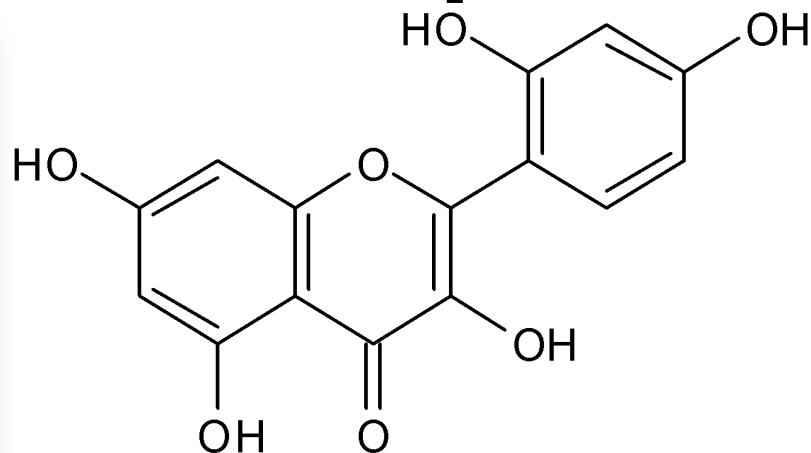
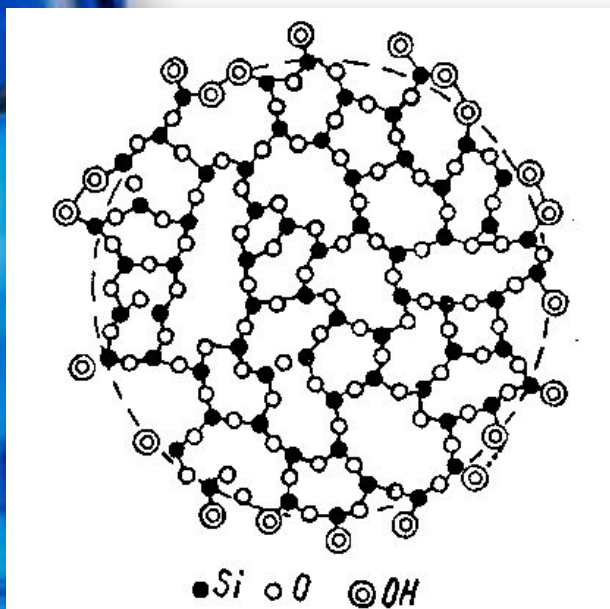


Силікагель, модифікований морином, для подальшого визначення цирконію



Виконала студентка III
курсу
кафедри аналітичної хімії
Пугач І.О.
Викладач: Зінько Л.С.

Способи іммобілізації органічних аналітичних реагентів на поверхні кремнеземних матриць

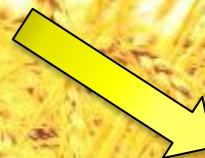
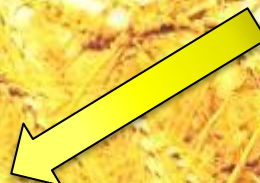
Ковалентна іммобілізація

Нековалентна іммобілізація

Адсорбційне
закріплення

Золь-гель метод

Імпрегнування



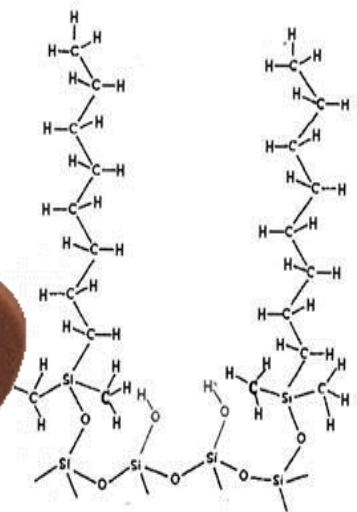
Твердофазна матриця для іммобілізації: силікагель(СГ).

Що таке силікагель?

Силікагель - висушений мінеральний гель на основі кремнієвих кислот, кремнезему. Він поглинає вологу і гази своєю поверхнею і порами по всьому об'єму. Силікагель - активний адсорбент, з питомою поверхнею до 1000 кв. м/г. Як правило, силікагель випускається у формі гранул, рідше шматочків або порошку. Розмір зерен силікагелю, в залежності від призначення, коливається від 0,01 мм до 7 мм.

Переваги СГ:

- **ненабухаючий**
- **має жорсткий каркас**
- **має розвинуту поверхню**
- **термічно і гідролітично**
- **стабільний**
стійкий до дії орг.
розчинників.





Умови концентрування: статичний

режим

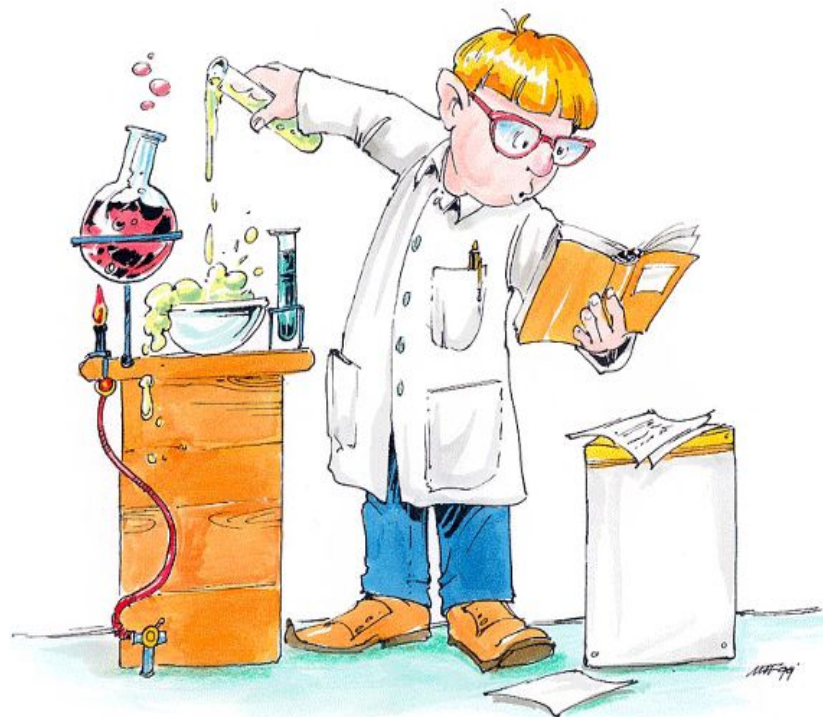
Методика

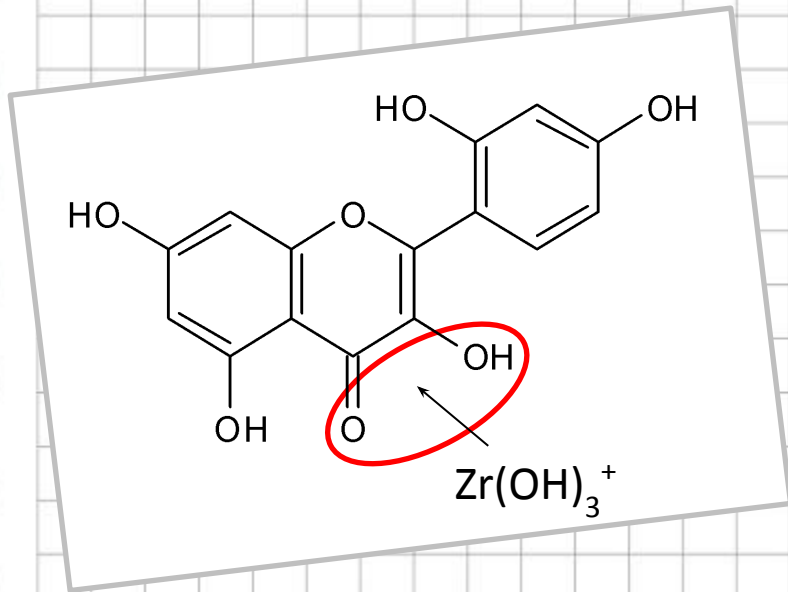
експерименту:

10-50 мл визначуваного розчину перемішували з магнітною мішалкою і 0.02-0.1г сорбенту протягом 1-60 хв. Сорбент відфільтровували і у фільтраті визначали рівноважну концентрацію морину по власному поглинанні методом базисної лінії ($\lambda_{\text{max1}} = 360\text{nm}$, $\lambda_{\text{max2}} = 420\text{nm}$), а цирконію – по реакції з хлоразуролом S.

Величину сорбції (a , моль/г) розраховували по формулі: $a = (C_0 - [c]) \cdot V / m$ де C_0 і $[c]$ – вихідна і рівноважна концентрація адсорбату в розчині; V – об'єм розчину, л; m – маса сорбенту, г.с

Для вивчення десорбції реагенту наважку модифікованого сорбенту (0,02г, $a = (1,09 - 20,00) \cdot 10^{-6}$ моль/г) перемішували протягом 10хв з 25мл. розчину HCl (0,1-5,0 M). Сорбент відділяли, а рівноважну концентрацію морину визначали як вказано вище.





M:R = 1:1/1:2

Максимальна сорбція: рН=0,8-1,2.



Сорбційно-спектрофотометричне визначення цирконію в сплаві на основі алюмінію.

- 1) Морин(бутанольний р-н/ р-н ацетон гексан=1:4) + СГ. (R-СГ2)
- 2) Досліджуваний р-н(сплав + HCl) + R-СГ2.(рівновага встановлюється ч/з 5 хв.)
- 3) Перемішування
- 4) Фільтрування/висушування
- 5) Вимірювання коефіцієнту дифузного відбивання при 440нм.
- 6) Визначення цирконію в сплаві по градувальному графіку.

Визначенню $Zr(1 \times 10^{-6} M)$ з іммобілізованим морином не заважають 1000-кратні кількості Th, Sn, Co, Ni, Cu, Fe(III), Zn(100), Al, SO_4^{2-}

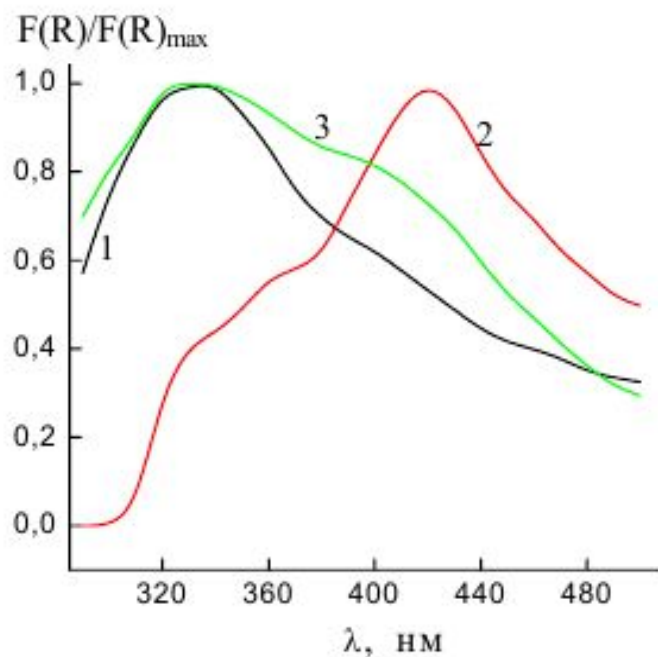
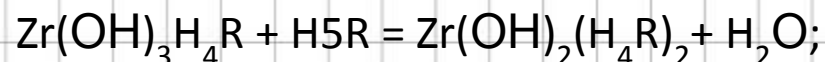
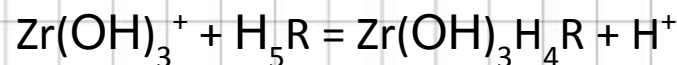


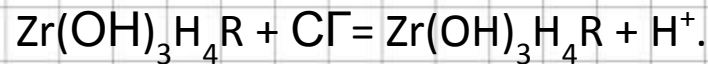
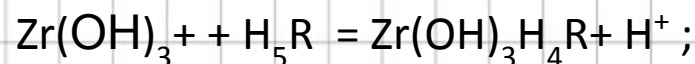
Рис.4. Нормовані спектри дифузного відбиття морин-СГ з різним вмістом морину на поверхні. а, 10^{-5} моль/г: 0.2 (1), 1.0 (2), 1.8 (3).

Схему взаємодії на межі розділу фаз можна представити таким чином:



Комплекс нижчої стехіометрії

утворюється на поверхні в результаті наступних реакцій:



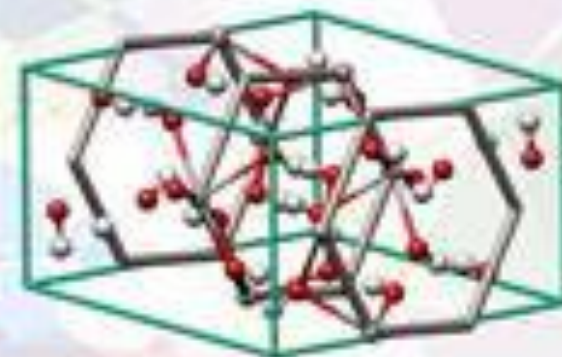
Елемент	Метод	Реагент	рН	λ , нм	t, хв	D, см ³ /г	Параметри ГГ при С в мкг/см ³			МВ, мкг/см ³
							а	В	г	
Zr(IV)	СДВ	морин-СГ	1.0	440	10	500	3.50 ± 0.05	$(1 \pm 1) \cdot 10^{-1}$	0.998	0.02



Таблиця 1. Результати сорбційно-спектрофотометричного визначення цирконія в сплавах на основі алюмінія ($n = 6$, $P = 0.95$)

Склад сплава, %	Вміст цирконія, %	Знайдено цирконія, %
Sn 2.0	1.0	0.99 ± 0.02
Fe 2.5	2.5	2.48 ± 0.07

Елемент	Метод детект.	Індикаторна система (модифікатор)/ носій	pH _{опт}	МВ, мг/дм ³	Не заважають визначенню іони (кратні кількості)	Час визн., год
Zr	СФМ	Фенілфлуорон (желатина)	0.5 М НСІ	0.3	F, PO ₄ ³⁻ , Ti, Sn, Sb, Ta, Nb; Fe(50); Cr, Co, Ni, Cu (200)	1
	СФМ	Арсенazo-I (желатина) ^a	1.6-1.8	0.1	U, Th, F, PO ₄ ³⁻ , C ₂ O ₄ ²⁻ ; Fe, Cr, Cu, Nb, PЗЭ (≥10); Be, Ni, Ti, Sn (≥20)	0.7
	СФМ	Морин	0.7 М НСІ	0.5	Fe(II, III), Cr, Ni, Co, Al (≥1)	1.5
	СФл	Морин -Sefadex G 25	5.0 М НСІ	1.0	Be, Al, Ga, In, Th, Ge, Nb, Ta, Bi (≥500); Sn (≥1); Hf, Cr ⁶⁺ (≥25)	0.5
	СДВ	Морин -СГ	0.8-1.2	0.02	Co, Ni, Cu, Fe(III), Th, Sn, Zn (≥10 ³); Al, SO ₄ ²⁻ (≥10 ³)	0.5



Висновки



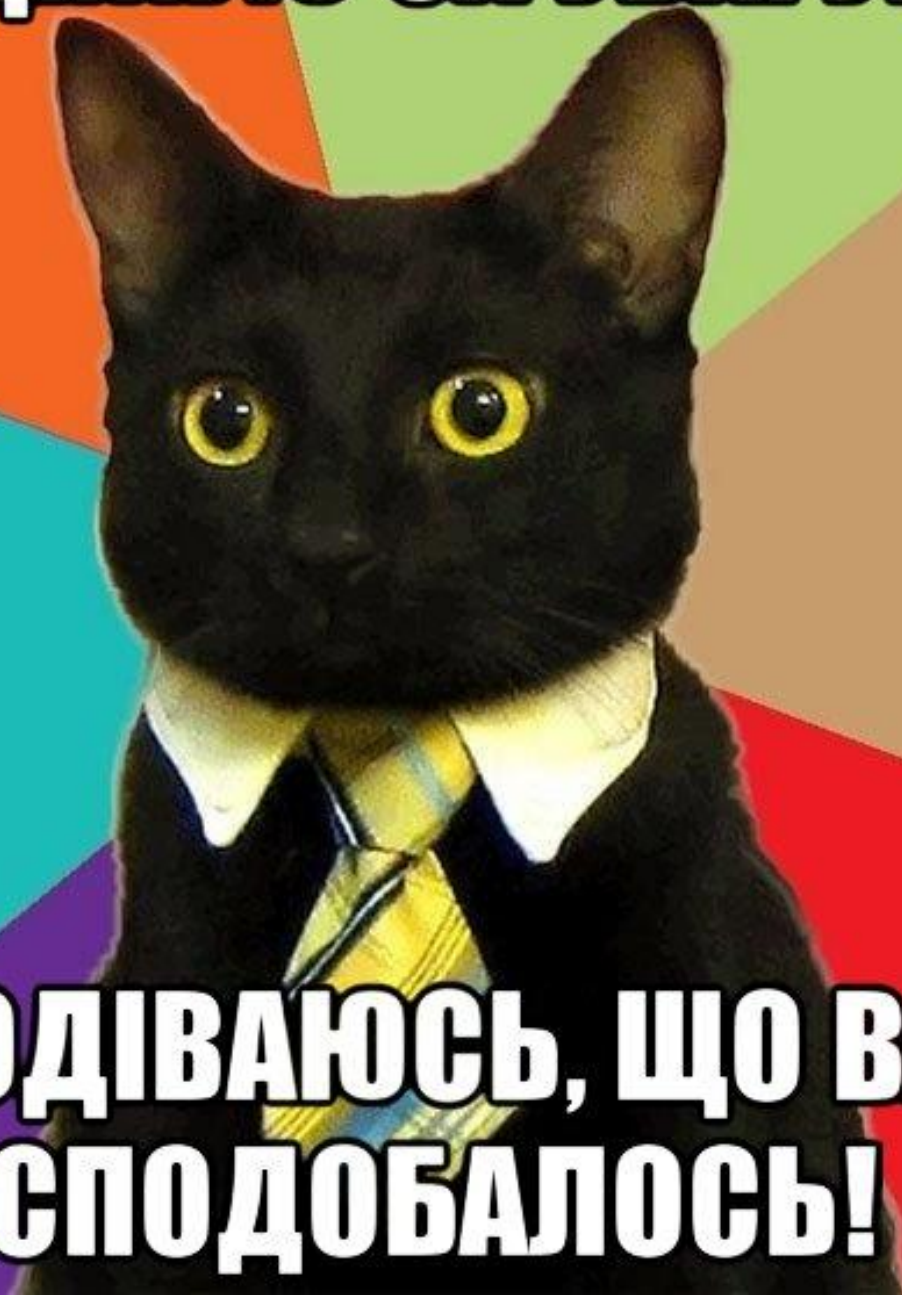
- Висока вибірковість взаємодії морин-СГ з Zr(IV) дозволяє застосувати його для аналізу сплавів на основі Алюмінію без відділення від основи.
- Підвищується чутливість та екологічна безпечність визначення.
- У порівнянні з сорбційно-флуоресцентною (СФл) методикою на основі іммобілізованого морину, розроблена СДВ методика є у 50 разів чутливішою.
- Використання морин-СГ у порівнянні з морином у розчині, дозволило в 25 разів знизити МВ та значно підвищити вибірковість, зокрема по відношенню до іонів перехідних елементів (Fe(III), Ni(II), Co(II)) та Al(III)).
- У порівнянні зі стандартною СФМ, запропонована методики в 5 разів чутливіша та більш вибіркова щодо іонів Fe(III) та Al(III).
- Розроблена методика є експресною та простою у використанні.



КІНЕЦЬ

ПРЕЗЕНТАЦІЇ

ДЯКУЮ ЗА УВАГУ!



**СПОДІВАЮСЬ, ЩО ВАМ
СПОДОБАЛОСЬ!**