МІЦЕЛЯРНО-ЕКСТРАКЦІЙНЕ КОНЦЕНТРУВАННЯ МОЛІБДЕНУ(VI) З ВИКОРИСТАННЯМ ЗМІШАНИХ МІЦЕЛ ЗА КІМНАТНОЇ ТЕМПЕРАТУРИ

Кирило Снігур, Олена Жуковецька, Олена Гузенко, Денис Снігур

Одеський національний університет імені І. І. Мечникова, м. Одеса, Україна

e-mail: snigur@onu.edu.ua

Розробка чутливих, селективних та екологічно безпечних методик визначення слідових кількостей перехідних елементів в об'єктах довкілля і харчових продуктах залишається актуальним завданням аналітичної хімії. Перспективним підходом до підвищення чутливості спектрофотометричного визначення є міцелярно-екстракційне концентрування, зокрема із застосуванням змішаних міцел поверхнево-активних речовин (ПАР). У цьому дослідженні пропонується підхід до попереднього концентрування та визначення молібдену (VI) за допомогою хімічно ініційованої змішаної міцелярної екстракції (mixed micelles room-temperature cloud point extraction MM-RT-CPE).

Отже, **метою** роботи було розроблення методики міцелярно-екстракційного концентрування молібдену(VI) за кімнатної температури з використанням змішаних міцел неіоногенної та катіонної ПАР із подальшим спектрофотометричним визначенням.

В основу запропонованої методики покладено утворення забарвленого комплексу Mo(VI) із 6,7-дигідрокси-2-феніл-4-карбоксибензопірилій перхлоратом (КДХ) та катіонною ПАР цетилпіридиній бромідом із стехіометрією Mo(VI) : КДХ : катіонна ПАР = 1 : 2 : 2 (рис. 1), який характеризується максимумом поглинання при 555 нм. Наявність карбоксильної групи в структурі КДХ забезпечує можливість додаткової взаємодії з катіонною ПАР, що сприяє ефективному вилученню комплексу в міцелярну фазу.

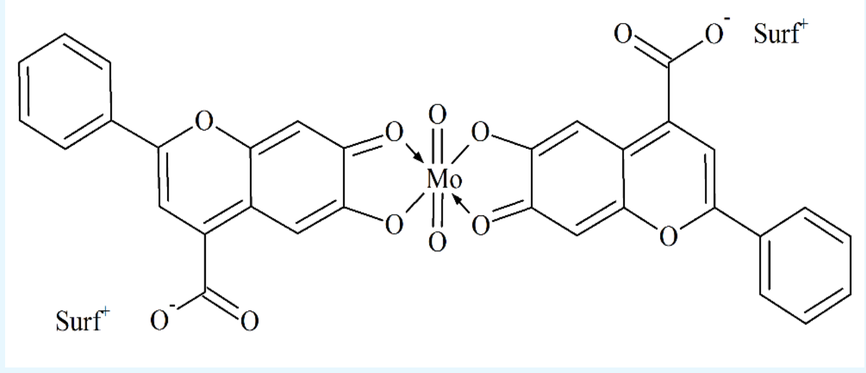


Рис. 1. Ймовірна структура потрійного комплексу

Як видно з рис. 2a, максимальний вихід забарвленої аналітичної форми спостерігається при pH 1. Зниження поглинальної здатності в сильнокислому середовищі, ймовірно, пов'язане з протонуванням ліганду, а зі збільшенням pH – з переходом молібденового катіона в менш реакційноздатні форми.

Оптимальними умовами вилучення є концентрація КДХ $2{,}5\cdot10^{-5}$ моль/л; 1,5 об.% Triton X-100; $3{,}5\cdot10^{-4}$ моль/л цетилпіридиній броміду; 0,04 моль/л натрій саліцилату. Застосування натрій саліцилату забезпечує формування міцелярної фази за кімнатної температури. Для відокремлення міцелярної фази достатньо центрифугування протягом 10 хв, після чого її розбавляють 2-пропанолом для зменшення в'язкості.

За оптимальних умов градуювальна залежність є лінійною в діапазоні концентрацій Mo(VI) 5-350 мкг/л (R^2 = 0,999). Межа виявлення становить 1,5 мкг/л, а межа кількісного визначення складає 5 мкг/л.

Таблиця 1. Аналітичні показники якості процедури ММ-RT-CPE спектрофотометричного визначення Mo(VI)

Рівняння регресії	$A = 0{,}0031\ C_{Mo(VI)} + 0{,}0193$
Коефіцієнт кореляції, R^2	0,999
Лінійний діапазон, мкг/л	5-350
Межа виявлення, мкг/л	1.5
Межа кількісного визначення, мкг/л	5
PF*	11.5
EF**	33

*Коефіцієнт концентрування (PF) визначається як відношення початкового об'єму водного зразка до об'єму розведеного екстракту.

**Коефіцієнт збагачення (EF) розраховується як відношення нахилів калібрувальних кривих з попереднім концентруванням та без нього.

Розроблену методику апробовано при визначенні молібдену у водопровідній воді та зразках гороху. Отримані результати узгоджуються з даними незалежного визначення методом оптико-емісійної спектрометрії з індуктивно-зв'язаною плазмою. Відносне стандартне відхилення результатів визначення не перевищує 4,9%, а ступінь повернення аналіту становить 96,9–104,5%. Екологічність запропонованої процедури оцінено з використанням сучасних підходів CACI, CaFRI та AGSA.

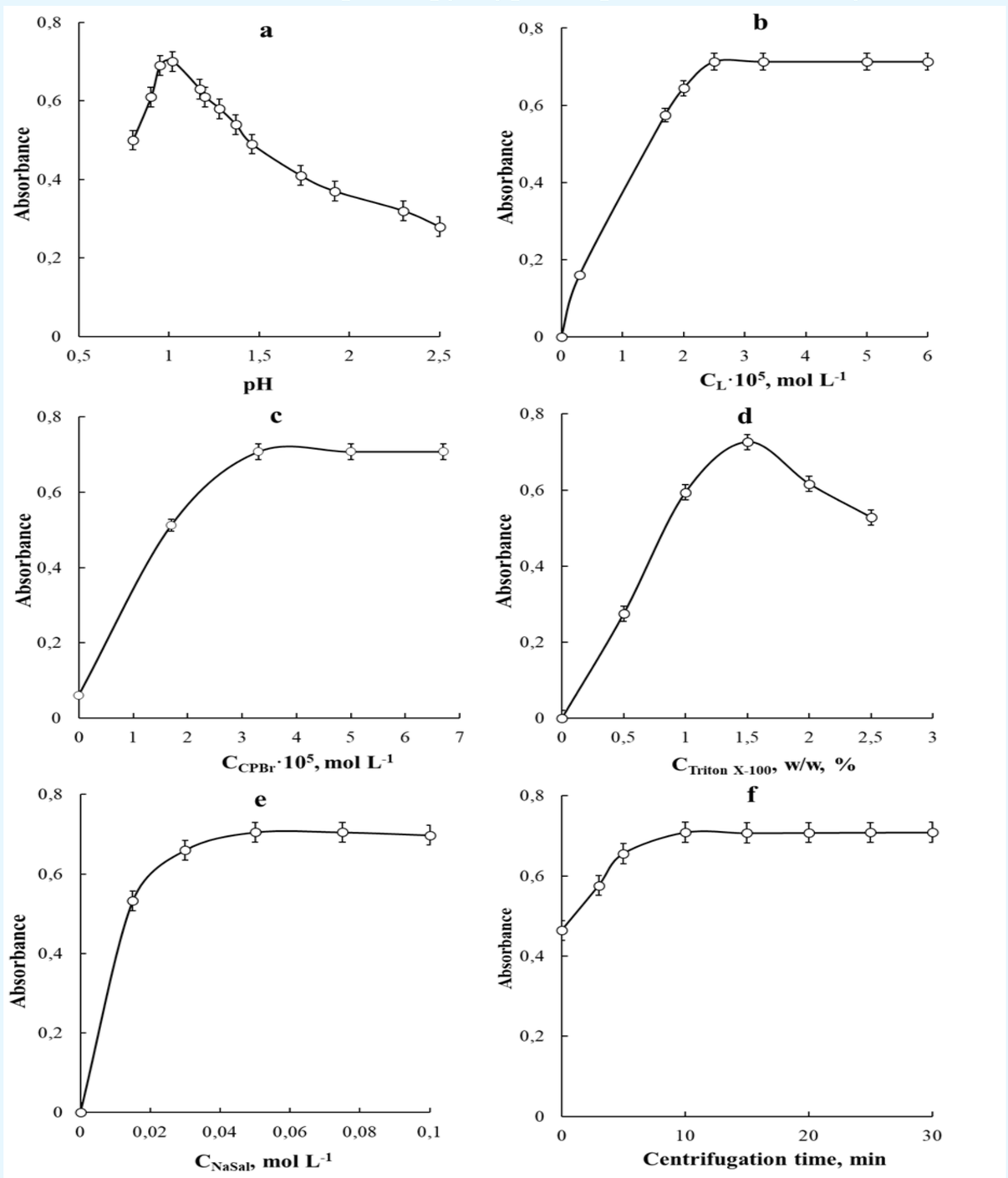


Рис. 2. Вплив параметрів на ефективність ММ-RT-CPE для попереднього концентрування Mo(VI): a) pH; b) концентрація КДХ; c) концентрація цетилпіридинію броміду; d) концентрація Triton X-100; e) концентрація ініціатора ММ-RT-CPE; f) час центрифугування: $C_{Mo(VI)}$ = 220 мкг/л; $V_{Зразок}$ = 50 мл; $V_{2\text{-пропанол}}$ = 1 мл; λ = 555 нм; *l* = 1 см.

Таблиця 2. Визначення Mo(VI) у реальних зразках (n=5; P=0,95)

Зразок	Введено	Знайдено	RSD, %	R, %	Введено	Знайдено*	RSD, %	R, %
Бут. вода	- 5 мкг/л	10,1±0,6 [а] 14,9±0,8 [а]	4.9 4.7	- 96	- 5 мкг/л	9,9±0,6 [а] 15,1±0,9 [а]	5.1 5.0	- 103
Горох	- 0,5 мг	0,53±0,03 [б] 1,05±0,06 [б]	4.8 4.6	- 104	- 0,5 мг	0,51±0,03 [б] 0,99±0,06 [б]	4.9 5.2	- 96

Висновок

Для попереднього концентрування та спектрофотометричного визначення молібдену(VI) було розроблено новий підхід ММ-RT-CPE. Цей підхід передбачає утворення червоного комплексу між молібденом(VI), перхлоратом 6,7-дигідрокси-2-феніл-4-карбоксилбензопірилію та бромідом цетилпіридинію з подальшою його екстракцією у фазу поверхнево-активної речовини Triton X-100, при кімнатній температурі, індукованою саліцилатом натрію. Синергетичний ефект змішано міцелярної фази та використання потрійного комплексу дозволяють підвищити селективність та чутливість запропонованого методу ММ-RT-CPE. Запропонований метод ММ-RT-CPE був успішно застосований для визначення слідових кількостей молібдену(VI) у воді та зразках гороху.

Snihur, K., et all. (2025). Mixed micelles assisted room-temperature cloud point extraction for preconcentration and spectrophotometric determination of Molybdenum(VI). Talanta, 298(Pt B), 129011. https://doi.org/10.1016/j.talanta.2025.129011