

го необхідно лише створити в досліджуваному розчині молярний надлишок Pt(IV) для отримання певних кривих титрування, на яких перша точка перегибу відповідає відтитруванню тільки Ru(IV).

Результати визначення вмісту Ru(IV) у присутності Pt(IV) представлено в табл. 1. Таким чином, 3-метил-2,6-димеркапто-1,4-тіопірон є перспективним фотометричним титрантом для визначення Ru(IV).

Таблиця 1

Правильність і відтворюваність спектрофотометричного визначення рутенію(IV) з використанням платини(IV) як індикатора

Введено Ru (мкг) + Pt (мкг)	Знайдено Ru, мкг ($x \pm \Delta x$)/Sr, n=4, P=0.95	Знайдено Pt , мкг ($x \pm \Delta x$)/Sr, n=4, P=0.95
Ru(25,2) + Pt(87,8)	(25,23 \pm 0,03) / 0,02.	(87,81 \pm 0,04) / 0,01.
Ru(30,3)+ Pt(58,5)	(30,29 \pm 0,04) / 0,03.	(58,52 \pm 0,03) / 0,02.
Ru (30,3)+ Pt(117,0)	(30,31 \pm 0,06) / 0,02.	(117,05 \pm 0,02) / 0,03.

Бібліографічні посилання

1. **Аналитическая** химия металлов платиновой группы / Сост. и ред. Ю. А. Золотов, Г. М. Варшал, В. М. Иванов. – М., 2003. – 592 с.
2. **Худякова С. М.** Метилтіопірондимеркаптиди як аналітичні форми для концентрування та визначення Осмію / С. М. Худякова // Автореф. дис. ... канд. хім. наук. – Д., 2006. – 20 с.
3. **Буслаева Т. М.** Состояние платиновых металлов в солянокислых и хлоридных водных растворах. Рутений, осмий / Т. М. Буслаева, С. А. Симанова // Журн. коорд. химии. – 2000. – Т. 26, № 6. – С. 403–411.
4. **Звягинцев О. Е.** Химия рутения / О. Е. Звягинцев, Н. И. Колбин, А. Н. Рябов. – М., 1965. – 300 с.
5. **Чмиленко Ф. А.** Комплексообразование осмия(IV) с 3-метил-2,6-ди-меркапто-1,4-тіопіроном и его аналитическое применение / Ф. А. Чмиленко, С. Н. Худякова // Журн. аналит. химии. – 2005. – 60, № 11. – С. 1141–1146.
6. **Башилов А. В.** Спектрофотометрическое определение рутения в растворах нитрозо- и сульфатокомплексов с использованием микроволнового излучения / А. В. Башилов, С. Ю. Ланская, Ю.А. Золотов // Журн. аналит. химии. – 2003. – 58, № 9. – С. 918–954.

Надійшла до редколегії 15.05.08

УДК 543.422.3:547.176

Г. А. Петрушина, А. Б. Вишникин, Л. П. Цыганок

Днепропетровский национальный университет им. Олесь Гончара

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ АСКОРБИНОВОЙ КИСЛОТЫ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ГЕТЕРОПОЛИКОМПЛЕКСА СТРУКТУРЫ ДОУСОНА

Досліджено відновлення 18-молібдодифосфорного гетерополікомплекса аскорбіновою кислотою. Розроблена експресна методика спектрофотометричного визначення аскорбінової кислоти у фармацевтичних препаратах та харчових продуктах.

Аскорбиновая кислота (АК) является важным витамином и участвует в окислительно-восстановительных процессах в организме человека, способствует повы-

© А. Б. Вишникин, Г. А. Петрушина, Л. П. Цыганок, 2008

шению сопротивляемости организма к заболеваниям. Она входит в состав многих пищевых продуктов, фармацевтических препаратов. Наиболее широко распространены спектрофотометрические методы определения АК благодаря высокой чувствительности и доступности аппаратного обеспечения [1; 2; 3].

Для определения АК нами предложено использовать молибдофосфорный гетерополианион (ГПА) структуры Доусона $P_2Mo_{18}O_{62}^{6-}$ (18-МФК). 18-МФК как реагент для определения аскорбиновой кислоты имеет ряд преимуществ. Восстановление 12-молибдофосфорного ГПА (12-МФК) протекает во времени. В отличие от этого восстановление МФК структуры Доусона аскорбиновой кислотой происходит практически мгновенно.

В данной работе изучали восстановление 18-молибдодифосфорного гетерополикомплекса аскорбиновой кислотой. На основе этого проводили разработку чувствительной, селективной и экспрессной спектрофотометрической методики определения АК.

Использовали 18-молибдодифосфат (18-МФК) аммония $(NH_4)_6P_2Mo_{18}O_{62} \cdot 14H_2O$, синтезированный по методике [4]. Раствор АК марки «х. ч.» готовили растворением точной навески. Вследствие быстрого окисления АК при стоянии на воздухе, новый раствор готовили каждый час. 0,5 М H_2SO_4 готовили из концентрированной кислоты марки «х. ч.»

Степень восстановления гетерополианиона (ГПА) определена методом молярных отношений. Был получен четкий перегиб, соответствующий соотношению АК/ГПА = 3:1. Учитывая, что АК является двухэлектронным восстановителем, это приводит к выводу о получении 6-электронной гетерополианиона. Максимум поглощения ГПС находится при 680 нм (рис. 1), молярный коэффициент составляет $2,16 \cdot 10^4$ моль⁻¹·л·см⁻¹. Для достижения равновесия реакции восстановления достаточно 3–5 мин.

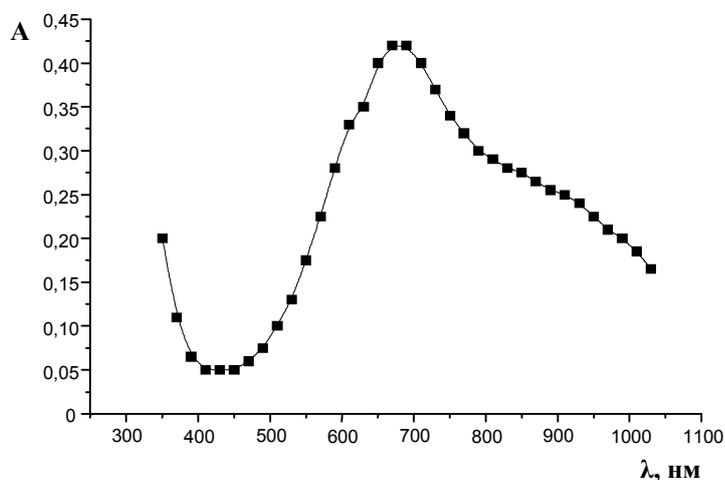


Рис. 1. Спектр поглощения 18-МФК, восстановленного АК.
 $C(18\text{-МФК}) = 4 \cdot 10^{-5}$ моль/л, $C(\text{АК}) = 5,7 \cdot 10^{-2}$ моль/л, $l = 0,5$ см

Полнота восстановления гетерополианиона зависит от кислотности среды. Установлено, что интервал оптимальных значений рН находится в области 3,75–4,5. Градуировочный график линеен в интервале концентраций 0,2–18 мг/л и описывается уравнением $A = (0,053 \pm 0,015) + (0,072 \pm 0,002) \cdot 10^5 \cdot C$, $R = 0,997$.

Исследовано мешающее влияние различных веществ на степень восстановления 18-МФК аскорбиновой кислотой (табл. 1).

Таблица 1

Влияние некоторых веществ на определение АК в виде гетерополисини 18-МФК.
 $C(\text{АК}) = 4 \cdot 10^{-5} \text{ М}$, $\text{pH} = 4$, $V = 25 \text{ мл}$

Вещество	Допустимая концентрация (моль/л)	Допустимый избыток (моль вещ-ва/1 моль АК)
Лимонная кислота	0,4	10000
Железо (II)	$6 \cdot 10^{-4}$	15
Цистеин	$2 \cdot 10^{-5}$	0,5
Сульфит натрия	$4,8 \cdot 10^{-3}$	120
Глюкоза	$4 \cdot 10^{-4}$	10
Гидразин	$1,2 \cdot 10^{-2}$	300
NaNO_2	$2 \cdot 10^{-4}$	2
Гидрохинон	$4 \cdot 10^{-6}$	0,1
Тиомочевина	$2 \cdot 10^{-2}$	500

Разработана спектрофотометрическая методика определения АК с пределом обнаружения 0,2 мг/л, которая может быть использована для контроля концентрации АК в пищевых продуктах и фармацевтических препаратах. На этой основе разработана тест-методика определения АК на фильтровальной бумаге, $C_{\text{H}} = 10^{-5}$ моль/л (2 мг/л). Методика апробирована на лекарственных препаратах: таблетках «Кислота аскорбиновая» и «Сорбифер Дурулес». Полученные результаты характеризуют методику как экспрессную, достаточно селективную с хорошими метрологическими характеристиками.

Библиографические ссылки

1. **Коренман И. М.** Фотометрический анализ. Методы определения органических веществ. – М., 19785. – 360 с.
2. **Дмитриенко С. Г.** Сорбционно-фотометрическое определение аскорбиновой кислоты с помощью гетерополикислот, иммобилизованных на пенополиуретане. / С. Г. Дмитриенко, Л. В. Гончарова // Журн. аналит. хим. – 1998. – Т.53, № 9. – С. 914–918.
3. **Запорожец О. А.** Определение аскорбиновой кислоты методами молекулярной спектроскопии / О. А. Запорожец, Е. А. Крушинская // Журн. аналит. хим. – 2002. – Т. 56, № 4. – С. 1–12.
4. Руководство по неорганическому синтезу: В 6-ти т. Т.6 / Под ред. Г. Брауэра. – М., 1986. – 360 с.

Надійшла до редколегії 04.09.08