

Атомно- абсорбційне визначення Плюмбуму у воді після його екстракційного концентрування в вигляді комплексу $Pb18C6(CCl_3COO)_2$

Олена Терещук, Віра Іщенко, Олег Кроніковський
Національний університет харчових технологій

Вступ. Гранично допустима концентрація вмісту Плюмбуму в питній воді складає 30 мкг/дм³ [1]. Для кількісної оцінки вмісту Плюмбуму в воді використовуються ряд аналітичних методів. Досить експресним і чутливим методом визначення Pb є атомно-абсорбційна спектроскопія в полуменевому чи електротермічному варіантах [2]. Однак пряме визначення Плюмбуму на рівні ГДК даним методом часто ускладнюється заважаючим впливом сторонніх іонів, що присутні в природних водах. Ефективним підходом для усунення завад з боку заважаючи визначенню Плюмбуму іонів металів і суттєвого підвищення чутливості методу аналізу є попереднє сорбційне чи екстракційне концентрування [3].

Матеріали і методи. Розчин 18-краун-6 ("Aldrich"), робочі розчини нітратів Fe^{3+} , Cu^{2+} , Zn^{2+} , Cd^{2+} , Ni^{2+} , Co^{2+} готували розчиненням наважок солей у воді та додатково стандартизували комплексонометрично. Вихідний розчин Pb^{2+} готували розчиненням точної наважки металічного свинцю (99,9 %) в нітратній кислоті кваліфікації "х.ч.". Розчин трихлороцтової кислоти стандартизували рН-метричним титруванням. Вміст Плюмбуму в водній та органічній фазах визначали на атомно-абсорбційному спектрофотометрі "Сатурн-3П-1" (довжина хвилі 283,3 нм, полум'я пропан-бутан – повітря). Реєстрацію аналітичного сигналу вели за допомогою програмного забезпечення виробництва НВО "Семі" (м. Суми).

Результати. Відомо, що Плюмбум може утворювати різнолігандні комплекси з краун-етерами та карбоксилат-йонами, які в різній мірі екстрагуються органічними розчинниками. Найбільш ефективною з аналітичної точки зору виявилась система Плюмбум – 18-ккраун-6 – трихлорацетатна кислота, в якій спостерігається кількісне вилучення Плюмбуму в органічний розчинник в широкому інтервалі кислотності – від сильнокислих розчинів до нейтральних.

Досліджена залежність ступеня вилучення Плюмбуму від концентрації компонентів. Як і в раніше вивчених комплексах Плюмбум координує одну молекулу 18-краун-6, що підтверджується як методом молярних відношень, так і логарифмічним методом. Аналогічно доведено, що до складу екстрагованого комплексу входять два трихлорацетат-йони.

Широкий інтервал рН вилучення комплексу Плюмбуму з 18-краун-6 та трихлорацетат-йоним, найбільш високе, в порівнянні з комплексами других металів, значення константи екстракції, що забезпечує необхідну селективність вилучення та дозволяє сконцентрувати Плюмбум з великих об'ємів водної фази дали можливість розробки методики екстракційно-атомно-абсорбційного визначення Плюмбуму в різних об'єктах, в тому числі і в воді. Методика заключалась в наступному. В ділительну лійку поміщають аліквотну частину (< 990 мл) досліджуваного розчину, що містить 5 – 200 мкг Pb^{2+} , 10 мл 7 моль/л розчину трихлорацетатної кислоти, доводять об'єм водної фази до 1000 мл бідистильованою водою і екстрагують Плюмбум двома порціями 0,2 моль/л хлороформного розчину 18-краун-6 по 25 мл на протязі 2 – 3 хв. кожною. Екстракти збирають, відганяють хлороформ до об'єму 10 мл, залишок переносять в мірну колбу ємкістю 25 мл, доводять до мітки спиртом (метанол, етанол, ізопропанол) і визначають вміст Плюмбуму атомно-абсорбційним методом. Методика екстракційного концентрування Плюмбуму із великих об'ємів водної фази

з допомогою краун-ефіра 18-краун-6 і його послідуєчого атомно-абсорбційного визначення була апробована на реальних об'єктах. Об'єктами досліджень була річкова вода (р. Либідь) і озерна вода (нижнє озеро Голосіївського парку). Результати, отримані за даною методикою та паралельно за методикою [4] показали, що обидві методики дають близькі за значеннями результати вмісту Плюмбуму в природних водах. Методика була також апробована на реальних зразках води в лабораторії Дніпровської водопровідної станції. Результати аналізу задовільно співпали з результатами, отриманими традиційними методами ДСТУ. Методика може бути успішно використана для контролю вмісту Плюмбуму в природних, сточних і інших водах.

Висновки. Вивчено вплив сторонніх йонів на вилучення Плюмбуму та показана можливість використання запропонованої екстракційної системи для концентрування Плюмбуму з великих об'ємів водної фази в органічну. Розроблено методику селективного екстракційного вилучення та концентрування Плюмбуму в виді комплексу $Pb18C6(CCl_3COO)_2$ хлороформом з подальшим атомно-абсорбційним визначенням його в природних, стічних та інших водах, яка була апробована на реальних об'єктах.

Література.

1. Сніжко, С.І. Оцінка та прогнозування якості природних вод: підруч. / С.І. Сніжко. – К.: Ніка-Центр, 2001. – 262 с.
2. Ермаченко, Л.А. Атомно-абсорбционный анализ с графитовой печью: метод. пособ./ Л.А. Ермаченко, В.М. Ермаченко. – М.: ПАИМС, 1998. – 219 с.
3. Pereira, M. G. Trends in Preconcentration Procedures for Metal Determination Using Atomic Spectrometry Techniques / M. G. Pereira, Arruda M. A. Z. // *Microchim. Acta.* – 2003. – Vol. 141. – P.115 – 131.
4. Іщенко, В.Б. Електротермічне атомно-абсорбційне визначення Плюмбуму в природних водах з використанням органічних комплексоутворювачів в якості хімічних модифікаторів / В.Б. Іщенко, В.М.Іщенко, Т.К.Панчук // *Науковий вісник НУБПУ.* – 2010. – Вип. 150. – С.89 – 97.