



Непряме йодометричне твердофазно-спектрофотометричне й твердофазно-кольориметричне визначення тїоціанату

Трохименко А. Ю., Запорожець О. А.

Київський національний університет імені Тараса Шевченка

annatrohimenko@ukr.net

Тїоціанат у довкіллі (ГДК у водах 0,1 мг/л)

Природне походження

Деструкція рослинних рештків

Техногенне надходження

Кам'яно-вугільна, металургійна, хїмічна промисловість:

Методи визначення тїоціанату у водах
Іонохроматографїчні, електрохімічні, фотометричні

Фотометричні методи

Прямі

$SCN^- + Fe(III)$ – стандартний, недостатньо чутливий

Пїридин-барбітуратний, Пїридин-піразолоновий – чутливі, однак реагенти – канцерогенні та нестійкі у разі їх зберїгання

Екстракційно-фотометричні

Іонний асоціат SCN^- - метиленовий синій, чутливий
Недолїк – токсичний екстрагент дихлоретан

Непрямі двостадійні

Ґрунтуються на редокс-реакціях

1) $SCN^- +$ окисник в кислому середовищі (йодат, перманганат, бїхромат)

2) залишок окисника + надлишок йодиду $\rightarrow I_2$

Способи детектування I_2

1. Трийод ($\lambda_{max} = 350$ нм)

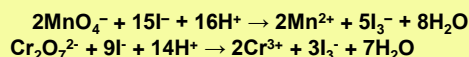
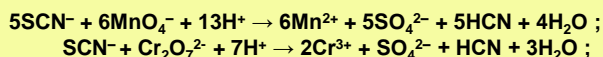
2. Йод-крохмальний ($\lambda_{max} = 570$ нм)

3. ТСФ або кольориметрично на поверхні пінополїуретану

Мета

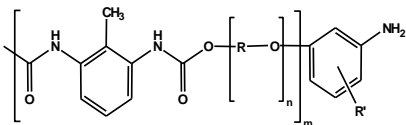
Непряме ТСФ і кольориметричне визначення тїоціанату у природних водах із застосуванням окисників

Результати та обговорення



Пїнополїуретани (ППУ)

ППУ містять поліетерні (ППУ-1) чи поліестерні (ППУ-2) ланцюги, тобто функціональні групи органічних розчинників, які ефективно екстрагують елементарний йод



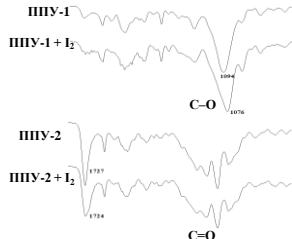
$R' = 2-CH_3, -CH_3$

$+R-O-CH_2-$ - етерний фрагмент

$+(CH_2)_x-O-CH_2-$ - ППУ-1

$+(CH_2)_x-C(=O)-O-CH_2-$ - ППУ-2

Сорбція обумовлена донорно-акцепторними взаємодїями йоду з киснем поліетерних ланцюгів



За даними ІЧ-спектрів після сорбції низько-частотні зсуви коливань одинарних і подвійних С-О зв'язків свідчать про зменшення їх порядку та асоційованість з йодом.

Аналітичні характеристики ТСФ методики

Лїнійність ГГ: до 1,2 мкг/мл;

$A = (4,7 \pm 1,3) \cdot 10^{-3} + (20,7 \pm 2,9) \cdot 10^{-3} \cdot C(I_2)$, мг/л

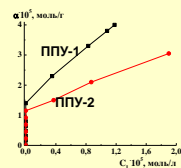


Рис. 1. Ізотерми сорбції I_2 на ППУ

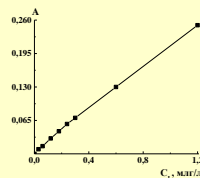


Рис. 2. Градувальний графік I_2 на ППУ-



Портативний кольориметр (Харків)

Висновки

✓ ТСФ і кольориметрія - точніші за візуальне детектування

✓ Покращено відтворюваність за рахунок стабілізації аналітичного сигналу на поверхні пінополїуретану (ППУ)

✓ Можливість ресстрації аналітичного сигналу смартфоном чи мініатюрним кольориметром on site

✓ Можливість доставки концентрату на ППУ до стаціонарної лабораторії для ТСФ вимїрювань при збереженні чутливості й точності визначення

Методика: Проба + окисник + йодид $\rightarrow I_2 \rightarrow$ сорбція на ППУ \rightarrow ТСФ чи кольориметрія