

# ТВЕРДОФАЗНО-КОЛЬОРОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ СУМИ ВАЖКИХ МЕТАЛІВ В ЗЕРНАХ РИСУ

Доповідачі: А.В. Кулатова, О.В. Матвієва

Наукові керівники: к.х.н., доц. Т.М. Щербакова, к.х.н. О.М. Рахлицька



Корпус факультету хімії та фармації

Одеський національний університет імені І.І. Мечникова  
кафедра аналітичної та токсикологічної хімії



Велика хімічна аудиторія (1898г)

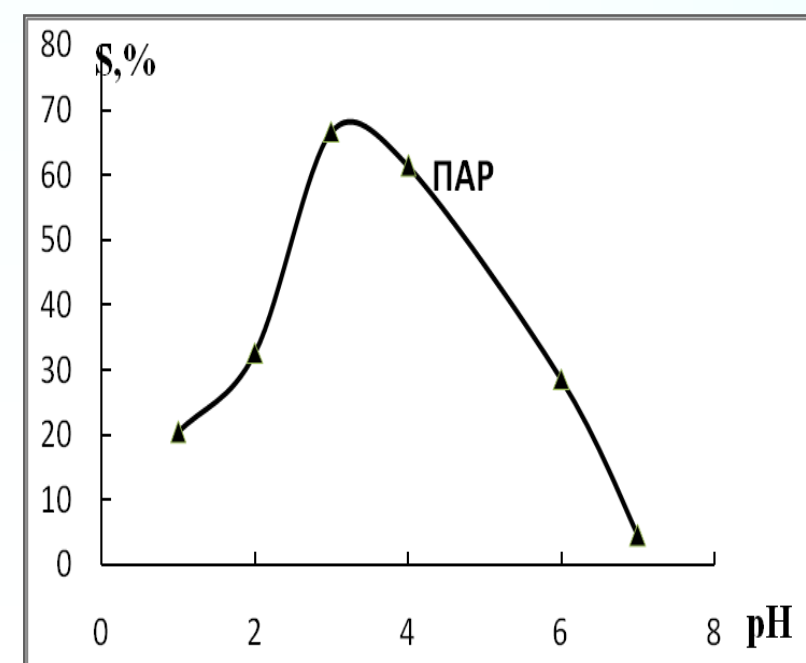
## ГДК важких металів в харчовій сировині та продуктах

Продукты	ГДК, мг/кг				
	Cd	Cu	Hg	Pb	Zn
Зерно	0,03	10,0	0,03	0,3	50,0
К р у п а	0,1	10,0	0,03	0,3	50,0
М у к а	0,1	10,0	0,02	0,2	50,0
Х л і б	0,1	5,0	0,01	0,1	-
Овочі свіжі	0,03	5,0	0,02	0,2	10,0

Тісне сусідство сільського господарства і промисловості, екологічні ризики при вирощуванні рису, пов'язані із застосуванням зрошувальних вод, токсичних добрив і засобів захисту рослин, веде до ряду екологічних проблем, однією з яких є потрапляння важких металів (ВМ) в рослинні тканини у великій кількості та забруднення навколишнього середовища. Пряме визначення мікрокількостей іонів важких металів в зернових культурах обмежено недостатньою чутливістю і селективністю інструментальних методів, а також многокомпонентним складом матриці. Необхідною стадією аналізу в таких випадках є попереднє концентрування і відділення ВМ, де сорбційні методи мають переваги перед екстракцією. Серед сорбентів найбільш активно використовують кремнеземи, модифіковані реагентами – комплексоутворювачами (8-оксихінолін, ЕДТА, 4-(2-піриділазо)резорцин (ПАР) та інші). Перспективною матрицею для отримання комплексоутворюючих сорбентів є алкіловані кремнеземи, такі як диметилхлорсилнаеросил (ДМХСА). Мета роботи полягала в розробці тест-методики твердофазно-кольорометричного визначення суми важких металів (Cu(II), Pb(II), Zn(II), Cd(II), Hg(II)) в зерні рису.

## ОБ'ЄКТИ ДОСЛІДЖЕННЯ

ВМ	pH початку осадження	pH повного осадження	Сорбент	Поверхневі групи	S <sub>уд.</sub> , м <sup>2</sup> /г	pH тнз	C <sub>ОНгрупп</sub> , ммоль/м <sup>2</sup>	pK <sub>1</sub>	pK <sub>2</sub>
Hg <sup>2+</sup>	5,4	7,1	ДМХСА	Si-OH  SiO-Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>  Cl	300	2,5 - 3,5	0,05	5,60	6,24
Zn <sup>2+</sup>	6,4	8,0							
Cd <sup>2+</sup>	8,2	9,7							
Pb <sup>2+</sup>	4,9	7,8							
Cu <sup>2+</sup>	5,0	6,5							



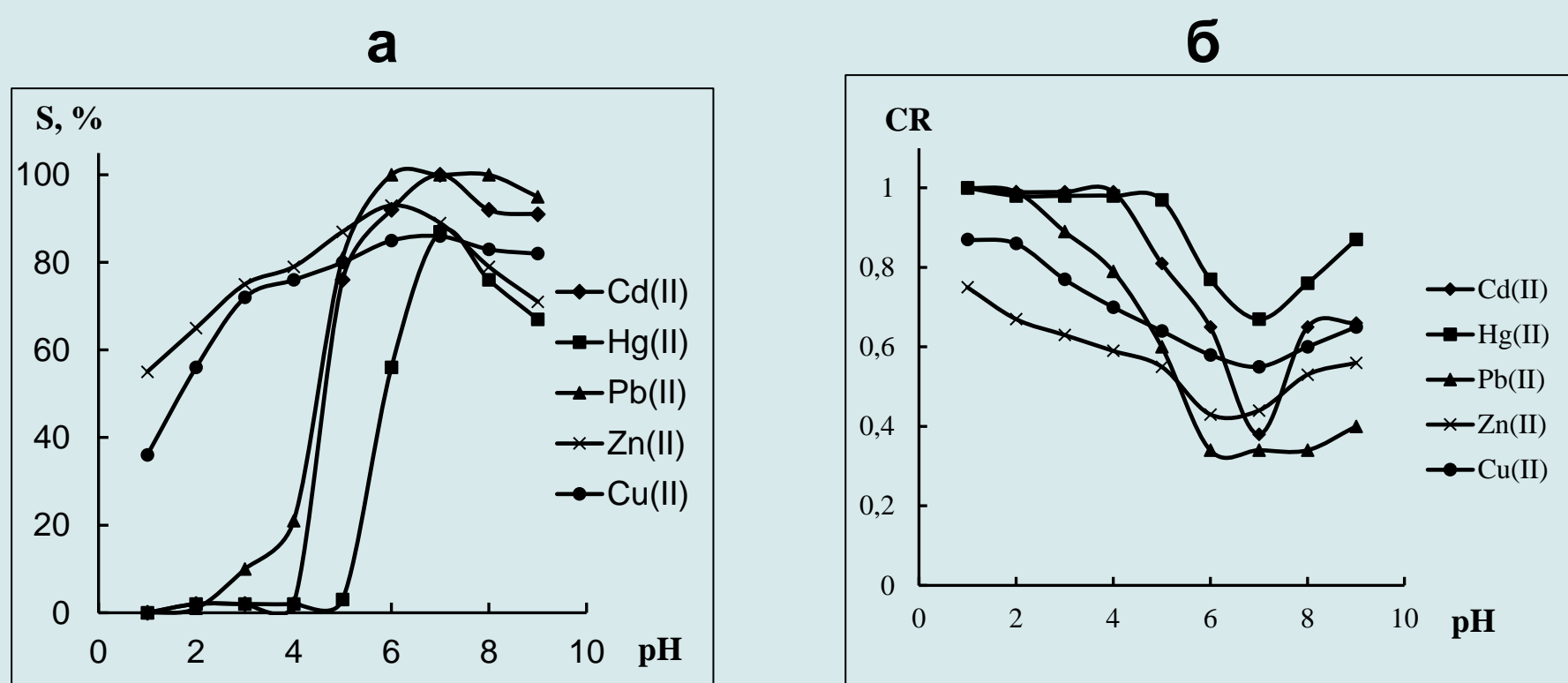
Оптимальний час встановлення сорбційної рівноваги в системі «ДМХСА – водний розчин ПАР» – 60 хв., а оптимальною для ПАР є наважка сорбенту 0,15 г, pH -4.

Сорбент з іммобілізованим на ДМХСА ПАР (ДМХСА - ПАР) містив ~ 2,4·10<sup>-4</sup> моль/г ПАР.

Залежність ступеня сорбції (S, %) ПАР на поверхні ДМХСА від pH вихідних розчинів (C = 1·10<sup>-3</sup> моль/л)

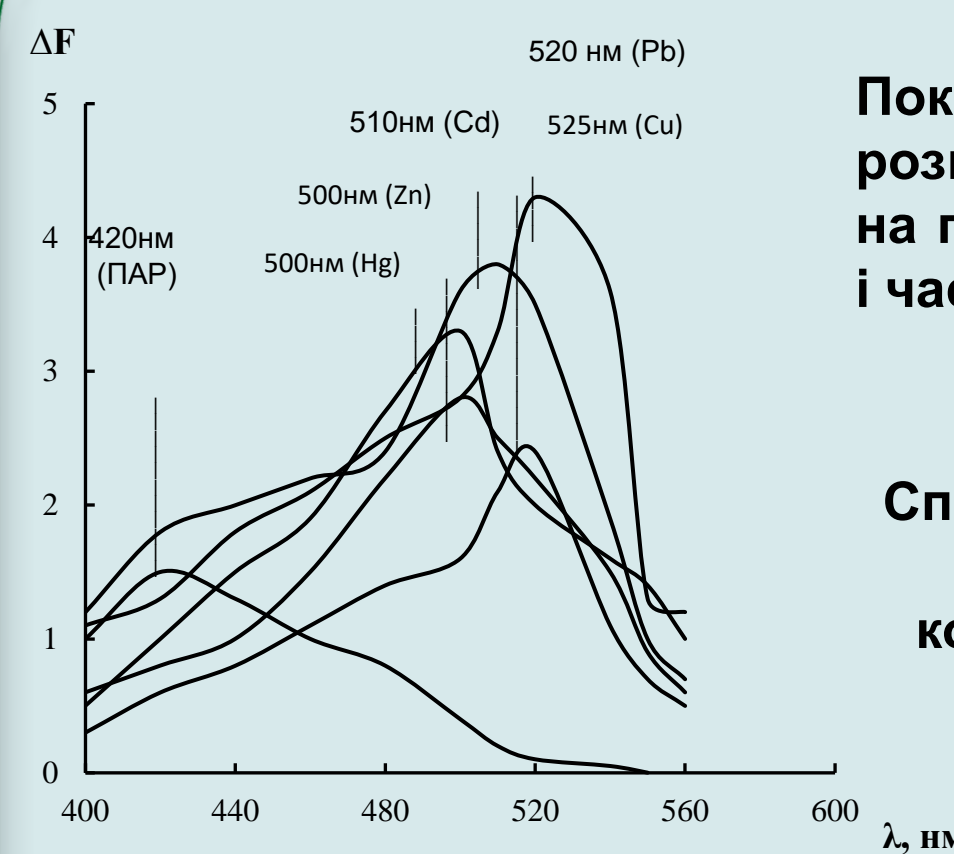
Органічний реагент	Форми існування в залежності від pH та їх характеристики			
	pH	Форма існування	pK <sub>a</sub>	λ, нм
ПАР H <sub>2</sub> R [4-(2-піриділазо)резорцин]	1	H <sub>3</sub> R <sup>+</sup>	3,1	395
	3	H <sub>2</sub> R	5,6	383
	6	HR <sup>-</sup>	11,9	415
	12	R <sup>2-</sup>		485

## Вплив кислотності на ступінь вилучення ВМ сорбентом ДМХСА- ПАР



Вплив pH (а) - на ступінь сорбції (S,%) і (б) - на величину кольорового відношення CR для сорбатів ВМ на ДМХСА-ПАР. (C<sub>Cu<sup>2+</sup></sub> = 5·10<sup>-5</sup> моль/л, C<sub>Zn<sup>2+</sup></sub> = 2,5·10<sup>-4</sup> моль/л, C<sub>Hg<sup>2+</sup></sub>, C<sub>Pb<sup>2+</sup></sub>, C<sub>Cd<sup>2+</sup></sub> = 1·10<sup>-4</sup> моль/л, V = 25 мл, ДМХСА - ПАР ~ 2,4·10<sup>-4</sup> моль/г ПАР, m<sub>c</sub> = 0,3 г.

## Оптичні характеристики комплексів ВМ з ДМХСА-ПАР



Показано, що максимальний розвиток забарвлення комплексів на поверхні досягається при pH 6-7 і часі контакту фаз 2-5 хв.

Спектр дифузного відбиття ДМХСА-ПАР та його поверхневих комплексів з Cu<sup>2+</sup>, Zn<sup>2+</sup>, Hg<sup>2+</sup>, Pb<sup>2+</sup>, Cd<sup>2+</sup>

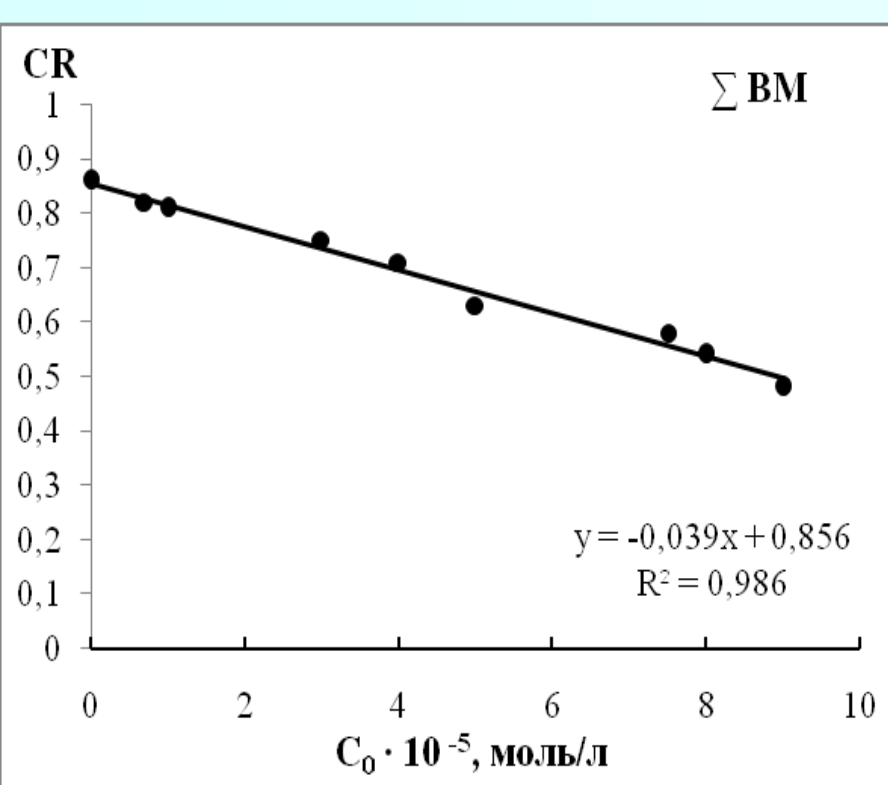
## Результати визначення складу комплексів ДМХСА-ПАР з ВМ

ВМ	Cu <sup>2+</sup>	Zn <sup>2+</sup>	Hg <sup>2+</sup>	Pb <sup>2+</sup>	Cd <sup>2+</sup>
Склад комплексу	1:2	1:1	1:2	1:1	1:2
ВМ : ДМХСА-					

## Кольорометрична шкала для візуального тест-визначення суми ВМ з ПАР в фазі ДМХСА

C <sub>0</sub> мкг/мл	Кольорне відношення CR	Стандартна шкала	Координати кольору		
			Яскравість каналу R	Яскравість каналу G	Яскравість каналу B
0	1		242	240	164
0,2	0,92		246	218	138
0,5	0,88		255	199	125
1	0,81		253	164	115
5	0,80		241	147	131
2,5	0,71		238	123	104
5,0	0,63		236	104	82
7,5	0,58		234	90	66
10	0,48		255	41	41

Показано, що кольорові характеристики комплексів ПАР-ВМ в фазі ДМХСА в координатах CR = f(C<sub>М</sub>) лінійно залежать (y = -0,039x + 0,856) від вмісту суми ВМ в інтервалі концентрацій (0,7·10<sup>-5</sup> моль/л). Розроблені методики, апробовані при аналізі суми ВМ в зразках рису. Встановлено, що сума важких металів в рисі, вирощеному в Кілійському районі Одеської області складає 9,4 ± 1,8 мг/кг і не перевищує ГДК ВМ в зернових культурах (60,36мг/кг).



Залежність величини кольорового відношення CR від концентрації суми іонів Cu<sup>2+</sup>, Zn<sup>2+</sup>, Hg<sup>2+</sup>, Pb<sup>2+</sup>, Cd<sup>2+</sup> в модельних розчинах (V=25 мл, ДМХСА - ПАР ~ 2,4·10<sup>-4</sup> моль/г ПАР, m<sub>c</sub> = 0,3 г, pH = 7).