

## **ЕЛЕКТРОТЕРМІЧНЕ АТОМНО-АБСОРБЦІЙНЕ ВИЗНАЧЕННЯ АЛЮМІНІЮ В ПРИРОДНИХ ВОДАХ**

***В.М.ІЩЕНКО, кандидат хімічних наук, Національний  
університет харчових технологій,***

***Т.К ПАНЧУК, кандидат хімічних наук, Національний  
університет біоресурсів і природокористування України***

*В роботі запропоновано застосування аскорбінової кислоти в якості хімічного модифікатора при електротермічному атомно-абсорбційному визначенні алюмінію у високомінералізованих природних водах. Розроблена методика характеризується високою правильністю та повторюваністю. Методику перевірено на модельних розчинах, а також на реальних об'єктах природних вод.*

Активна техногенна діяльність людини приводить до забруднення гідросфери сполуками токсичних елементів, в тому числі й Алюмінієм. Цей елемент є одним із поширених компонентів земної кори і може входити в біологічні системи, хоча і не є необхідним для підтримки життєдіяльності. Підвищення його вмісту може викликати суттєві ускладнення в роботі організму людини, причому в першу чергу порушуються функції нервової системи [1]. Підвищення вмісту Алюмінію в водах проходить, в основному, за рахунок промислових стічних вод [2,3], а також в процесі водопідготовки [4], оскільки на більшості водопровідних станціях світу, як коагулянт використовують сполуки Алюмінію. У зв'язку з цим встановлені певні норми вмісту Алюмінію в питній воді, які після додаткових даних про вплив Алюмінію на організм людини були переглянуті [5]. Гранично допустима концентрація залишкового вмісту алюмінію в питній воді дорівнює 0,5 мг/л. Поширеним методом визначення вмісту Алюмінію є фотометричний з використанням еріохромціаніну Р [6], який застосовують при концентраціях Алюмінію від 0,02 до 0,3 мг/л. Експресним і чутливим методом є атомно-абсорбційний аналіз, який широко застосовується для визначення Алюмінію в різних матеріалах і об'єктах довкілля. При цьому в полум'яному варіанті використовують полум'я ацетилен- нітроген (I) оксид ( $N_2O$ ) [7].

В наш час для аналітичного контролю вмісту Алюмінію в водах широко застосовується експресний атомно-абсорбційний метод з електротермічною атомізацією [8]. Чутливість цього методу достатня для прямого визначення Алюмінію, але на процес атомізації значно впливає солевий склад природних вод. Тому роздільне вивчення поведінки мікроелементів і супутніх компонентів і навіть дослідження пар мікроелемент - супутній компонент не дають повної інформації про поведінку в реальних умовах аналізу. Необхідно вивчати багатоконпонентні системи, які імітують різні види природних об'єктів. В монографії [9] проводяться дослідження впливу добавок органічних

комплексоутворюючих реагентів на аналітичний сигнал і показано, що за допомогою цих реагентів можна модифікувати і знешкодити вплив основи аналізуємих об'єктів.

Мета нашої роботи - визначити оптимальні умови атомізації Алюмінію у графітовій кюветі; вивчити вплив макрокомпонентного складу природних вод на його абсорбцію; розробити методику атомно-абсорбційного визначення Алюмінію в природних водах з попереднім концентруванням шляхом випаровування останніх та подальшою атомізацією концентрату у графітовій кюветі. Роботу проводили на спектрофотометрі «Сатурн-3П-1». Реєстрацію аналітичного сигналу вели за допомогою програмного забезпечення виробництва НВО «Семі» (м. Суми). Визначення проводили по однопроменевої схемі з дейтерієвою компенсацією неатомного поглинання.

В таблицях 1 і 2 наведено умови роботи спектрофотометра «Сатурн 3 П1» та температурна програма визначення алюмінію.

**Таблиця 1. Умови роботи спектрофотометра «Сатурн 3 П1» при визначенні Алюмінію**

Аналітична лінія Рb, нм	309,3
Щілина монохроматора, нм	0,2
Струм лампи, мА	25
Час інтегрування сигналу, с.	4

Попередньо були підібрані оптимальні умови електротермічного визначення алюмінію. (Об'єм проби 20 мкл)

**Таблиця 2. Температурна програма визначення Алюмінію ЕТААС-методом**

Крок програми	Температура, К	Час, с.	Вихід газу, дм <sup>3</sup> /год
Сушка	353	15	3
Сушка	393	10	3
Сплення	1473	5	3
Атомізація	2693	4	0
Відпалювання	2793	3	5

Характеристична концентрація  $C_x$  визначення Алюмінію в цьому випадку становить 150 пг.

Далі було вивчено вплив макрокомпонентного складу природних вод на процес абсорбції Алюмінію. До аніонного компонента природних вод відносяться аніони  $Cl^-$ ,  $NO_3^-$ ,  $SO_4^{2-}$ ,  $CO_3^{2-}$ ,  $HCO_3^-$ ,  $PO_4^{3-}$ , тому було досліджено їх вплив на величину аналітичного сигналу А1. Оскільки при консервуванні вод використовувалась нітратна кислота, яка розкладає карбонати і гідрокарбонати, то вплив їх на атомізацію Алюмінію не вивчалась. Для дослідження брали амонійні солі відповідних кислот. На рис. 1 приведені залежність величини аналітичного сигналу (АС) від концентрації хлориду, нітрату, сульфату та фосфату амонію.

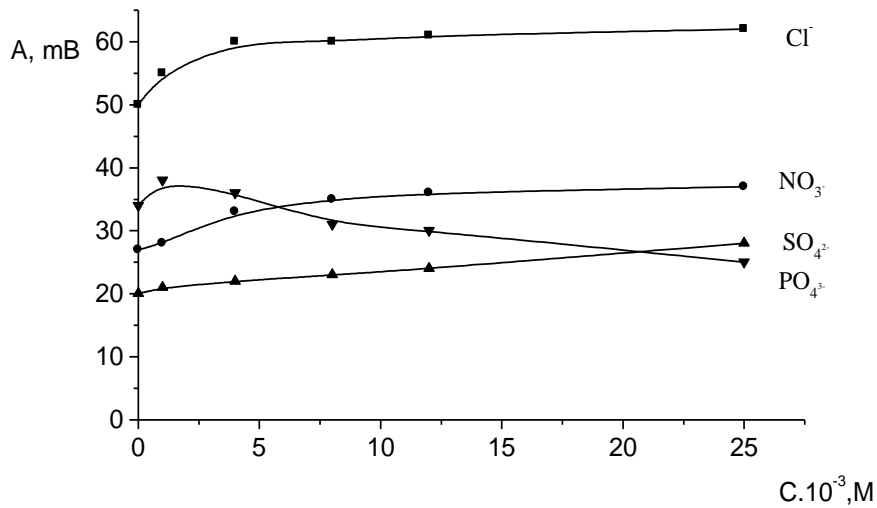


Рис. 1. Вплив аніонної компоненти природних вод на атомізацію Алюмінію.  $C(\text{Al}^{3+}) = 0,5 \text{ мкг/мл}$ .

Вплив катіонного складу природних вод на атомізацію Алюмінію показано на рис. 2 на прикладі нітратів металічних елементів.

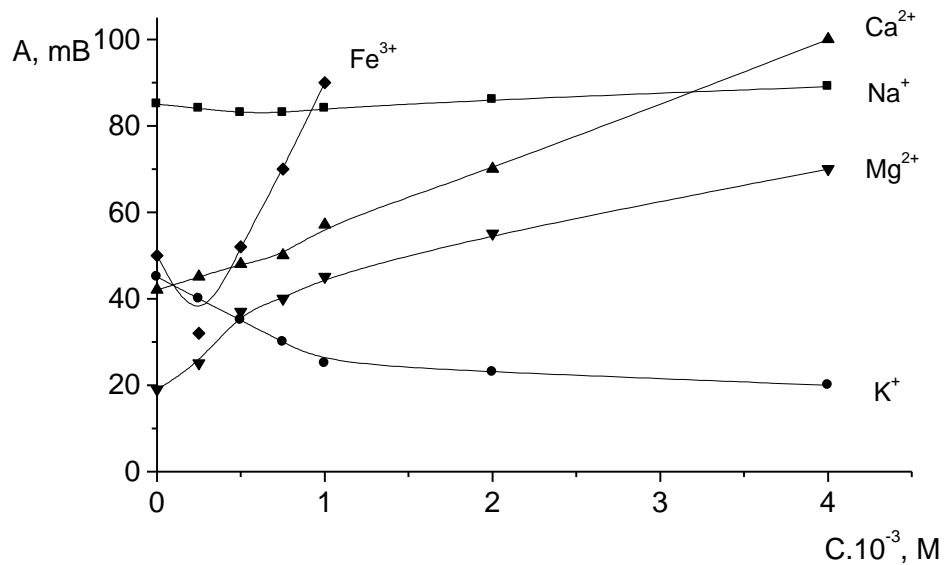


Рис.2. Вплив катіонної компоненти природних вод на атомізацію Алюмінію.  $C(\text{Al}^{3+}) = 0,5 \text{ мкг/мл}$ .

Як видно з приведених дослідів, вплив хімічного складу природних вод на атомізацію Алюмінію неоднозначний, і це підтвердив дослід, проведений на штучних розчинах природних вод. На рис. 3 приведена залежність величини аналітичного сигналу Алюмінію від загальної мінералізації (0-10 г/л).

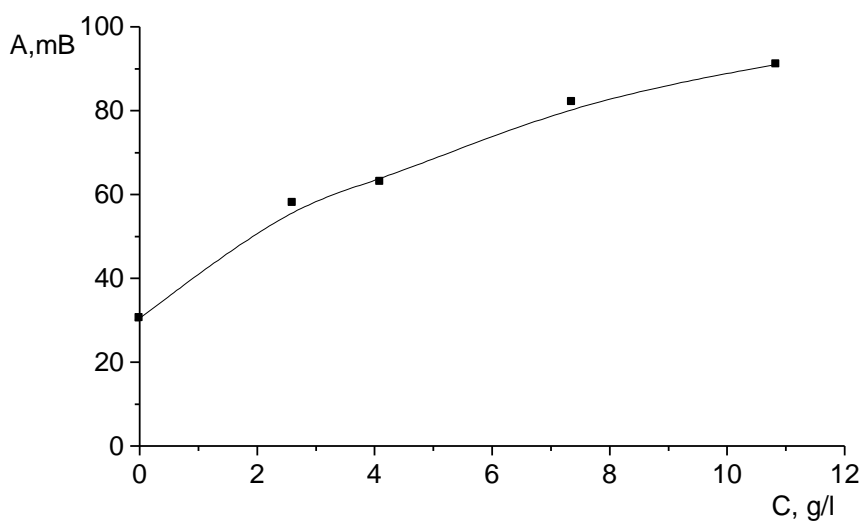


Рис 3. Залежність аналітичного сигналу Алюмінію від загальної мінералізації вод.  $C(\text{Al}^{3+}) = 0,5 \text{ мкг/мл}$ .

Результати свідчать, що збільшення солевого складу вод до 10 г/л призводить до зростання аналітичного сигналу Алюмінію на 170%.

Із сказаного вище можна зробити висновок, що прямою атомно-абсорбційною спектроскопією аналізувати природні води на вміст Алюмінію неможна. Для цього потрібно підбирати відповідні модифікатори матриці. Наступним етапом роботи був пошук модифікатора матриці при атомно-абсорбційному визначенні Алюмінію в природних водах.

Під модифікатором матриці (ММ) в ЕААС прийнято розуміти добавки, які перетворюють в зручну для атомізації форму визначуваній елемент чи компонент матриці. Застосування ММ дозволяє знизити межу виявлення атомно-абсорбційного методу при аналізі об'єктів складного вмісту в 10-100 разів.

Для визначення впливу органічних модифікаторів на процес абсорбції алюмінію в присутності макрокомпонентів природних вод було вибрано такі органічні речовини: 1 - ЕДТА, 2 - аскорбінова кислота, 3 - триетаноламін, 4 - сульфосаліцилова кислота.

Для цього готували серії розчинів в яких концентрація Алюмінію була завжди постійною (0,5 мкг/мл), При цьому мінералізація становила 4,1 г/л. а концентрація ММ змінювалась до 0,001 моль/л. Всі розчини підкислювалися нітратною кислотою (1:1) (1 мл на 25 мл).

Досліди показали, що оптимальні концентрації ММ становлять 0,001 моль/л, що приблизно дорівнює загальному сольовому складові природних вод. При цьому органічні модифікатори сприяють покращенню умов атомізації Алюмінію і зводять до мінімуму завади, які створює сольова компонента природних вод. Дані по впливу модифікаторів матриці на величину аналітичного сигналу Алюмінію при сталій мінералізації приведено на рис. 4.

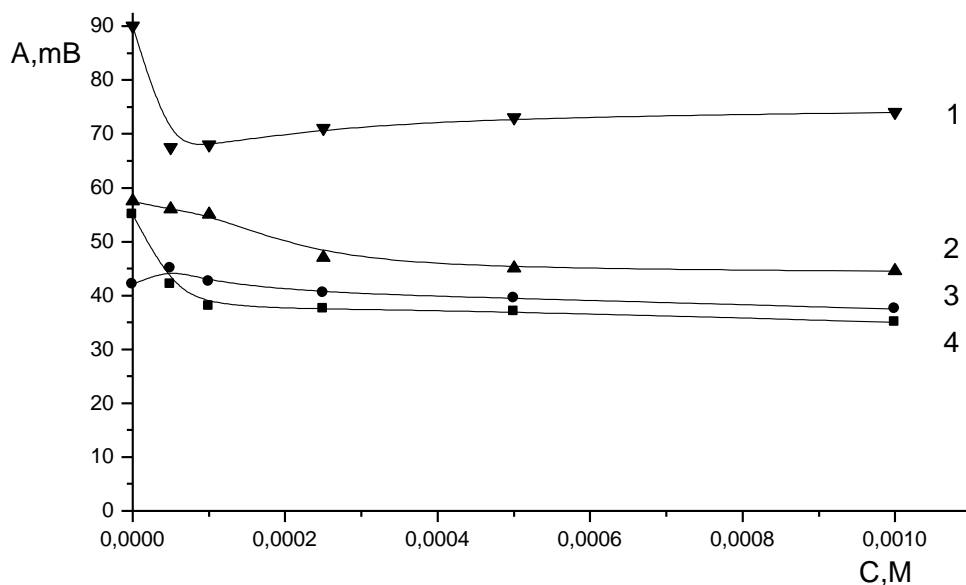


Рис. 4. Вплив модифікаторів матриці на величину аналітичного сигналу Алюмінію при сталій мінералізації. Концентрація солей - 4,1 г/л,  $C(\text{Al}^{3+})=0,5$  мкг/мл). 1 - ЕДТА, 2 - аскорбінова кислота, 3 - триетаноламін, 4 - сульфосаліцилова кислота.

З наведених результатів можна зробити висновок, що за вибраних умов атомізації Алюмінію введення в розчин з сольовим вмістом 4,1 г/л зазначених органічних модифікаторів приводить до стабілізації процесу абсорбції Алюмінію. Проте видно, що речовини мають неоднаковий вплив на процес абсорбції і оптимальними модифікаторами матриці можуть бути аскорбінова кислота і триетаноламін.

Була вивчена модифікуюча дія органічних реагентів на процес абсорбції Алюмінію при змінній мінералізації природних вод. При цьому загальну мінералізацію води змінювали до 10 г/л. Результати досліджень приведені на рис. 5.

З рисунку можна зробити висновок, що модифікаторами матриці можуть бути аскорбінова кислота і триетаноламін. Ми вибрали аскорбінову кислоту, як більш доступний реагент. Був поставлений дослід залежності величини аналітичного сигналу від концентрації Алюмінію при постійній концентрації аскорбінової кислоти і змінній мінералізації.

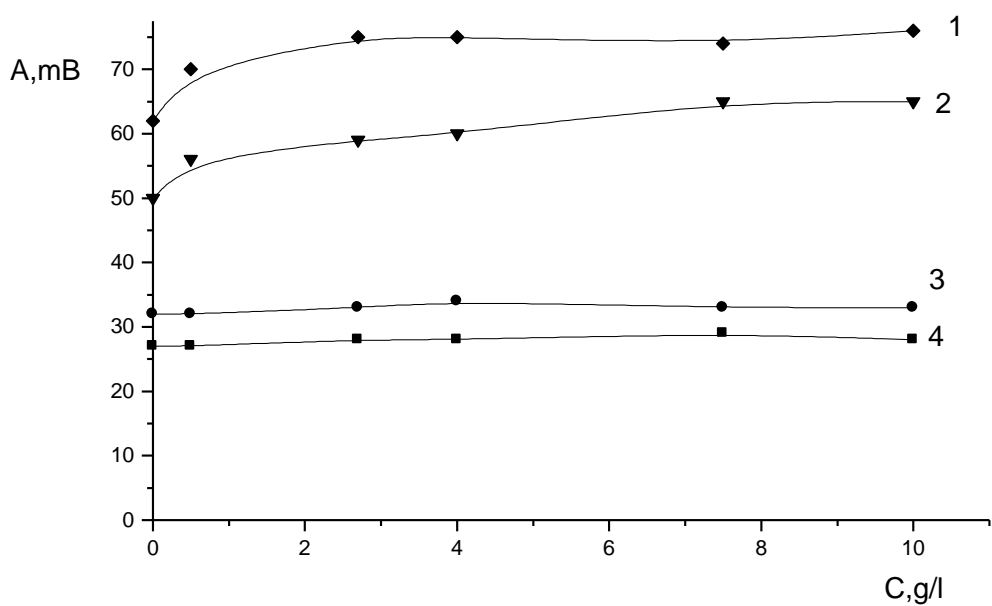


Рис. 5. Залежність аналітичного сигналу алюмінію від мінералізації води в присутності модифікаторів матриці: 1 - сульфосаліцилова кислота, 2 - ЕДТА, 3 - аскорбінова кислота, 4 - триетаноламін.  $C(\text{Al}^{3+}) = 0,5 \text{ мкг/мл}$ .  $C$  модифікаторів матриці -  $1 \cdot 10^{-3} \text{ М}$ .

З рис. 6 видно, що зі зміною мінералізації вод залежність АС від концентрації Алюмінію в присутності аскорбінової кислоти має прямолінійний характер. Розкид точок відносно середнього значення АС не перевищує 20%.

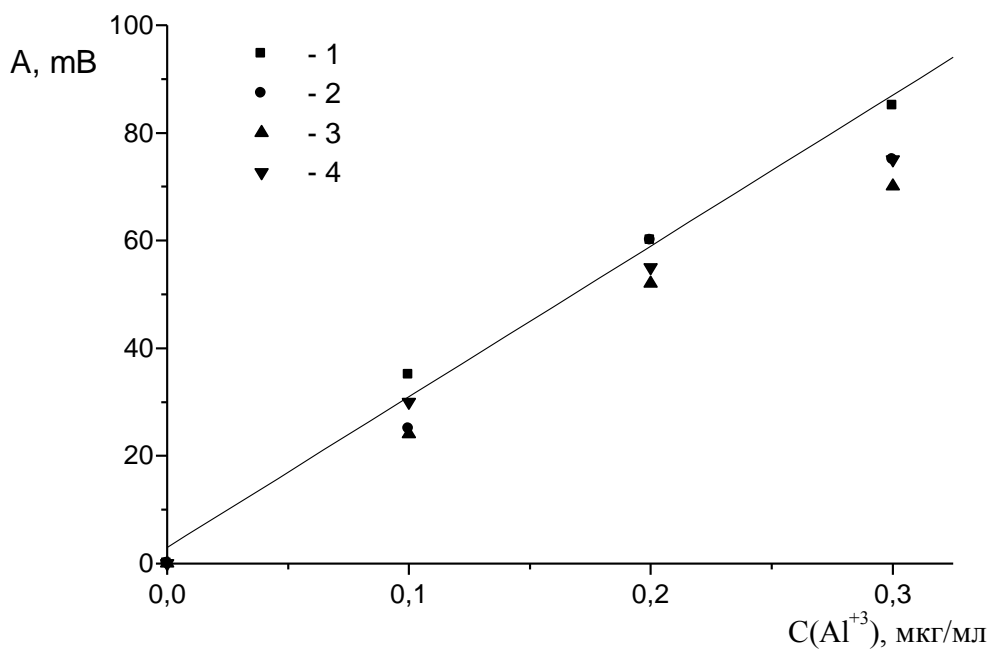


Рис. 6. Калібрувальний графік визначення Алюмінію в природних водах з використанням аскорбінової кислоти як модифікатора матриці при різній мінералізації. 1 - 1,3 г/л, 2 - 2,6 г/л, 3 - 4,1 г/л, 4 - 7,4 г/л.

Попередні дослідження природних вод, відібраних із бюветів показали, що пряме визначення Алюмінію в цих водах не можливе із-за дуже малого його вмісту. Тому перед дослідженням їх потрібно концентрувати. Самим простим і поширеним методом концентрування є метод випаровування проби води. Для цього відбиралось 250 мл води, випаровувалось до мінімального об'єму (5 - 10 мл), добавлялось 5 мл 1 М розчину нітратної кислоти і кількісно переносилось в мірну колбу ємністю 25 мл, добавлялось 0,5 мл 0,05 М розчину аскорбінової кислоти, доводилось до мітки бідистильованою водою і перемішувалось. Концентрацію Алюмінію визначали за калібрувальним графіком побудованим таким чином: в мірні колби на 25 мл додавали розчини солей, які імітують мінералізацію 4,1 г/л, по 0,5 мл 0,05 М аскорбінової кислоти і стандартний розчин Алюмінію з розрахунку, щоб його концентрація була 0,05 і 0,1 г/л, доводили розчин до мітки бідистильованою водою, перемішували і фотометрували. Результати аналізу приведені в табл. 3 і 4.

Таблиця 3

Результати аналізу проб води озер м. Києва (пряме визначення).

Озеро	Прямий метод, n = 6, $\bar{x} \pm \frac{tS}{\sqrt{n}}$	Метод добавок, n = 3, $\bar{x} \pm \frac{tS}{\sqrt{n}}$
Тельбін	0,078±0,007	0,070±0,014
Нивки	0,100±0,019	0,102±0,005
Голосієво	0,135±0,007	0,130±0,021
Оболонь	0,120±0,014	0,120±0,012

Таблиця 4

Результати аналізу проб води, відібраних в скважинах (бюветах) м. Києва (з використанням методу концентрування), n = 3.

Місце відбору проби	Знайдено, мг/л, $\bar{x} \pm \frac{tS}{\sqrt{n}}$
“Березняки”	0,0035±0,0003
Парк ім. Тараса Шевченка	0,0043±0,0014
“Теремки II”	0,0072±0,0030
Парк ім. Максима Рильського	0,0055±0,0012

**Висновок.** Розроблено методику прямого атомно-абсорбційного визначення Алюмінію у природних водах із застосуванням хімічного модифікатора – аскорбінової кислоти. Застосування вказаного модифікатора дозволяє проводити пряме визначення Алюмінію у водах з мінералізацією до 4 г/л. Метрологічні характеристики методики перевірено при аналізі артезіанської води. Методика характеризується високою правильністю та повторюваністю.

## Література

1. Кульский Л.А. Теоретические основы и технология кондиционирования воды.-Киев: Наукова думка. 1983. 527 с.
2. Грушко Я.М. Ядовитые металлы и их неорганические соединения в промышленных и сточных водах.-М., Медицина. 1972.- 175 с.
3. Жигаловская Т.М., Махонько Э.П. Микроэлементы в природных водах и атмосфере. М: Гидрометеиздат. 1974. 183 с.
4. Солонцева И.М. и др. Проблема остаточного алюминия. Химия и технология воды. 1991. Т. 13, №6. С...
5. ГОСТ 2874-73. Вода питьевая. Гигиенические требования и контроль за качеством.
6. Лурье Ю.Ю. Аналитическая химия промышленных сточных вод. М: Химия. 1984.-с.101.
7. Карякин А.В., Грибовская И.Ф. Методы оптической спектроскопии и люминесценции в анализе природных и сточных вод.М.: Химия. 1987. С. 118.
9. Ермаченко Л.А., Ермаченко В.М. Атомно-абсорбционный анализ с графитовой печью. М.: ПАИМС. 1999.- с.157.
10. *Алемасова А. С.* Высокотемпературные процессы превращения комплексообразователей и комплексов металлов в атомно-абсорбционном анализе. - Донецк, 1997.



## **ЭЛЕКТРОТЕРМИЧЕСКОЕ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЛЮМИНИЯ В ПРИРОДНЫХ ВОДАХ**

В. Н. Ищенко

Т. К. Панчук

В работе предложено использование аскорбиновой кислоты в качестве химического модификатора при электротермическом атомно-абсорбционном определении алюминия в сильно минерализованных природных водах. Разработанная методика характеризуется высокой правильностью и сходимостью. Методику проверено на модельных растворах, а также на реальных объектах природных вод.

## **ELECTROTHERMIC ATOMIC-ABSORPTION DETERMINATION OF ALUMINIUM (III) IN NATURAL WATERS**

V. N. Ischenko

T. K. Panchuk

*Application of the ascorbic acid as a chemical modifier in the electrothermic determination of aluminium in high-salt content natural waters is proposed. Developed method is characterised by high trueness and repeatability. Method is tested on model solutions and real samples of natural waters.*