

А.А. Шпенглер, С.В. Темерев

**Распределение ртути(II) в системе
вода – антипирин – ацетилсалициловая кислота***

A.A. Spengler, S.V. Temerev

**The Distribution of Mercury (II)
in Bottom System Water – Antipyrine –acetylsalicylic Acid**

В качестве объекта исследования выбрана расслаивающаяся система *вода – антипирин – ацетилсалициловая кислота* – вода и водные растворы ртути(II). Цель работы – изучить распределение ртути (II) в системе *вода – антипирин – ацетилсалициловая кислота*. Установлены наиболее оптимальное соотношение антипирина и ацетилсалициловой кислоты в пределах 1,0 ммоль, при котором достигается количественное извлечение Hg(II) из водных модельных растворов. В этих условиях в органической фазе формировался ацетилсалицилат антипириния, водная фаза имела значения pH = 2,70 и электропроводность $\kappa = 121$ мСм/м. Максимальная степень извлечения ртути(II) из модельных водных растворов в системе *вода – антипирин – ацетилсалициловая кислота* установлена методом атомной абсорбции и составила $(98 \pm 4)\%$.

Ключевые слова: расслаивающаяся система, органическая фаза, ртуть(II), экстракция, атомно-абсорбционная спектрометрия.

Одним из наиболее перспективных методов определения ртути служит метод атомной абсорбции «холодного пара», заключающийся в ее восстановлении и переводе в газовую фазу с последующим детектированием. В качестве восстановителей растворенных форм ртути наибольшее распространение получили хлорид олова(II) и NaBH₄ в виде щелочного раствора реагента. Популярность метода атомной абсорбции привела к большому числу публикаций по определению ртути в природных водах, стоках, почвах и донных отложениях. Предел обнаружения метода «холодного пара» составляет 0,1–0,3 мкг/л [1]. Подготовка образцов к анализу включает «мокрое» озоление навески твердого природного материала определенной массы в смеси минеральных кислот и нагревание для десорбции всех форм элемента в «кислотный минерализат» – жидкий аналитический образец определенного объема. Для селективного извлечения алкилированных форм ртути используются

As an object of investigation are chosen the bottom system *water – antipyrine – acetylsalicylic acid* and aqueous mercury (II) solutions.

The aim of research was to study the mercury (II) distribution in the system *water – antipyrine – acetylsalicylic acid*. The researchers established the optimal ratio of antipyrine and acetylsalicylic acid within 1.0 mmol which is achieved by a quantitative Hg(II) extraction from model solutions. Under these conditions, the organic phase forms acetylsalicylate antipyrine, the aqueous phase have values pH = 2,70 and conductivity $\kappa = 121$ mS/m. Maximum degree of extraction Hg(II) from model aqueous solution to the system *water – antipyrine – acetylsalicylic acid* was determined by atomic absorption spectrometry and total $98 \pm 4\%$.

Key words: bottom system, organic phase, mercury (II) extraction.

органические растворители (гексан, спирты) в комбинации с криогенными ловушками с полисорбентами и хроматографией в жидком или газовом варианте с масс-селективным детектированием. Хромато- и масс-спектрометрические аналитические технологии дороги и малодоступны при проведении массовых анализов для решения задач химического мониторинга. В отличие от дорогостоящих аналитических схем на стадии химической подготовки проб перспективны в плане применения системы без органического растворителя с расслаиванием [2–3].

Выбор соотношений антипирина и ацетилсалициловой кислоты: вследствие низкой растворимости ацетилсалициловой кислоты в воде (0,25 г/100 г при 20 °С) для приготовления органической фазы использовали сплавление ее с антипирином в кварцевой посуде на песчаной бане при температуре 130–140 °С.

* Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект 11-03-98001_p_Сибирь_а №01201169015).

Данный способ оказался удобен, так как органическая фаза при комнатной температуре 20–25 °С оставалась жидкой вязкой массой и исследовалась в дальнейшем на эффективность извлечения ртути(II) из модельных водных растворов.

Для выбора наиболее подходящего соотношения антипирина и ацетилсалициловой кислоты изучены физико-химические показатели водной фазы данной системы. Экспериментальные результаты пред-

ставлены в таблице 1 и на рисунке 1. Минимальные величины pH и удельной электропроводности водной фазы соответствовали стехиометрическому соотношению 1,0 реагентов (антипирин : ацетилсалициловая кислота) в расплаве, т.е. формированию органической соли ацетилсалицилата антипириния. Расплав данного состава исследовали на эффективность извлечения ртути(II) из водных растворов, приготовленных из ГСО ионов металла.

Таблица 1

Зависимость физико-химических свойств водной фазы от состава

№	Масса антипирина, г	Масса ацетилсалициловой кислоты, г	Соотношение	pH	κ, мСм/м	Объем воды, мл	Общий объем, мл
1	1,00	1,00	1,04	2.70	121	5,00	6,00-6,50
2		0,75	1,26	2.74	225		
3		0,50	1,89	2.90	258		
4		0,25	3,78	3.10	415		
5		0,15	6,38	3.20	332		

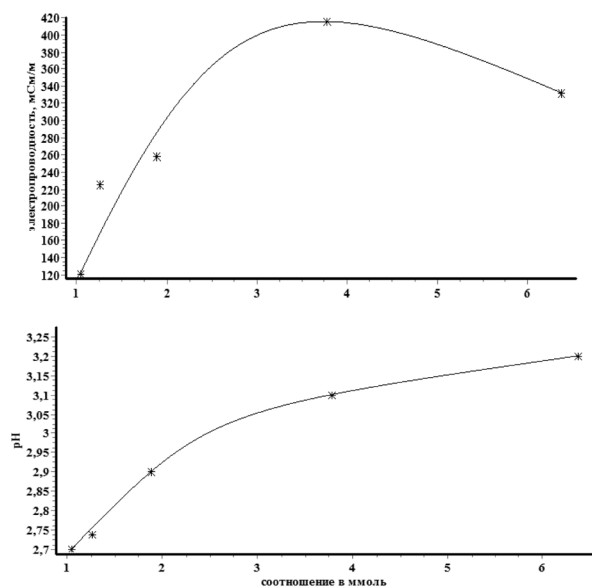


Рис. 1. Удельная электропроводность и pH водной фазы системы при различных соотношениях (моль) реагентов антипирин : ацетилсалициловая кислота (табл. 1)

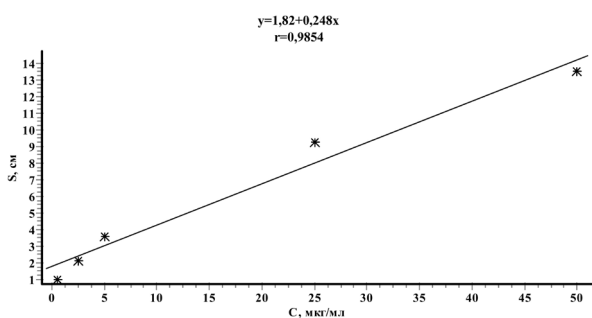


Рис. 2. Градуировочный график для модельных растворов ГСО ртути (II)

Методика определения ртути методом атомно-абсорбционной спектрометрии: Hg(II) восстанавливали до Hg(0) щелочным 3% раствором NaBH₄, концентрацию паров которой определяли по резонансному абсорбционному поглощению УФ света с длиной волны 253,7 нм от лампы полого катода [4]. Из раствора ГСО ртути (II) готовили рабочие растворы ртути методом последовательного разбавления в диапазоне от 0,1 мкг до 10 мкг ртути в 1 л раствора [5]. Типичный градуировочный график в координатах – площадь пика адсорбционного поглощения – концентрация ртути (мкг/мл) – представлен на рисунке 2.

Таблица 2

Результаты определения ртути (II) в системе вода – ацетилсалициловая кислота – антипирин вода при соотношении 1,04. Общий объем 6 мл. Объем водной фазы 5,5 мл. Объем органической фазы 0,5 мл

№	Введено в водную фазу, мкг	Найдено в орг. фазе, мкг	R, %	D
1	20,00	19,07	98,95	471,10
2		21,44	96,26	128,68
3		20,24	99,02	505,20
			98 ± 4	

Методом градуировочного графика исследовали распределение ртути (II) в модельных системах водный раствор Hg(II) – расплав ацетилсалицилата антипириния методом «введено-найденно». Градуировочные графики строили в день выполнения исследований. Результаты метода «введено-найденно» представлены в таблице 2. После экстракции ртути

(II) из модельных растворов концентрации ртути в водной фазе составляли менее 0,01 мкг/мл. Площади пиков «холостого» опыта вычитали. Минимальные определяемые концентрации ртути составляли в пределах 0,5 мкг/л.

Итоги

1. Исследована система *вода – антипирин – ацетилсалициловая кислота* на эффективность извлечения ртути (II) из кислых водных растворов.

2. Экспериментально исследованы физико-химические свойства водной фазы системы (α , pH) при различных мольных соотношениях (1÷6) реагентов (антипирин : ацетилсалициловая кислота) в расплаве органической фазы, предварительно

приготовленной сплавлением реагентов при 135–140 °С.

3. Минимальные величины pH и α водной фазы отличны для стехиометрического соотношения реагентов в расплаве органической фазы системы, что соответствует ацетилсалицилату антипириния, который апробирован как экстрагент ртути (II) из модельных водных растворов.

4. Методом «введено-найдено» на модельных водных растворах показана эффективность извлечения ртути (II) из водных растворов органической фазой ацетилсалицилата антипириния ($R = 98 \pm 4$, $D = 129 - 505$), что соответствует условиям количественного извлечения ртути(II) при однократной экстракции.

Библиографический список

1. Лапердина Т.Г. Определение ртути в природных водах. – Новосибирск, 2000.

2. Темерев С.В., Архипов И.А., Пузанов А.В. Неорганические формы ртути и селена в почвах и растениях в области влияния Акташского рудника // Химия в интересах устойчивого развития. – 2009. – №17.

3. Темерев С.В. Определение ртути в водных экосистемах // Журнал аналитической химии. – 2008. – Т. 63. – №3.

4. Жилин Д.М., Перминова И.В., Петросян В.С. Экспресс-методика определения ртути (II) в присутствии гумусовых кислот // Вестник Московского университета. – 2000. Сер. 2. – Т. 41. – №3.

5. Фомин Г.С. Вода. Контроль химической, бактериальной и радиационной безопасности по международным стандартам : энциклопедический справочник. – 3 изд., перераб. и доп. – М., 2000.