ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАДМИЯ В ПРИРОДНЫХ ВОДАХ

Н.Х.Кутлимуротова, Х.Т.Джамалов, М.Ж.Жалилов, З.А.Сманова

Қаттиқ фазали сорбцион-спектрофотометрик усулни ишлаб чиқиш учун иммобилланган 1-(2-пиридилазо)-2-оксинафталин-3,6-дисульфокислый натрий билан кадмийнинг комплекс ҳосил бўлиши ўрганилди.Иммобилланиш ва комплекс ҳосил бўлишининг оптимал шароитлари топилди.

***Калит сўзлар**:* иммобилизация, *комплекс ҳосил бўлиши, сорбцион-спектрофотометрик, кадмий.*

Изучено комплексообразование ионов кадмия с иммобилизованным 1-(2-пиридилазо)-2-оксинафталин-3,6-дисульфокислым натрием для разработки методики твердофазного спектрофотометрического определения кадмия в природной воде. Найдены оптимальные условия иммобилизации и комплексообразования.

Ключевые слова: иммобилизация, комплексообразование, сорбционно-спектроскопический, кадмий.

The article describes the complex-formation of cadmium ions will immobilized 1-(2-pyridilazo)-2-oxynaphtaline-3,6-disylphoacid natrium has been investigated for elaboration of method of solid-phase spectrophotometrical determination of ions Cd^{+2} in natural waters. Optimal conditions of immobilization and complex-formation of ions Cd^{+2} have been determined.

Kew words: immobilization, complex-formation, sorbtionno – spektroskopy, cadmium.

В период научно-технического прогресса скорость антропогенного обмена необычайно возросла и в глобальном масштабе стало ощутимым напряжение в этой системе. Развитие науки и техники, а также внедрение новых техногенных процессов производства приводит к антропогенному воздействию производственной деятельности человека на окружающую среду. Уже сегодня масштабы этого воздействия сопоставимы с глобальными масштабами ряда естественных процессов. В биосферу вносятся многие чуждые ей вещества, радиоактивные элементы, ядохимикаты, синтетические моющие средства и др., которые практически не разлагаются, но способны накапливаться в живых организмах и т.д. Много загрязнений токсичными металлами вносится в воды со стоками. Тяжелые металлы присутствуют в виде коллоидных частичек в смеси с органическими и неорганическими веществами.

Разработка чувствительных, надежных, простых и экономических методов определения тяжелых и токсичных металлов является актуальной задачей современной аналитической химии. Одним из существующих методов, удовлетворяющих этим требованиям, является спектрофотометрия с применением иммобилизованных органических реагентов (ОР). Применение этих реагентов позволяет снизить нижние границы определяемых концентраций элементов, улучшить метрологические характеристики методик.

Н.Х.Кутлимуротова *– ЎзМУ умумий, ноорганик ва аналитик кимё кафедраси катта ўқитувчиси, кимё фанлари номзоди;*
З.А.Сманова *– шу кафедра доценти, кимё фанлари номзоди;*
Х.Т.Джамалов *– шу кафедра мустақил тадқиқотчиси;*
М.Ж.Жалилов *– UzDongJu Peint со қўшма корхонаси муҳандиси.*

В настоящее время широко используют волокнистые материалы в качестве матрицы для иммобилизации О.Р. В отличие от других сорбентов полимерные волокна имеют высокоразвитую удельную поверхность, способность к регенерации, улучшенные кинетические характеристики [1].

Цель работы - изучение комплексообразования кадмия с иммобилизованным 1-(2-пиридилазо)-2-оксинафталин-3,6-дисульфокислым натрием (ПАР-соль) для разработки методики твердофазного спектрофотометрического определения кадмия в природной воде.

Кислотность и основность растворов регулировали ацетатно-аммиачными буферными растворами, pH растворов измеряли на иономере И-130 и pH метр pH/ mV/ TEMP Meter P25 Eco Met Корейского производства. Спектры поглощения измеряли на спектрофотометре СФ-46, КФК-2, а спектр отражения на двухлучевом регистрирующем спектрофотометре UV–ViS SPECORD M-40. Инфракрасные спектры (ИК) реагентов, носителей и иммобилизованных ОР регистрировали на спектрометре «Avatar sustem 360 FT-IR» (США).

Аналитическим сигналом служило изменение коэффициента диффузного отражения дисков ИМ-ПАР-соли при 600 нм (табл.1).

Таблица 1

Спектрофотометрические характеристики ИМПАР-соли

I_R, нм	I_{MeR}, нм	Me:R	pH	Время иммобилизации, мин.	Концентрация реагента на носителе, М
460	600	1:1	2,5-3,5	8	$2{,}0\times10^{-4}$

В качестве носителя для иммобилизации ПАР-соли опробованы различные полимерные носители на основе полиакрилонитрила СМА-1, модифицированного гексаметилендиамином. Степень превращения оценивали определением СОЕ образцов по HCl, СОЕ для СМА-1 достигает 3,5-5,5 мг-экв/г.

В ИК-спектрах исследованных органических реагентов имеется ряд характерных полос, соответствующих их ФАГ. В спектрах ПАР-соли проявляются полосы в областях 3200-3500 $см^{-1}$, 1500-1630 $см^{-1}$, 1200-1300$см^{-1}$ и 800-1030 $см^{-1}$, относящихся к валентным и деформационным колебаниям -OH, =NH, -N=N- и $-SO_3H$ [2].

Сравнение спектров иммобилизованного реагента и исходного органического реагента показало, что функционально-аналитические группы ответственные за комлексообразование в иммобилизованном и нативном реагенте аналогичны, что указывает на то, что структура реагента сохраняется и в иммобилизованном состоянии. При иммобилизации же органических реагентов на поверхности сорбентов в их ИК-спектрах происходит значительное изменение в соответствии с составом и структурой нанесенных веществ. В спектре иммобилизованной системы СМА-1-ПАР-соли наблюдаются смещения полос в области 3448, 2855, 1648, 1138 $см^{-1}$, соответствующих $-NH_2$,–OH, -COOH и $-SO_3H$ группам. Очевидно, что сульфогруппы реагента вступают в реакцию с ионизированной аминогруппой сорбента по схеме [3-4]:

$$\sim P\text{-}NH_3^+Cl^- + NaO_3S\text{-}R \rightarrow \sim P\text{-}NH_3^+ \ ^-O_3S\text{-}R + NaCl;$$

где P- полимерный фрагмент, $R\text{-}SO_3Na$- исследуемый реагент.

Полосы поглощения в области 2928 $см^{-1}$ свидетельствуют об образовании межмолекулярных водородных связей. При комплексообразовании кадмия с ИМПАР смещение полос поглощения также происходит в области 1580-1600, 3200 и 1226 $см^{-1}$ ($\Delta н$=14-30$см^{-1}$) и появляется новая полоса поглощения в области 500-600$см^{-1}$, характерная для связи –O-Me, но отсутствующая в ИК-спектре реагента, отнесённая к колебаниям, ответственным за валентные колебания связи -O-Cd.

Спектры поглощения комплексов кадмия с иммобилизованным реагентом на волокнистом сорбенте соответствуют их спектрам в растворе. Максимумы поглощения комплексов, образующихся в полиакрило-нитрильной матрице и в растворе практически совпадают и приведены в табл.2.

Таблица 2

Оптимальные условия комплексообразования и аналитические характеристики кадмия (n=5, P=0,95)

Характеристики	На носителе	В водной среде
$л_{мах}$, нм	620	540
pH	2,5-3,5	3,0-4,0
E, л/(моль·см)	$4{,}8\cdot10^4$	$4{,}4\cdot10^4$

На основе полученных нами данных разработаны методики определения кадмия с помощью иммобилизованных ОР в различных природных водах.

Таблица 3

Результаты проверки методики определения кадмия ИМПАР на реальных образцах вод (n=5, P=0,95)

Образцы воды	Введено кадмия, мг/л	Найдено кадмия, мг/л	Sr	Найдено кадмия, мг/л *
Речная	10,0	9,82	0,025	9,92
Сточная	10,0	10,01	0,028	9,89
Природная	10,0	10,40	0,036	10,10

*-атомно-абсорбционным методом.

Высокая избирательность, простота и скорость концентрирования в сочетании с инструментальными методами определения без десорбции металлов прямо на поверхности твердого волокнистого сорбента обуславливают экспрессность анализов и возможность их использования в практике химического анализа.

Литература:

1.Климакова Я.И., Шпенель И., Беляев И.В., Селективные методы синтеза орто – нитро и нитрозофенолов.- М., 1990.

2. Казицина Л.А., Куплетская Н.Б. Применение УФ-, ИК-, ЯМР-спектроскопии в органической химии.- М.: Высш.шк., 1971.

3. Мусаев У.Н., Мухамедиев М.Г., Икрамова М.Э. Синтез модифицированных сорбентов на основе полиакрилонитрильных волокон. // Научный вестник НамГУ.-2001.-№2.-С.117-119.

4. Гафурова Д.А. Химические превращения полиакрилонитрильных волокон с азотсодержащими основаниями. Автореф. дисс... канд.хим.наук.- Т., 2002.

2015 йил 3 мартда қабул қилинган
(Тақризчи: проф. И.Абдуғафуров)