

**Обов'язкові бібліографічні дані на документ, який подається в
Інституційний репозитарій (eNUFTIR)**

***Костенко Єлизавета Євгеніївна – завідувач кафедри аналітичної хімії
НУХТ, факультет ХЕТОП***

1. АВТОРИ – Костенко Єлизавета Євгеніївна, Kostenko Elizaveta Evgenevna, Костенко Єлизавета Євгеніївна

2. НАЗВА ДОКУМЕНТУ – стаття:

«Сорбционно-спектрофотометрическое определение Fe(III) с помощью хромазуrola S»

«Determination of Fe(III) by Solid-Phase Spectrophotometry Using Chromazurol S»

«Сорбційно-спектрофотометричне визначення Fe (III) з хромазуролом S»

3. Ключевые слова: - твердофазное спектрофотометрическое определение металлов, иммобилизованные красители, анализ пищевых объектов.

Ключові слова: твердофазне-спектрофотометричне визначення металів, іммобілізовані барвники, аналіз харчових об'єктів.

Key words: the interface spectrophotometric definition of the metal ions, the immobilized dyes, the analysis of food objects.

4. АНОТАЦІЇ. Досліджена взаємодія Fe (III) з хромазуролом S у фазі полімерного аніонообмінника. Встановлені оптимальні умови реакції і склад утворюваного на поверхні комплексу, запропонована схема взаємодії на границі розділу фаз. Розроблена методика твердофазного спектрофотометричного визначення Fe (III) з межею виявлення 0,007 мкг/см³.

Изучено взаимодействие Fe(III) с хромазуролом S в твердой фазе. Установлены оптимальные условия проведения реакции, состав и прочность образующегося на поверхности комплекса, предложена схема взаимодействия на границе раздела фаз. Разработана методика твердофазного спектрофотометрического определения Fe(III) с хромазуролом S с пределом обнаружения 0,007 мкг/ см³.

The interaction of Fe(III) with Chromazurol S in the solid-phase was studied. The optimum conditions of the reaction and the composition of complex that is formed at the surface were found, and a scheme was proposed for the interaction at the phase boundary. A solid-phase spectrophotometric procedure was developed for determination of Fe(III) with detection limit of 0.007 μg/ml, respectively.

5. Костенко Є. Є. Сорбційно-спектрофотометричне визначення Fe (III) з хромазуролом S / Є. Є. Костенко // Укр. хим. журн. – 2009. – Т. 75, № 3-4. – С. 107 – 112.

Є.Є. Костенко

СОРБЦІЙНО-СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ Fe (III) ЗА ДОПОМОГОЮ ХРОМАЗУРОЛА S

Досліджена взаємодія Fe (III) з хромазуолом S у фазі полімерного аніонообмінника. Встановлені оптимальні умови реакції і склад утворюваного на поверхні комплексу, запропонована схема взаємодії на границі розділу фаз. Розроблена методика твердофазного спектрофотометричного визначення Fe (III) з межею виявлення 0,007 мкг/см³.

Ферум (III) є одним з металів, вміст якого підлягає обов'язковому контролю в харчових продуктах і сировині, а також в об'єктах навколишнього середовища. ГДК Fe (III) для різних груп харчових об'єктів знаходиться в межах 5-15 мг/кг продукту [1]. Основними недоліками стандартних методів визначення мікрокількостей Fe (III) в харчових продуктах є невисока чутливість, а також низька вибірковість (фотометричний) і складна пробопідготовка (атомно-абсорбційний) [2].

З даних літератури видно, що використання комбінованих сорбційно-спектроскопічних методів дозволяє підвищити чутливість, селективність і експресність визначення [3-5]. Як адсорбенти у таких комбінованих методах часто застосовують іммобілізовані барвники. Дані літератури свідчать про те, що іммобілізація барвників може призводити до поліпшення їх хіміко-аналітичних властивостей, тому проводяться дослідження по вивченню та застосуванню іммобілізованих форм аналітичних реагентів і, зокрема по використанню для спектрофотометричного визначення металів [3,4,14].

Відомо, що хромазуrol S застосовують для фотометричного визначення в розчині мікрокількостей легкогідролізуючих іонів, таких як Zr, Hf, Al, Fe (III), Be та інших [6-8]. Цей реагент окрім хелатоутворюючих груп містить сульфогрупу що забезпечує його розчинність. Можна було очікувати, що іммобілізація хромазуrola S за рахунок сульфогрупи, яка не бере участі у комплексоутворенні, не призведе до послаблення його комплексоутворювальних властивостей, а іонообмінне закріплення на аніоніті забезпечить надійне утримання барвника та комплексу у фазі адсорбенту в широкому інтервалі рН. Для перевірки висловленої тези нами була проведена іммобілізація хромазуrola S у фазі полімерного аніонообмінника АВ-17×8 та вивчена взаємодія нової аналітичної форми цього реагенту з іонами Fe (III). На основі отриманих даних була розроблена методика твердофазного спектрофотометричного визначення цього металу в

полісолодовому екстракті. За нашими даними використання іммобілізованого хромазуrola S для визначення Fe (III) в літературі не описано.

Вихідний 0,1 моль/см³ розчин Fe(NO₃)₃ готували розчиненням наважки Fe(NO₃)₃ · 6 H₂O кваліфікації х.ч. в 0,1 моль/см³ HNO₃. Стандартизацію проводили гравіметричним та перманганатометричним методами [9].

В роботі використовували: хромазуrol S (ХАЗ) ч.д.а. (Chemapol), розчин з якого готували розчиненням точної наважки препарату в воді; HNO₃, NaOH, NaCl, ос.ч., 1,0 моль/см³ розчини нітратної та хлоридної кислот готували розведенням концентрованих розчинів. Воду очищали, як описано в роботі [10].

Робочі розчини готували розведенням вихідних перед проведенням експерименту.

Спектри світлопоглинання розчинів знімали, користуючись спектрофотометрами СФ-46 і SPECORD UV VIS. Пропускання гранул іонообмінника у воді вимірювали на КФК-3 в кюветі з $\ell = 0,1$ см при оптимальній довжині хвилі (λ_{opt}) відносно іонообмінника. Кислотність розчинів контролювали іономіром И-160 зі скляним електродом. Ультразвукову пробопідготовку проводили у відповідності до рекомендацій, викладених у роботі [11], користуючись установкою УП-1 фірми SELMI (акустична потужність 20 Вт/см², частота 43 кГц).

В роботі використовували іонообмінник АВ-17×8 (АВ) з розмірами зерен 0,30 мм, який готували до роботи за рекомендаціями, наведеними у публікаціях [12,13]: 10 г АВ замочували в насиченому розчині NaCl і залишали на добу. Потім відокремлювали сорбент, промивали його спочатку 0,5 М розчином HCl до негативної реакції на Fe³⁺, а потім водою до нейтральної реакції. Підготовлений АВ-Cl модифікували водним розчином ХАЗ [14]. Для цього ~ 0,1 г ХАЗ розчиняли в 150 см³ води, обробляли 10 г повітряно-сухого АВ-Cl. Тверду фазу відокремлювали фільтруванням,

промивали водою, висушували. Отриманий твердофазний ХАЗ представляє собою прозорі рожеві гранули, які при $\lambda = 520$ нм пропускають до 50 % світла і тривалий час зберігаються під водою в щільно закритій темній склянці.

Сорбцію ХАЗ і Феруму (III) модифікованим сорбентом вивчали в статичних умовах, використовуючи наважки по 0,3 г. Вміст модифікатора у сорбенті визначали спектрофотометрично за змінами оптичної густини вихідного розчину при 520 нм.

Концентрацію Феруму (III) у рівноважних розчинах визначали: за методикою [15] з використанням пірокатехінового фіолетового.

Сорбцію Феруму (III) модифікованим іонообмінником проводили наступним чином: у мірні склянки місткістю 150,0 см³ вносили розчин солі Fe (III), додавали 30,0 см³ води, за допомогою HNO₃ створювали рН 2,5, вносили 0,3 г модифікованого сорбенту і перемішуючи на магнітній мішалці (20 хв), додавали розчин NaOH, створюючи необхідне значення рН та доводили об'єм розчину до 50,0 см³. При встановленні сорбційної рівноваги суміші залишали на певний термін або діяли УЗ. Величину оптичного поглинання гранул іонообмінника у водній фазі вимірювали на КФК-3 в кюветі з $\ell = 0,1$ см при оптимальній довжині хвилі (λ_{opt}) відносно АВ-СІ. Підготовка твердої проби до фотометрування полягала в отриманні світлопоглинаючого шару концентрата, рівномірно розташованого в кюветі. Для вимірювань використовували кварцеві кювети з паралельними стінками. Концентрат переносили за допомогою піпетки в кювету, яку спочатку заповнювали водою, іншу кювету аналогічно заповнювали АВ-СІ або ХАЗ-АВ такого ж зернення. Світлопоглинання аналізованих проб вимірювали після досягнення максимально щільності упаковки гранул у кюветах. Для зменшення впливу розсіяного матрицею сорбента світла кювету із зразком адсорбенту ставили максимально близько до віконця детектора, а між зразком і детектором встановлювали лавсанову плівку [4,5].

Залежність сорбції Fe (III) від кислотності середовища вивчали при сталих значеннях концентрацій Fe(NO₃)₃ і ХАЗ та змінних значеннях рН. Для цього готували серію розчинів Fe(NO₃)₃ об'ємом 50,0 см³ з концентрацією (2 – 20) · 10⁻⁵ М і заданими значеннями рН. Далі експеримент виконували, як описано у методиці проведення сорбції іонів Fe (III) модифікованим аніонообмінником.

Розподіл іонів Fe (III) між модифікованим сорбентом і рідкою фазою контролювали спектрофотометрично, визначаючи їх концентрацію як у водній фазі, так і у фазі сорбенту. За різницею між вихідною та рівноважною концентраціями іонів у водній фазі розраховували рівноважний вміст іонів Fe (III) у фазі сорбенту. Результати досліджень подавали у вигляді графічної залежності: $\Gamma\% = f(pH)$.

Для вивчення кінетики сорбції при різних об'ємах (25, 50, 100, 300, 500, 800, 1000 см³) і масі сорбенту готували серії розчинів зі сталими концентрацією Fe(NO₃)₃ і рН. Далі виконували, як описано вище. Результати досліджень представляли у вигляді графічних залежностей $\Gamma\% = f(\tau)$; $\Gamma\% = f(V)$.

Для вивчення залежності сорбції від концентрації Fe (III) готували серію розчинів об'ємом 50,0 см³ в інтервалі концентрації металу 0 – 1 · 10⁻³ і поступали як описано вище. Результати подавали у вигляді графічної залежності $\Gamma\% = f(C_{Fe})$.

Склад комплексу Феруму (III) та форму ліганду, що координується до іону Fe (III) визначали за методом Бента-Френча [16]. Експеримент проводили за методом зсуву рівноваги: готували серію розчинів з $C_{Fe} = const$ та зростаючою концентрацією ліганда та вимірювали оптичну густину твердих фаз, а також готували серію розчинів зі зростаючою концентрацією металу і $C_{ХАЗ} = const$ у твердій фазі і вимірювали оптичну густину сорбенту [17]. Будували залежності $lg A_i/(A_{max}-A_i) — lg C_{ХАЗ} (lg C_{Fe})$ і за $tg \alpha$ знаходили кількість координованих молекул ліганда або іонів металу.

Форму, у вигляді якої Fe (III) може координувати функціонально-аналітичне угруповання (ФАУ) ХАЗ у твердій фазі при оптимальному значенні рН, розраховуючи, використовуючи константи гідролізу або нестійкості гідроксокомплексів Fe (III).

Для визначення форми ХАЗ, що входить до складу комплексу готували серію розчинів, у яких C_{Fe} і $C_{ХАЗ}$ – const, а рН розчину змінюється і вимірювали оптичну густину. Проводили математичну обробку за методом Бента-Френча: будували графік залежності $lg A_i/(A_{max}-A_i) — pH$, та за tg α визначали кількість протонів, що відщеплюється від ліганда.

Константи дисоціації ФАУ ХАЗ визначали за даними потенціометричного титрування [18,19]. Будували криві потенціометричного титрування $pH — C_{NaOH}$, моль/г. На основі результатів для побудови цієї кривої розраховували степені нейтралізації (α) окремих груп і величини $lg \alpha/(1 - \alpha) — pH$. З даних, отриманих за модифікованим рівнянням Гендерсона-Гассельбаха $pK_a = pH - n lg \alpha/(1 - \alpha)$ розраховували умовні константи дисоціації ФАУ ХАЗ [20].

Умовну константу рівноваги реакції комплексоутворення Феруму з ХАЗ у твердій фазі знаходили за ізотермою сорбції в координатах $C_{Fe}^C/C_{ХАЗ}^0 = f(C_{Fe}^0/C_{ХАЗ}^0)$ [21-24], де C_{Fe}^0 – вихідна концентрація металу (моль/дм³); $C_{Fe}^C = (C_{Fe}^0 - C_{Fe}^P) \cdot V/m$ – концентрація адсорбованого металу (моль/г); C_{Fe}^P – концентрація металу в розчині після сорбції (моль/дм³); V – об'єм, з якого проводиться концентрування (см³); m – маса сорбенту (0,3 г); $C_{ХАЗ}^0/m$ – загальна концентрація модифікатора в перерахунку на масу сорбента; $C_{ХАЗ}^0$ – const. За ізотермою сорбції при відомому співвідношенні $C_{Fe}^0 : H_mХАЗ-AB = X$ знаходили кількість координованих іонів металу у ммольях (C_{Fe}^K), віднесених до 1 ммоль ліганда. Кількість вільних іонів металу $X - C_{Fe}^K = C_{Fe}^e$ (ммоль). Підставивши вказані величини в рівняння $\beta_{умов} = [Fe(OH)_n^{+i-n} H_{m-j}ХАЗ-AB] / [Fe(OH)_n^{+i-n}] \cdot [H_mХАЗ-AB]$, отримували величину умовної константи рівноваги реакції комплексоутворення.

У вищенаведеній схемі визначення умовної константи рівноваги виходили з припущень, викладених у [25]: стійкість комплексів на поверхні сорбенту визначається тільки їх складом і не залежить від ступіню заповнення поверхні іонами металу; на поверхні утворюються комплекси одного складу; зв'язування іонів металу супроводжується приєднанням відповідної кількості протиіонів, завдяки чому зберігається електронейтральність сорбента.

Ступінь вилучення (Γ , %), величину сорбції (a , моль/г), коефіцієнт розподілу (D , см³/г), константу сорбції (k , дм³/моль) розраховували за формулами: $\Gamma, \% = (C^0 - C^p) \times 100 / C^0$; $a = (C^0 - C^p) \times V / m$; $D = \Gamma \cdot V / (100 - \Gamma) \cdot m$, де C^0 і C^p – вихідна і рівноважна концентрації адсорбата в розчині, М; V – об'єм розчину, дм³; m – маса сорбенту, г; a – ємність сорбенту, моль/г; $k = 1/b \cdot a_{max}$, де a_{max} – максимальна ємність сорбенту, моль/г; b – відрізок, що відсікає пряма, побудована в координатах $[C]/a - [C]$.

Як видно з рис. 1 (крива 1) ізотерма сорбції ХАЗ на аніонообміннику належить до L типу. Максимальна ємність аніониту за модификатором $a_{max} = 16,7$ мкмоль/г; $k = 9,99 \cdot 10^5$ дм³/моль.

Встановлено, що ХАЗ практично повністю (> 98 %) сорбується на АВ в інтервалі рН 3 – 7 за рахунок іонного обміну. Присутність СГ⁻ іонів при меркуриметричному контролі рідких фаз підтверджувало це. При рН<3 утримання ХАЗ на поверхні АВ послаблювалось. Враховуючи вищевикладене, а також зважаючи на константи дисоціації ХАЗ (рК₁=2,3; рК_{2,3}=4,9; рК_{4,5}=11,8 у розчині [7] і рК_{2,3}=5,7; рК_{4,5}=12,0 у твердій фазі) іммобілізацію його проводили в діапазоні 3,0>рН>3,5. Це забезпечило одноцентрове зв'язування ХАЗ з АВ тільки за рахунок депротонованої сульфогрупи за схемою



а карбоксильні групи залишались вільними для комплексоутворення. В цьому випадку твердофазну аналітичну форму реагента можна представити як H_2R-AB , в якій два протони карбоксильних груп неіонізовані.

Для встановлення оптимальних умов взаємодії Феруму з ТФ ХАЗ була досліджена залежність сорбції металу від рН розчину. Встановлено, що повнота вилучення Fe (III) лінійно зростає в інтервалі рН 2 - 7, досягаючи максимуму (92 %) при рН 7 (рис. 2). Враховуючи те, що за вибраних концентрацій при рН>3 іони Fe (III) знаходяться у гідролізованому стані, нами була перевірена можливість неспецифічної адсорбції зазначених сполук матрицею носія. Для цього була вивчена ізотерма адсорбції Fe (III) при рН 7 на немодифікованому АВ. Як видно з рис. 1 на немодифікованому аніоніті за вибраних умов Fe (III) практично не сорбується. На відміну від немодифікованого АВ на ХАЗ-АВ спостерігається інтенсивне вилучення іонів Феруму (рис. 1). Ізотерма сорбції Феруму (рис. 1 крива 2) може бути умовно віднесена до L - типу. $k = 2,30 \cdot 10^5$ дм³/моль. Суттєві розбіжності у адсорбційній поведінці АВ і ХАЗ-АВ вказують на хімічний характер адсорбції за рахунок комплексоутворення Fe (III) з іммобілізованим реагентом.



Цей же висновок підтверджується змінами у спектрах пропускання адсорбенту до і після його обробки розчином Fe (III). Порівняння електронних спектрів світлопоглинання досліджуваного комплексу в розчині і у фазі сорбенту (рис. 3) показує, що положення максимумів смуг поглинання у розчині і у твердій фазі практично збігаються. Це свідчить про ідентичність складу комплексів у обох випадках. Враховуючи те, що у розчині утворюється комплекс еквімолярного складу за вибраних умов [7], можна припустити, що і у фазі ХАЗ-АВ утворюється комплекс із співвідношенням компонентів Fe : ХАЗ-АВ = 1 : 1, що узгоджується з даними, отриманими за методом зсуву рівноваги і підтверджується

результатами вивчення сорбційної ємності ХАЗ-АВ. Максимальна ємність модифікованого сорбенту за Ферумом ($a_{max} \cong 1,60 \cdot 10^{-5}$ моль/г) практично співпадає з його ємністю за модифікатором ($a_{max} = 1,67 \cdot 10^{-5}$ моль/г), що може вказувати на утворення комплексу еквімолярного складу.

На рис. 2 представлені результати вивчення залежності швидкості вилучення Fe (III) від терміну контакту фаз. Видно, що адсорбційна рівновага встановлюється протягом 12 годин, проте 2-х секундна дія УЗ дозволяє скоротити термін встановлення рівноваги до 20 хвилин і збільшити вилучення Феруму до 94 %. Встановлені кінетичні особливості процесу адсорбції підтверджують наше припущення про хімічний характер його. У відповідності до схеми (2) швидкість зв'язування гідроксоформ Fe (III) у іммобілізований комплекс обмежується процесом перекоординації у двохфазній системі, який значно прискорюється під впливом УЗ.

Враховуючи вищевикладене, можна припустити, що з двох можливих схем адсорбції Fe (III) на поверхні ХАЗ-АВ переважає перша: за рахунок комплексоутворення з ХАЗ. Процес адсорбції Феруму у вигляді комплексу можна пояснити таким чином: взаємодія іонів Fe (III) з ХАЗ-АВ починається ще при рН 2-3 (рис. 2). Проте вилучення Fe (III) за цих умов не є кількісним. Поступове доведення значень рН до 7 сприяє зсуву рівноваги (2) у бік утворення іммобілізованого комплексу, що підвищує ступінь його адсорбції на ХАЗ-АВ, досягаючи максимуму при рН 7. Подальше збільшення рН призводить до посилення впливу конкурентної реакції утворення Fe(OH)₃ і тому погіршує вилучення (рис. 2).

Вивчення залежності ступеню вилучення Феруму від об'єму розчину і маси сорбенту показало, що концентрування можливе з $V = 50,0 - 400,0$ см³ ($m = 0,3$ г). Коефіцієнт розподілу при цьому складає $D = 1,92 \cdot 10^4$ см³/г. Після дії УЗ $D = 2,61 \cdot 10^4$ см³/г. Середнє значення умовної константи рівноваги реакції комплексоутворення за схемою (2) дорівнює $\lg \beta_{ум} = 5,78 \pm 0,07$ при $I = 0,1$. У розчині $\lg \beta_{11} = 15,6$ [7].

На основі отриманих даних розроблена методика твердофазного спектрофотометричного визначення Феруму (III) в полісолодовому екстракті за допомогою ХАЗ.

Для побудови градувального графіка готували серію розчинів з концентрацією Fe (III) $0,06 - 4,5$ мкг/см³, до яких додавали по $30,0$ см³ води, створювали рН $2,5$ за допомогою HNO₃, вносили по $0,3$ г ХАЗ-АВ, перемішуючи розчин 20 хвилин на магнітній мішалці, додавали NaOH для створення рН 7 в об'ємі $50,0$ см³, 2 секунди діяли УЗ і вимірювали оптичну густину твердих концентратів при $\lambda = 620$ нм. Встановлено, що рівняння градувального графіка ($V = 50,0$ см³) має вигляд: $\Delta A = (6,93 \pm 2,11) \cdot 10^{-3} + (0,23 \pm 0,003) \cdot m_{Fe}$, мкг/см³, $r = 0,998$. Межа виявлення – $0,06$ мкг/см³ і $0,007$ мкг/см³ для максимального коефіцієнту розподілу, закон Бера виконується в інтервалі концентрацій Феруму $(0,1 - 8,0) \cdot 10^{-5}$ М. Дані про вплив сторонніх іонів на визначення $2,0 \cdot 10^{-6}$ М Fe (III) представлені в табл. 1.

За результатами емісійного спектрального аналізу склад зразка полісолу такий, %: Na – $0,6$; Si – $5,0$; Al – $0,05 \div 6,0$; Mg – $1 \div 2$; Ca – $1,0$; Fe(III) – $0,03$; Mn – $0,006$; Ni – $0,001$; Al – $0,001$; Cr – $0,0003$; Mo – $0,0002$; Cu – $0,004$; Zn – $0,004$; Sn – $0,0002$; P – $3,0$; Zr – $0,18-0,2 \cdot 10^{-4}$; Ti – $0,5 \cdot 10^{-4}$; Hg, Co, Y, Pb, V, Cd, La, Li, Sr, Ba, As, Th, Sb – відсутні. Видно, що вміст Zr, Ti, Sn менший за вміст Fe(III). Al в оптимальних умовах визначення знаходиться у вигляді аніона $[Al(OH)_4]^-$, що не взаємодіє з ХАЗ. Крім того λ_{opt} для визначення Zr складає 500 нм, що не збігається з λ_{opt} для Fe(III) (620 нм). Тому зазначені іони не заважають визначенню Феруму в оптимальних умовах його комплексоутворення з ХАЗ-АВ.

У три термостійкі колби місткістю $50,0$ см³ вносили по $0,10$ г зразка полісолу. До двох проб додавали точно відомі кількості стандартного розчину Fe(NO₃)₃. У кожену колбу вносили по $25,0$ см³ концентрованої HNO₃ і

піддавали дії УЗ протягом 1 години. Отримані деструктати кількісно переносили в стакани і випаровували до вологих солей. Останні розчиняли в $10,00 \text{ см}^3$ 1 М HNO_3 , додавали по $1,00 \text{ см}^3$ 10% етиленгліколю для зв'язування Zn^{2+} , додавали по $10,00 \text{ см}^3$ води, вносили по 0,3 г ТФ ХАЗ, перемішували 20 хвилин на магнітній мішалці, створюючи рН 7 в об'ємі $50,0 \text{ см}^3$ за допомогою NaOH , 2 секунди діяли УЗ і вимірювали оптичну густину твердих концентратів при $\lambda = 620 \text{ нм}$. з використанням лавсанової плівки.

Вміст Феруму визначали, користуючись рівнянням градуувального графіка, або за графічним варіантом методу добавок. Перевірку правильності отриманих даних здійснювали методом "внесено-знайдено". Збіжність результатів, отриманих за допомогою нової методики і стандартної, підтверджує достовірність їх. Результати визначення Феруму і статистична обробка їх представлені в табл. 2.

Таким чином розроблена нова методика ТФС визначення Феруму, яка за селективністю перевищує стандартну методику, за чутливістю не поступається більшості відомих методик фотометричного і ТФС визначення, за експресністю перевищує відомі аналогічні і стандартні методики. Нова методика характеризується простотою експерименту, екологічною безпечністю, не потребує складного коштовного обладнання.

ЛІТЕРАТУРА

1. *СанПиН. 43-123-4089-56*. Предельно допустимые концентрации тяжелых металлов и мышьяка в продовольственном сырье и пищевых продуктах. – М.: Минздрав СССР, 1986.
2. Сырье и продукты пищевые. Методы определения токсичных элементов. М.: Госстандарт СССР, 1986.
3. *Брыкина Г.Д., Крысина Л.С., Иванов В.М.* // Журн.аналит.химии. - 1988. – 43, № 9. - С. 1547 - 1559.

4. *Брыкина Г.Д., Марченко Д.Ю., Штигун О.А.* // Журн. аналит. химии.- 1995. - 50, № 5. - С. 484 - 491.
5. *Николаева Т.М., Лазарев А.И.* // Заводск. лабор. - 1992. - 58, № 10. - С. 10 - 19.
6. *Марченко З.* Фотометрическое определение элементов: Пер. с польск. М.: Мир, 1971.
7. *Бишоп П.* Индикаторы: Пер. с англ. - М.: Мир, 1979. ч. 1. 398 с.; ч. 2.
8. *Умланд Ф., Янсен А., Тириг Д., Вюни Г.* Комплексные соединения в аналитической химии. М.: Мир, 1975.
9. *Коростелев П.П.* Приготовление растворов для химико-аналитических работ. - М: Химия, 1967.
10. Методы анализа чистых химических реактивов. – М.: Химия, 1984.
11. *Чмиленко Ф.А., Бакланов А.Н.* Ультразвук в аналитической химии. Теория и практика. – Днепропетровск: РИЦ Днепропетр. ун-та, 2001.
12. *Айвазов Б.В.* Практическое руководство по хроматографии. – М.: Высшая школа, 1968.
13. *Тулупов П.Е.* Стойкость ионообменных материалов. - М.: Химия, 1984.
14. *Костенко Е.Е., Штокало М.Й.* // Журн. аналит. химии. - 2004. - 59, № 12. - С. 1158 – 1164.
15. *Бирмантас И.И., Ясинскене Э.И.* // Журн. аналит. химии. - 1965. - 20, № 7. - С. 811 - 813.
16. *Булатов М.И., Калинин И.П.* Практическое руководство по фотоколориметрическим и спектрофотометрическим методам анализа. - М.: Химия, 1968.

17. *Пилипенко А.Г., Сафронова В.Г., Закревская Л.В.* // Журн. аналит. хим. - 1989. - 44, № 9. - С. 1594 – 1598
18. *Салдадзе К.М., Копылова - Валова В.Д.* Комплексообразующие иониты. М.: Химия, 1980.
19. *Гельферих Ф.* Иониты и ионный обмен. М.: Издательство, 1962.
20. *Швоева О.П., Сорочан А.М., Саввин С.Б., Мясоедова Г.В.* // Журн. аналит. химии. – 1980. – 35, вып. 6 – С. 1074 - 1080.
21. *Скопенко В.В., Зайцев В.Н., Холин Ю.В., Бугаевский А.А.* // Журн. неорг. химии. - 1987. – 32, № 7. - С. 1626 - 1631.
22. *Холин Ю.В., Зайцев А.Н., Донская Н.Д.* // Журн. неорг. химии. - 1990. – 35, № 6. - С. 1569 - 1574.
23. *Филиппов А.П.* // Теор. и exper. химия. - 1983. – 19, № 4. - С. 463 - 470.
24. *Трофимчук А.К.* // Укр. хим. журн. - 1990. – 56, № 9. - С. 930 - 935.
25. *Филиппов А.П.* // Теор. и exper. химия. – 1983. – 19, № 4. – С. 463 - 470.

Національний університет харчових технологій

Надійшла

Підпис

Таблиця 1

Вплив сторонніх іонів металів на визначення Fe (III)

Іон	Припустима кратність надлишку	Іон	Припустима кратність надлишку
Pb (II)	1000	Cu (II)	10
Hg (II)	1000	Zr (IV)	1000
Zn (II)	10	Ti (IV)	1
Co (II)	1000	Sn (IV)	1
Ni (II)	1000	Ca (II)	1000
Al (III)	1	Mg (II)	1000
Cd (II)	50		

Таблиця 2

Результати визначення Феруму у полісолодовому екстракті пропонованим (А) і стандартним фенантроліновим (Б) методами (P=0,95; n=3)

Об'єкт аналізу;	Внесено Fe, мкг	Знайдено Fe, мкг (А)	S _r	Знайдено Fe, мкг (Б)	S _r
Проба 1	–	30,0 ± 2,8	0,04	32,8 ± 2,0	0,02
Проба 2	30,0	58,8 ± 2,5	0,02	66,2 ± 3,4	0,01
Проба 3	50,0	82,6 ± 3,6	0,02	76,8 ± 2,8	0,01

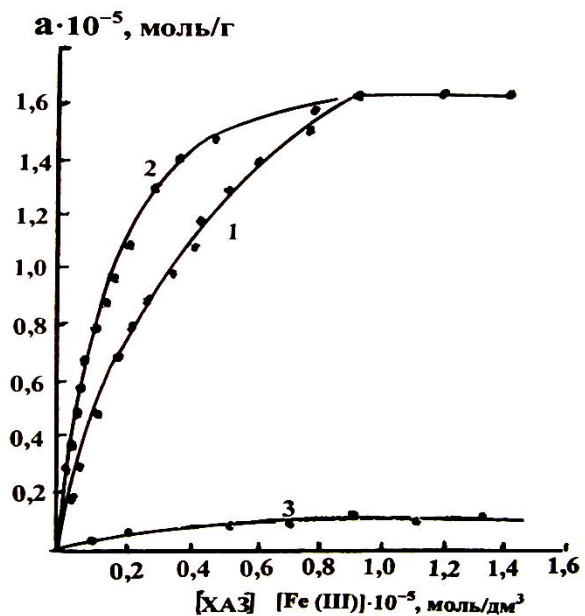


Рис. 1 – Ізотерми сорбції ХАЗ на АВ (1),

$[Ind], [M] \cdot 10^{-5}, \text{моль/дм}^3$

Fe (III) на ХАЗ-АВ (2), Fe (III) на АВ (3), Sn (IV) на ЕХЦ-АВ (4), Sn (IV) на АВ (5) (1 – рН 3, $\tau_{\text{перемішування}} = 30$ хв., УЗ 2 сек.; 2, 3 - рН 7, $\tau_{\text{перемішування}} = 20$ хв, $\tau_{\text{рівноваги}} = 12$ год.; 4, 5 – рН 1, $\tau = 20$ хв., $m_c = 0,3$ г, $V = 50,0$ см³, $\ell = 0,1$ см, контрольна проба - АВ).

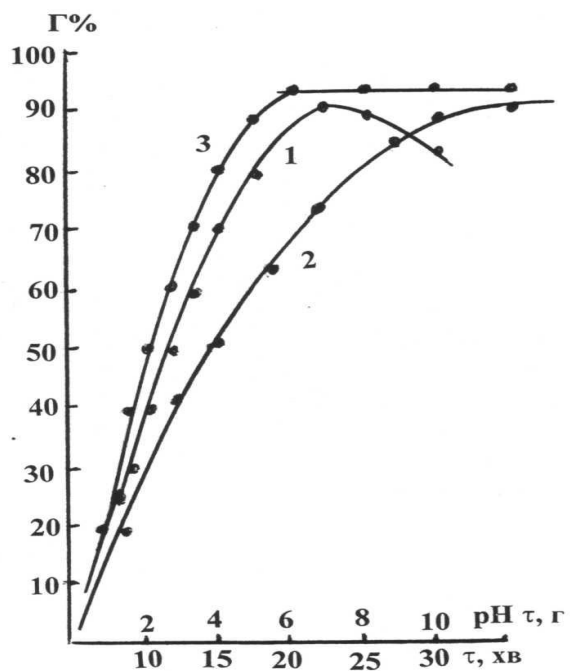


Рис. 2 – Залежності сорбції Fe (III) на ХАЗ-АВ від рН (1) і τ (2,3), Pb (II) на МТС-АВ від τ (4) (1 - $\tau_{\text{рівноваги}} = 12$ год.; 2 - рН 7, 3 - УЗ 2 сек, рН 7; 4 – рН 1, $m_c = 0,3$ г, $V = 50,0$ см³, $\lambda = 620$ нм, $\tau_{\text{перемішування}} = 20$ мин, $\ell = 0,1$ см, контрольна проба – АВ).

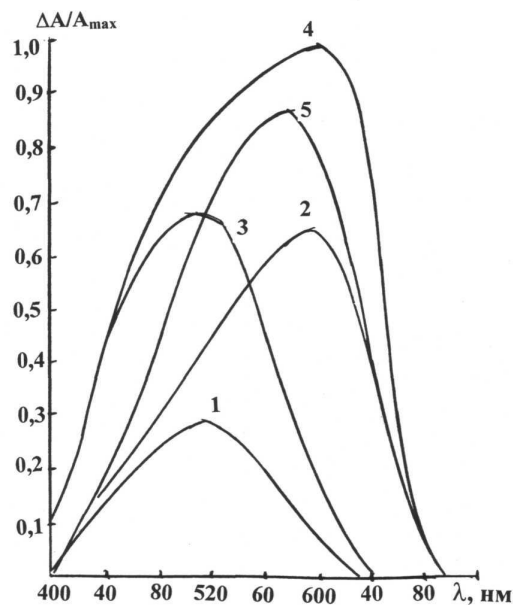


Рис. 3 – Спектри світлопоглинання ХАЗ-АВ (1,3), Fe-ХАЗ-АВ (2,4) і Fe-ХАЗ (5) (1, 3 - рН 6, 2 – рН 7, $m_c = 0,3$ г, $V = 50,0$ см³, $\tau_{\text{перемішування}} = 20$ хв, $\tau_{\text{встановлення рівноваги}} = 12$ год., $\ell = 0,1$ см, контрольна проба – АВ; 4 – рН – 7, $m_c = 0,3$ г, $V = 50,0$ см³, $\tau_{\text{перемішування}} = 20$ хв., УЗ – 2 сек, $\ell = 0,1$ см, контрольна проба – АВ; 5 – рН 6,5, $C_{\text{Fe}} = 2 \cdot 10^{-5}$ М, $C_{\text{ХАЗ}} = 4 \cdot 10^{-5}$ М, $\ell = 1$ см, контрольна проба – Н₂О)