

Рис. 1. Спектры диффузного отражения понсо 4R на поверхности сорбента (1) и его молекулярные спектры поглощения в водном растворе (2)

$$C_{\text{красит}} = 0,01 \text{ г/л}, m_{\text{сорб}} = 0,1 \text{ г}, \\ V_{\text{р-ра}} = 10 \text{ мл}, \text{pH} = 1,0$$

С увеличением концентрации красителя на поверхности Al_2O_3 -ПГМГ пропорционально увеличивается и интенсивность окраски сорбента. Это положено в основу разработки сорбционно-фотометрической методики определения понсо 4R с использованием Al_2O_3 -ПГМГ в варианте спектроскопии диффузного отражения. Линейность градуировочного графика сохраняется до 80 мкг понсо 4R на 0,1 г сорбента. Предел

обнаружения, рассчитанный по 3s-критерию, равен 0,7 мкг/0,1 г.

Сорбционно-фотометрическому определению понсо 4R при pH=1,0 не мешают такие пищевые добавки, как аскорбиновая, лимонная, бензойная, сорбиновая кислоты и глюкоза.

Разработанная методика апробирована при определении красителя понсо 4R в желе кондитерском со вкусом земляники. Правильность полученных результатов подтверждена методом «введено-найдено».

Список литературы

1. СанПин 2.3.2.1078-01 *Продовольственное сырье и пищевые продукты. Гигиенические требования безопасности и пищевой ценности пищевых продуктов.* – М.: Минздрав России, 2001. – 180с.
2. Бессонов В.В. // *Вопросы питания*, 2010. – Т.76. – №1. – С.59–65.
3. Рамазанова Г.Р. // *Вестн. Моск. Ун-та. Сер. 2. Химия*, 2013. – Т.54. – №4. – С.196–202.

СОРБЦИОННО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЛАНТАНОИДОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ КРЕМНЕЗЕМА, МОДИФИЦИРОВАННОГО ХРОМОТРОПОМ 2Б

Н.С. Кузьмин, О.В. Буйко, С.И. Метелица
Научный руководитель – д.х.н., профессор В.Н. Лосев

Сибирский Федеральный университет, Институт цветных металлов и материаловедения
660041 Россия, г. Красноярск, пр. Свободный 79, judpr.mot.irma@yandex.ru

Редкоземельные элементы (РЗЭ) находят широкое применение в качестве материалов для постоянных магнитов, лазеров, керамики. В последнее время возрос интерес к углеродсодержащим материалам (лигниты и продукты их переработки) как к возможным источникам получения РЗЭ. Поскольку лигниты представляют собой достаточно сложные объекты для анализа, то прямое определение лантаноидов затруднительно. В связи с чем, перспективным является создание и разработка новых комбинированных

методик определения лантаноидов, основанных на их предварительном сорбционном концентрировании и последующем масс-спектрометрическом с ИСП определении. В качестве сорбционных материалов предложено использовать кремнезем, последовательно модифицированный полигексаметиленгуанидином (ПГМГ) и хромотропом 2Б (Х2Б).

Кремнеземы являются прекрасной основой для создания сорбционных материалов, обладая рядом преимуществ, такими как: химическая

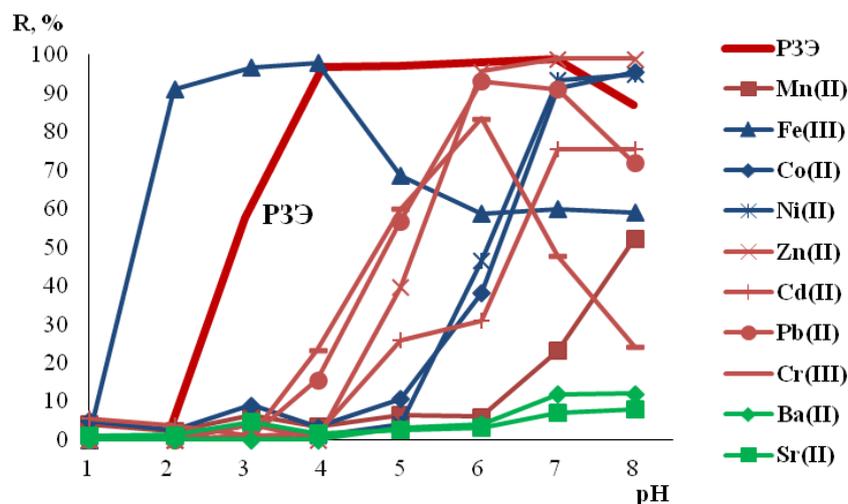


Рис. 1. Влияние pH раствора на степень извлечения ионов P3Э, цветных и щелочноземельных металлов кремнеземом, модифицированным хромотропом 2Б

$C_{Me} = 100$ мкг/л; $m_c = 0,1$ г; $V_{p-ра} = 10$ мл; $m_c = 0,1$ г; $t = 10$ мин.

и термическая устойчивость, ненабухемость в различных растворителях, возможность варьирования структурных характеристик, наличие гидроксильных групп на поверхности. Благодаря ОН-группам на поверхности кремнезема, можно закреплять различные полимеры за счет нековалентного взаимодействия. В качестве внешнего слоя использован хромотроп 2Б, поскольку данный реагент образует прочные, интенсивно окрашенные комплексы с ионами лантаноидов в растворе.

Сорбцию лантаноидов предложенным сорбентом из растворов после разложения лигнитов и золы исследовали в статическом и динамическом режимах. Время установления сорбционного равновесия для всех исследуемых ионов лантаноидов не превышает 10 мин. Максимальная степень извлечения ионов P3Э кремнеземом, модифицированным ПГМГ и хромотропом 2Б, находится при pH 4–7. Образование окрашенных комплексов ионов лантаноидов с хромотропом 2Б в растворе происходит в аналогичных условиях, что подтверждает сохранение комплексообразующих свойств реагента на поверхности модифицированного кремнезема при нековалентной иммобилизации.

Исследовали влияние ионов Mn(II), Fe(III), Co(II), Ni(II), Zn(II), Cd(II), Pb(II), Cr(III), Ba(II), Sr(II) на сорбционное концентрирование лантаноидов. Исследуемые ионы цветных металлов количественно извлекаются кремнеземом, модифицированным хромотропом 2Б

при pH > 6. Что позволяет проводить эффективное отделение лантаноидов при их сорбции при pH 4 от сопутствующих ионов цветных металлов (рис. 1). Для устранения влияния ионов Fe(III) его восстанавливали гидраксиламином до Fe(II), которое извлекается кремнеземом, модифицированным хромотропом 2Б, аналогично ионам Cu(II) и Ni(II).

Сорбционная емкость сорбента по La(III) составляет ~0,02 ммоль/г.

Оптимальная скорость пропускания раствора через колонку, заполненную кремнеземом, модифицированным хромотропом 2Б, при концентрировании в динамическом режиме составляет 2 мл/мин при pH 5.

Лантаноиды количественно десорбируются с сорбента 1–2 М растворами HCl или HNO₃ и скорости пропускания раствора элюента 1 мл/мин.

С использованием кремнезема, последовательного модифицированного ПГМГ и хромотропом 2Б, разработана комбинированная методика сорбционно-масс-спектрометрического с ИСП определения лантаноидов в лигнитах и золе после их сжигания. Правильность полученных результатов подтверждена независимым атомно-эмиссионным с ИСП методом определения.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-33-00105.