

Атомно-абсорбційне визначення Молібдену, іммобілізованого на сорбенті у формі гетерополікислоти

Микола Іщенко¹, Віра Іщенко²

¹*Київський національний університет імені Тараса Шевченка, Київ*

²*Національний університет харчових технологій, Київ*

ischenko_vn@ukr.net

Вступ. Іммобілізовані на поверхні неорганічних матеріалів гетерополікислоти (ГПК), зокрема ті, що містять Молібден, знайшли своє використання у багатьох областях хімічної науки. Такі матеріали відомі як ефективні гетерогенні каталізatori в реакціях естерифікації насичених кислот, окиснення етану до оцтової кислоти та як фотокаталізatori розкладу органічних сполук, зокрема органічних токсикантів [1]. У аналітичній хімії іммобілізовані на неорганічних сорбентах гетерополікислоти знайшли застосування як твердофазні реагенти для визначення Фосфору та Арсену, а також для попереднього сорбційного концентрування ряду елементів [2].

Оскільки ГПК добре розчинні у полярних розчинниках, для уникнення їх десорбції з поверхні носія іммобілізацію здійснюють шляхом закріплення ГПК на сорбентах з іммобілізованими четвертинними амонійними солями. Якщо закріплення ГПК проводять з розчинів, які містять надлишок модифікатора, це ускладнює характеристику отриманих твердофазних реагентів, зокрема визначення ємності за модифікатором.

Метою даної роботи було визначення Молібдену методом полуменевої атомно-абсорбційної спектроскопії після його десорбції з поверхні кремнезему, модифікованого фосформолібденовою гетерополікислотою та проведення оцінки на невизначеність вимірювань.

Матеріали і методи. Розчин Молібдену (VI) для калібрування атомно-абсорбційного спектрометра готували розбавленням стандартного зразку Молібдену МСО 0016:1998 (Фізико-хімічний інститут ім. О.В. Богатського НАН України) згідно інструкцій виробника. В роботі використовували атомно-абсорбційний спектрометр ААС1N (Carl-Zeiss Jena, Німеччина), обладнаний пальником для полум'я ацетилен-повітря та лампою з порожнистим катодом на Молібден. Реєстрація атомного поглинання здійснювалась при довжині хвилі резонансної лінії 313,3 нм у полум'ї ацетилен-повітря.

Результати. Проби для проведення аналізу готувались за розробленою методикою. Проводили три паралельні визначення Мо у кожній пробі. Перевірку правильності визначення здійснювали шляхом визначення ступеню повернення добавки стандартного розчину молібдену до холостої проби та до робочих проб (аналогічна наважка немодифікованого кремнезему). Результати визначення Молібдену у досліджуваних зразках наведено у таблиці.

Оцінку невизначеності вимірювань проводили згідно рекомендацій [3]. Встановлено, що сумарна стандартна невизначеність вимірювань становить 7,3%.

**Всеукраїнська науково-практична конференція
“Актуальні проблеми хімії та хімічної технології”**

Таблиця. Результати визначення Молібдену у зразках (n=3)

Зразок	Добавка, мкг/мл	Знайдено, мкг/мл	Повернення, %	Ємність (Mo), г/г
1	-	91,0 (s = 4)	-	101
	90	182 (s = 3)	101	-
2	-	95,7 (s = 1,7)	-	106
	90	188 (s = 5)	103	-
холоста проба	-	-	-	-
	90	92 (s = 2,8)	102	-

Висновки. Методом атомно-абсорбційної спектроскопії можливе визначення ємності сорбенту за іммобілізованою фосформолібденовою гетерополексислотою після її десорбції у розчин. Найбільший вклад в сумарну невизначеність роблять концентрація Молібдену, знайдена з градуувального графіка та збіжність між повторними вимірюваннями. Інші величини дають незначний вклад у сумарну невизначеність аналізу.

Література

1. Fuchs V.M., Soto E.L., Blanco M.N., Pizzio L.R. Direct modification with tungstophosphoric acid of mesoporous titania synthesized by urea-templated sol-gel reactions // Journal of Colloid and Interface Science. – 2008. – Vol.327. – P. 403–411.
2. Дубовик Д.Б., Тихомирова Т.И., Иванов А.В., Нестеренко П.Н., Шпигун О.А. Определение кремния, фосфора, мышьяка и германия в виде гетерополикислот // Журн. аналит. химии. – 2003. – Т.58. – С.902-920.
3. Ellison S.L.R., Williams A. (Eds). Eurachem/CITAC guide: Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement, Third edition, (2012) ISBN 978-0-948926-30-3. (доступний через www.eurachem.org).