

ІММОБІЛІЗОВАНИЙ НА КРЕМНЕЗЕМІ ІОННИЙ АСОЦІАТ ЧАСУЛЬФАРСАЗЕН ДЛЯ СОРБЦІЙНО-АТОМНО- АБСОРБЦІЙНОГО ВИЗНАЧЕННЯ Pb(II)

Вивчено взаємодію іонів Плюмбуму (II) з твердофазним реагентом на основі іонного асоціату ЧАС⁺сульфарсазен, адсорбційно закріпленого на силікагелі. Показана перспективність застосування одержаного реагенту для сорбційно-атомно-абсорбційного визначення Плюмбуму (II).

Одним з найпоширеніших методів визначення Плюмбуму в об'єктах природного середовища є атомно-абсорбційна спектроскопія (ААС). Проте пряме визначення Плюмбуму на рівні та нижче ГДК часто ускладнюється внаслідок значного впливу матриці складного об'єкта [1]. Відомо, що попереднє сорбційне вилучення та концентрування при застосуванні сорбентів, модифікованих специфічними аналітичними реагентами, дозволяє на кілька порядків знизити межу ААС виявлення аналіту та підвищити вибірковість аналізу. Однією з основних причин використання сорбційно-атомно-абсорбційних методів аналізу є необхідність застосування жорстких умов елюювання аналіту, яке проводять з використанням токсичних розчинників, концентрованих кислот або повного руйнування (мінералізації) сорбенту [2]. Кращі результати можуть бути отримані при використанні сорбентів, які характеризуються не тільки високим коефіцієнтом концентрування, а й легкістю елюювання аналіту [3].

Сульфарсазен (плюмбон ІРЕА) (СА) відомий як чутливий та вибірковий фотометричний реагент на Плюмбум [4]. Відомостей щодо його за-

стосування для сорбційно-атомно-абсорбційного визначення Плюмбуму у літературі не знайдено. Втім відомо, що силікагелі, модифіковані четвертинною амонійною сіллю (ЧАС), зумовлюють сорбцію барвників анінного типу [5]. Нами було показано [6], що СА міцно утримується силікагелем (СГ), модифікованим ЧАС, і може бути застосований в аналізі в межах рН = 3,0–10,0. Тому метою роботи була розробка твердофазного реагенту для сорбційно-ААС визначення Плюмбуму (II) на основі нековалентно іммобілізованого на поверхні силікагелю сульфарсазену (СА) у вигляді його іонного асоціату з четвертинною амонійною сіллю.

У роботі використовувались: силікагель Merk 60 (СГ), четвертинна амонійна сіль – метилпентадецилетилендіамоній дихлорид (ЧАС), хлоридна, нітратна кислота, ЕДТА та гідроксид натрію, хлорид натрію без додаткової очистки марки «х. ч.». СА, перекристалізований з ацетону (1 : 1). Воду очищали відповідно до рекомендації [7]. Вихідний розчин Плюмбуму (II) готували розчиненням точної наважки металічного Плюмбуму (99,99 %) в нітратній кислоті (1 : 1). Усі робочі розчини готували розбавленням вихідних перед

Таблиця 1. Параметри атомно-абсорбційного визначення Плюмбуму

Довжина хвилі, нм	Струм лампи, мА	Спектральна щілина, нм	Об'єм проби, мкл	Розширення
283,3	5	0,5	10	1 : 1

Таблиця 2. Температурна програма приладу «Сатурн-3МП» для визначення Плюмбуму

Крок	Температура, К	Час, с	Газ, л/хв
Сушіння	368	20	3
Досушування	380	5	3
Озолення	673	5	3
Атомізація	1673	5	0
Відпалювання	2373	3	3

проведенням експерименту. Кислотність розчинів контролювали рН метром рН 340 зі скляним електродом. Спектри поглинання розчинів та сорбентів у тонкому шарі реєстрували із застосуванням Sperecord M40 та КФК-3. Рівноважну концентрацію Плюмбуму (II) у розчині визначали методом атомно-абсорбційної спектроскопії на спектрофотометрі «Сатурн» у полуменовому варіанті ($\lambda = 283,3$ нм, спектральна щілина 0,5 нм) і електротермічному варіанті (ЕТААС) на приладі «Сатурн-3МП» з електротермічним атомізатором «Графіт-2». Параметри ЕТААС визначення наведено в табл. 1. Температурну програму приладу наведено в табл. 2 [8].

Сорбцію Плюмбуму (II) на ЧАС-СГ, модифікованому СА (СА-ЧАС-СГ), виконували в статичному режимі. Сорбційну ємність (a , моль/г) розраховували за формулою $a = (C - [C]) \cdot V/m$, де C та $[C]$ відповідно вихідна та рівноважна концентрації адсорбату в розчині, моль/л; V – об'єм розчину, л; m – маса сорбенту, г.

Результати дослідження взаємодії іонів Pb(II) з іммобілізованим СА залежно від рН розчину, часу контакту фаз та від концентрації Pb(II) в розчині наведено на рис. 1–3. Видно, що оптимальний інтервал рН для визначення Pb(II) є 6,0–7,0. За цих умов сорбційна рівновага встановлюється впродовж 20 хв. Ізотерма сорбції Pb(II) на СА-ЧАС-СГ ($a_{\max} = 1,32 \cdot 10^{-5}$ моль/г та $K = 7,62 \times 10^4$ дм³/моль) може бути віднесена до L-типу, що свідчить про хімічну взаємодію Pb(II) з іммобілізованим реагентом. На основі дослідження сорбції Плюмбуму (II) залежно від співвідношення маси наважки сорбенту до об'єму розчину Pb(II) встановлено, що максимальний коефі-

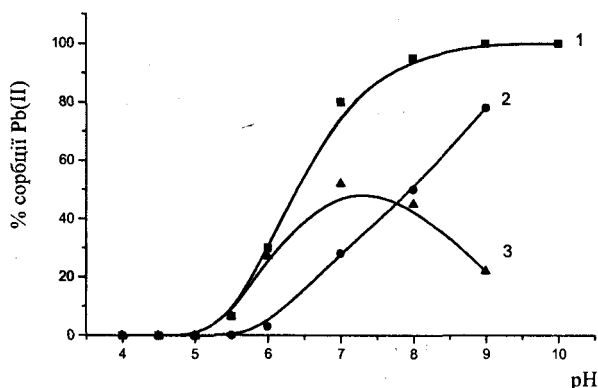


Рис. 1. Залежність сорбції Pb(II) немодифікованим (1) та модифікованим СГ (2), а також ΔГ (3) від рН розчину; $m = 0,02$ г, $V = 10$ мл, $a = 23$ мкмоль/г, $C = 2 \cdot 10^{-5}$ М, $T = 293,0 \pm 0,5$ К

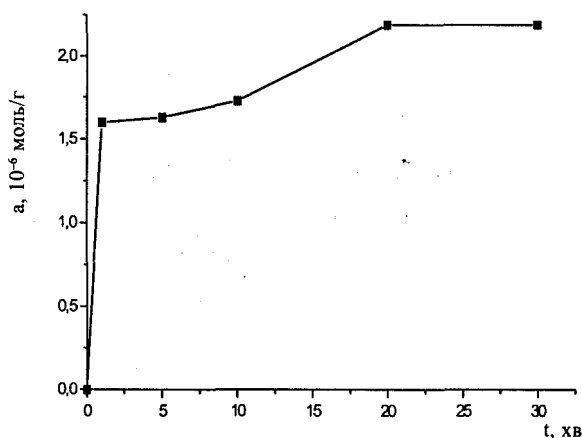


Рис. 2. Залежність сорбції Pb(II) на поверхні СА-ЧАС-СГ від часу контактування фаз; $m = 0,02$ г, $V = 10$ мл, $a = 23$ мкмоль/г, $C = 10^{-4}$ М, $pH = 6,0$; $T = 293,0 \pm 0,5$ К

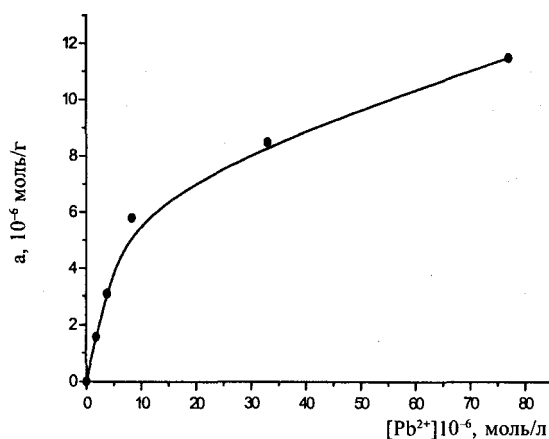


Рис. 3. Ізотерма сорбції Pb(II) на СА-ЧАС-СГ; $m = 0,02$ г, $V = 10$ мл, $a = 23$ мкмоль/г, $C = 10^{-4}$ М, $pH = 6,0$; $T = 293,0 \pm 0,5$ К

цієнт концентрування становить 500 мл/г (максимальний коефіцієнт розподілу D_{\max} становить $5 \cdot 10^4$ мл/г).

З метою перевірки придатності СА-ЧАС-СГ для сорбційно-атомно-абсорбційного визначення

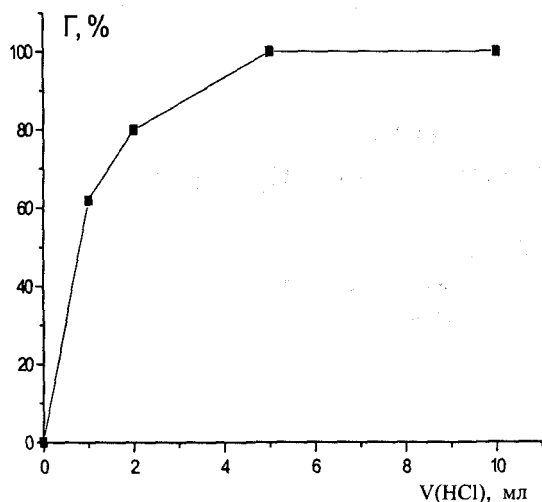


Рис. 4. Десорбція Pb(II) залежно від об'єму 0,001 моль/л HNO₃, m(СА-ЧАС-СГ) = 0,05 г, а(Pb(II)) = 2,0 мкмоль/г

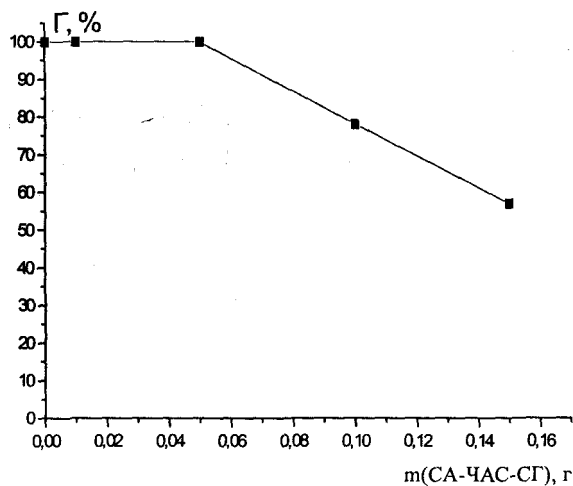


Рис. 5. Десорбція Pb(II) з поверхні СА-ЧАС-СГ залежно від маси наважки. С(HNO₃) = 0,001 моль/л, V(HCl) = 5 мл, а(Pb(II)) = 2,0 мкмоль/г

Плюмбуму було досліджено елюювання Плюмбуму з поверхні сорбенту. При виборі елюєнту враховували два важливих фактори: повноту елюювання та вплив елюєнту на ЕТААС визначення Плюмбуму. З огляду на те, що Плюмбум (II) утворює з СА комплексну сполуку при рН > 6, а також те, що ЕДТА є ефективним модифікатором матриці в ЕТААС [9], було досліджено HCl, HNO₃ та ЕДТА.

Встановлено, що повне вилучення Pb(II) з фази сорбенту досягається при двократній обробці 0,05 г СА-ЧАС-СГ 5 мл розчинів $\geq 0,01\text{M}$ HCl і $\geq 0,001\text{M}$ ЕДТА. Хлорид також негативно впливає на рівень фонового поглинання при ЕТААС

визначенні Плюмбуму. Кращі результати було одержано при використанні 0,001M HNO₃. Результати, наведені на рис. 4–5, свідчать, що кількісне елюювання Pb(II) з поверхні 0,05 г СА-ЧАС-СГ досягається при обробці у статичному режимі (впродовж 0,5–1 хв) – 5 мл 0,001M HNO₃.

Отже, показано, що СА-ЧАС-СГ є перспективним реагентом для сорбційно-ААС визначення Плюмбуму (II). Реагент характеризується простотою синтезу та використання, широким робочим діапазоном рН, високим коефіцієнтом концентрування та легкістю елюювання (не потребує застосування концентрованих кислот та органічних розчинників).

1. Прайс В. Аналитическая атомно-абсорбционная спектроскопия. – М.: Мир, 1980. – 360 с.
2. Taher Mohammad Ali // Talanta. – 2000. – V. 52. – № 2. – P. 181–188.
3. Yan X.-P., Sperling M. & Welz B. // Anal. Chem. – 1999. – V. 71. – № 19. – P. 4216–4222.
4. Петрова Г. С., Ягодицын М. А., Лукин А. М. // Заводская лаборатория. – 1969. – № 7. – С. 776–777.
5. Запорожець О. А. // Вісник Київськ. ун-ту. – 2002. – № 38. – С. 33.
6. Іщенко М. В., Запорожець О. А. // Друга всеукраїнська

- конференція студентів та аспірантів «Сучасні проблеми хімії», Київ, 17–18 травня, 2001: Тези доповідей. – К., 2001. – С. 8.
7. Методы анализа чистых химических реагентов. – М.: Химия, 1984. – 384 с.
8. Denise Bohrer, Paulo Cecero do Nascimento, Marcos Guterres, Marcello Trevisan and Edson Seibert // Analyst. – 1999. – V. 124. – P. 1345–1350.
9. Хавезов И., Цалева Д. Атомно-абсорбционный анализ. – Л.: Химия, 1983. – 144 с.

O. Zapozhets, M. Ishchenko

SILICA GEL LOADED WITH QAS-SULFARSAZENE ION ASSOCIATE FOR SORPTION-ATOMIC-ABSORPTION DETERMINATION OF Pb(II)

The interaction of Pb(II) ions with a solid phase reagent on the base of QAS-sulfarsazene ion associate adsorbed on silica surface was studied. The developed solid phase reagent was found to be effective for the determination of Pb(II) by atomic absorption spectroscopy with sorption preconcentration.