**Оскотская, Эмма Рафаиловна.**

## Полимерные хелатообразующие сорбенты на полистирольной матрице в анализе природных и технических объектов : диссертация ... доктора химических наук : 02.00.02. - Москва, 2006. - 330 с. : ил.

## Оглавление диссертациидоктор химических наук Оскотская, Эмма Рафаиловна

Введение.

Глава 1. Методы концентрирования микроэлементов в аналитической химии (литературный обзор).

1.1. Концентрирование на активных углях.

1.2. Концентрирование методом соосаждения на неорганических коллекторах.

1.3. Концентрирование методом соосаждения на органических коллекторах.

1.4. Сорбция на синтетических ионитах.

1.5. Концентрирование элементов на пенополиуретанах.

1.6. Концентрирование на комплексообразующих сорбентах.

1.6.1. Сорбенты, модифицированные комплексообразугащими реагентами.

1.6.2. Сорбенты с комплексообразующими группами, привитыми к неорганической матрице.

1.6.3. Сорбенты с комплексообразующими группами, привитыми к полимерной органической матрице (хелатообразующие сорбенты).

Выводы к главе 1.

Глава 2. Методология исследования хелатообразующих сорбентов на полистирольной матрице и техника проведения эксперимента.

2.1. Методология изучения и применения ПХС в анализе.

2.2. Исследование физико-химических и аналитических свойств ПХС.

2.2.1. Определение статической емкости сорбентов по иону натрия (CECNa+).

2.2.2. Потенциометрическое титрование сорбентов.

2.2.3. Определение констант кислотно-основной ионизации функционально-аналитических групп сорбентов.

2.2.4. Определение констант устойчивости комплексов элементов с полимерными хелатообразующими сорбентами.

2.3. Определение оптимальных условий сорбции элементов.

2.3.1. Влияние кислотности среды на процесс сорбции.

2.3.2. Влияние времени и температуры на процесс сорбции.

2.4. Определение сорбционной емкости сорбентов по отдельным элементам.

2.5. Оценка избирательности аналитического действия ПХС.

2.6. Установление количественных корреляционных соотношений.

2.7. Установление вероятного химизма процесса сорбции.

2.8. Концентрирование микроколичеств элементов.

2.9. Используемые реактивы и растворы.

2.10. Измерительная аппаратура.

2.11. Математическая обработка результатов эксперимента.

Глава 3. Исследование физико-химических характеристик полимерных хелатообразующих сорбентов.

3.1. Физико-химические свойства сорбентов.

3.1.1. Сорбционные свойства.

3.1.2. Кислотно-основные свойства.

3.1.2.1. Кислотно-основные свойства сорбентов с о,о-диоксиазо -функциональной аналитической группировкой.

3.1.2.2. Кислотно-основные свойства сорбентов с одиокси-функциональной аналитической группировкой. у > 3.1.2.3. Кислотно-основные свойства полимерных хелатообразующих сорбентов с ооксикарбокси-функциональной аналитической группировкой.

Выводы к главе 3.

Глава 4. Химико-аналитические свойства сорбентов и их комплексов с элементами.

4.1. Оптимальная кислотность среды сорбции элементов.

4.1.1. Оптимальная кислотность среды сорбции Be, Sc, Y с о,о-диоксиазо-функционалыюй аналитической группировкой.

4.1.2. Оптимальная кислотность среды сорбции Al, Ga, In, Ti(IV), Th(IV), Zr(IV) сорбентами с одиокси-функциональной аналитической группировкой.

4.1.3. Оптимальная кислотность среды сорбции Pb(II), V(IV), Cr(III), Mn(II), Co(II), Ni(II), Cu(II), Zn, Cd(II) сорбентами с о-оксикарбокси-функциональной аналитической группировкой. ф 4.2. Влияние времени и температуры на степень сорбции элементов.

4.2.1. Влияние времени и температуры на степень сорбции Be, Sc, Y с о,о -диоксиазо-функциональной аналитической группировкой.

4.2.2. Влияние времени и температуры на степень сорбции Al, Ga, In, ^ Ti(IV), Th(IV), Zr(IV) сорбентами с одиокси-функциональной аналитической группировкой.

4.2.3. Влияние времени и температуры на степень сорбции Cu(II), Ni(II), Cd, Zn, Pb(II), Co(II), V(IV), Cr(III), Mn(II) сорбентами с ооксикарбокси-функциональной аналитической группировкой.

4.3. Сорбционная емкость сорбентов по отдельным элементам.

4.4. Избирательность действия сорбентов.

4.4.1. Избирательность сорбции Be, Sc, Y сорбентами с о,о -диоксиазо -функциональной аналитической группировкой.

4.4.2. Избирательность сорбции Al, Ga, In, Ti(IV), Th(IV), Zr(IV) сорбентами

• с одиокси- функциональной аналитической группировкой.

4.4.3. Избирательность сорбции Cu(II), Ni(II), Cd, Zn, Pb(II), Co(II), V(IV), Cr(III), Mn(II) сорбентами с ооксикарбокси-функциональной аналитической группировкой.

4.5. Десорбция элементов.

4.6. Устойчивость полихелатов.

4.7. Аналитические характеристики изучаемых сорбентов.

Выводы к главе 4.

Глава 5. Химизм процесса сорбции элементов.

5.1. Изотермы сорбции.

5.2. Определение числа вытесняемых протонов при хелатообразовании элемента с ФАГ сорбента.

5.3. ИК-спектроскопическое исследование сорбентов, их полихелатов и квантово-химические расчеты структур.

5.3.1. ИК-спектроскопическое исследование сорбентов с о-диокси-функциональной аналитической группировкой.

5.3.2. ИК-спектроскопическое и масс-спектрометрическое исследования ^ структуры 4,4 -бис(пирокатехинилазо)бифенила и его комплекса с галлием.

5.3.3. ИК-спектроскопическое исследование сорбентов с ооксикарбокси-функциональной аналитической группировкой.

5.3.4. ИК-спектроскопическое исследование сорбентов сорбентами с о,о-диоксиазо-функциональной аналитической группировкой и квантово-механический расчет структур.

5.4. Аналогия взаимодействия мономерных органических реагентов и полимерных хелатообразующих сорбентов с ионами металлов.

5.5. Обоснование вероятной структуры полихелатов.

5.5.1. Обоснование вероятной структуры комплексов Be, Sc, Y с сорбентами с о,о-диоксиазо-функциональной аналитической группировкой.

5.5.2. Обоснование вероятной структуры комплексов Al, Ga, In, Ti(IV),

Th(IV), Zr(IV) с сорбентами, содержащими с о-диокси-функциональную аналитическую группировку.

5.5.3. Обоснование вероятной структуры комплексов Cu(II), Ni(II), Cd, Zn, Pb(II), Co(II), V(IV), Cr(III), Mn(II) с сорбентами с о-оксикарбоксифункциональной аналитической группировкой.

Выводы к главе 5.

Глава 6. Прогнозирование основных физико-химических и аналитических свойств сорбентов.

6.1. Корреляции между кислотно-основными свойствами (р/Q ФАГ сорбентов и электронными константами Гаммета (ст).

6.2. Корреляции между кислотно-основными свойствами (рЛ"а) ФАГ сорбентов и зарядом на атоме кислорода комплексообразующей группы.

6.3. Корреляции между кислотно-основными свойствами ФАГ сорбентов и РН50 хемосорбции элементов.

6.4. Корреляции между кислотно-основными свойствами (рА"а) ФАГ сорбентов и устойчивостью комплексов (lg Р) элементов с ПХС.

6.5. Корреляции между гидролитическими свойствами катионов и pHso хемосорбции элементов.

6.6. Прогнозирование физико-химических и аналитических характеристик г; сорбентов по установленным корреляциям.

6.7. Практическая проверка корреляционной зависимости рКа,\ - рН5о сорбции в системе сорбент-элемент (Zn, Cd, Pb).

Выводы к главе 6.

Глава 7. Новые способы индивидуального и группового концентрирования и выделения микроколичеств элементов в анализе природных объектов.

7.1. Состав объектов анализа и влияние макрокомпонентов на определение микроколичеств элементов.

7.2. Разработка новых методик концентрирования сорбентом полистирол-2t t i окси-азо-2 -окси-5 -нитро-3 -сульфобензолом и спектрофотометрического • определения Be, Sc, Y в анализе горных пород.

7.2.1. Пробоподготовка образцов и переведение выделяемых элементов в реакционную ионную форму.

7.2.2. Методики предварительного индивидуального концентрирования Be, Sc, Y сорбентом полистирол-2-окси-азо-2 -окси-5 -нитро-3 -сульфобензолом с последующим спектрофотометрическим определением.

7.2.3. Практическое применение методик индивидуального и группового концентрирования и спектрофотометрического определения Be, Sc,

Y в анализе горных пород.

7.3. Разработка новых методик концентрирования сорбентом полистирол-(азо-1)-3,4-диокси-6-нитробензолом и спектрофотометрического определения Ga, In, Al, Zr(IV), Ti(IV), Th(IV) в анализе сталей, ф сплавов и горных пород.

7.3.1. Разложение образцов и приведение определяемых элементов в реакционную ионную форму.

7.3.2. Методики предварительного концентрирования Ga, In, Al, Zr(IV), Ti(IV), Th(IV) сорбентом полистирол-(азо-1)-3,4-диокси-6-нитробензолом с последующим спектрофотометрическим определением.

7.3.3. Практическое апробирование новых методик сорбционно-спектрофотометрического определения Ga, In, Al, Zr(IV), Ti(IV), Th(IV) в анализе сталей, сплавов и горных пород.

7.4. Разработка и применение новой методики концентрирования и определения элементов в анализе природных и промышленных сточных вод.

7.4.1. Разработка новых комбинированных методик группового предварительного концентрирования, выделения и определения Pb(II),

Cd, Zn, V(IV), Cr(III), Mn(II) и Cu(II), Ni, Co. ф 7.4.2. Методики концентрирования Си, Co, Ni сорбентом полистиролазо-1)-2-окси-3-карбоксибензол-5-сульфокислота.

7.4.3. Практическое апробирование новой методики концентрирования

Си, Со, Ni в анализе природных и сточных вод.

7.4.4. Методика концентрирования Pb(II), Zn, Cd и Cr(III), Mn(II), V(IV) полимерным хелатообразующим сорбентом полистирол-(азо-1)-2-окси-3-карбокси-5-нитробензол.

7.4.5. Практическое апробирование новой методики концентрирования и определения Pb(II), Zn, Cd, Cr(III), Mn(II) и V(IV) в природных и промышленных сточных водах.

Выводы к главе 7. ф ВЫВОДЫ.