



АТОМНО-АБСОРБЦІЙНЕ ВИЗНАЧЕННЯ ХРОМУ У КУХОННІЙ СОЛІ З ВИКОРИСТАННЯМ ЕКСТРАЦІЙНОГО ВІДДІЛЕННЯ МАТРИЦІ І ДІЇ ДВОЧАСТОТНОГО УЛЬТРАЗВУКУ

Таблиця 1

Пряме визначення Хрому у кухонній солі з використанням таких розповсюджених методів аналізу як атомно-абсорбційна спектроскопія, спектрофотометрія й полярографія не представляється можливим через низькі вмісти й значні матричні впливи; що викликає необхідність у використанні попереднього концентрування: екстракції, сорбції, електрокінетичного концентрування та інш.

На попереднє концентрування Хрому із розчинів кухонної солі впливають органічні речовини, в основному гумінові й фульвокислоти, що зв'язують їх у міцні комплексні й металоорганічні сполуки. Їхня присутність призводить до заниження результатів аналізу й вимагає в процесі пробопідготовки проведення стадії руйнування органічних сполук.

Метод екстракційного відділення основи дозволяє проводити визначення вмісту Хрому у кухонній солі без руйнування органічних речовин [1].

При аналізі лише деяких речовин для концентрування Хрому можна застосовувати метод екстракційного відділення основи. До таких речовин відноситься і кухонна сіль. Відомо, що хлорид натрію, який є основною речовиною кухонної солі, > 94 %, розчиняється в пероксиді водню при низьких температурах (в інтервалі від -5 до -10 ° С, а жодна домішка хлориду натрію і кухонної солі, у тому числі і хром, в пероксиді водню за даних умов не розчинна .

Мета роботи – розробити методику атомно-абсорбційного визначення хрому у кухонній солі з використанням екстракційного відділення основи.

Хром визначали полум'яним атомно-абсорбційним методом у відновному полум'ї ацетилен-повітря при довжині хвилі 357,90 нм при ширині щілини монохроматора 0,20 мм.

Для підвищення розчинності хлориду натрію у пероксиді водню нами використано також і одночасну дію ультразвуку високої і низької частот.

Використання УЗ двох частот для розчинення хлориду натрію у пероксиді водню обумовлено більш високою ефективністю двочастотного УЗ у порівнянні з УЗ однієї частоти. Це пояснюється особливостями утворення і схлопування кавітаційних пухирців при двочастотній дії УЗ при якій переважно (більше 90 %) утворюються малих сферичних кавітаційних пухирців, при схлопуванні саме яких і інтенсифікуються дані процеси.

Методика проведення експерименту з використанням двочастотного ультразвуку.

Наважку розтертого в ступці до пилоподібного стану хлориду натрію (кухонної солі) масою близько 40 г поміщають в попередньо висушений скляний тигель № 4 і зважують з точністю до 0,001 г. Тигель з наважкою поміщають в хімічний стакан, охолоджують до температури -20...-25°С і впливають на систему одночасно ультразвуком високої та низької частот відповідних параметрів і фільтрують. Потім тигель з наважкою після того, як пероксид водню стече, переносять в іншу склянку (t=-20...-25°С) і повторюють процес. Фільтруючий тигель поміщають в фарфорову чашку, дають нагрітися до кімнатної температури, доливають 30 мл нагрітої до 60° С соляної кислоти (1: 1) і нагрівають чашку з тиглем майже до кипіння. Потім винімають тигель і промивають його двома порціями соляної кислоти по 5 мл. Рідину в чашці упарюють до об'єму 4...5 мл, переносять в пробірку з рисками і розбавляють соляною кислотою до 10 мл. В отриманому концентраті встановлюють вміст хрому атомно-абсорбційним методом. Правильність методики перевірена методом «введено-знайдено».

У табл. 1 наведені результати визначення вмісту хрому у кухонній солі з використанням різних методик аналізу: 1) з використанням механічного перемішування, 2) з використанням низькочастотного ультразвуку, 3) з використанням одночасної дії ультразвуку високої та низької частот. У табл. 2 наведені порівняльні характеристики відомої та розроблених методик визначення вмісту хрому в кухонній солі. Наведені у табл. дані свідчать, що розроблені методики краще відомої за експресністю та величиною відносного стандартного відхилення результатів аналізу.

Результати визначення хрому в кухонній солі

Спосіб отримання концентрату	Знайдено, мг/кг / S _r (n = 6, P = 0,95)			
	Кухонна сіль «Екстра»		Кухонна сіль ДП «Артемсіль»	
	Введено хрому, мг/кг			
	0	0,06	0	0,06
без УЗ	0,029 ± 0,050 0,101	0,090 ± 0,052 0,102	0,039 ± 0,059 0,091	0,094 ± 0,053 0,092
з УЗ низької частоти	0,033 ± 0,03 0,041	0,093 ± 0,007 0,044	0,044 ± 0,004 0,042	0,103 ± 0,007 0,040
з двочастотним УЗ	0,034 ± 0,02 0,022	0,094 ± 0,002 0,023	0,046 ± 0,002 0,021	0,105 ± 0,002 0,022

Таблиця 2

Порівняльна характеристика відомої і розроблених методик визначення хрому в кухонній солі

Параметри	Способи отримання концентрата	
	без УЗ	з УЗ однієї частоти / двочастотним УЗ
Нижня межа визначення хрому, мг/кг	0,001	0,001 / 0,001
S _r при аналізі кухонної солі зі вмістом хрому 0,034 мг/кг	0,102	0,042 / 0,022
Час аналізу 10 проб, хв	46-52 хв	55-65 с / 55-65 с
Ступінь введення хрому, %	85	94-95 / 98-99

Зміна частоти низькочастотного ультразвуку при обробці суміші від 18 до 100 кГц на розчинності хлориду натрію у пероксиді водню не сказалася. Порівняння результатів, одержаних з використанням високочастотного УЗ частотою 0,5 - 3,0 МГц показало, що кращі результати були отримані при використанні УЗ частотою 1,0 - 2,0 МГц. При цьому інтенсивність низькочастотного УЗ повинна бути 0,15-0,25 Вт/см², а високочастотного – 0,25-0,50 Вт/см².

Використання двочастотного УЗ призводить до підвищення розчинності хлориду натрію у пероксиді водню у порівнянні з використанням УЗ однієї частоти з 42,01 г / 100 мл до 47,20 г / 100 мл. Зміна частоти низькочастотного УЗ при обробці суміші від 18 до 100 кГц на розчинності хлориду натрію у пероксиді водню не сказалася. Порівняння результатів, одержаних з використанням високочастотного УЗ частотою 0,5 - 3,0 МГц показало, що кращі результати були отримані при використанні УЗ частотою 1,0 - 2,0 МГц. При цьому інтенсивність низькочастотного УЗ повинна бути 0,15-0,25 Вт/см², а високочастотного – 0,25-0,50 Вт/см².

Висновки

Вивчено використання УЗ при визначенні хрому у кухонній солі з використанням екстракції макрокомпоненту.

Розроблені методики визначення вмісту хрому в кухонній солі з використанням екстракції макрокомпоненту.

Встановлено, що використання УЗ дозволяє підвищити ступінь вилучення введеної частини хрому та покращити метрологічні характеристики отриманих результаті аналізу кухонної солі.

Використання двочастотного УЗ у порівнянні з використанням УЗ однієї частоти, дозволяє підвищити розчинність хлориду натрію у пероксиді водню з 42,01 до 47 г/100мл, підвищити ступінь вилучення введеної частини хрому з 94 до 98 %, покращити метрологічні характеристики результатів аналізу кухонної солі .