



УКРАЇНА

(19) UA (11) 15502 (13) U
(51) МПК (2006)
B01J 20/281

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС

ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ
НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ СОРБЦІЙНО-СПЕКТРОСКОПІЧНОГО ВИЗНАЧЕННЯ КАДМІЮ

1

2

(21) u200510656

(22) 11.11.2005

(24) 17.07.2006

(46) 17.07.2006, Бюл. № 7, 2006 р.

(72) Запорожець Ольга Антонівна, Іщенко Микола
Володимирович, Сучова Катерина Олександрівна(73) КИЇВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
ІМЕНІ ТАРАСА ШЕВЧЕНКА(57) Спосіб сорбційно-спектроскопичного визна-
чення кадмію, що включає попереднє концентру-

вання Cd (II) модифікованим бромбензтіазо сор-
бентом та наступне вимірювання оптичної власти-
вості забарвленого сорбенту, який **відрізняється**
тим, що як сорбент використовують силікагель СГ-
60 фірми "Merck", при цьому модифікацію сорбен-
ту здійснюють адсорбцією бромбензтіазо з хлоро-
формно-гексанової суміші, а як оптичну власти-
вість сорбенту вимірюють його світлопоглинання
методом твердофазної спектрофотометрії.

Запропонований спосіб відноситься до аналі-
тичної хімії, зокрема до сорбційно-
спектроскопичних методів визначення кадмію (II) і
може бути використаний при аналізі природної
води та харчової солі.

В цій галузі прийнято використовувати такі те-
рміни і скорочення:

СГ - силікагель.

ГДК - гранично допустима концентрація.

МВ - межа виявлення.

ТСФ - твердофазна спектрофотометрія.

Відомий спосіб визначення кадмію, який вклю-
чає попереднє концентрування кадмію при pH=8,5-
9,5 ксерогелем, модифікованим золь-гель мето-
дом реагентом - бромбензтіазо та наступне вимі-
рювання коефіцієнту дифузного відбиття забарв-
леного сорбенту при $\lambda = 620\text{nm}$. [Morosanova E.,
Velikorodny A., Zolotov Y. // Fresenius J. Anal.
Chem.- 1998.- Vol. 361, №3.- P.305-308]. Недоліком
запропонованого способу є його недостатня чут-
ливість (МВ=0,03мг/л), що не дозволяє використо-
вувати цей спосіб для визначення Cd (II) у природ-
ній воді при його вмісті на рівні ГДК (0,001-
0,002мг/л [Фомин С. Г. Вода. Контроль химиче-
ской, бактериальной и радиационной безопасно-
сти по международным стандартам. Энциклопе-
дический справочник, 2-е издание. М. : 1995. -
С.30.].

В основу корисної моделі покладена задача
розробити вибірковий та чутливий спосіб визна-
чення кадмію, який дозволяє проводити визначен-
ня Cd(II) при його вмісті в природній воді та кухон-
ній солі на рівні ГДК (0,001-0,002мг/л та $10^{-5}\%$

відповідно).

Поставлена задача вирішується за рахунок то-
го, що спосіб визначення кадмію включає попере-
днє концентрування Cd(II) при pH 9,0-9,2 моди-
фікованим ББТ силікагелем та наступне
вимірювання методом ТСФ світлопоглинання за-
барвленого сорбенту. В способі, що заявляється,
використовують силікагель марки СГ-60 фірми
Merck. модифікацію СГ здійснюють адсорбцією з
хлороформно-гексанової суміші.

Градувальний графік, що використовують
для визначення концентрації Кадмію, лінійний в
діапазоні концентрацій 2-40мг/л. Рівняння граду-
вального графіка має такий вигляд:

$$\Delta A_{620} = (0,40 + 0,04) \cdot C \text{ (мкг/проба)}$$

Заважаючий вплив Си(II), Со (II) та Ni (II) усу-
вають введенням 1М розчину натрію цитрату.

Експериментально встановлено, що при pH ^
8,8 (за умов найбільш контрастної реакції) Cd(II) з
імобілізованим бромбензтіазо кількісно вилуча-
ється модифікованим силікагелем. Оптимальним
для визначення кадмію є інтервал pH=9,0-9,2.

Використання способу, що заявляється, до-
зволяє підвищити чутливість при визначенні Кад-
мію у 15 разів (МВ=0,002мг/л (2 ГДК) при об'ємі
проби 200мл).

Можливість здійснення корисної моделі ілюст-
рується наступними прикладами, які не обмежують
обсяг правової охорони:

Приклад 1.

Модифікація силікагелю.

До 1,000г силікагелю додають 5,0мл хлорофо-
рмового розчину бромбензтіазо (з початковою

(13) U
(11) 15502
(19) UA

концентрацією $1,8 \cdot 10^{-5}$ моль/л) та 50мл гексану, перемішують магнітною мішалкою впродовж 5хв та висушують на повітрі. Ємність одержаного у такий спосіб сорбенту відносно бромбензтіазо становить $1,0 \cdot 10^{-6}$ моль/г.

Приклад 2.

Побудова градувального графіку.

Готують 6 розчинів об'ємом 100мл з концентрацією кадмію (II) 0, 5,0, 20, 40, 60, 80мкг/л і рН=9,2 (боратний буферний розчин). До кожного розчину додають по 0,050г модифікованого силікагелю та перемішують магнітною мішалкою впродовж 15хв. Одержані забарвлені сорбенти відділяють центрифугуванням і вимірюють їх світлопоглинання при 620нм. Будують градувальний графік в координатах $A = f(C)$. Діапазон лінійності градувального графіка становить 2-40мкг/л Cd(II).

Результати визначення вмісту Cd(II) у стандартному розчині (n=3, P=0,95)

Введено, мкг/л	Знайдено, мкг/л	s_r
5,6	5,3±0,8	0,05
11,2	11,0±0,8	0,03

Приклади 3-4.

Визначення кадмію (II) в природній воді.

В проби води (№1 і №2) об'ємом 100мл додають по 1мл концентрованої HNO_3 (рН = 1,0), опромінують ультразвуком при 44кГц з інтенсивністю $10 \text{ Вт} \cdot \text{см}^{-2}$ впродовж 3хв для руйнування комплексних сполук кадмію (II) з розчинними органічними речовинами. Після охолодження розчинів доводять рН до 6,0 додаванням 1,0М NaOH (контролюють рН-метром) і вводять у першу пробу 0,4, а у другу - 0,8мкг кадмію (II), по 10мл 0,05М боратного буферного розчину, по 1,0мл 1,0М розчину натрію цитрату (для усунення заважаючого впливу Cu (II), Co (II) и Ni (II)). Отримані розчини перемішують магнітною мішалкою з 0,100г модифікованого силікагелю впродовж 15хв. Сорбент відділяють центрифугуванням і вимірюють їх світлопоглинання при 620нм. Вміст Cd (II) визначають за градувальним графіком.

Результати визначення кадмію в природній воді наведено у таблиці 1.

Таблиця 1

Результати визначення кадмію в пробах природної води (P = 0,95, n= 3) V = 100мл

Приклад №	Проба води	Вміст Cd (II), мкг/л		s_r
		Введено	Знайдено $x \pm \Delta x$	
3	№1	4,0	4,4±0,9	0,07
4	№2	8,0	8,2±0,7	0,04

Приклад 5

Визначення Cd (II) у харчовій солі „Артем”.

10,00г харчової солі розчиняють у 50мл бідистильованої води і додають по 1мл концентрованої HNO_3 (рН = 1,0), опромінують ультразвуком при 44кГц з інтенсивністю $10 \text{ Вт} \cdot \text{см}^{-2}$ впродовж 3хв для руйнування комплексних сполук кадмію (II) з органічними речовинами. Після охолодження рН розчинів доводять до 6,0 додаванням 1,0М NaOH (контролюють рН-метром) і вводять 1,0мл 1,0М на-

натрію цитрату (для усунення заважаючого впливу Cu (II), Co (II) и Ni (II)). Отриманий розчин перемішують магнітною мішалкою з 0,100г модифікованого силікагелю впродовж 15хв. Сорбент відділяють центрифугуванням і вимірюють світлопоглинання при 620нм. Вміст Cd (II) визначають за градувальним графіком.

Результати визначення кадмію в харчовій солі „Артем” методом введено-знайдено наведено у таблиці 2.

Таблиця 2

Результати визначення кадмію в харчовій солі „Артем” (P = 0,95, n= 3) V = 50мл

Приклад №	Вміст Cd (II), мг/кг	
	Введено	Знайдено $x \pm \Delta x$
5	0,11	0,12 ± 0,01

Таким чином, запропонований спосіб характеризується задовільними точністю та відтворюваністю. Використання сорбенту з високим коефіцієнтом розподілу підвищило чутливість визначення

кадмію в 15 разів порівняно з відомим способом. Це дозволяє проводити визначення Cd (II) при його вмісті на рівні 2 ГДК в природній воді та на рівні ГДК в кухонній солі.