



(51) МПК
C02F 1/26 (2006.01)
G01N 31/00 (2006.01)
G01N 33/18 (2006.01)
B01D 11/04 (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2015157394, 31.12.2015

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
 31.12.2015

Дата регистрации:
 01.12.2017

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 31.12.2015

(43) Дата публикации заявки: 05.07.2017 Бюл. № 19

(45) Опубликовано: 01.12.2017 Бюл. № 34

Адрес для переписки:

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

(72) Автор(ы):

Темерев Сергей Васильевич (RU),
 Савакова Юлия Павловна (RU)

(73) Патентообладатель(и):

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

(56) Список документов, цитированных в отчете
 о поиске: ШИШЛОВА Е.А., ТЕМЕРЕВ
 С.В. Извлечение ртути (II)
 ацетилсалицилатом антипириния из
 хлоридных растворов, Изв. АлтГУ, 2013,
 т.79, N 3-2, с.с. 227-230. RU 2523467 C1,
 20.07.2014. RU 2383014 C1, 27.02.2010. RU
 2333028 C1, 10.09.2008. RU 2546734 C1,
 10.04.2015. CN 1584588 A, 23.02.2005.

(54) Способ группового концентрирования из кислых растворов и разделения ионов элементов ионной жидкостью

(57) Реферат:

Изобретение может быть использовано в аналитической химии природных вод для инструментального определения микроэлементов. Для осуществления способа группового концентрирования из кислых растворов и разделения ионов Ti, Mo, Sn, Fe к 10 мл водной фазы анализируемого кислого раствора добавляют 1 г легкоплавкого расплава ацетилсалицилата антипириния $[\text{AntH}_3\text{O}^+][\text{AcSal}^-]$, отделяют концентрат ионов Ti, Mo, Sn, Fe, озоляют азотной кислотой в микроволновой печи и анализируют атомно-эмиссионной спектрометрией. Для расширения спектра

извлекаемых из кислого водного раствора ионов - Ti, Mo, Sn, Fe, V, Cr, Pb, Cd, Co, Sb, Mn легкоплавким расплавом ацетилсалицилата антипириния к 5 мл анализируемого раствора дополнительно прибавляют 5 мл 2,0 М раствора хлорида натрия при том же количестве - 1 г ацетилсалицилата антипириния. Полученную систему подогревают до 90°C, встряхивают 5 мин, центрифугируют, экстрагируют концентрат ионов элементов, озоляют и анализируют. Способ обеспечивает эффективное групповое извлечение широкого спектра элементов - Ti, Mo, Sn, Fe, V, Cr, Pb, Cd, Co, Sb, Mn. 2 ил., 2 табл., 1 пр.

RU 2 637 236 C2

RU 2 637 236 C2



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
C02F 1/26 (2006.01)
G01N 31/00 (2006.01)
G01N 33/18 (2006.01)
B01D 11/04 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**(21)(22) Application: **2015157394, 31.12.2015**(24) Effective date for property rights:
31.12.2015Registration date:
01.12.2017

Priority:

(22) Date of filing: **31.12.2015**(43) Application published: **05.07.2017** Bull. № 19(45) Date of publication: **01.12.2017** Bull. № 34

Mail address:

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

(72) Inventor(s):

**Temerev Sergej Vasilevich (RU),
Savakova Yuliya Pavlovna (RU)**

(73) Proprietor(s):

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

(54) **METHOD OF GROUP CONCENTRATION FROM ACID SOLUTIONS AND SEPARATION OF IONS OF ELEMENTS BY IONIC LIQUID**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: to carry out the method of group concentration from acidic solutions and the separation of Ti, Mo, Sn, Fe ions to 10 ml of the aqueous phase of the acid solution to be analyzed, 1 g of fusible melt of antipyrinium acetylsalicylate $[\text{AntH}_3\text{O}^+]\cdot[\text{AcSal}^-]$ is added, the concentrate of Ti, Mo, Sn, Fe ions is separated, nitric acid is nitrated in a microwave oven and analyzed by atomic emission spectrometry. To expand the spectrum of the ions - Ti, Mo, Sn, Fe, V,

Cr, Pb, Cd, Co, Sb, Mn extracted from the acidic aqueous solution - with a low-melting antipyrinium acetylsalicylate melt to 5 ml of the analyzed solution, 5 ml of 2.0 M solution of sodium chloride is added with the same amount - 1 g of antipyrinium acetylsalicylate. The resulting system is heated to 90°C, shaken for 5 minutes, centrifuged, the elemental ion concentrate is extracted, aspirated and analyzed.

EFFECT: method provides an effective group extraction of a wide range of elements.

2 dwg, 2 tbl, 1 ex

Изобретение относится к экстракции в аналитической химии ионных форм микроэлементов из природных вод. В качестве эффективных экстрагентов ионных форм элементов из воды и водных растворов применяют расплавы и ионные жидкости (ИЖ).

5 В качестве катионной части ионной жидкости (ИЖ) перспективен антипирин [Ant] - 1-Фенил-2,3-диметилпиразолон-5 - лекарственный препарат, твердое порошкообразное вещество с температурой плавления 113°C и молярной массой 188,23 г/моль. [Ant] - аналитический реагент и перспективен в качестве катиона. ИЖ легкоплавких расплавов органических солей с анионами твердых органических кислот. Ацетилсалициловая
10 кислота [AcSalH] - аспирин, популярный лекарственный препарат, твердое вещество с температурой плавления 141-144°C и молярной массой 180,2 г/моль.

Рассмотрим - «Способ экстракции цинка из донных осадков ионной жидкостью» [патент РФ №2523469 от 20.07.2013, БИ №20], включает подготовку аналитического образца - (аналог). Экстракцию цинка из твердого образца осуществляют с
15 использованием ионной жидкости 1-бутил-3-метилимидазолия гексафторфосфата [BMIm][PF6] с добавками тиоцианата аммония и иодида калия с последующим количественным определением ионов цинка(II) в концентрате органической фазы ионной жидкости.

Недостатки аналога: высокая стоимость ионной жидкости фирмы Merck 1-бутил-3-метилимидазолия гексафторфосфата [BMIm][PF6] и низкая эффективность экстракции.
20

Наиболее близким по технической сущности к заявляемому объекту является способ экстракции ртути(II) ацетилсалицилатом антипириния [AntH₃⁺O]⁺·[AcSal⁻], [Шишлова Е.А., Темерев С.В. Извлечение ртути(II) ацетилсалицилатом антипириния из хлоридных растворов // Изв. АлтГУ. - 2013, Т. 79, №3/2. С. 227-230] - аналог, который представляет
25 физико-химические ($\rho=1,2$ г/см³, $t_{пл}=85^\circ\text{C}$) и оптические свойства данного легкоплавкого расплава. Методом "введено - найдено" на модельных кислых хлоридных растворах показана эффективность извлечения $R=(99,8\pm 0,1)\%$ и $D=(9,6\pm 0,4)\cdot 10^3$, что свидетельствует о количественном извлечении ртути(II) после однократной экстракции.

30 Ацетилсалицилат антипириния плавится при 84-85°C, образуя расплав с плотностью в пределах 1,20 г/см³ (рис. 1), количественно извлекает ртуть(II) из водных растворов и отличается большей гидрофобностью в сравнении с сульфосалицилатом антипириния [Петров Б.И. Экстракционная система без органического растворителя вода - антипирин - сульфосалициловая кислота / Петров Б.И., Калиткин К.В., Наземцева К.А. // Известия
35 Алтайского государственного университета. 2013. №3-2 (79). С. 198-208].

Недостатки прототипа: легкоплавкий расплав - аналог ионной жидкости извлекает из кислого раствора только ионы ртути(II).

Задача изобретения

40 Изобретение предназначено для группового концентрирования ионов элементов из кислых растворов легкоплавким расплавом [AntH₃O⁺]⁺·[AcSal⁻] ионной жидкостью (ИЖ) с эмиссионным окончанием процедуры анализа элементов в концентрате и рафинате.

Отличие заявляемого способа

| | | |
|--------------|---|--|
| 5 | <p>1. для группового концентрирования ионов Ti, Mo, Sn, Fe:</p> <p>к 10 мл водной фазы анализируемого кислого раствора</p> | <p>добавляют 1г легкоплавкого расплава ацетилсалицилата антипириния [AntH⁺].[AcSal⁻], подогревают полученную систему до 90° С, встряхивают 5 минут и центрифугируют,</p> |
| 10 15 | <p>2. для группового концентрирования ионов Ti, Mo, Sn, Fe, V, Cr, Pb, Cd, Co, Sb, Mn:</p> <p>к 5 мл анализируемого кислого раствора добавляют равный (5 мл) объем 2,0 М раствора хлорида натрия (NaCl),</p> | <p>отделяют концентрат ионов Ti, Mo, Sn, Fe, озоляют азотной кислотой в микроволновой печи и анализируют атомно-эмиссионной спектрометрией</p> |

Сущность патентуемого способа

Способ группового концентрирования из кислых растворов ионов элементов ионной жидкостью заключается в том, что для группового концентрирования ионов Ti, Mo, Sn, Fe к 10 мл водной фазы анализируемого кислого раствора добавляют 1 г легкоплавкого расплава ацетилсалицилата антипириния [AntH⁺].[AcSal⁻], подогревают полученную систему до 90°С, встряхивают 5 минут и центрифугируют, затем отделяют концентрат ионов Ti, Mo, Sn, Fe, озоляют азотной кислотой в микроволновой печи и анализируют атомно-эмиссионной спектрометрией. Для извлечения из отдельной порции кислого водного раствора ионов Ti, Mo, Sn, Fe, V, Cr, Pb, Cd, Co, Sb, Mn легкоплавким расплавом ацетилсалицилата антипириния [AntH⁺].[AcSal⁻] (1 г) к 5 мл анализируемого раствора дополнительно прибавляют равный объем (5 мл) 2,0 М раствор хлорида натрия (NaCl) и экстрагируют ионы указанных микроэлементов в легкоплавкий расплав в тех же условиях. ОФ (органическая фаза) извлекает ионы Ti, Mo, Sn, Fe, V, Cr, Pb, Cd, Co, Sb, Mn.

Осуществление изобретения:

Способ группового концентрирования из кислых растворов и разделения ионов элементов ионной жидкостью, заключающийся в том, что для эффективного извлечения из 10 мл водной фазы анализируемого раствора ионов Ti, Mo, Sn, Fe (ICP Standard 1000 мкг/мл Merck) добавляют легкоплавкий расплав ацетилсалицилата антипириния [AntH⁺].[AcSal⁻]. Водный раствор подогревают до 90°С, встряхивают (5 минут) и центрифугируют, потом отделяют водную фазу (ВФ) от органической фазы (ОФ) концентрата ионов Ti, Mo, Sn, Fe. Концентрат указанных ионов Ti, Mo, Sn, Fe в ОФ используется для группового разделения многоэлементных смесей. ВФ анализируют методом атомно-эмиссионной спектрометрии. Органическую фазу готовят к анализу методом микроволнового кислотного разложения. 1,0 г ОФ помещают во фторопластовый сосуд-автоклав объемом 75 см³ микроволновой печи и добавляют 10 см³ раствора азотной кислоты (ОСЧ extra pure 100443 Merck) и деионизированной воды 1:1. Распределение ионов элементов между 10,00 мл водного раствора 0,1 М азотной кислоты и расплавом ацетилсалицилата антипириния с молярным соотношением реагентов в расплаве 1:1. Автоклавы помещают в микроволновую печь «MARSXpress»

с максимальной выходной мощностью излучения 1600 Вт и фиксированной частотой излучения 2450 МГц для микроволнового разложения типа HP-500 Plus и нагрева:

1 стадия - нагревают от 20°C до температуры +200°C в течение 8 мин, выдерживают в течение 10 мин при температуре +200°C;

5 2 стадия - поднимают до температуры +250°C в течение 4 мин, выдерживают в течение 10 мин при температуре 250°C, затем охлаждают до температуры 45°C, встряхивают для перемешивания содержимого и приоткрывают крышку для уравнивания давления. Качественно разложенная проба представляет собой бесцветный или желтоватый прозрачный раствор, без частиц на дне и на стенках фторопластового
10 вкладыша, охлажденный до комнатной температуры раствор фильтруют, через фильтр синяя лента, в мерную пробирку вместимостью 10 см³, обмывают стенки автоклава небольшими порциями деионизированной воды, доводят объем до 10 см³ и тщательно перемешивают и анализируют.

15 Для извлечения из кислого водного раствора ионов Ti, Mo, Sn, Fe, V, Cr, Pb, Cd, Co, Sb, Mn (например, ICP Standard 1000 мкг/мл Merck) легкоплавким расплавом ацетилсалицилата антипириния [AntH⁺].[AcSal⁻] дополнительно прибавляют равный объем 2,0 М раствор NaCl. Например (3 мл 0,1 М раствор HNO₃ + 2 мл ICP Standard 1000 мкг/мл Merck) разбавляют равным объемом 2,0 М раствора NaCl. После
20 перемешивания добавляют 1 г расплава ацетилсалицилата антипириния и экстрагируют ионы указанных микроэлементов в легкоплавкий расплав. ОФ извлекает ионы Ti, Mo, Sn, Fe, V, Cr, Pb, Cd, Co, Sb, Mn.

Пример приготовления модельных систем

В пластиковые градуированные пробирки вместимостью 50,0 мл вводят 1,0 г
25 легкоплавкого расплава [AntH⁺].[AcSal⁻] ионной жидкости ($\rho=1,2$ г/см³, $t_{пл}=85^\circ\text{C}$, $V=0,83$ мл) и 10,00 мл модельного раствора, приготовленного из стандартного Perkin Elmer с погрешностью аттестованного значения не более 2%. ICP Standard 1000 мг/л Merck - раствор 17 элементов Al, As, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Mg, Mn, Mo, Ni, Pb, Sb, Sn, Ti, V, Zn в 0,1
30 М азотной кислоте (ОСЧ "extra pure 100443 Merck") с концентрациями 1000 мкг/мл каждого элемента. Пробирки с системами подогревают до 90°C, встряхивают (5 минут) и центрифугируют, потом отделяют водную фазу (ВФ) от органической (ОФ). ВФ анализируют методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (Optima 7300 DV фирмы Perkin Elmer). Органическую фазу готовят к анализу
35 методом микроволнового разложения. 1,0 г ОФ помещают во фторопластовый сосуд-автоклав объемом 75 см³ микроволновой печи и добавляют 10 см³ раствора азотной кислоты (ОСЧ extra pure 100443 Merck) и деионизированной воды 1:1. Автоклавы помещают в микроволновую печь «MARSXpress» с максимальной выходной мощностью излучения 1600 Вт и фиксированной частотой излучения 2450 МГц для микроволнового
40 разложения типа HP-500 Plus, соблюдая все меры предосторожности в соответствии с руководством по эксплуатации, и устанавливают параметры программы разложения ОФ.

Применяют следующий режим нагрева:

1 стадия - нагревают от 20°C до температуры +200°C в течение 8 мин, выдерживают
45 в течение 10 мин при температуре +200°C;

2 стадия - поднимают до температуры +250°C в течение 4 мин, выдерживают в течение 10 мин при температуре 250°C, затем охлаждают до температуры 45°C.

Охлажденные автоклавы осторожно встряхивают для перемешивания содержимого

и приоткрывают крышку для уравнивания давления. Качественно разложенная проба представляет собой бесцветный или желтоватый прозрачный раствор, без частиц на дне и на стенках фторопластового вкладыша. Затем охлажденный до комнатной температуры раствор фильтруют через фильтр синяя лента в мерную пробирку

5 вместимостью 10 см³, обмывают стенки автоклава небольшими порциями деионизированной воды, доводят объем до 10 см³ и тщательно перемешивают. "Холостую" контрольную пробу готовят параллельно с серией анализируемых образцов, выполняя все указанные выше операции, с теми же реактивами и в тех же количествах, как и анализируемые образцы, но без введения в ВФ ионов элементов. Минерализованную кислотой ОФ анализируют также эмиссионной спектрометрией с помощью спектрометра Optima 7300 DV фирмы Perkin Elmer.

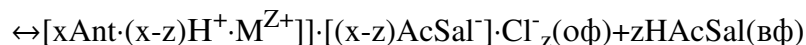
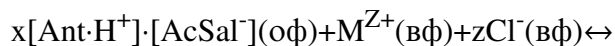
10 Предпочтительнее использовать стехиометрический расплав реагентов. При взятии навесок на технических весах ошибки минимальны вследствие близости величин молярных масс реагентов. Депрессия температуры плавления расплава ацетилсалицилата антипириния при молярном соотношении Ant(t_{пл}=113°C) : HAcSal(t_{пл}=141-144°C)=1:1 составляет более 40°C от величины аддитивности. Весьма значительная величина депрессии температуры плавления свидетельствует о прочности ионной ассоциации кислоты и основания (рис. 1).

20 Экспериментально определены температура плавления t_{пл}=85°C и плотность расплава ρ=1,2 г/см³. При температуре плавления оценена растворимость (в воде 1 г/100 мл, в 0,1 М HCl 1,6 г/100 мл).

25 Из представленных фрагментов ИК-спектров (рис. 2) следует, что в спектре ацетилсалицилата антипириния происходит перераспределение интенсивности симметричных и асимметричных валентных колебаний карбонильных групп (C=O) полосы поглощения при 1750-1660 см⁻¹. Это свидетельствует о присоединении протона к кислороду карбонильной группы молекулы антипириния. Факт хорошо согласуется с характером антипиринового цикла, в котором наблюдается сильный сдвиг электронной плотности вдоль цепи сопряжения двойных связей к кислороду карбонильной группы.

30 В области ИК-спектра поглощения валентных колебаний гидроксогруппы OH- 3200-2500 см⁻¹ продукта взаимодействия (рис. 2, справа) проявляются малоинтенсивные полосы.

35 Таким образом, ацетилсалицилат антипириния проявляет типичные свойства ионообменного экстрагента. В кислой среде он присоединяет протон к кислороду карбонильной группы, превращаясь в ониевый катион, в свою очередь способный ассоциировать катионы M^{Z+} жестких кислот Пирсона (Ti, Mo, Sn, Fe.)



Вероятен и координационный механизм взаимодействия с атомами кислорода аниона [AcSal⁻].

45 В таблице 1 представлены результаты однократной экстракции из азотнокислого 0,1 М раствора HNO₃ модельного раствора ICP Standard (1000 мкг/мл) Merck методом "введено" - "найдено". Результаты свидетельствуют о групповом извлечении Ti(IV), MoO³⁺, Sn(IV), Fe(III) как жестких кислот Пирсона. При этом следует отметить меньшую эффективность VO²⁺ (60%), Pb(II) 60%, Sb(V) 60%, Cd(II), Co(III), Zn(II), Cu(II), Ni(II) - в

пределах 50%, As(V), Mn(II) - около 40%. Эффективность увеличивается при изменении анионного фона. В качестве хлоридного фона используют 2,0 М раствор NaCl, разбавляют (3 мл 0,1 М раствор HNO₃ + 2 мл ICP Standard 1000 мкг/мл Merck) равным объемом 2,0 М раствора NaCl. После перемешивания добавляют 1 г расплава ацетилсалицилата антипириния и экстрагируют ионы, как описано выше. Добавление равного объема 2,0 М раствора хлорида натрия при том же количестве ионной жидкости обеспечивает расширение ассортимента извлекаемых ионных форм до 11 элементов Ti, Mo, Sn, Fe, V, Cr, Pb, Cd, Co, Sb, Mn при той же эффективности. Результаты ИСП ЭС ВФ и минерализаторов ОФ представлены в таблице 2. Как следует из результатов таблицы 2, эффективность однократной экстракции из кислого хлоридного раствора увеличилась на 16% и более. Учитывая плотность, низкую растворимость и температуру плавления расплава, количество экстракций можно увеличить и тем самым добиться количественного группового извлечения ионов из хлоридного раствора.

Расплав ацетилсалицилата антипириния перспективен в системах группового экстрагирования неорганических форм элементов из твердых образцов взвесей, донных осадков и т.д.

Методом ИСП ЭС подтверждена эффективность легкоплавкого расплава ацетилсалицилата антипириния ($\rho=1,2 \text{ г/см}^3$, $t_{пл}=85^\circ\text{C}$) в групповом концентрировании ионных форм элементов из кислых растворов. Эффективность группового извлечения жестких кислот Пирсона (Ti, Mo, Sn, Fe) не противоречит концепции 60-х годов и основана преимущественно на механизме ионного обмена с расплавом-аналогом ионной жидкости, при подготовке образцов к анализу инструментальными методами.

Таблица 1

| "Введено" | "Найдено" | | | | D | R,% |
|-----------|------------|--------------|------------|--------------|-------------|------|
| | ВФ, мкг/мл | <мкг> ± ε | ОФ, мкг/мл | <мкг> ± ε | | |
| 100 мкг | <0,001 | <0,01 | 9,86 | 99±2,0 | >9000 | >99 |
| | < 0,001 | | 9,91 | | | |
| | < 0,001 | | 9,97 | | | |
| Ti | < 0,001 | <0,01 | 9,87 | 98,6±2,0 | >9000 | >99 |
| | < 0,001 | | 9,91 | | | |
| | < 0,001 | | 9,84 | | | |
| Mo | 0,11 | 1,0±0,2 | 8,97 | 90,1±1,8 | 1050± 20 | 90±2 |
| | 0,10 | | 9,01 | | | |
| | 0,10 | | 9,06 | | | |
| Sn | 0,20 | 2,0±0,3 | 7,21 | 71,8±1,0 | 432±5 | 72±3 |
| | 0,20 | | 7,19 | | | |
| | 0,20 | | 7,14 | | | |
| Fe | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |

Групповое извлечение Ti(IV), MoO³⁺, Sn(IV), Fe(III), как жестких кислот Пирсона.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

Таблица 2

| 5 | "Введено" | "Найдено" | | | D | R,% | |
|----|-----------|------------|--------------|------------|----------|--------|--------------|
| | | ВФ, мкг/мл | <мкг> ± ε | ОФ, мкг/мл | | | <мкг> ± ε |
| 10 | Ti | <0,001 | <0,01 | 10,0 | 100±2 | >9000 | >99 |
| | | < 0,001 | | 10,0 | | | |
| | | < 0,001 | | 9,9 | | | |
| 15 | Mo | < 0,001 | <0,01 | 9,9 | 100±2 | >9000 | >99 |
| | | < 0,001 | | 9,9 | | | |
| | | < 0,001 | | 10,0 | | | |
| 20 | Sn | <0,001 | <0,01 | 8,97 | 100±2 | >9000 | >99 |
| | | < 0,001 | | 9,01 | | | |
| | | < 0,001 | | 9,06 | | | |
| 25 | Fe | 0,11 | 1,1±0,2 | 8,5 | 86 ± 1 | 940±20 | 86±3 |
| | | 0,11 | | 8,6 | | | |
| | | 0,11 | | 8,6 | | | |
| 30 | V | 0,38 | 3,8±0,5 | 7,6 | 76 ± 1 | 240±3 | 76 ± 1 |
| | | 0,38 | | 7,6 | | | |
| | | 0,38 | | 7,7 | | | |
| 35 | Cr | 0,13 | 1,3±0,1 | 8,2 | 83±1 | 770±10 | 83±3 |
| | | 0,13 | | 8,3 | | | |
| | | 0,13 | | 8,3 | | | |
| 40 | Pb | 0,17 | 1,7±0,2 | 8,0 | 80,3±1,0 | 392±5 | 80±2 |
| | | 0,17 | | 8,1 | | | |
| | | 0,17 | | 8,0 | | | |
| 45 | Cd | 0,18 | 1,8±0,2 | 8,0 | 80,3±2,0 | 537±9 | 80±2 |
| | | 0,18 | | 8,1 | | | |
| | | 0,18 | | 8,0 | | | |

Продолжение таблицы 2

| 5 10 15 20 25 30 35 40 45 | "Введено" 100 мкг | "Найдено" | | | | D | R, % |
|---|----------------------|------------|--------------|------------|--------------|--------|------|
| | | ВФ, мкг/мл | <мкг> ± ε | ОФ, мкг/мл | <мкг> ± ε | | |
| | Co | 0,19 | 1,8±0,4 | 8,0 | 80 ± 1,6 | 535±9 | 80±2 |
| | | 0,18 | | 8,0 | | | |
| | | 0,18 | | 7,9 | | | |
| | Sb | 0,23 | 2,3±0,6 | 7,7 | 76,8±1,9 | 402±10 | 77±2 |
| | | 0,23 | | 7,6 | | | |
| | | 0,23 | | 7,7 | | | |
| | Mn | 0,28 | 2,7±0,4 | 7,0 | 70,7±1,0 | 265±5 | 71±1 |
| | | 0,26 | | 7,1 | | | |
| | | 0,27 | | 7,1 | | | |
| | Ni | 0,30 | 3,0±0,5 | 6,6 | 66,0±1,0 | 257±4 | 66±1 |
| | | 0,31 | | 6,6 | | | |
| | | 0,31 | | 6,6 | | | |
| | As | 0,43 | 4,2±1,0 | 5,0 | 50,3±1,2 | 144±3 | 50±1 |
| | | 0,42 | | 5,1 | | | |
| | | 0,42 | | 5,0 | | | |
| | Cu | 0,45 | 4,4±0,4 | 5,0 | 50,0±0,5 | 137±2 | 50±1 |
| | | 0,44 | | 5,0 | | | |
| | | 0,44 | | 5,1 | | | |
| | Zn | 0,51 | 5,1±0,5 | 3,7 | 37±0,4 | 87±1 | 37±1 |
| | | 0,52 | | 3,7 | | | |
| | | 0,51 | | 3,6 | | | |

| | | | | | | |
|----|------|---------|-----|--------|-------|------|
| Al | 0,70 | 7,1±0,9 | 2,5 | 26±0,3 | 44±1 | 26±1 |
| | 0,71 | | 2,6 | | | |
| | 0,71 | | 2,6 | | | |
| Mg | 0,34 | 3,3±0,5 | 6,2 | 62±0,9 | 226±4 | 62±1 |
| | 0,33 | | 6,3 | | | |
| | 0,32 | | 6,1 | | | |

Таблица 2 – Распределение ионов элементов между 10,00 мл водного раствора 0,1 М азотной кислоты и расплавом ацетилсалицилата антипириния с молярным соотношением реагентов в расплаве 1:1. ОФ извлекает ионы Ti, Mo, Sn, Fe, V, Cr, Pb, Cd, Co, Sb, Mn.

(57) Формула изобретения

Способ группового концентрирования из кислых водных растворов ионов элементов ионной жидкостью, включающий обработку анализируемого кислого водного раствора ионной жидкостью, отличающийся тем, что для группового концентрирования ионов Ti, Mo, Sn, Fe к 10 мл водной фазы анализируемого раствора добавляют 1 г

легкоплавкого расплава ацетилсалицилата антипириния $[\text{AntH}^+]\cdot[\text{AcSal}^-]$, подогревают полученную систему до 90°C, встряхивают 5 минут и центрифугируют, затем отделяют концентрат ионов Ti, Mo, Sn, Fe, озольют азотной кислотой в микроволновой печи и анализируют атомно-эмиссионной спектрометрией, а при необходимости расширения перечня извлекаемых из анализируемого кислого водного раствора ионов Ti, Mo, Sn, Fe, V, Cr, Pb, Cd, Co, Sb, Mn к 5 мл анализируемого раствора дополнительно добавляют 5 мл 2,0 М раствора хлорида натрия (NaCl) при том же количестве - 1 г

ацетилсалицилата антипириния $[\text{AntH}^+]\cdot[\text{AcSal}^-]$, подогревают полученную систему до 90°C, встряхивают 5 минут и центрифугируют, отделяют концентрат ионов Ti, Mo, Sn, Fe, V, Cr, Pb, Cd, Co, Sb, Mn, озольют азотной кислотой в микроволновой печи и анализируют атомно-эмиссионной спектрометрией.

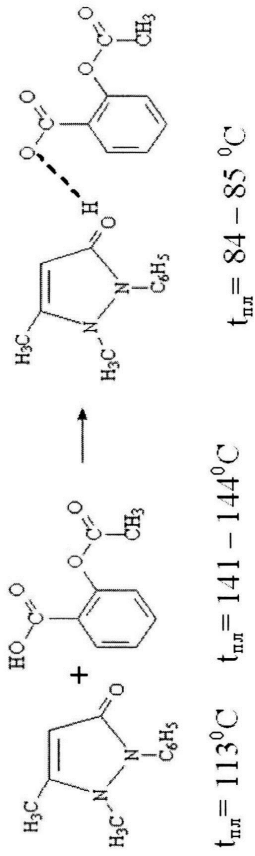


Рис. 1. Схема протолитического взаимодействия антипирина с ацетилсалициловой кислотой

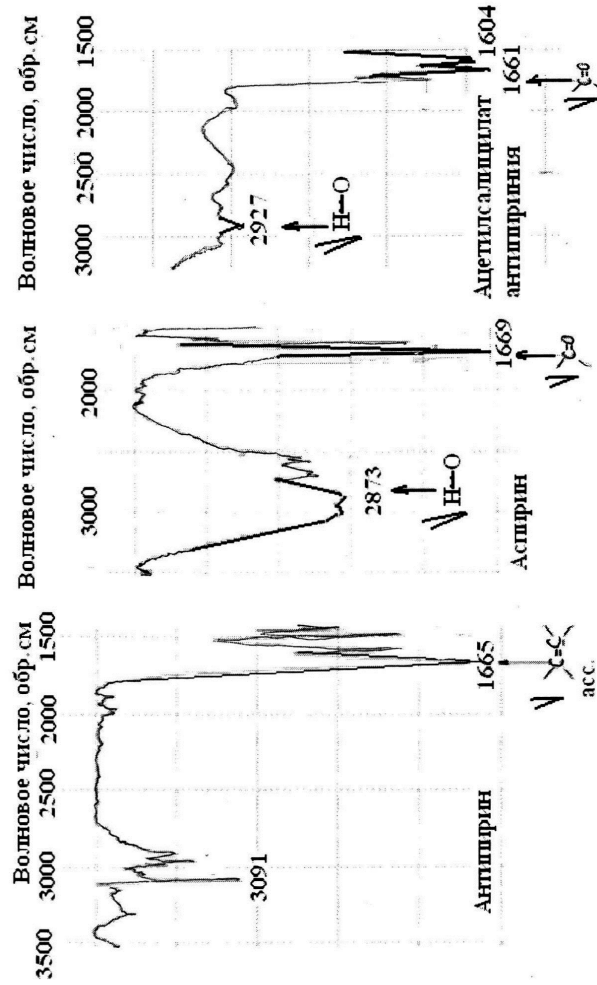


Рис. 2. Фрагменты ИК спектров исходных веществ и ацетилсалицилата антипириния