

Impact Factor:

ISRA (India) = 6.317
ISI (Dubai, UAE) = 1.582
GIF (Australia) = 0.564
JIF = 1.500

SIS (USA) = 0.912
ПИИЦ (Russia) = 0.126
ESJI (KZ) = 9.035
SJIF (Morocco) = 7.184

ICV (Poland) = 6.630
PIF (India) = 1.940
IBI (India) = 4.260
OAJI (USA) = 0.350

SOI: [1.1/TAS](#) DOI: [10.15863/TAS](#)

International Scientific Journal Theoretical & Applied Science

p-ISSN: 2308-4944 (print) e-ISSN: 2409-0085 (online)

Year: 2021 Issue: 06 Volume: 98

Published: 07.06.2021 <http://T-Science.org>

QR – Issue



QR – Article



Elena Petrovna Pyshkova

Ukrainian Engineering and Pedagogical Academy
Senior Lecturer of the Department of Educational
Technologies and Occupational Safety, Ukraine
lenpushkova@gmail.com

Pavel Aleksandrovich Dmitriev

Ukrainian Engineering and Pedagogical Academy
Assistant of the Department of Educational
Technologies and Occupational Safety, Ukraine
dmitrievpavelaleksandrovich@ukr.net

Larisa Vladimirovna Baklanova

Ukrainian Engineering and Pedagogical Academy
Candidate of chemical sciences, Associate Professor of Educational
Technologies and Occupational Safety, Ukraine
baklanovalarisa@ukr.net

SOLUTION OF WATER AND BRINE SAFETY PROBLEMS. DETERMINATION OF TOXIC MICROELEMENTS WITH ULTRASONIC HOMOGENIZATION OF EXTRACTS

Abstract: A solution to the problems of safety of waters and brines is proposed. An express method for determining the content of toxic microelements has been developed. A new technique was used - homogenization of non-combustible extracts by adding combustible organic solvents by the action of ultrasound. In comparison with the standard, the proposed method has a higher sensitivity and better metrological characteristics.

Key words: safety of waters and brines, toxic microelements, homogenization of extracts, ultrasound.

Language: Russian

Citation: Pyshkova, E. P., Dmitriev, P. A., & Baklanova, L. V. (2021). Solution of water and brine safety problems. Determination of toxic microelements with ultrasonic homogenization of extracts. *ISJ Theoretical & Applied Science*, 06 (98), 116-121.

Soi: <http://s-o-i.org/1.1/TAS-06-98-15> **Doi:**  <https://dx.doi.org/10.15863/TAS.2021.06.98.15>

Scopus ASCC: 1600.

РЕШЕНИЕ ПРОБЛЕМ БЕЗОПАСНОСТИ ВОД И РАССОЛОВ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТОКСИЧНЫХ МИКРОЭЛЕМЕНТОВ С УЛЬТРАЗВУКОВОЙ ГОМОГЕНИЗАЦИЕЙ ЭКСТРАКТОВ

Аннотация: Предложено решение проблем безопасности вод и рассолов. Разработана экспрессная методика определения содержания токсичных микроэлементов. Использован новый прием – гомогенизация негорючих экстрактов добавлением горючих органических растворителей воздействием ультразвука. По сравнению со стандартной предложенная методика имеет большую чувствительность и лучшие метрологические характеристики.

Ключевые слова: безопасность вод и рассолов, токсичные микроэлементы, гомогенизация экстрактов, ультразвук.

Impact Factor:

ISRA (India) = 6.317
ISI (Dubai, UAE) = 1.582
GIF (Australia) = 0.564
JIF = 1.500

SIS (USA) = 0.912
РИИЦ (Russia) = 0.126
ESJI (KZ) = 9.035
SJIF (Morocco) = 7.184

ICV (Poland) = 6.630
PIF (India) = 1.940
IBI (India) = 4.260
OAJI (USA) = 0.350

Введение

Для определения содержания токсичных микроэлементов в водах и рассолах наиболее оптимальным является использование пламенной атомно-абсорбционной спектроскопии после экстракционного концентрирования. Причем, наиболее оптимальным считается использование в качестве экстракционного реактива легкогорючих органических растворителей, в частности метилизобутилкетона и бутилацетата, что позволяет вводить экстракт непосредственно в пламя горелки, что способствует улучшению воспроизводимости и повышению экспрессности анализа [1–7]. Однако значительная растворимость метилизобутилкетона и бутилацетата в воде не позволяет при экстракционном концентрировании увеличить соотношение органической и неорганической фаз более чем 1:10, что существенно ограничивает чувствительность анализа [1-3]. При использовании малорастворимых в воде органических растворителей, например хлороформа или четыреххлористого углерода, степень концентрирования может быть повышена до 1:100, но прямое введение экстрактов в пламя горелки спектрометра не представляется возможным из-за их плохой горючести, поэтому применяют минерализацию экстрактов озонением или проводят реэкстракцию [7]. Это значительно усложняет анализ и приводит к потерям определяемых микроэлементов [7].

Описано [8-10] использование ультразвука для интенсификации процессов пробоподготовки при анализе пищевых продуктов. Показано, что использование ультразвука повышает экспрессность анализа и улучшает метрологические характеристики результатов анализа.

Известно использование ультразвука (УЗ) для гомогенизации экстрактов ртути перед непламенным атомно-абсорбционным определением абсорбцией холодного пара [11].

Предлагаемая работа посвящена использованию ультразвука для гомогенизации экстрактов перед пламенным атомно-абсорбционным определением токсичных микроэлементов.

Экспериментальная часть.

Изучалась возможность непосредственного введения малорастворимых в воде экстрактов на основе четыреххлористого углерода (хлороформа) в пламя горелки спектрометра после разбавления легкогорючим органическим растворителем. Объектом исследования была выбрана широкодоступная экстракционная система диэтилдитиокарбаминат натрия – четыреххлористый углерод (хлороформ) при концентрировании и определении свинца, меди и

кадмия.

Определение проводили на атомно-абсорбционном спектрометре ААС-3 (Германия). Гомогенизацию экстрактов выполняли с помощью механического встряхивателя АВ-17 (100 встряхиваний в минуту) и модернизированного УЗ-диспергатора УЗДН-1М с набором магнитострикционных излучателей, позволяющих изменять частоту УЗ от 15 до 47 кГц и интенсивность от 0,05 до 25 Вт/см²[12].

Растворы всех реактивов готовили на бидистиллированной воде из препаратов квалификации не ниже х.ч. Для гомогенизации использовали следующие растворители: метилизобутилкетон, бутилацетат, изоамиловый спирт, ацетон. Исследования проводили на модельных растворах, содержащих по 0,8 мкг/л свинца, меди и кадмия, а также на реальных объектах: рассолах, водопроводной и речной воде, органические вещества в которых разрушали воздействием УЗ согласно [11].

Предварительное концентрирование с помощью 3 % раствора диэтилдитиокарбамината выполняли согласно [13, 14]. Нуль атомно-абсорбционного спектрометра устанавливали по соответствующей смеси хлороформа (четырёххлористого углерода) с горючим органическим растворителем. Остаточное содержание примесей в используемых реактивах учитывали с помощью холостого опыта.

Результаты и обсуждение

Результаты опытов приведены в табл. 1-5 и на рис.1. Максимальный сигнал абсорбции свинца, меди и кадмия наблюдался в смеси бутилацетат-экстракт хлороформа или четыреххлористого углерода (табл. 1). Введение небольших количеств ацетона (до 50 % по отношению к бутилацетату) еще больше увеличивает абсорбцию свинца, меди и кадмия.

При использовании механического встряхивания (100 встряхиваний в минуту) полная гомогенизация смеси наблюдается после 4 ч, тогда как обработка УЗ частотой 34...45 кГц, интенсивностью 1,4...2,0 Вт/см² позволяет достичь полной гомогенизации в течение 1...3 мин. (рис. 1).

Интенсифицирующее действие УЗ на процесс гомогенизации объясняется более эффективным перемешиванием по сравнению с механическим [11, 14].

Введение в экстракт дополнительного органического растворителя снижает степень концентрирования по сравнению с кислотной реэкстракцией, но вместе с тем в пламя вводится дополнительное «горючее», уменьшается вязкость раствора, вводимого в горелку, поэтому изменение чувствительности определения микроэлементов зависит от соотношения названных факторов.

Impact Factor:	ISRA (India) = 6.317	SIS (USA) = 0.912	ICV (Poland) = 6.630
	ISI (Dubai, UAE) = 1.582	РИИЦ (Russia) = 0.126	PIF (India) = 1.940
	GIF (Australia) = 0.564	ESJI (KZ) = 9.035	IBI (India) = 4.260
	JIF = 1.500	SJIF (Morocco) = 7.184	OAJI (USA) = 0.350

Таблица 1. Влияние состава органической фазы на величину аналитического сигнала

Номер	Состав органической фазы		Величина аналитического сигнала, отн.ед.		
	Разбавитель гомогенизатор	Экстрагент	Pb	Cu	Cd
1	Метил изобутилкетон	Четыреххлористый углерод	0,020	0,029	0,033
2	Метил изобутилкетон	Хлороформ	0,026	0,024	0,028
3	Изоамиловый спирт	Четыреххлористый углерод	0,076	0,087	0,092
4	Изоамиловый спирт	Хлороформ	0,083	0,086	0,093
5	Этиловый спирт	Четыреххлористый углерод	0,139	0,164	0,174
6	Этиловый спирт	Хлороформ	0,142	0,159	0,176
7	Ацетон	Четыреххлористый углерод	0,095	0,105	0,110
8	Ацетон	Хлороформ	0,090	0,099	0,104
9	Бутилацетат	Четыреххлористый углерод	0,212	0,221	0,230
10	Бутилацетат	Хлороформ	0,215	0,228	0,236
11	Бутилацетат-ацетон 1: 0,1	Четыреххлористый углерод	0,256	0,275	0,280
12	Бутилацетат-ацетон 1:0,2	То же	0,284	0,304	0,310
13	Бутилацетат-ацетон 1: 0,5	То же	0,283	0,308	0,313
14	Бутилацетат-ацетон 1:0,6	То же	0,279	0,297	0,300
15	Бутилацетат-ацетон 1:0,7	То же	0,215	0,228	0,236
16	Бутилацетат- ацетон 1: 0,2	Хлороформ	0,288	0,306	0,309
17	Бутилацетат-ацетон 1: 0,5	То же	0,287	0,305	0,312
18	Бутилацетат-ацетон 1:0,7	То же	0,264	0,277	0,286

1 и 2 система двухфазная, гомогенизации нет, горит копящим пламенем. 3–8 полной гомогенизации нет, в микроскоп видны шарики экстракта. 9–18 гомогенизация полная, шарики

экстракта в микроскоп не различимы. Соотношение разбавитель-экстрагент 1:1. Параметры УЗ: частота 40 кГц, интенсивность 1,8 Вт/см², время воздействия 2 мин.

Impact Factor:	ISRA (India) = 6.317	SIS (USA) = 0.912	ICV (Poland) = 6.630
	ISI (Dubai, UAE) = 1.582	РИИЦ (Russia) = 0.126	PIF (India) = 1.940
	GIF (Australia) = 0.564	ESJI (KZ) = 9.035	IBI (India) = 4.260
	JIF = 1.500	SJIF (Morocco) = 7.184	OAJI (USA) = 0.350

Таблица 2. Влияние времени встряхивания экстракта с гомогенизирующей смесью на величину аналитического сигнала

Элемент	Найдено, мкг/л				
	Время встряхивания, мин				
	1	2	3	4	5
Свинец	3,18	3,65	5,08	7,27	7,24
Медь	2,29	3,64	4,12	6,57	6,56
Кадмий	3,29	4,05	5,12	6,00	6,04

Соотношение экстракт-органический растворитель 1:1. Соотношение бутилацетат-ацетон 1:0,3, объем экстракта 7 мл.

Таблица 3. Влияние соотношения экстракт-гомогенизирующая смесь на величину аналитического сигнала

Элемент	Найдено, мкг/л					
	Соотношение экстракт-гомогенизирующая смесь					
	1:0,5	1:0,6	1:0,7	1:1,0	1:1,1	1:1,2
Свинец	*	7,00	7,85	8,05	7,67	7,05
Медь	*	6,45	8,11	7,95	7,00	6,34
Кадмий	*	6,71	8,10	8,00	6,55	6,03

*Гомогенизации не происходит, аналитический сигнал нестабилен. Анализу подвергали воду, содержащую по 8,0 мкг/л свинца, меди и кадмия (n = 6). Соотношение бутилацетат-ацетон 1:0,3. Параметры УЗ: частота 40 кГц, интенсивность 1,8 Вт/см², время воздействия 2 мин.

Как следует из данных табл. 3, при соотношении экстракт-смесь бутилацетата с ацетоном более 1:1 происходит снижение аналитического сигнала, а при его значении менее

1:0,7 не обеспечивается полная гомогенизация экстракта со смесью бутилацетат-ацетон, что также снижает величину аналитического сигнала.

Таблица 4. Сравнительная характеристика результатов экстракционно-атомно-абсорбционного анализа воды с использованием реэкстракции и ультразвуковой гомогенизации (n = 6, p = 0,95)

Элемент	Введено, мкг/л	Найдено, мкг/л / S _r		
		Рассол, 140 г/л	Вода речная	Вода водопроводная
Анализ с использованием реэкстракции (стандартная методика)				
Свинец	0	26,93/1,51	4,29/0,082	6,34/0,083
	8,00	31,92/0,06	12,31/0,070	14,36/0,075
Медь	0	50,95/0,051	12,36/0,064	26,16/0,058
	8,00	58,98/0,052	20,39/0,058	34,19/0,053
Кадмий	0	4,01/0,122	6,30/0,106	1,59/0,122
	8,00	12,22/0,102	14,30/0,101	9,61/0,114
Анализ с использованием ультразвуковой гомогенизации				
Свинец	0	24,13/0,043	4,36/0,056	6,29/0,067
	8,00	32,12/0,039	12,38/0,049	14,41/0,058
Медь	0	51,14/0,033	12,41/0,038	26,24/0,036
	8,00	59,09/0,034	20,37/0,029	34,25/0,033
Кадмий	0	4,31/0,083	6,40/0,086	1,55/0,102
	8,00	12,39/0,072	14,33/0,069	9,59/0,087

Для анализа использована вода реки Бахмутка, рассол Славянского месторождения, водопроводная вода города Бахмут, Украина 01.06.2021 г.

Impact Factor:

ISRA (India) = 6.317
ISI (Dubai, UAE) = 1.582
GIF (Australia) = 0.564
JIF = 1.500

SIS (USA) = 0.912
РИИЦ (Russia) = 0.126
ESJI (KZ) = 9.035
SJIF (Morocco) = 7.184

ICV (Poland) = 6.630
PIF (India) = 1.940
IBI (India) = 4.260
OAJI (USA) = 0.350

Из данных табл. 3 следует что использование ультразвуковой гомогенизации экстрактов по сравнению с использованием рекстракции способствует уменьшению относительного стандартного отклонения результатов анализа, что связано с уменьшением потерь определяемых микроэлементов из-за неполной рекстракции. Также использование гомогенизации повышает экспрессность и чувствительность анализа.

Таким образом, предложена нами методика экстракционно-атомно-абсорбционного

определения микроэлементов с использованием гомогенизации экстракта ультразвуком, обеспечивающая повышение чувствительности определения свинца, меди и кадмия в растворах по сравнению с использованием кислотной экстракции с 4,0; 1,3; 0,4 до 2,3; 0,6; и 0,2 мкг/л соответственно. Правильность методики подтверждена анализом одних и тех же проб по стандартной методике (с использованием рекстракции), а также методом «введено-найдено».

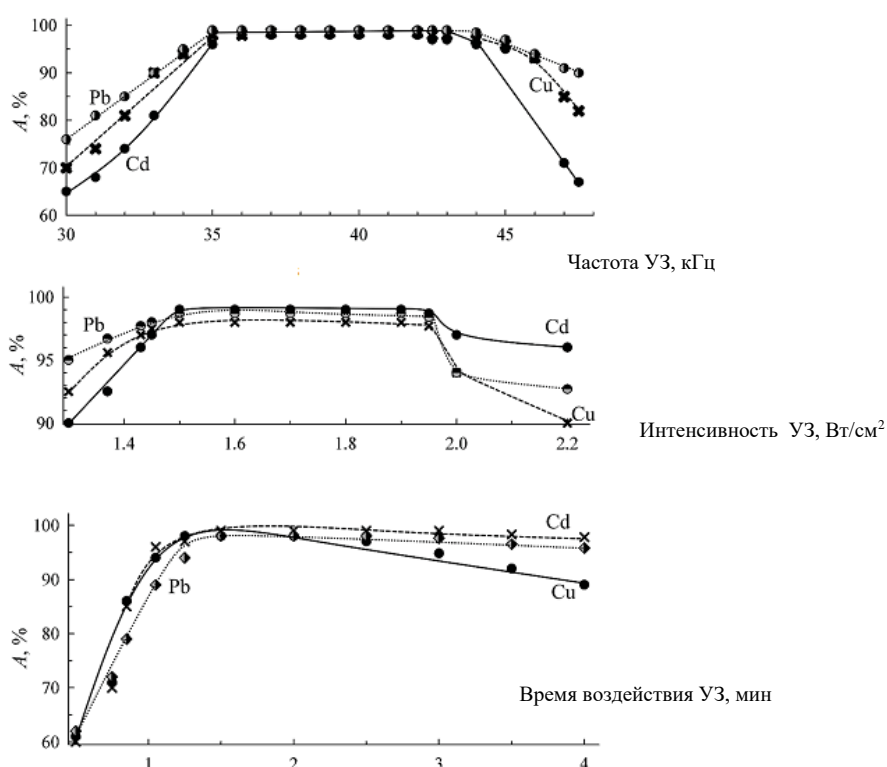


Рисунок 1 – Гомогенизация экстрактов ультразвуком при изменении частоты, интенсивности и времени воздействия для свинца, меди и кадмия.

Методика анализа. В делительную воронку вместимостью 1000 мл приливают 500 мл анализируемого раствора с предварительно разрушенными органическими соединениями согласно [14] или другими методами, обеспечивающими разрушение не менее 98 % органических соединений. Приливают 10 мл аммиачного буферного раствора с pH 9,0, затем 1 мл 3 % раствора диэтилдитиокарбамина натрия, 5 мл хлороформа (четырёххлористого углерода) и встряхивают полученную смесь 10 мин. После разделения слоев, органический сливают в

химический стаканчик, промывают водный слой 2 мл хлороформа (четырёххлористого углерода), который также переносят в стаканчик, приливают 5...7 мл смеси бутилацетата с ацетоном в соотношении 1:(0,2...0,7) и гомогенизируют УЗ частотой 35...45 кГц, интенсивностью 1,4...2,0 Вт/см² в течение 1...3 мин. Гомогенизированный экстракт распыляют в пламя горелку спектрометра. Нуль прибора устанавливают по соответствующей смеси хлороформа (четырёххлористого углерода), бутилацетата и ацетона.

Impact Factor:	ISRA (India) = 6.317	SIS (USA) = 0.912	ICV (Poland) = 6.630
	ISI (Dubai, UAE) = 1.582	PIHII (Russia) = 0.126	PIF (India) = 1.940
	GIF (Australia) = 0.564	ESJI (KZ) = 9.035	IBI (India) = 4.260
	JIF = 1.500	SJIF (Morocco) = 7.184	OAJI (USA) = 0.350

References:

1. Prays, V. (1976). *Analiticheskaya atomno-absorbtsionnaya spektroskopiya*. (p.354). Moscow: Mir.
2. Yudelevich, I. G. (1981). *Atomno-absorbtsionnoye opredeleniye blagorodnykh metallov*. (p.160). Novosibirsk. Nauka.
3. Zaydel', A. N. (1983). *Atomno-fluorestsentnyy analiz*. (p.128). L. : Khimiya.
4. Slavin, U. (1971). *Atomno-absorbtsionnaya spektroskopiya*. (p.296). L. : Khimiya.
5. (1976). *Analytical Methods for Atomic Absorption Spectrometry*. (p.334). Norwalk Con.: Perkin Elmer.
6. Kirsten, W. I., & Bertisson, A. (1996). Direct continuous quantitative ultasonic nebulizer for flame photometry and flame absorption spectrophotometry. *Analyt. Chem.*, V. 38, pp. 648–651.
7. Khavezov, I., & Tsalev, D. (1983). *Atomno-absorbtsionnyy analiz*. (p.142). L. : Khimiya.
8. Yurchenko, O.I., Baklanov, A.N., Belova, E.A., Kalinenko, O.S., & Baklanova, L.V. (2015). ultrasound to intensify of food dry mineralization by the oxidants in vapor form. *ISJ Theoretical & Applied Science*, 07 (27): 122-129.
9. Yurchenko, O.I., Kalinenko, O.S., Baklanov, A.N., Belova, E.A., & Baklanova, L.V. (2016). Ultrasound in the determination of lead, copper and cadmium in the sugar and products on its basis. *ISJ Theoretical & Applied Science*, 01 (33): 158-163.
10. Baklanova, L.V., Belova, E.A., & Baklanov, A.N. (2018). Improving the safety of the salt. Content determination various forms of chrom. *ISJ Theoretical & Applied Science*, 04 (60), 43-49.
11. Yurchenko, O., Baklanov, A., & Chernozhuk, T. (2021). Chemical applications of ultrasound. On the use of ultrasound in the analyses and technology of brains and sodium chloride solutions. *Lambert academic publishing*, 2021, 185.
12. Yurchenko, O.I., Baklanov, A.N., Baklanova, L.V., & Chernozhuk, T.V. (2018). Analytical Signal Amplification Technologies In Sonoluminescence Spectroscopy By Double-Frequency Ultrasound. *Methods and objects of chemical analysis*, 13(3), pp. 103-109.
13. Yurchenko, O. I., Gubskii, S.M., Chernozhuk, T.V., & Kravchenko, O.A. (2020). Monitoring of content of sodium, potassium, calcium and magnesium in whey processed products. *Journal of Chemistry and Technologies*, 28(1), 27-33.
14. Baklanov, A.N., Avdeyenko, A.P., Chmilenko, F.A., & Yevgrafova, N.I. (2007). Ul'trazvukovoye razrusheniye kompleksov metallov s organicheskimi veshchestvami, soderzhashchimisya v mineralizovannykh vodakh, rassolakh i rastvorakh povarennoy soli. *Zhurn. analit. khimii.*, 62, № 6, pp. 575–582.