

**Є.Є. Костенко, М.Й. Штокало, О.М. Бутенко, С.М. Іванова.**

Національний університет харчових технологій

**УДК 543.064:543.42:541.183**

## **КОМПЛЕКСОУТВОРЕННЯ ТОКСИЧНИХ МЕТАЛІВ З ТВЕРДОФАЗНИМ КИСЛОТНИМ ХРОМТЕМНОСИНИМ К ТА ЙОГО АНАЛІТИЧНЕ ЗАСТОСУВАННЯ**

Важливим завданням аналітичної хімії є надійне та експресне визначення мікрокількостей токсичних металів у різних об'єктах харчової технології, біотехнології та довкілля.

Ці проблеми неможливо розв'язати, не використовуючи сучасні аналітичні методи контролю.

Серед багатьох такий комбінований метод, який дозволяє поєднувати сорбційне концентрування і наступне фотометричне визначення у твердій фазі, як твердофазна спектрофотометрія (ТФС), виявляється дуже ефективним в аналізі [1-4]. При цьому використання високочутливих і селективних органічних реагентів, що добре зарекомендували себе в аналізі токсичних металів, у ролі модифікаторів різноманітних сорбційних матеріалів, є однією з головних причин популярності методу ТФС, оскільки це дозволяє покращити їх аналітичні характеристики: підвищити чутливість і ефективність визначення, зробити його екологічно безпечним і економічним. [4-7]. Зокрема застосування таких барвників як похідні хромотропової кислоти, іммобілізовані на аніоніті АВ-17х8, в аналізі металів, дозволило отримати нові теоретичні дані щодо комплексоутворення і сорбції в таких системах і створити нові чутливі методики визначення металів у різних об'єктах.

Так 7-(2-Окси-5-сульфофенілазо)-1,8-діоксинафталін-3,6-дісульфо кислота або кислотний хромтемносиній К (КХТС) був використаний у твердофазному (ТФ) вигляді для проведення досліджень комплексоутворення і сорбції в системах Pb(II), Zn(II), Cd(II), Cu(II), Sn(IV), Zr(IV), Ti(IV)–КХТС-АВ-17х8. Це стало метою нашого дослідження, оскільки така інформація відсутня у літературі.

Відомості щодо використання КХТС для визначення зазначених металів у розчині обмежується даними титриметричного визначення Cd(II), Zn(II) і Pb(II). При цьому встановлено, що барвник утворює

внутрішньокомплексні сполуки типу  $MeR$ . При дослідженні реакції іонів  $Zn(II)$  з реагентом визначені оптимальні умови:  $pH$  10-11,  $\lambda_{max} = 565$  нм,  $\varepsilon = 1,7 \cdot 10^4$ , заважають:  $Ba(II)$ ,  $Sr(II)$ ,  $Ca(II)$ ,  $Cd(II)$ ,  $Hg(II)$ . Для  $Pb(II)$  і  $Cd(II)$   $pH$  10 також є оптимальним [8,9].

Вихідні 0,1М розчини нітратів  $Cu(II)$ ,  $Pb(II)$  готували розчиненням точних наважок солей в 1М розчині  $HNO_3$ ; 0,1М розчини  $Zn(II)$ ,  $Cd(II)$ ,  $Sn(IV)$ ,  $Zr(IV)$ ,  $Ti(IV)$  – розчиненням наважок солей в 1 М  $HCl$ . Розчини нітратів  $Cu(II)$ ,  $Pb(II)$ , хлоридів  $Zn(II)$  і  $Cd(II)$  стандартизували комплексометрично; розчини хлоридів  $Zr(IV)$  і  $Ti(IV)$  – гравіметрично. Робочі  $1 \cdot 10^{-3}M$  розчини солей досліджуваних елементів готували розведенням вихідних водою (у випадку  $Pb(NO_3)_2$ ), 1 М  $HNO_3$  або 1 М  $HCl$  відповідно.

В роботі використовували кондиційний аніонообмінник АВ-17х8 в СГ формі зерненням 0,25 - 0,50 мм, який готували до роботи за методикою, описаною в [10].

Підготовлену матрицю модифікували водним розчином х.ч. КХТС з розрахунку  $\sim 0,01$  г КХТС на 1 г повітряно–сухого АВ-17х8-Cl, як це описано в [4].

Отриманий твердофазний КХТС представляє собою прозорі червоні гранули, які добре пропускають світло.

Сорбцію КХТС аніонообмінником і металів модифікованим сорбентом вивчали в статичних умовах, використовуючи наважки по 0.3 г. Вміст КХТС в сорбенті визначали фотометрично за змінами оптичної густини рідкої фази при 540 нм.

Концентрації металів у рівноважних розчинах визначали фотометрично за допомогою наступних реагентів:  $Cu(II)$  – з арсеназо III [11],  $Pb(II)$  - з сульфеназо III [12],  $Zn(II)$ ,  $Zr(IV)$ ,  $Ti(IV)$  – з ксиленоловим оранжевим [13,14].

Спектри світлопоглинання знімали, користуючись спектрофотометром СФ-46, оптичну густину розчинів і твердих концентратів вимірювали за допомогою КФК–3 при  $\ell = 1$  см відносно води (для розчинів) і  $\ell = 0.1$  см відносно АВ-17х8-Cl з використанням лавсанової кальки [15] (для твердих фаз) при  $\lambda_{opt}$ . Кислотність контролювали за допомогою іоніміра И–160. Вміст  $Cu(II)$ ,  $Pb(II)$ ,  $Cd(II)$  у зразках визначали за допомогою полярографа ПУ-01.

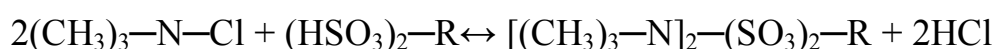
Підготовка твердої проби до фотометрування полягала в отриманні світлопоглинаючого шару концентрата, рівномірно розташованого в кюветі. Для вимірювань використовували кварцеві кювети з паралельними стінками, які заповнювали водою. Потім концентрат переносили в кювету за

допомогою піпетки, іншу кювету аналогічно заповнювали модифікованим або стандартним іонообмінником такого ж зернення. Світлопоглинання аналізованих проб вимірювали після досягнення максимально можливої щільності укладки гранул у кюветах. Для зменшення розсіювання світла матрицею сорбента кювету ставили близько до віконця детектора, а між зразком і детектором встановлювали лавсанову кальку. При вивченні сорбції КХТС з етанольних, ацетонових, диметилсульфоксидних диметилформамідних, бензольних, толуольних, гексанових розчинів виявилось, що КХТС практично не сорбується або сорбується повільно з розчинів органічних розчинників.

З водного розчину КХТС кількісно сорбується без втрат. Крім того сорбція з водних розчинів доречна з міркувань екологічної безпеки синтезу модифікованого сорбенту.

При дослідженні процесу модифікування спочатку вивчали умови сорбції КХТС. Встановлено, що КХТС кількісно сорбується протягом 30 хвилин (рис.1) при рН 6. Присутність у його молекулі сильнокислотних сульфогруп обумовило сорбцію КХТС аніонообмінником за рахунок іонного обміну іонів  $H^+$  з  $Cl^-$ -іонами. Наявність останніх підтверджується меркуриметричним контролем рідкої фази.

Модифікування АВ-17х8-Cl розчином КХТС відбувається за схемою



|

≈

фрагмент

АВ-17х8-Cl

фрагмент

КХТС

На рис. 2 представлена ізотерма сорбції КХТС. За класифікацією Г. Парфіта і К. Рочестера ізотерму можна віднести до L 2-типу [16], що може свідчити про міцне закріплення модифікатора на поверхні.

Структура КХТС і розрахунки питомої поверхні ( $S_p$ ) і товщини моношару ( $\ell$ ) за рівняннями:  $S_p = 3/r \cdot \rho_1$ , де  $S_p$  – площа питомої поверхні сорбента,  $m^2/g$ ;  $r$  – радіус гранули,  $m$ ;  $\rho_1$  – щільність сорбента,  $g/cm^3$ .  $\ell = \Gamma_{max} \cdot M_r / \rho_2$ , де  $\Gamma_{max}$  – ємність моношару,  $mol/m^2$  ( $\Gamma = a/S_p$ , де  $a$  – адсорбція,  $mol/g$ );  $M_r$  – молярна маса адсорбованої молекули,  $g$ ;  $\rho_2$  – густина досліджуваного розчину, з якого відбувається концентрування іонів,  $g/cm^3$ ) дають можливість зробити припущення, що КХТС розташований вертикально по відношенню до матриці.

КХТС може десорбуватися 6 М розчинами сильних кислот і основ. Органічні розчинники (ацетон, етанол, диметилформамід і диметилсульфоксид) практично не десорбують КХТС з поверхні АВ-17×8.

При виборі потенціальних модифікаторів для створення нових твердофазних реагентів спочатку отримували необхідні дані про взаємодію цих барвників з досліджуваними металами в розчині тому, що певна аналогія в процесах комплексоутворення у розчині і у твердій фазі дозволяє з'ясувати необхідні питання хімізму процесів, що відбуваються на поверхні. Тому уточнювались дані щодо комплексоутворення Cu(II), Pb(II), Zn(II), Cd(II), Sn(IV), Zr(IV), Ti(IV) з КХТС у розчині, якщо така літературна інформація була відсутня. Результати представлені у табл.1.

Далі встановлювали оптимальні умови взаємодії Cu(II), Pb(II), Zn(II), Cd(II), Sn(IV), Zr(IV), Ti(IV) з твердофазним КХТС. Дані представлені в табл.2 і на рис.1 і 2.

Видно, що в системах утворюються бінарні комплекси в широкому інтервалі рН: Sn(IV) і Zr(IV) – у слабкокислому середовищі; Cd(II) і Ti(IV) – у нейтальному; Cu(II), Pb(II), Zn(II) – в лужному.

Найконтрастнішими виявились реакції комплексоутворення Pb(II), Zn(II), Cd(II) з твердофазним КХТС.

Вцілому умови взаємодії в розчині і в твердій фазі співпадають крім діапазону лінійності градууювального графіка – у твердофазному варіанті він ширший, і чутливості визначення – завдяки комбінації сорбційного концентрування з великих об'ємів розчинів і можливості фотометричного визначення безпосередньо у фазі сорбенту, межа виявлення в ТФС-методі значно нижча.

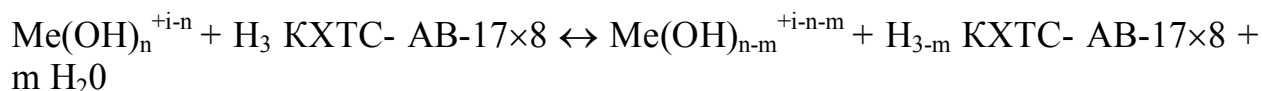
Дослідження кінетики сорбції показало, що у більшості розлянутих систем рівновага встановлюється швидко – протягом 20 хвилин (Pb(II), Cd(II), Sn(IV), Zr(IV), Ti(IV)).

За селективністю ТФ системи не поступаються тим же системам у розчині.

Розглядаючи хімізм комплексоутворення в системах з твердофазним КХТС, враховували форми, у вигляді яких метали могли б координуватися з функціонально-активними групами модифікатора при  $pH_{opt}$ . З цією метою у всіх випадках розраховували частку кожної з форм, використовуючи константи гідролізу металів або константи нестійкості їх гідроксо-комплексів [17-19]. Виявилось, що до складу ТФ комплексів досліджувані метали входять у частково гідролізованому стані. Утворюються комплекси в основному середньої міцності за рахунок заміщення гідрогену гідроксо-групи і координації з атомом нітрогену азо-групи.

Для встановлення співвідношення компонентів у комплексах порівнювали нормовані спектри світлопоглинання комплексів металів з КХТС у розчині і у фазі сорбента. Співпадіння максимумів спектрів комплексів у розчині і в твердій фазі свідчить про ідентичність складу комплексу в згаданих фазах. У всіх системах вивчали комплекси з еквімолярним співвідношенням компонентів.

Взаємодію в досліджуваних системах можна представити наступною схемою

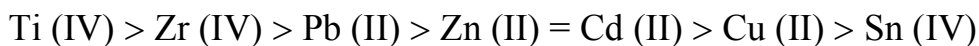


Умовні константи стійкості твердофазних комплексів розраховували за схемою, описаною в роботах [20-22].

$$\beta_{\text{ум}} = \frac{[\text{Me}(\text{OH})_{n-m}^{+i-n-m} + \text{H}_{3-m} \text{ КХТС- АВ-17}\times 8]}{[\text{Me}(\text{OH})_n^{+i-n}] \cdot [\text{H}_3 \text{ КХТС- АВ-17}\times 8]}$$

Результати представлені в табл.3.

За стійкістю комплексів досліджені метали можна розташувати в наступний ряд:



У більшості випадків характер ізотерм сорбції свідчить, що спочатку в гетерогенних системах взаємодія між молекулами модифікатора, гідролізованими молекулами та іонами металів і молекулами комплексів між собою більша, ніж з поверхнею матриці. Встановлення ж рівноваги характеризується наявністю достатньо міцного зв'язку між молекулами комплексу і аніоніту.

Величини ємності ( $\Gamma_{\text{max}}$ ) й товщини моношару ( $\ell$ ) свідчать про вертикальне закріплення молекул комплексу на поверхні.

Отримані дані використані для розробки нових методик визначення досліджуваних металів.

**Методика ТФС визначення стануму в харчових продуктах за допомогою твердофазного кислотного хромтемносинього К.**

Пробопідготовка здійснювалась трьома способами: “мокрою” мінералізацією, УЗ-деструкцією і “сухим” озоленням, а визначення за методом добавок.

**Перший спосіб:** у два стакани вносять по 10 г продукту, в один додають точно відому кількість стандартного розчину солі стануму –  $0,5 \text{ см}^3 \cdot 10^{-3} \text{ M}$ , зразки переносять у колби К'ельдаля, до кожного з них додають нітратну кислоту з розрахунку  $10 \text{ см}^3$  на 5 г продукту, витримують 15 хвилин. Потім вносять по 2-3 скляні кульки для рівномірності кипіння, закривають грушовидною пробкою і починають нагрівати спочатку слабо, потім сильніше, упарюючи вміст колб до об'єма  $3-5 \text{ см}^3$ .

Колбу охолоджують, вносять  $10 \text{ см}^3$  нітратної кислоти, упарюють до  $5 \text{ см}^3$ , охолоджують. Цю процедуру повторюють 2-4 рази.

У колби вносять по  $10 \text{ см}^3$  нітратної кислоти,  $5 \text{ см}^3 \text{ H}_2\text{O}_2$  з розрахунку на кожні 5 г продукту. Колби охолоджують до кімнатної температури, додають  $5 \text{ см}^3$  нітратної кислоти і  $2 \text{ см}^3 \text{ H}_2\text{O}_2$  і нагрівають. Якщо суміш обезбарвилася, мінералізацію вважають завершеною.

Для видалення залишків кислот в охолоджені колби додають  $10 \text{ см}^3$  води і піддають кип'ятінню (10 хвилин), охолоджують. Процедuru повторюють два рази. Отримані мінералізати кількісно переносять водою у мірні колби місткістю  $50 \text{ см}^3$ , доводять до риски і перемішують.

З вихідного розчину піпеткою відбирають  $10 \text{ см}^3$  мінералізату в мірну склянку місткістю  $150 \text{ см}^3$ , створюють в об'ємі  $50 \text{ см}^3$  рН 5-7, контролюючи кислотність за допомогою іоніміра, додають 0,3 г ТФ КХТС, перемішують 20 хвилин на магнітній мішалці і вимірюють оптичну густину при 700 нм у кюветі  $l = 0,1 \text{ см}$  відносно контрольної проби.

**Другий спосіб.** Оскільки така пробопідготовка є довготривалою і може супроводжуватися втратами визначуваних іонів, паралельно виконували ультразвукову пробопідготовку: 10 г продукту вносили у термостійку колбу місткістю  $50 \text{ см}^3$ , додавали  $25 \text{ см}^3 \text{ HNO}_3$  конц. і піддавали ультразвуковому опромінюванню протягом 1,5 години. Потім кількісно переносили деструктат у склянку, випаровували до “вологих солей” і розчиняли у 2 М  $\text{HCl}$ , розчин доводили до риски у мірній колбі місткістю  $50 \text{ см}^3$ . Далі виконували експеримент за вищевказаною методикою.

**Третій спосіб.** У випадку полярографічного визначення використовували “сухе” озолення 50 г продукту при  $t^0=460^0 \text{ C}$ . Результати представлені у табл.4.

**Висновки.** Досліджені сорбція і комплексоутворення  $\text{Cu(II)}$ ,  $\text{Pb(II)}$ ,  $\text{Zn(II)}$ ,  $\text{Cd(II)}$ ,  $\text{Sn(IV)}$ ,  $\text{Zr(IV)}$ ,  $\text{Ti(IV)}$  з твердофазним КХТС. Отримані кількісні характеристики міцності утворюваних комплексів. Теоретичні дослідження використані для розробки нових ТФС-методик визначення важких металів у реальних об'єктах. Як приклад, наведена методика ТФС-визначення  $\text{Sn(IV)}$  у консервованих продуктах. При використанні ультразвукової пробопідготовки вона характеризується експресністю, високою чутливістю, кращою, ніж у розчині, селективністю, простотою

виконання експериментальної частини, перевищує за цими показниками стандартну методику визначення Sn(IV) з кверцетином, не поступається відомим ТФС-методикам. Точність і достовірність результатів підтверджується даними полярографічного визначення.

Таблиця 1

Результати дослідження систем Me – КХТС в розчині

Me	Умови комплексоутворення	М.в., мкг/с м <sup>3</sup>	lgβ	Вплив інших іонів
1	3	4	5	6
Cu (II)	pH 11, Δλ=40 нм, λ <sub>опт</sub> =580 нм, З.Б.-(0,06-2) · 10 <sup>-5</sup> М, C <sub>R</sub> =4·10 <sup>-5</sup> М	0.04	4.65 ± 0.08	Реакція малоселективна. Для маскування Fe(III) може бути використаний 1% гідроксиламін, для інших – екстракція з дітізоном.
Pb (II)	pH 11, Δλ=20 нм, λ <sub>опт</sub> =560 нм, З.Б.-(0,06-2,0)·10 <sup>-5</sup> М, C <sub>R</sub> =4·10 <sup>-5</sup> М	0.12	4.18 ± 0.03	Реакція малоселективна. Для маскування Fe(III) може бути використаний 1% гідроксиламін, для інших – екстракція з дітізоном.
Zn (II)	pH 11, Δλ=20 нм, λ <sub>опт</sub> =570 нм, З.Б.-(0,2-4,0)·10 <sup>-5</sup> М, C <sub>R</sub> =1·10 <sup>-4</sup> М	0.13	4.66 ± 0,04	Реакція малоселективна. До 10 мкг Pb(II) можна маскувати тіосульфатом, Cu(II) екстрагувати у вигляді дітізонату, Fe(III), Mn(IV) відновити. Або відокремити Zn(II) екстракцією розчином триізоактиламіну у метилізобутилкетоні
Fe (III)	pH 3, Δλ=80 нм, λ <sub>опт</sub> =440 нм, З.Б.-(0,1-2)·10 <sup>-5</sup> М, C <sub>R</sub> =4·10 <sup>-5</sup> М	0.06	4.08 ± 0.02	Реакції не заважають: Pb(II), Cu(II), Zn(II), Sn(IV), Hg(II), Cd(II)-: 100; л.м.; л.з.м.- 1:1000; NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> , NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> , Br <sup>-</sup> , J <sup>-</sup> , Cl <sup>-</sup> , ClO <sub>4</sub> <sup>-</sup> , S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>2-</sup> , Ac <sup>-</sup> не заважають
Hg (II)	pH 7, Δλ=20 нм, λ <sub>опт</sub> =600 нм, З.Б.-(0,1-2,0)·10 <sup>-5</sup> М, C <sub>R</sub> =4·10 <sup>-5</sup> М	0.2	4.10 ± 0,02	Реакція малоселективна. Для маскування Fe(III) може бути використаний 1% гідроксиламін, для інших – екстракція з дітізоном
Sn (IV)	pH 7, Δλ=20 нм, λ <sub>опт</sub> =600 нм, З.Б.-(0,1-2,0)·10 <sup>-5</sup> М, C <sub>R</sub> =4·10 <sup>-5</sup> М	0.12	4.64 ± 0,02	Реакція малоселективна. Для маскування Fe(III) може бути використаний 1% гідроксиламін, для інших – екстракція з дітізоном

Таблиця 2

Метрологічні характеристики твердофазних систем Ме-КХТС-АВ-17×8  
( $m_c = 0.3$  г,  $V = 50$  см<sup>3</sup>)

Ме	$\rho_{\text{опт}}$	$\lambda_{\text{опт}}$ , нм	$\Delta\lambda$ , нм	Діапазон Лінійності $\Gamma\Gamma, n \cdot 10^5, M$	М.в. мкг/см <sup>3</sup>	$\tau$ , год.	Вплив заважаю- чих іонів
Cu (II)	9-11	580	40	3.0 – 10.0	1.92	12	1:1-Pb(II),Hg(II),Fe(III), Sn(IV),Zn(II),Cd(II),Zr(IV), Ti (IV),Ca(II),Mg(II);1:100- SCN <sup>-</sup> SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> ;1:500-NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> ,F <sup>-</sup> ; 1:1000-Cl <sup>-</sup> ,Br <sup>-</sup>
Pb (II)	10-12	520	60	0.2 – 10.0	0.41	0.3	1:1-Sn(II),Fe(III),Cd(II), Cu(II)Zn(II),Hg(II),л.з.м.; 1:10-Br <sup>-</sup> SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> ,S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>2-</sup> ,Tartr; 1:100-,Cl <sup>-</sup> ,J <sup>-</sup> ,F <sup>-</sup> ;1:500-NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> SCN <sup>-</sup> ,тіосечовина
Zn (II)	11-12	580	60	0.2 – 8.0	0.13	12	1:1-Cu(II),Pb(II),Hg(II), Fe(III),Zr(IV),Cd(II),Sn(IV), л.з.м;1:100-C <sub>2</sub> O <sub>4</sub> <sup>2-</sup> ,Tartr, Cit <sup>-</sup> ;1:500-SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> -S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>2-</sup> F <sup>-</sup> ,Ac <sup>-</sup> ;Br <sup>-</sup> ,J <sup>-</sup>
Cd (II)	7	560	60	0.5 – 1.2	0.56	0.3	1:1-Sn(IV),Zr(IV),Ti(IV), Fe(III);1:50-Cu(II),Pb(II), Zn(II)Br <sup>-</sup> J <sup>-</sup> ,SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> ,S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>2-</sup> Cl <sup>-</sup> 1:1000-NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> ,SCN <sup>-</sup> Ac <sup>-</sup> ,л.з.м.;
Sn (IV)	5-7	700	20	0.2 – 5.0	0.24	0.3	1:50-Zn(II),Fe(III),Cd(II), Cu(II),Pb(II),Hg(II),Ti(IV), Zr(IV);1:100-F <sup>-</sup> ,SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> , л.з.м;1:1000-NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>

Zr (IV)	3-5	460	40	0.2 – 8.0	0.18	0.3	1:1-F <sup>-</sup> ,SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> ;1:10-SCN <sup>-</sup> ; 1:50-Fe(III),Sn(IV);1:100- Cu(II),Pb(II),Zn(II),Cd(II), Hg(II),л.з.м.;1:1000-O <sub>3</sub> <sup>-</sup> ,Cl <sup>-</sup>
Ti(IV)	6-8	660	20	0.1 – 8.0	0.05	0.3	1:1-Sn(IV),Fe(III);1:10- Zr(IV);1:100-Cu(II),Pb(II), Zn(II),(Hg(II),Cd(II),л.з.м.

Таблиця 3

Результати вивчення комплексоутворення в твердофазних системах  
Me-KХТС-AB-17×8 (n = 5, P = 0,95, m<sub>c</sub> = 0.3 г, V = 50 см<sup>3</sup>, I = 0.01)

Me	Тип ізо- терми	Склад комплексу	lgβ <sub>ум</sub>	Коефіцієнт концентрування, см <sup>3</sup> /г
Cu(II)	S1-S3	Cu(OH)H <sub>2</sub> R-AB-17×8	4.08 ± 0.04	667
Pb(II)	S1-L3	Pb(OH)H <sub>2</sub> R-AB-17×8	4.58 ± 0.04	667
Zn(II)	S1-L3	Zn(OH)H <sub>2</sub> R-AB-17×8	4.66 ± 0.05	667
Cd(II)	S1-L3	CdAnH <sub>3</sub> R-AB-17×8	4.46 ± 0.07	667
Sn(IV)	S2	Sn(OH) <sub>3</sub> H <sub>3</sub> R-AB- 17×8	3.43 ± 0.05	667
Zr(IV)	S1-L3	Zr(OH) <sub>3</sub> H <sub>3</sub> R-AB-17×8	4.95 ± 0.03	1667
Ti(IV)	L3	Ti(OH) <sub>3</sub> H <sub>3</sub> R-AB-17×8	7.00 ± 0.03	1667

Таблиця .4

Результати визначення стануму в консервованих продуктах. (n = 3, P = 0.95)

Назва консервованого Продукту	Вміст Sn(IV) за новою метод-ю, (мокре озолення), мкг/100 г прод.	Вміст Sn(IV) за новою метод-ю, (УЗ-деструкція), мкг/100 г прод.	Вміст Sn(IV) за полярогр. Метод. (сухе озолення), мкг/100 г прод.
Молоко сухе	224.5 ± 0.6	240.8 ± 0.4	220.1 ± 0.5
Сардінела в маслі	77.8 ± 0.5	76.5 ± 0.5	75.0 ± 0.4
М'ясо яловиче	83.6 ± 0.5	85.6 ± 0.4	80.2 ± 0.5

## Список літератури:

1. Брыкина Г.Д., Крысина Л.С., Иванов В.М. Твердофазная спектрофотометрия // Журн.аналит. химии.-1988.- Т.43.- Вып.9.- С.1547-1560.
2. Брыкина Г.Д., Марченко Д.Ю., Шпигун О.А. Твердофазная спектрофотометрия // Журн. аналит.химии.- 1995.- Т.50.- №5.- С.484-491.
3. Запорожец О.А., Гавер О.М., Сухан В.В. Имобилизация аналитических реагентов на поверхности носителей // Успехи химии.- 1997.- Т.66.- №7.- С.702-712.
4. Костенко Е.Е., Штокало М.Й. Твердофазная спектрофотометрия – эффективный метод определения тяжелых металлов в пищевых объектах // Журн. аналит. химии.-2004.- Т.59.- №12.- С.1276-1282.
5. Костенко Е.Е. Твердофазное спектрофотометрическое определение свинца с использованием арсеназо III // Журн. аналит. химии.- 2000.- Т.55.- №7.- С.719-722.
6. Костенко Є.Є. Твердофазне спектрофотометричне визначення купрумy з арсеназо III // Наукові праці УДУХТ.- 2001.- №9.- С.41-45.
7. Kostenko E.E. The modified by the dye polimeric ionites in the hybrid spectroscopic methods of analysis // Book of abstr. Intern. Conf. “Analytical chemistry & chemical analysis”.- Kiev.- 2005.-P.404.
8. Лазарев А.И., Лазарева В.И. Определение цинка, свинца и кадмия в латунях и бронзах комплексонометрическим методом // Завод. лаб. – 1959. – Т.25. – С. 542 – 544.
9. Стюнкель Т.Б., Михалева З.А.Кислотный хромтемносиний и кислотный хромсиний калий как индикатор при трилонометрическом определении свинца // Труды Уральского политехн. ин-та. – 1960. –Сб.96.- С. 159 – 160.
10. Айвазов Б.В. Практическое руководство по хроматографии. М.: Высшая школа, 1968. – С. 279
11. Костенко Є.Є., Ковбаса В.М., Бутенко О.М., Кабан О.П. Фотометричне визначення мікрокількостей купрумy (II) у нових харчових продуктах // Наукові праці НУХТ. – 2002. – № 11. – С. 75 – 78.
12. Костенко Е.Е., Христиансен М.Г., Бутенко Е.Н.Фотометрическое определение микроколичеств свинца в питьевой воде с помощью сульфеназо III // Химия и технология воды. – 2002. - №6. – С. 558 – 566.
13. Марченко З. Фотометрическое определение элементов. М.: Мир, 1971. – С. 501.
14. Булатов М.И., Калинин И.П. Практическое руководство по фотоколориметрическим и спектрофотометрическим методам анализа. Л.: Химия, 1968. – С. 364.
15. Николаева Т.М., Лазарев А.И.Определение железа методом твердофазной спектрофотометрии

// Заводская лаборатория. – 1992. – Т. 58. – №10.- С. 10 – 13.

16. Парфит Г., Рочестр К. Адсорбция из растворов на поверхностях твердых тел. М.: Мир, 1986.– С.475.
17. Лурье Ю.Ю. Справочник по аналитической химии. М.: Химия, 1979.- С.480.
18. Полянский Н.Г. Аналитическая химия элементов. Свинец. М.:Наука, 1986.- С.352.
19. Подчайнова В.Н., Симонова Л.Н. Аналитическая химия элементов. Медь М.: Наука, 1990. - .274.
20. Скопенко В.В., Трофимчук А.К., Зайцев В.Н. Исследование взаимодействия неводных растворов меди (II) и кобальта (II) с  $\gamma$ -(2(8)-метилхинолин)аминопропилаэросилом // Журн. неорг.химии.-1982.-Т.27.- Вып.10.- С.2579-2585.
21. Холин Ю.В., Зайцев В.Н., Донская Н.Д. Выбор модели для описания равновесий комплексообразования  $\text{CoCl}_2$  с аминокпропилкремнеземами в диметилформамиде // Журн. неорг.химии.-1990.-Т.35.- Вып.6.- С.1569-1574.
22. Kostenko E.E. Solid phase spectrophotometric determination of copper (II) using SPADNS // Functional Materials.- 2003.-V.10.- № 4.- P.671-675.

Підписи до рисунків

Рис.1 – Залежності  $\Gamma\% = f(\tau)$  для систем КХТС-АВ-17×8 (1), Pb (II) (2)-, Cu (II) (3)-, Cd (II) (4), Zn (II) (5)-, Sn (IV) (6)-КХТС-АВ-17×8 (рН 5 – 7 – кр. 1,4, 6; 9 – 11 – кр. 3; 10 – 12 – кр. 2,5;  $m_c = 0.3$  г,  $V = 150$  см<sup>3</sup> (1);  $V = 50$  см<sup>3</sup> (2-8)).

Рис.2 – Ізотерми сорбції КХТС(1) на АВ-17×8, Pb (II) (2), Cu (II) (3), Cd (II) (4), Zn (II) (5)-, Sn (IV) (6)-, Zr (IV) (7)-, Ti (IV) (8) на КХТС-АВ-17×8 (рН 5 – 7 – кр. 4, 6, 8; 9 – 11 – кр. 2, 3, 5; 3-5 – кр. 7;  $m_c = 0.3$  г,  $V = 150$  см<sup>3</sup> (1);  $V = 50$  см<sup>3</sup> (2-8)).