СОРБЦІЙНО-ХРОМАТОГРАФІЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ 2,4,6-ТРИНІТРОФЕНОЛУ ЗА ДОПОМОГОЮ СУЛЬФОКАТІОНІТУ МОДИФІКОВАНОГО 2,3,5-ТРИФЕНІЛТЕТРАЗОЛІЙ ХЛОРИДОМ

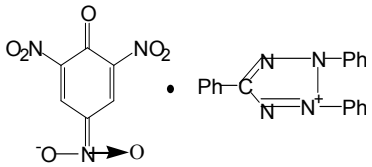
Халаф В.А., Зайцева Г.М., Зайцев В.М.
Київський національний університет імені Тараса Шевченка
khalaf@univ.kiev.ua

Полінітрофеноли, що входять в склад пестицидів, гербіцидів та інсектицидів, переносяться підземними водами до різноманітних водних об'єктів довкілля, являють серйозну небезпеку для здоров'я людини. ГДК 2,4,6–тринітрофенолу (ТНФ) у водоймах й стоках, що мають питне та рибогосподарське значення, становить 0,5 мг/л. Відомі методики визначення ТНФ є трудомісткими та не селективними. Тому нагальною проблемою є розробка надійних, простих та експресних методів концентрування вказаних органічних токсикантів з природних вод.

Метою даної роботи була розробка методики сорбційного концентрування мікро кількостей ТНФ з подальшим його визначенням за допомогою обернено фазової високоефективної рідинної хроматографії.

Найкращим варіантом вирішення даної проблеми є застосування твердофазних аналітичних реагентів (ТАР) на основі силікагелю. Як модифікатор був обраний 2,3,5-трифенілтетразолій хлорид ($(Ph)_3TazCl$), який селективно реагує з нітрофенолами та нітропохідними галоген- та алкілфенолів у розчинах з утворенням забарвлених продуктів в широкому інтервалі pH. ТАР ($SiO_2{-}SO_3^-(Ph)_3Taz^+$) отримували модифікацією сульфокатіоніту на основі силікагелю в H^+ – та Na^+ –формах за реакцією іонного обміну, шляхом пропускання водного розчину модифікатора через сульфокатіоніт. Концентрація сульфокатіонних груп на вихідному катіоніті за даними кондуктометричного та pH-метричного титрування становить 155 ± 2 мкмоль/г. Концентрація закріпленого $(Ph)_3TazCl$ за даними спектрофотометричного визначення складає 140 мкмоль/г. Тобто ступінь перетворення реакції 90%. Методом ІЧ спектроскопії ідентифіковано хімічну природу $SiO_2{-}SO_3^-(Ph)_3Taz^+$. Показано, що $SiO_2{-}SO_3^-(Ph)_3Taz^+$ хімічно стійкий в інтервалі pH $4 \div 9$.

Доведено, що концентрування ТНФ базується на реакції утворення молекулярного комплексу між π –донором ($(Ph)_3TazCl$) та π –акцептором (ТНФ) за схемою:



Встановлено залежність сорбції ТНФ від pH розчину, від швидкості пропускання, від об'єму вихідного розчину в динамічному режимі. Розраховано кількісні характеристики вивчених систем.

Знайдено, що для кількісної десорбції молекулярного комплексу з поверхні матриці достатньо пропустити крізь колонку з сорбентом 0,5–2 мл ацетону зі швидкістю 1мл/хв залежно від вмісту ТНФ в пробі.

Розроблено методику концентрування 2,4,6–тринітрофенолу у хроматографічному режимі за допомогою $SiO_2{-}SO_3^-(Ph)_3Taz^+$: pH 5–9, швидкість пропускання – 0,2 мл/хв, колонка m = 0,6 г, h = 5.5 см, d = 5 мм. Для аналізу елюенту застосовували обернено фазову високоефективну рідинну хроматографію з ультрафіолетовим детектором ($\lambda = 350$ нм). Методика концентрування була оцінена методом „введено–знайдено" з модельних розчинів, снігу, водопровідної води, біологічних рідин.