.01); *G01N 1/28* (2006.01); *G01N 1/40* (2006.01); *G01N 2001/4061* (2006.01); *G01N 21/78* (2006.01); *G01N 31/22* (2006.01)

(21)(22) Application: **2016133541, 15.08.2016**(24) Effective date for property rights:  
**15.08.2016**Registration date:  
**27.12.2017**

Priority:

(22) Date of filing: **15.08.2016**(45) Date of publication: **27.12.2017 Bull. № 36**

Mail address:

**656049, g. Barnaul, pr. Lenina, 61, FGBOU VO  
"Altajskij gosudarstvennyj universitet", otdel  
okhrany intellektualnoj sobstvennosti**

(72) Inventor(s):

**Petrov Boris Iosifovich (RU),  
Petukhov Viktor Anatolevich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**federalnoe gosudarstvennoe byudzhethoe  
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego  
obrazovaniya "Altajskij gosudarstvennyj  
universitet" (RU)**

(54) **METHOD OF CONCENTRATING MICROELEMENTS**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: concentration of microelements is carried out for subsequent analytical determination by coprecipitation with diantipyrimethane forming a water-mineral acid-ammonium thiocyanate-collector dithiocyanate diantipyrimethanate system. Coprecipitation of microelements is carried out at the optimum concentration of hydrogen ions in the range

of 0.05-2.0 mol/l and thiocyanate ions in the range of 0.05-2.0 mol/l.

EFFECT: decreasing the toxicity and increasing the stability of the anionic background of the aqueous solution to the action of external factors, increasing the extraction efficiency and expanding the list of recoverable metal ions.

2 tbl, 1 ex

Изобретение относится к аналитической химии, а именно к способам получения концентрата микроэлементов соосаждением их с органическим коллектором из кислых тиоцианатных растворов и может быть использовано в практике аналитических, агрохимических, медицинских лабораторий.

5 Рассмотрим аналог - получение концентрата микроколичеств иттрия (III) соосаждением его с органическим коллектором - фторидной солью 4-метилбензиламинофенил-4-диметилдиаминофенилантипирилкарбинола (хромпиразола 1 ХП-1) (А.с. №1636721 СССР. Способ концентрирования микроколичеств иттрия / М.Н. Челнокова, Р.В. Шулаева, С.А. Путивцева, О.В. Пинаева. // Б.И. 1991, №11).

10 Сущность способа заключается в использовании в качестве коллектора фторидной соли 4-метилбензиламинофенил-4-диметилдиаминофенилантипирилкарбинола, соосаждение ведут из кислых сред с концентрацией 0,2-0,4 М  $H_2SO_4$  или 0,4-0,5 М HF. В кислых средах иттрий образует устойчивый ацидофторидный комплекс. Соосаждение иттрия протекает с образованием ионного ассоциата.

15 Недостатки способа заключаются:

1) в использовании дорогого и малодоступного основного красителя - хромпиразола 1;

2) использовании в качестве анионного фона токсичного фторид-иона и токсичной фтороводородной кислоты;

20 3) при сочетании кислой среды и наличии фторид-ионов процесс концентрирования можно реализовать только при использовании специальной посуды, но никак не стеклянной или кварцевой, что создает дополнительные трудности при осуществлении способа.

25 Наиболее близким по технической сущности и результату - прототипом является способ концентрирования ртути (А.с. 1552049 СССР. Способ концентрирования ртути / М.Н. Челнокова, Р.В. Шулаева // Б.И. 1990, №11), где в качестве коллектора используют иодид хромпиразола 1.

К недостаткам способа относятся:

30 1) использование малодоступного и дорогостоящего основного красителя - хромпиразола 1;

2) введение восстановителя аскорбиновой кислоты, которая может изменить степень окисления некоторых микроэлементов (Fe, Cu, Sn, Sb, Tl и др.);

3) неустойчивость иона комплексообразователя – иодид-иона, способного окисляться до свободного иода.

35 Задачи изобретения:

1) основной краситель 4-метилбензиламинофенил-4-диметилдиаминофенилантипирилкарбинол заменить более дешевым и доступным основанием – диантипирилметаном;

40 2) уменьшить токсичность и повысить устойчивость анионного фона водного раствора к действию внешних факторов путем замены токсичного фторид-иона и малоустойчивого иодид-иона тиоцианатом;

45 3) в кислых средах в присутствии тиоцианат-иона диантипирилметан образует малорастворимые соли - тиоцианат или дитиоцианат диантипирилметания, являющиеся коллектором для образовавшихся в растворе тиоцианатных ацидокомплексов микроэлементов;

4) расширение перечня извлекаемых ионов металлов (на коллекторе соосаждаются ионы олова, цинка, молибдена, вольфрама, кобальта, железа, ртути, кадмия, галлия, индия, таллия и других, способных к образованию тиоцианатных комплексов элементов).

Сущность способа

Способ концентрирования микроэлементов диантипирилметаном (ДАМ), образующим в системе вода - минеральная кислота - тиоцианат аммония малорастворимые соли тиоцианат или дитиоцианат диантипирилметания, являющиеся  
 5 коллектором для соосаждения микроэлементов, способных к образованию тиоцианатных комплексов при оптимальной концентрации ионов водорода в интервале 0,05-2,0 моль/л и тиоцианат-ионов 0,05-2,0 моль/л.

Отличительные существенные признаки с целью упрощения и удешевления процесса и расширения перечня извлекаемых микроэлементов:

10 1) заменить основной краситель 4-метилбензиламинофенил-4-диметилдиаминофенилантипирилкарбинол на более дешевый и доступный основанием – диантипирилметаном;

2) в кислых средах в присутствии тиоцианат-иона диантипирилметан образует малорастворимые соли - тиоцианат или дитиоцианат диантипирилметания, являющиеся  
 15 коллектором для образовавшихся в растворе тиоцианатных ацидокомплексов микроэлементов;

3) расширение перечня извлекаемых ионов металлов (на коллекторе соосаждаются ионы олова, цинка, молибдена, вольфрама, кобальта, железа, ртути, кадмия, галлия, индия, таллия и других, способных к образованию тиоцианатных комплексов элементов).

20 Осуществление изобретения

Согласно предлагаемому способу для получения концентрата микроэлементов, включающему соосаждение их с коллектором, в качестве коллектора используют датиоцианат диантипирилметания. Причем соосаждение ведут в кислых средах с  
 25 концентрацией ионов водорода в интервале 0,05-2,0 моль/л и тиоцианат ионов 0,05-2,0 моль/л. Соосаждение микроэлементов происходит в форме ионных ассоциатов. Ионный ассоциат захватывается малорастворимой тиоцианатной солью основания.

Указанные выше отличительные признаки направлены на решение поставленной задачи и являются существенными. Использование предлагаемого сочетания  
 30 существенных признаков в известном уровне техники не обнаружено, следовательно, предлагаемое техническое решение соответствует критерию патентоспособности «новизна».

#### ПРИМЕРЫ

Рассмотрим примеры концентрирования четырех микроэлементов коллектором - дитиоцианатом диантипирилметания.

35 В стеклянный стакан вводят 2,0 мл 0,1 М раствора хлорида или сульфата элемента, подкисляют серной кислотой до определенной кислотности, вводят раствор тиоцианата аммония, воду и затем к водному раствору тиоцианатного комплекса элемента приливают раствор диантипирилметана до общего объема 100 мл, отстаивают в течение 15-20 минут. Ввиду низкой растворимости ДАМ в воде готовят раствор на 0,5 М HCl.  
 40 Выделившийся при добавлении кислого раствора ДАМ осадок (твердая фаза) отфильтровывают через фильтр Шотта. Степень извлечения элемента рассчитывают по результатам атомно-абсорбционного определения остатка элемента в маточном растворе.

В интервале ионов водорода 0,05-2,0 моль/л и тиоцианат-ионов 0,05-2,0 моль/л.

45 Рассмотрено влияние на полноту соосаждения коллектором - дитиоцианатом диантипирилметания следующих факторов: кислотности (табл. 1), концентрации тиоцианат-ионов (табл. 2).

Данное описание и примеры, рассмотренные как материал, иллюстрирующий

изобретение, сущность которого и объем патентных притязаний определены в нижеследующей формуле изобретения, совокупностью существенных признаков и их эквивалентами.

Таблица 1.

$C_{H^+}$ , моль/л	R, M <sup>z+</sup> , %			
	Zn <sup>2+</sup>	Cd <sup>2+</sup>	Co <sup>2+</sup>	Fe <sup>3+</sup>
0,05	96,0	84,1	91,5	82,8
0,10	96,5	89,8	97,0	96,6
0,20	97,8	91,2	97,5	97,4
0,30	98,8	92,5	97,8	98,0
0,50	98,5	95,3	98,0	98,5
1,00	98,3	94,4	98,5	98,7
1,50	98,1	91,6	98,7	96,1
2,00	98,1	86,1	98,9	89,2

Зависимость степени извлечения (R, %) 10 мкг элементов от концентрации ионов водорода ( $C_{H^+}$ ) при 0,5 М SCN<sup>-</sup> и 0,8 г ДАМ.

Таблица 2.

$C_{SCN^-}$ , М	R, Mz <sup>+</sup> , %			
	Zn <sup>2+</sup>	Cd <sup>2+</sup>	Co <sup>2+</sup>	Fe <sup>3+</sup>
0,05	97,4	87,6	73,2	86,7
0,10	97,8	94,6	97,6	97,5
0,20	98,4	97,0	97,9	98,0
0,30	98,9	98,1	98,5	98,2
0,50	98,6	96,8	98,9	98,5
1,00	98,3	92,5	99,0	98,7
2,00	96,8	78,6	96,0	98,8

Зависимость степени извлечения (R, %) от концентрации тиоцианат-ионов ( $C_{SCN^-}$ ) при  $C_{H^+}=0,5$  моль/л и 0,8 г ДАМ.

#### (57) Формула изобретения

Способ концентрирования микроэлементов путем соосаждения с органическим реагентом для последующего аналитического определения, отличающийся тем, что в качестве реагента используется диантипирилметан, образующий в системе вода - минеральная кислота - тиоцианат аммония коллектор дитиоцианат диантипирилметания, соосаждение микроэлементов ведут при оптимальной концентрации ионов водорода в интервале 0,05-2,0 моль/л и тиоцианат-ионов в интервале 0,05-2,0 моль/л.