

СОРБЦИОННО-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СВИНЦА

Яхшиева З.З.
Джиззакский государственный педагогический институт,
Сманова З.А.
Национальный университет Узбекистана,
Бакахонов А.А.
Джиззакский государственный педагогический институт,
Калонов Р.М.
Джиззакский государственный педагогический институт,

Аннотация. Показана возможность использования арсеназо III, иммобилизованного на полиакрилонитрильном волокне, модифицированном гексаметилендиамином, в качестве реагента для определения ионов свинца. Найдены оптимальные условия иммобилизации и комплексообразования. Разработана методика сорбционно-фотометрического определения свинца в природных водах ($Sr < 0,03$). Продолжительность анализа 10-15 минут.

Ключевые слова: свинец, адсорбент, иммобилизация, сорбционная-фотометрия.

КУРГОШИННИ СОРБЦИОН-СПЕКТРОМЕТРИК АНИҚЛАШ

Аннотация. Кургошин ионини аниқлаш учун гексаметилендиамин билан модификацияланган полиакрилонитрил толасига иммобилланган арсеназо III реагентини имкониятлари ўрганилди. Иммобилланишни ва комплекс ҳосил қилишни оптимал шароитлари танланди. Табиий ва оқава сувлар таркибида кургошин ионини сорбцион-спектрометрик аниқлаш усули ишлаб чиқилди ($Sr < 0,03$). Анализ бажариши вақти 10-15 минут.

Tayanch so'zlar: qo'rg'oshin, adsorbent, immobilizatsiya, sorbsion-fotometriya.

SORPTION-PHOTOMETRICAL DETERMINATION OF LEAD

Annotation. The possibility of using arsenazo immobilized on the polyacrylic fiber modified by hexamethylenediamine as reagent for lead ions determination was shown. Optimal conditions of immobilization and complexformation were determined. The method for sorption-spectrometrical determination of Pb(II) in natural waters with $Sr < 0,03$ was proposed. The duration of analysis at using of new method is 10-15 min.

Key words: lead, adsorbent, immobilization, sorption-photometry.

В последние годы интенсивно развиваются методы определения элементов с органическими реагентами на твердой фазе. По сравнению с фотометрией в растворах сорбционно-спектроскопические методы отличаются большей чувствительностью и избирательностью [1,2].

Свинец принадлежит к наиболее токсичным и тяжелым элементам. ПДК его, например, в пищевых продуктах колеблется от 0,3 до 10,0 мг/кг [3]. В связи с этим необходим постоянный контроль за содержанием свинца в различных объектах окружающей среды, а разработка надежных, простых, экономичных и чувствительных методов определения актуальная задача сегодняшнего дня.

В данной работе показано преимущество сорбционно-спектрометрического определения свинца с использованием иммобилизованного на полимерный носитель органического реагента арсеназо III (АрсIII) по сравнению с фотометрическим методом [4-6].

Целью работы является иммобилизация арсеназо III на волокнистый сорбент и их использование при разработке новой экспрессной сорбционно-фотометрической методики определения свинца в различных объектах окружающей среды с использованием иммобилизованного арсеназо III.

Экспериментальная часть

Растворы, реагенты, сорбенты. Раствор соли свинца (0,1 М) готовили растворением точной навески нитрата свинца в 1 М растворе HNO_3 , стандартизовали комплексометрическим титрованием [7]. Рабочие 10^{-3} М растворы получали разбавлением исходного 1 М HNO_3 . Раствор арсеназо III с концентрацией $1 \cdot 10^{-3}$ М готовили растворением 0,0388 г препарата в 100 мл дистиллированной воды. При этом растворы меньших концентраций готовили разбавлением исходных

В качестве твердой фазы опробованы различные волокнистые материалы (полиакрилонитрильного типа), содержащие в своем составе различные функциональные группы.

Сорбент использовали в форме дисков диаметром 20 мм во влажном состоянии, для чего диски выдерживали в 0,1 н растворе соляной кислоты, промывали дистиллированной водой и затем хранили в чашках Петри. Сорбцию арсеназо III анионообменником и свинца иммобилизованным сорбентом изучали в статических условиях, используя навески массой 30 мг. Содержание реагента в сорбенте определяли спектрофотометрически по изменению оптической плотности исходного раствора при 540 нм.

Аппаратура. Спектры диффузного отражения измеряли на спектроколориметре «Пульсар» (ОКБА «Химавтоматика», Чирчик). За аналитический сигнал принимали разность коэффициентов диффузного отражения (ΔR), измеренных при 610 нм, дисков после сорбции элемента из контрольного и анализируемого растворов и реакции с реагентом на твердой фазе. Кислотность среды контролировали на иономере И-130.

Методика работы. Изучение проводили в статическом и динамическом режимах. В статическом режиме в колбы на 50,0 мл вводили

10,0 мл раствора реагента опускали туда диск носителя перемешивали в течение 5-8 минут. Придерживая носитель стеклянной палочкой, сливали реагенты, промывали иммобилизованный носитель дистиллированной водой и опускали его в анализируемый раствор. В динамическом режиме через иммобилизованный диск пропускали анализируемый раствор со скоростью 10 мл/мин.

Степень удерживания Арс III (R%) на носителе рассчитывали по формуле: $R=100 \cdot A/A_0$, где A-оптическая плотность реагента после иммобилизации, A_0 –оптическая плотность до иммобилизации.

Обсуждение результатов

Реагент Арсеназо III (Арс III) представитель класса арсеназо, характеризующийся высокой чувствительностью реакции с ионами редкоземельных металлов. Определению свинца сильно мешают железо, алюминий, висмут, медь и другие металлы, мешающее влияние которых устраняют введением маскирующих веществ и варьированием кислотности среды.

В качестве носителя для иммобилизации арсеназо III опробованы волокнистые материалы, модифицированные различными анионообменными группами. Наибольший аналитический эффект достигнут при сорбции на волокнистом носителе, модифицированном гексаметилендиамином с последующим комплексообразованием на твердой фазе и установлено, что на этом типе носителя арсеназо III достаточно прочно удерживается и поэтому для дальнейших исследований выбрана система СМА-1: Арс III (ИМ Арс III).

Влияние концентрации Арс III и времени иммобилизации изучено в диапазоне $1 \cdot 10^{-6} - 1 \cdot 10^{-3}$ М раствора арсеназо III и 3-30 минут соответственно. (табл 1).

Таблица 1

Спектрофотометрические характеристики арсеназо III, закрепленного на сорбенте СМА -1

$\lambda_R, \text{нм}$	$\lambda_{\text{MeR}}, \text{нм}$	pH	Время, мин	Концентрация реагента на носителе, М
540	670	6-7	7	$5.0 \cdot 10^{-5}$

Изучены оптимальные условия комплексообразования свинца с иммобилизованным реагентом. Реакция свинца с Арс III на твердом сорбенте более контрастна, чем в растворе ($\Delta\lambda=130$ нм). Свинец сорбируется иммобилизованным арсеназо III в интервале pH 3-5 в течение 10 мин из 100 мл раствора. Закон Бугера-Ламберта-Бера соблюдается в интервале концентраций свинца $(0,01-5,0) \cdot 10^{-5}$ М

Установлено, что Ni(II), Co(II), Cd(II) и Cu(II) до концентраций 100 мг/л не мешают определению свинца. Мешающее влияние 50 мг/л Fe(III), Sn(II), Al(III) устраняют введением в исследуемый раствор 0,1 М раствора лимонной кислоты.

Разработана методика определения свинца в природных водах. Правильность разработанной методики проверяли методом «введено-найденно» (табл.2).

Таблица 2

Результаты определения свинца(II) в водах (n=3, P=0,95)

№ пробы	Введено свинца, мкг/л	Найдено свинца, мкг/л	S	Sr
1	0,2	0,27±0,01	0,07	0,026
2	0,4	0,48±0,08	0,11	0,023
3	0,6	0,69±0,06	0,06	0,009

Продолжительность анализа 10-15 минут. Относительное стандартное отклонение не превышает 0,3.

Определение свинца с использованием иммобилизованного Арс III на волокнистых материалах даёт возможность избирательно определять элемент без элюирования, что повышает экспрессность анализа и позволяет снизить предел обнаружения на порядок.

Использованная литература

1. Починок Т.Б, Сынкova Т.В, ШеховцеваТ.М. Темердашев З.А. Каталитическое тест- определение меди на твердом носителе. Журн. аналит. химии. 2007. т.62. № 2. С.204-207.
2. Дедкова В.П, Швоева О.П, Саввин С.Б. Журн. аналит. химии 2004 № 7. т.59. С.704-708.
3. Умланд Ф., Янсен А., Тириг Д., Вюнш Г. Комплексные соединения в аналитической химии. Мир. 1975. С 468.
4. Саввин С.Б. Органические реагенты группы Арсеназо М.:Атомиздат,1971. 352 с.
5. Швоева О.П, Кучава Г.П., Саввин С.Б. Журн. аналит. химии. 1987. № 8. т.42. С.1457-1462.
6. Брыкина Г.Д., Лебедева Г.Г., Агапова Г.Ф. Журн. аналит. химии. 1990. № 9. т.45. С.1838-1842.
7. Коростелев П.П Приготовление растворов для химико-аналитических работ. 1962. С.213-214.
8. Лурье Ю.Ю.. Справочник по аналитической химии.-М.:Химия.1979 С.230
9. Коренман Я.И. Практикум по аналитической химии. Электрoхимичес-кие методы анализа. - М.: Колос. 2005.С. 232.

10. Яхшиева З.З., Бакахонов А.А., Калонов Р.М. Амперометрическое титрование ионов W (VI), Sn (IV) и Sb (V) в неводных и смешанных средах // *Universum: Химия и биология*. Москва. 2020. №4. С.-33-37.
11. Yaxshiyeva Z.Z., Bakaxonov A.A., Kalonov R.M. Hybrid Extrction-Amperometric Determination Of W(VI) and Sb(III) // *Journal of critical reviews* ISSN-2394-5125 VOL7, Issue 13, 2020
12. А.М.Геворгян, З.З.Яхшиева, Л.К.Жураева, Г.У.Рахимбердиева. Определение числа электронов, отдаваемых при электроокислении одной молекулы тиомочевины. // Республиканская научно-практическая конференция с международным участием «Зеленая химия» - в интересах устойчивого развития. Самарканд. -2012.
13. Yakhshieva Z The conditions for amperometric titration of the Ag (I) ion with sulfur-containing reagents. // *Universia Chemistry and Biology. Electronic scientific journal*. - 2016. №4 (22).
14. Yakhshieva Z. Amperometric determination of some metals sulfur-containing organic reagents in non-aqueous, and mixed aqueous media. // *Austrian Journal of Technical and Natural Science. Austria*. -2015. -№ 5-6. -P. 151-154.
15. Геворгян А.М., Яхшиева З.З. Использование тиоацетамида в его различных таутомерных формах при комплексообразовании с Pt (IV), Pd (II) и Au (III). // *Хим. и химич. технология*. - Ташкент. - 2012. №1. - С. 48-49.
16. Yaxshiyeva Z.Z Bakaxonov A Muyassarova K.I Amperometric determination of tungsten and antimony with a solution of naphthol derivatives *Epra International Journal of Research Development* 5-5 son May 2020 (B-478-480)
17. Yaxshiyeva Z.Z, Kalonov R.M., Muyassarova K. Электрохимические методы определения олова (II) в олова (IV) “SCIENCE AND EDUCATION” SCIENTIFIC JOURNAL VOLUME #1 ISSUE #1 ISSN 2181-0842 april-2020 B-111-117
18. Яхшиева З.З., Калонов Р.М. Амперометрическое титрование Bi (III) растворам диэтилтиокарбомата в смешанной среде. // *Ilmiy axborotnoma Samarqand-2020 №1 (119)*. B-36-41.
19. Yaxshiyeva Z.Z., Kalonov R.M., Muyassarova K.I. Xudoyberdiyeva U.E Aspects of applicability of diethyldithiocarbamate salts in antimony titration // *Austrian jurnal of technical and natural Sciences* 2020 3-4 son (B-55-58)
20. Yaxshiyeva Z.Z., Kalonov R.M., Abdurahmonov B. Application Of Oxyuazo Compounds In The Definition Of The Ion Bi (V) // *Evropen Journal Of Molecular * Clinical medicine* 2020
21. Яхшиева З.З., Бакахонов А.А., Калонов Р.М. Диазосоединения как реагенты для отделения и определения молибдена и висмута // *International Journal of Research* 2020.May № 7. С.24-27.

- 22.Smanova Z., Yahshiyeva Z., Juraev I., Mirzahmedov R. Using azoreagenta in determining the platinum ions / European research: Innovation in science, education and technology XIX international scientific and practical conference. London. № 8 (19). 2016. P.26.
- 23.Ахмаджонова Ё.Т., Яхшиева З.З.Воздействия тяжелых токсичных металлов на качество вод// Science and Edication №7 2020. P. 8-11.
- 24.Akhmadjonova, U. T., Akhmadjonova, Y. T., & Yakhshieva, Z. Z. (2021). Technogenic Transformations of the Aidar-Arnasay Lake System and their Geological Consequences. Annals of the Romanian Society for Cell Biology, 2912-2916.
- 25.Яхшиева М.Ш., Яхшиева З.З., Давронова Ф.Экологический мониторинг загрязнения. // Молодой ученый. Россия. №6 (86). Часть III. 2015. С.336-338.