

Беррин Топуз¹ *, Сеннур Мерве Якут²

¹Отделение природоохранного машиностроения, Университет Абант Иззет Байсал, Голкой, Турция;

²Отделение природоохранного машиностроения, Университет Невсехир Хаси Бектас Вели, Турция

ПРЕДВАРИТЕЛЬНОЕ КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ И ВЫДЕЛЕНИЕ Mn (II) ИЗ ОБРАЗЦОВ ПРИРОДНОЙ ВОДЫ НА ИОНООБМЕННОЙ СМОЛЕ AMBERLITE XAD-4, ФУНКЦИОНАЛИЗИРОВАННОЙ N,N-БИС (САЛИЦИЛИДИН) ЦИКЛОГЕКСАНДИАМИНОМ И ЕГО СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОЦЕНИВАНИЕ

Разработана новая прецизионная процедура предварительного концентрирования для определения следовых количеств Mn (II) в образцах природной воды. Ионообменная смола Amberlite XAD-4 была функционализована N,N-бис (салицилидин) циклогександиамином (СЦГД) для предварительного концентрирования и выделения Mn (II) при его концентрациях на следовом уровне. Определение иона Mn (II) в образцах природной воды выполняли спектрофотометрическим методом с использованием формальдоксима. Было изучено влияние аналитических параметров, в том числе pH и объема образца, типа и концентрации растворителя для элюирования, скорости потока образца и раствора элюента на степень выделения иона Mn(II). Количественная адсорбция на смоле XAD-4-СЦГД достигнута в диапазоне pH 3 – 10 и скорости потока образца 3 см³/мин. Элюирование проводили раствором азотной кислоты с концентрацией 0,5 моль/дм³. В оптимизированных условиях калибровочная кривая была линейной в диапазоне концентраций 0,1 – 5 мг/дм³ с пределом определения 0,65 мкг/дм³. При исследовании влияния посторонних ионов на предварительное концентрирование и определение Mn (II) не было выявлено никаких ионов, которые влияли бы негативно, даже в сильноионной среде. Величина выделения превосходила 90% при факторе обогащения 100. Процентное относительное стандартное отклонение для двадцати повторных измерений образцов с содержанием 1 мг/дм³ Mn(II) составило 1,8. Сорбционная емкость смолы XAD-4 по иону Mn(II) составила 29,217 мкг. Точность предлагаемого метода предварительного концентрирования и определения была проверена путем анализа сертифицированного эталонного материала TMDA-70.2 Ontario Lake Water и искусственно изготовленного образца воды. Метод применен для анализа образцов водопроводной воды и промышленных сточных вод на присутствие Mn(II). При использовании предлагаемого метода и метода индуктивно-связанной плазменной спектроскопии были получены почти идентичные результаты.

Ключевые слова: определение Mn (II), предварительное концентрирование, Amberlite XAD-4 N,N-бис (салицилидин) циклогександиамин, функционализованный полимер, метод с использованием формальдоксима.

* Для листування: berrintopuz@ibu.edu.tr

26. Gandhi M.N., Khopkar S.M. A rapid method for the extractive separation of trace level manganese(II) from an aquatic environment. *Anal. Sci.* 1992. 8. P. 233–236.
27. Argekar A.P., Shetty A.K. Extraction of manganese(II) with Bis(2, 4, 4 trimethylpentyl)monothio phosphinic acid and its spectrophotometric determination with formaldoxime. *Ibid.* 1997. 13. P. 131–135.
28. Topuz B., Macit M. Solid phase extraction and preconcentration of Cu(II), Pb(II), and Ni(II) in environmental samples on chemically modified Amberlite XAD-4 with a proper Schiff base. *Environ Monit Assess.* 2011. 173(1/4). P. 709–722.

Поступила в редакцію 19.06.2017 г.

После доработки 15.08.2018 г.

Принято к публикации 10.12.2019 г.

Беррін Топуз^{1*}, Сеннур Мерве Якут²

¹Відділення природоохоронного машинобудування, Університет Абанта Іззет Байсал, Голкой, Туреччина;

²Відділення природоохоронного машинобудування, Університет Невсехір Хасі Бектас Велі, Туреччина

*berrintopuz@ibu.edu.tr

ПОПЕРЕДНЄ КОНЦЕНТРУВАННЯ І ВИДІЛЕННЯ Mn (II) ЗІ ЗРАЗКІВ ПРИРОДНОЇ ВОДИ НА ІОНООБМІННІЙ СМОЛІ AMBERLITE XAD-4, ФУНКЦІОНАЛІЗОВАНІЙ N,N-БІС (САЛІЦИЛІДІН) ЦИКЛОГЕКСАНДІАМІНОМ І ЙОГО СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧНЕ ОЦІНЮВАННЯ

Розроблено нову прецизійну процедуру попереднього концентрування для визначення слідових кількостей Mn (II) в зразках природної води. Іонообмінна смола Amberlite XAD-4 була функціоналізована N,N-біс (саліцилідін) циклогександіаміном (SCHD) для попереднього концентрування і виділення Mn (II) при концентраціях на слідовому рівні. Визначення іону Mn (II) в зразках природної води виконували спектрофотометричним методом з використанням формальдоксиму. Був вивчений вплив аналітичних параметрів, в тому числі рН і об'єму зразку, типу і концентрації розчинника для елюювання, швидкості потоку зразку і розчину елюенту на ступінь виділення іону Mn(II). Кількісна адсорбція на смолі XAD-4 досягнута в діапазоні рН 3 – 10 і швидкості потоку зразку 3 см³/хв. Елюювання проводили розчином азотної кислоти концентрації 0,5 моль/дм³. В оптимізованих умовах калібраційна крива була лінійною в діапазоні концентрації 0,1 – 5 мг/дм³ з межею визначення 0,65 мкг/дм³. При дослідженні впливу сторонніх іонів на попереднє концентрування і визначення Mn (II) не було виявлено жодного іону, який би впливав негативно, навіть в сильноїонному середовищі. Величина виділення перевищувала 90% при факторі збагачення 100. Процентне відносне стандартне відхилення (%) для двадцяти повторних вимірювань зразків зі вмістом 1 мг/дм³ Mn(II) становило 1,8. Сорбційна ємність смоли XAD-4 по іону Mn(II) становила 29,217 мкг. Точність пропонованого методу попереднього концентрування і визначення була перевірена шляхом аналізу сертифікованого еталонного матеріалу TMDA-70.2 Ontario Lake Water і штучно виготовленого зразку води. Метод було застосовано для аналізу зразків водопровідної води і промислових витоків на присутність Mn(II). При використанні пропонованого методу і методу індуктивно-зв'язаної плазменної спектроскопії були одержані майже ідентичні результати.

Ключові слова: визначення Mn (II), попереднє концентрування, Amberlite XAD-4 N,N-біс (саліцилідін) циклогександіамін, функціоналізований полімер, метод з використанням формальдоксиму.

Berrin Topuz^{1*}, *Şennur Merve Yakut*²

¹Department of Environmental Engineering, Abant İzzet Baysal University, Gölköy, Turkey;

²Department of Environmental Engineering, Nevşehir Hacı Bektaş Veli University, Turkey

*berrintopuz@ibu.edu.tr

PRECONCENTRATION AND SEPARATION OF MN (II) FROM ENVIRONMENTAL WATER SAMPLES ON N,N-BIS (SALICYLIDENE) CYCLOHEXANEDIAMINE FUNCTIONALIZED AMBERLITE XAD-4 RESIN AND ITS SPECTROPHOTOMETRIC ASSESSMENT

A new and sensitive preconcentration procedure was developed for the determination of trace amount of Mn(II) in environmental water samples. Amberlite XAD-4 resin was functionalized with N,N-bis (salicylidene) cyclohexanediamine (SCHD) to preconcentrate and separate Mn(II) at the trace level concentrations. Mn(II) ion in environmental water samples was determined by the formaldoxime spectrophotometric method. The influences of analytical parameters including pH and volume of sample, type and concentration of elution solution, flow rate of sample and elution solution, etc. were investigated on the recoveries of Mn(II) ion. The adsorption was achieved quantitatively for Mn(II) on XAD-4-SCHD resin at the pH range of 3 – 10 and 3 mL·min⁻¹ sample flow rate. Elution was performed with 0.5 mol·L⁻¹ nitric acid solution. Under the optimized conditions, calibration curve was found to be linear in the concentration range of 0.1 – 5 mg·L⁻¹ with a limit of detection of 0.65 µg·L⁻¹. The effect of foreign ions on the preconcentration and determination of Mn(II) was studied and no adversely affecting ion was observed even at high ionic media. The recovery value was above 90%, with an enrichment factor of 100. The per cent relative standard deviation (%) value was found to be 1.8 for twenty repetitive measurements containing 1 mg·L⁻¹ of Mn(II). Sorption capacity of the Mn(II) ion on the XAD-4-SCHD resin was found to be 29.217 µg. The accuracy of the presented preconcentration and determination method was checked by the analysis of TMDA-70.2 Ontario Lake Water certified reference material and synthetic water sample. The method was applied for the analyses of tap water and industrial wastewater samples for Mn(II). Almost the similar results were observed for the Mn(II) determination in different environmental water samples using both the proposed and ICP-MS methods.

Keywords: Mn(II) determination, preconcentration, Amberlite XAD-4-N,N-bis (salicylidene) cyclohexanediamine, functionalized polymer, formaldoxime method.