

## Исследование микроэкстракционного концентрирования ионов металлов из воды

Довгий Дарья Александровна

11 класс, МБОУ СШ № 97 Нижнего Новгорода, Научное объединение «Школа юного исследователя» АНО ДО «Академ клуб», ИПФ РАН

Научный руководитель П.В. Мосягин,  
доцент ННГУ им. Н.И. Лобачевского, кандидат химических наук

*В данной работе представлено исследование возможности микроэкстракционного концентрирования ионов  $Al^{3+}$ ,  $Pb^{2+}$ ,  $Ni^{2+}$ ,  $Cu^{2+}$  из воды для последующего их определения с помощью классического химического анализа. Были подобраны оптимальный хелатирующий агент и экстрагент для проведения микроэкстракции. Использование разработанной методики позволило значительно понизить предел обнаружения по сравнению с прямым определением аналитов, а также проанализировать реальные образцы водных объектов.*

Миниатюризация методов концентрирования является современной тенденцией развития аналитической химии. Разработка эффективных методов концентрирования для последующего определения ионов металлов в составе воды – одно из наиболее перспективных направлений данной тенденции [2]. В последние несколько лет особый интерес вызывают новые методы концентрирования, в частности, метод жидкофазной микроэкстракции, который отличается рядом преимуществ в сравнении с аналогами [3]. Основное его отличие от традиционной жидкостной экстракции заключается в понижении предела обнаружения, сокращении времени анализа и в высокой степени экологичности, которая обусловлена минимизацией использования дорогостоящих и не всегда экологически безопасных растворителей. Жидкофазную микроэкстракцию применяют для анализа биологических проб, пищевых продуктов, высокочистых веществ, лекарственных препаратов, в криминальном анализе, токсикологии, и т.д. [2]. Тем не менее, возможности метода жидкофазной микроэкстракции и влияние различных факторов на применимость метода в отдельных случаях в настоящее время изучены не в полной мере [1].

Целью представленной работы является разработка методики концентрирования ионов металлов с помощью микроэкстракции.

Актуальность изучаемого метода обусловлена существенным понижением предела обнаружения определяемых катионов металлов и минимизацией объема используемого в ходе анализа экстрагента, что в значительной степени повышает селективность и экологичность исследуемого метода в сравнении с традиционной жидкофазной экстракцией.

Перед изучением механизма жидкофазного микроэкстракционного концентрирования ионов металлов была предпринята предварительная оценка эффективности классической жидкостной экстракции путем проведения экспериментальной экстракции с последующим проведением качественных реакций на определяемые ионы металлов.

В виалы объемом 5 мл шприцем дозировали 1 мл модельного раствора соли соответствующего определяемого металла с добавлением 1 мл хелатирующего агента. Далее добавляли 2 мл экстрагента. После чего виалу закупоривали и производили встряхивание содержимого в течение 10 минут для достижения перехода хелатного комплекса в объем экстрагента. Затем виалы помещались в центрифугирующую установку для достижения лучшего визуального эффекта разделения органической и водной фаз после процесса экстракции. Впоследствии экстракт извлекался шприцем и дозировался в виалу, которую затем помещали в термостат при  $t=100^{\circ}C$ . Происходило выпаривание экстракта, сопровождающееся удалением органической фазы из его состава. Необходимо это для дальнейшего проведения анализа в водной фазе, так как качественные реакции на определяемые катионы металлов проходят именно в водной фазе. После выпаривания экстракта были проведены качественные реакции с сухим остатком на обнаружение определяемых катионов металлов.

В ходе эксперимента капельной микроэкстракции в виалы объемом 5 мл шприцем дозировали 1 мл модельного раствора соли соответствующего анализируемого металла с добавлением 1 мл хелатирующего агента. Затем полученный раствор насыщали каплей растворителя. Впоследствии в микрошприц отбирался определенный объем экстрагента, после чего кончик иглы микрошприца осторожно помещался в толщу исследуемого раствора. Микрошприц предварительно закрепляли в штативе. Затем при помощи поршня аккуратно выдавливали в раствор экстрагент. Процесс сопровождался образованием капли объемом 1 мкл на конце иглы. В течение 15 минут в объем капли концентрировался хелатный комплекс,

включающий в свой состав конкретный определяемый катион металла. Данное время для проведения микроэкстракции было выбрано оптимальным [3]. После накопления хелатного комплекса каплю затягивали в микрошприц, который впоследствии извлекался из штатива. Извлеченная капля экстракта дозировалась в микровialу, которая затем помещалась в термостат. После выпаривания экстракта проводился качественный анализ сухого остатка.

В ходе эксперимента диспергирования под действием ультразвука емкость с раствором соли металла хелатообразующего агента пробой помещают в ультразвуковую ванну, микрошприцем вводили экстрагент, для нитрата алюминия добавили 250 мкл экстрагента, для нитрата свинца – 450 мкл, в анализируемый раствор при одновременном воздействии ультразвуком. Затем вialы помещались в центрифугирующую установку, для разделения раствора на две фазы. Впоследствии экстракт извлекался шприцем и дозировался в вialу, которую затем помещали в термостат при  $t=100^{\circ}\text{C}$ . После выпаривания экстракта проводился качественный анализ сухого остатка.

После успешного проведения микроэкстракционного концентрирования катионов  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$  с последующим их обнаружением посредством классического химического анализа был определен прямой предел обнаружения и предел обнаружения при микроэкстракции данных катионов (Таблица 1).

Таблица 1. Прямой предел обнаружения и предел обнаружения при микроэкстракции катионов  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$

Ион	Хелатообразователь	Прямой предел обнаружения, мг/л	Предел обнаружения при микроэкстракционном концентрировании	
			Капельная микроэкстракция, мг/л	Диспергирование под действием ультразвука, мг/л
$\text{Ni}^{2+}$	Дифенилкарбазид	$3 \cdot 10^{-4}$	$3 \cdot 10^{-6}$	-
$\text{Cu}^{2+}$	2,3-дигидрокси-4,6-дитретбутилбензальдегид	$2 \cdot 10^{-4}$	$6 \cdot 10^{-6}$	-
$\text{Al}^{3+}$	2,3-дигидрокси-4,6-дитретбутилбензальдегид	$1 \cdot 10^{-3}$	$6 \cdot 10^{-5}$	$4 \cdot 10^{-4}$
$\text{Pb}^{2+}$	2,3-дигидрокси-4,6-дитретбутилбензальдегид	$8 \cdot 10^{-4}$	-	$5 \cdot 10^{-6}$

В некоторых исследованных образцах реальных водных объектов были обнаружены ионы алюминия (Таблица 2).

Таблица 2. Результаты анализа реальных водных объектов

№ образца	Водный объект	Ион		
		$\text{Ni}^{2+}$	$\text{Pb}^{2+}$	$\text{Al}^{3+}$
1	Проточная вода (гор.) со Слудинской водопроводной станции	-	-	+
2	Проточная вода (хол.) со Слудинской водопроводной станции	-	-	-
3	Образец талой воды с территории промзоны г. Дзержинска	-	-	+

Разработанная методика представляет собой альтернативный метод идентификации ионов металлов в составе воды, построенный на началах жидкофазного микроэкстракционного концентрирования катионов металлов из воды с последующим их определением с помощью классического химического анализа. На данный момент это единственная работа, в которой

возможности жидкофазной микроэкстракции были бы объединены с классическим химическим анализом.

Возможные перспективы дальнейшей работы над разработанной методикой могут быть обусловлены исследованием иного ряда хелатообразующих агентов и экстрагентов.

#### **Литература**

1. *Крылов В.А., Волкова В.В., Савельева О.А.* Микроэкстракционное концентрирование примесей из воды с ультразвуковым диспергированием экстрагента. // Аналитика и контроль. 2013. Т.17.№1. С. 63 – 71. С. 81 – 82.
2. *Крылов В.А., Крылов А.В., Мосягин П.В., Маткивская Ю.О.* Жидкофазное микроэкстракционное концентрирование // Журн. аналит. химии. 2011. Т. 66. № 4. С. 341—360.
3. *Крылов В.А., Мосягин П.В.* Аналитические возможности твердофазного и жидкофазного микроэкстракционного концентрирования примесей: Учебное пособие. – Нижний Новгород: Нижегородский госуниверситет, 2017. – 80 с.
4. *Москвин Л.Н., Родинков О.В.* Методы разделения и концентрирования в аналитической химии: Учебник. — Долгопрудный: Издательский Дом «Интеллект», 2011. – 352 с.