

Preconcentration and Determination of Nickel ions using Silica with Functional Groups of Sulfonic Derivatives of Nitroso Naphthols

A.K. Trofimchuk[†], S.L. Didukh[‡], A.N. Mukhina[‡], V.N. Losev[‡]

[†] Taras Shevchenko National university of Kyiv, 64, Vladimirska St, 01033, Ukraine, Kyiv; *e-mail: aktrof27@gmail.com

[‡] Scientific research engineering centre “Kristall” Siberian Federal University, Svobodnyi pr. 79, 660041, Krasnoyarsk, Russian Federation

Received: December 26, 2018; Accepted: March 28, 2019

DOI: 10.17721/moca.2019.xx-xx

Silica based adsorbents modified with polyhexamethylene guanidine and sulfonic derivatives of nitroso naphthols - nitroso-N salt (NNS) and nitroso-R salt (NRS), have been proposed for preconcentration and solid-phase photometric determination of Ni(II) in industrial solutions. Adsorbents with the surface concentration of the reagents of 1.5 and 3 $\mu\text{mol/g}$ have been studied. Adsorbents with NNS functional groups quantitatively extract Ni(II) at pH 5.5-7.5, while with NRS functional groups – at pH 5.5-7.0, giving complex compounds with the composition Ni(II):Reagent = 1:3. After Ni(II) adsorption the adsorbents became orange ($\lambda=510\text{ nm}$) or brown ($\lambda=490\text{ nm}$) for NNS and NRS respectively. The pH range of maximum color intensity coincides with the pH range of the quantitative extraction of Ni(II). The procedure of solid-phase photometric determination of Ni(II) in form of diffuse reflectance spectroscopy has been developed. The analytical range of the procedure is 0.1 – 3.0 μg of Ni(II) per 0.1 g of the adsorbent with the surface concentration of the reagent of 1.5 $\mu\text{mol/g}$ and 0.15 – 6 μg of Ni(II) per 0.1g of the adsorbent with the surface concentration of the reagent of 3 $\mu\text{mol/g}$. The procedure was used for determination of Ni(II) in the rinsing and waste waters of galvanic manufactory. The results accuracy was confirmed by ICP-OES analysis.

Keywords: nickel(II), adsorption, preconcentration, silica, nitroso-R salt, nitroso-N salt, adsorption-photometric determination

Сорбционное концентрирование и определение никеля с использованием кремнезема с функциональными группами сульфопроизводных нитрозоафтолов

A.K. Трофимчук[†], С.Л. Дидух[‡], А.Н. Мухина[‡], В.Н. Лосев[‡]

[†] Киевский национальный университет, ул Владимирская, 64, Киев, 01601, Украина; *e-mail: aktrof27@gmail.com

[‡] Научно-исследовательский инженерный центр «Кристалл» Сибирского федерального университета, пр. Свободный, 79, 660041, Красноярск, Российская Федерация

Поступила: 26 декабря 2018 г; Принята: 28 марта 2019 г

DOI: 10.17721/moca.2019.xx-xx

Для концентрирования и сорбционно-фотометрического определения никеля предложены сорбенты на основе кремнезема, модифицированного полигексаметиленгуанидном и сульфопроизводными нитрозоафтолов (нитрозо-Н-соль – ННС и нитрозо-Р-соль – НРС). Сорбенты с функциональными группами ННС количественно извлекают Ni(II) при pH 5.5–7.5, а с функциональными группами НРС – при pH 5.5–7.0. В процессе сорбции на поверхности сорбентов образуются комплексы стехиометрии Ni(II):Реагент = 1:3, окрашенные в оранжевый ($\lambda=510\text{ nm}$) и коричневый ($\lambda=490\text{ nm}$) цвета для реагентов ННС и НРС соответственно. Диапазон pH максимальной интенсивности окраски поверхностных комплексов совпадает с диапазоном pH количественного извлечения Ni(II). Разработана методика сорбционно-фотометрического определения Ni(II) в варианте спектроскопии диффузного отражения. Показано, что диапазоном определяемых содержаний никеля зависит от концентрации реагента на поверхности сорбента и составляет 0.1–3 мкг Ni(II) на 0.1 г сорбента с поверхностной концентрацией реагентов 1.5 мкмоль/г и 0.15–6 мкг Ni(II) на 0.1 г сорбента с поверхностной концентрацией реагентов 3 мкмоль/г. Методика использована при определении Ni(II) в промывной и сточной воде гальванического производства.

Ключевые слова: никель(II), сорбционное концентрирование, кремнезем, нитрозо-Р-соль, нитрозо-Н-соль, сорбционно-фотометрическое определение

Определение цветных и тяжелых металлов, в частности никеля, в сточных водах и образцах окружающей среды является актуальной задачей аналитической химии и экологии для оценки и интерпретации явлений в водных системах. В последнее время большое внимание уделяется токсичности и влиянию различных микроэлементов на рост и развитие живых систем, организмов, включая человека. По сравнению с другим переходными металлами никель является умеренно токсичным элементом. С одной стороны, он является важным микроэлементом, участвуя в активации ферментов, выработке гормонов, клеточных мембран, кроветворении [1,2]. С другой стороны, никель и его соединения могут привести к таким серьезным проблемам, как аллергия и злокачественные опухоли [1,3], что обуславливает важность его определения на уровне микроконцентраций в техногенных водах и объектах окружающей среды, куда он попадает преимущественно со сточными водами промышленных предприятий.

Для определения низких концентраций Ni(II) прямые методы анализа комбинируют с предварительным концентрированием. Наиболее широко используемыми методами концентрирования является жидкостно-жидкостная микроэкстракция [4-6], экстракция «в точке помутнения» [7] и сорбционное концентрирование [8-15]. Жидкостно-жидкостная микроэкстракция является трудоемкой процедурой, и извлечение Ni(II), полученное таким способом, не всегда является воспроизводимым, и иногда требует органических растворителей высокой чистоты, некоторые из которых вредны для здоровья. Сорбционное концентрирование отличается простотой выполнения операций и обеспечивает достижение высоких коэффициентов концентрирования.

В качестве сорбентов для извлечения Ni(II) или его комплексов с органическими реагентами применяют активированные угли [8], нафталин [9, 12], смолы [10], импрегнированный силикагель [11], различные мембраны [13-15]. Сорбционное концентрирование Ni(II) сочетают с последующим атомно-абсорбционным [8, 9], атомно-эмиссионным с индуктивно связанной плазмой [11] или спектрофотометрическим определением [12-15]. Для одноэлементного определения ионов металлов в сточных водах производственных предприятий среди методов определения спектрофотометрический имеет ряд преимуществ: удобство для рутинного анализа, простоту аппаратного оформления, не требует больших затрат.

В настоящей работе для концентрирования Ni(II) из сточных вод и его последующего определения в фазе сорбента предложен сорбент на основе кремнезема, последовательно модифицированного полигескаметиленгуанидином и сульфопроизводными нитрознафтолов. Выбор

реагентов основывался на том, что 1-нитрозо-2-нафтол и 2-нитрозо-1-нафтол и их производные образуют окрашенные комплексы с Ni(II) [16-18]. Сульфопроизводные нитрознафтолов нитрозо-2-нафтол-3,6-дисульфокислота и 2-нитрозо-1-нафтол-4-сульфокислота эффективно закрепляются на поверхности кремнезема, модифицированного полигескаметиленгуанидином [19].

Цель работы - разработка сорбционно-фотометрической методики определения Ni(II) в техногенных водах с использованием кремнезема, последовательно модифицированного полигескаметиленгуанидином и сульфопроизводными нитрознафтолов.

Экспериментальная часть

Реагенты и растворы. Исходный раствор 0.5 г/л Ni(II) готовили растворением навески препарата $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ квалификации х.ч. в 0.1 М HCl. Растворы 2-нитрозо-1-нафтол-4-сульфокислоты натриевой соли (нитрозо-Н-соль, ННС) и 1-нитрозо-2-нафтол-3,6-дисульфокислоты динатриевой соли (нитрозо-Р-соль, НРС) (1.0 мМ) готовили растворением навески препарата (Aldrich, Германия) в дистиллированной воде. Растворы с меньшими концентрациями готовили разбавлением исходного раствора дистиллированной водой. Силохром С-120 (фракция 0.16–0.2 мм, удельная поверхность 120 м²/г, средний диаметр пор 45 нм) ООО «Люминофор» (Ставрополь) использовали в качестве основы для синтеза сорбента. 7.5%-ный раствор гидрохлорид полигескаметиленгуанидина (ПГМГ) готовили растворением точной навески коммерческого препарата Биопаг (Институт эколого-технологических проблем, Москва). Необходимое значение pH создавали растворами HCl, NaOH и ацетатным буферным раствором (0.1 М CH_3COONa и 0.1 М CH_3COOH).

Аппаратура. Спектры диффузного отражения (СДО) сорбентов регистрировали на спектрофотокориметре Пульсар (НПО «Химвтоматика», Россия) в диапазоне 380–720 нм. СДО приведены в координатах функция Гуревича-Кубелки-Мунка $F(R)=(1-R)^2/2R$ - длина волны, нм; где R – коэффициент диффузного отражения. Концентрацию никеля в растворах до и после сорбции определяли атомно-эмиссионным с индуктивно связанной плазмой (АЭС-ИСП) методом при длине волны 231.604 нм на приборе Optima 5300DV (Perkin-Elmer, США). pH растворов измеряли иономером Seveneasy (Mettler-Toledo, Испания) с комбинированным электродом InLabExpertPro.

Методика эксперимента. Модифицирование кремнезема ПГМГ проводили по методике, описанной в работе [20]. Для получения сорбентов с поверхностной концентрацией реагентов 1.5 мкмоль/г и 3 мкмоль/г к 10 г полученного сорбента (SiO_2 -ПГМГ) добавляли 100 мл

$1.5 \cdot 10^{-4}$ или $3 \cdot 10^{-4}$ М раствора ННС или НРС при pH=6.0 и перемешивали 10 мин. В данных условиях реагенты количественно извлекаются сорбентом SiO₂-ПГМГ [19]. Полученный сорбент (SiO₂-ПГМГ-ННС или SiO₂-ПГМГ-НРС) отделяли от раствора декантацией, дважды промывали дистиллированной водой и высушивали на воздухе при комнатной температуре.

Сорбцию Ni(II) изучали в статическом режиме. В градуированные пробирки вместимостью 20 мл с притертыми пробками вводили 1 мл раствора Ni(II) с концентрацией 5 мкг/мл, NaOH и/или буферный раствор для создания необходимого значения pH, дистиллированную воду до 10.0 мл. Вносили 0.1 г сорбента SiO₂-ПГМГ-ННС или SiO₂-ПГМГ-НРС, пробирки закрывали пробками и перемешивали в течение 1–30 мин. Растворы декантировали, сорбент переносили во фторопластовую кювету, излишки воды убирали фильтровальной бумагой и измеряли коэффициент диффузного отражения в диапазоне 380–720 нм. Интенсивность аналитического сигнала при таком способе высушивания постоянна в течение 15 мин. Концентрацию Ni в растворе до и после сорбции определяли по анализу водной фазы методом АЭС-ИСП.

Коэффициенты изотерм сорбции Ленгмюра рассчитывали по формуле [21]:

$$C_{\text{равн}}/C_e = 1/(\Gamma_m \cdot K) + C_{\text{равн}}/\Gamma_m,$$

где $C_{\text{равн}}$ – равновесная концентрация Ni(II) после сорбции в растворе, ммоль/л; C_e – сорбционная емкость, ммоль/г; K – константа адсорбционного равновесия Ленгмюра, л/ммоль; Γ_m – максимальная адсорбционная емкость, ммоль/г.

Результаты и их обсуждение

Сорбент SiO₂-ПГМГ-ННС количественно (98–99%) извлекает Ni(II) из раствора в диапазоне pH=5.5–7.5, а сорбент SiO₂-ПГМГ-НРС при pH=5.5–7.0 (рис. 1, кривые 1). Время установления сорбционного равновесия не превышает 5 мин. Степень извлечения Ni(II) не зависит от поверхностной концентрации реагента.

Изотермы сорбции Ni(II) кремнеземами, модифицированными сульфопроизводными нитрозоафтолов, представляют собой L-образные кривые. При поверхностной концентрации ННС и НРС 3 мкмоль/г сорбционная емкость по Ni(II) составляет 0.98 и 0.95 мкмоль/г, а при концентрации ННС и НРС 1.5 мкмоль/г – 0.48 и 0.47 мкмоль Ni(II)/г, соответственно (рис. 2). Из сопоставления количества сконцентрированного Ni(II) к поверхностной концентрации сульфопроизводных нитрозоафтолов следует, что на поверхности сорбентов образуются координационно насыщенные комплексы стехиометрии Ni(II):Реагент ~ 1:3. Стехиометрия комплекса не зависит от поверхностной концентрации ННС и НРС. Составы комплексов Ni(II) с ННС и НРС на поверхности сорбентов аналогичны составу комплекса с нитрозо-Р-солью, образующегося на желатиновой пленке [22]. Возможность образования координационно насыщенных комплексов на поверхности сорбентов SiO₂-ПГМГ-ННС и SiO₂-ПГМГ-НРС обусловлена отсутствием жесткого закрепления ННС и НРС на поверхности аминированного кремнезема [19, 20].

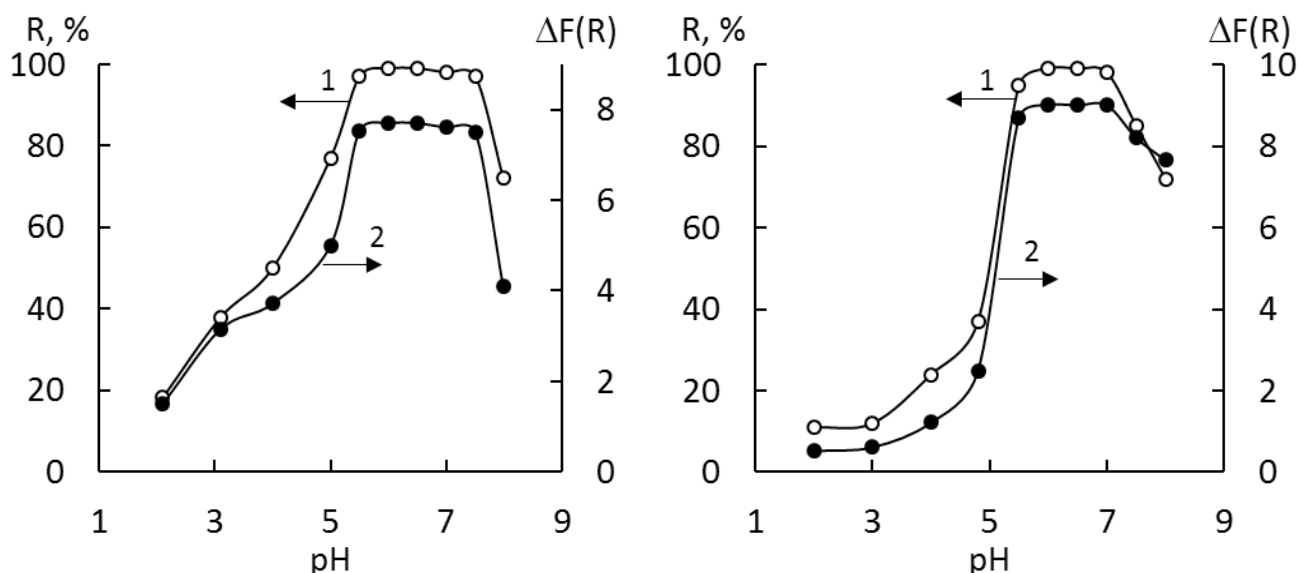


Рис. 1. Зависимости степени извлечения Ni(II) (1) и $\Delta F(R)$ поверхностного комплекса Ni(II) (2) на SiO₂-ПГМГ-ННС (а) и SiO₂-ПГМГ-НРС (б) от pH ($c_{\text{Ni}} = 0.5$ мкг/мл; $c_{\text{реагента}} = 3.0$ мкмоль/г; $m_{\text{сорб}} = 0.1$ г; $V = 10$ мл).

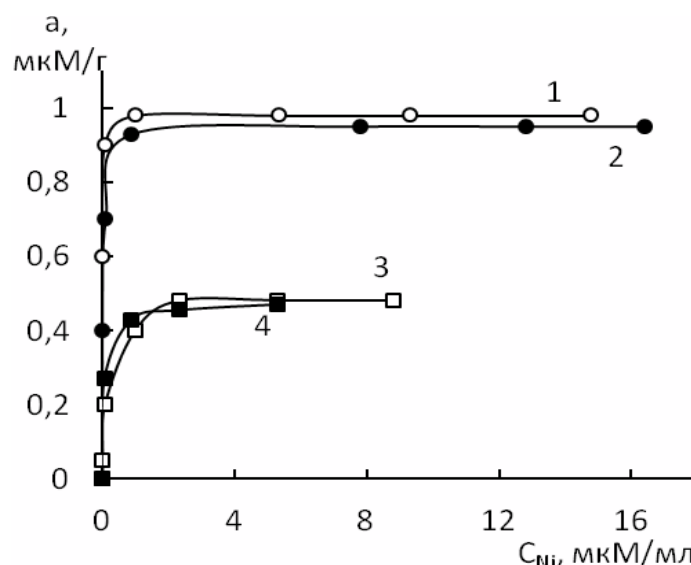


Рис. 2. Изотермы сорбции Ni(II) сорбентами SiO₂-ПГМГ-ННС (1, 3) и SiO₂-ПГМГ-НРС (2, 4): $c_{\text{реагент}}$, мкмоль/г = 1.5 (3, 4); 3.0 (1, 2); pH = 6.0.

Полученные изотермы сорбции Ni(II) сорбентами SiO₂-ПГМГ-ННС и SiO₂-ПГМГ-НРС описываются уравнением Ленгмюра. Величины констант уравнений, найденные по графическим зависимостям $C_{\text{равн}}/a = f(C_{\text{равн}})$, приведены в табл. 1.

Таблица 1. Коэффициенты изотерм сорбции Ленгмюра Ni(II) на SiO₂-ПГМГ-ННС и SiO₂-ПГМГ-НРС.

Сорбент, концентрация реагента на поверхности	Γ_m , мкмоль/г	K , мл/мкмоль	R^2
SiO ₂ -ПГМГ-ННС, 3.0 мкмоль/г	0.980	54.73	0.99
SiO ₂ -ПГМГ-НРС, 3.0 мкмоль/г	0.951	57.52	0.99
SiO ₂ -ПГМГ-ННС, 1.5 мкмоль/г	0.486	11.53	0.99
SiO ₂ -ПГМГ-НРС, 1.5 мкмоль/г	0.476	11.71	0.99

При сорбции Ni(II) сорбент SiO₂-ПГМГ-ННС окрашивается в оранжевый цвет. СДО поверхностных комплексов имеют полосу с максимумом при 470 нм и плече при 510 нм (рис. 3а). Сорбент с функциональными группами НРС окрашивается в коричневый цвет при образовании поверхностного комплекса с Ni(II). В СДО сорбента присутствует полоса с максимумом при 440 нм и плечо при 490 нм (рис. 3б). С увеличением концентрации Ni(II) на поверхности сорбентов пропорционально увеличивается и интенсивность полос в СДО при 510 нм на SiO₂-ПГМГ-ННС и 490 нм на SiO₂-ПГМГ-НРС, соответственно.

Максимальная интенсивность окраски поверхностных комплексов Ni(II) на модифицированных сорбентах совпадает с диапазоном pH количественного извлечения элемента (рис.1, кривые 2) и составляет pH=5.5–7.5 для SiO₂-ПГМГ-ННС и pH=5.5–7.0 для SiO₂-ПГМГ-НРС. Максимальная интенсивность окраски

развивается при времени контакта фаз 10 мин и не зависит от природы органического реагента и его поверхностной концентрации.

Сорбционно-фотометрическое определение Ni(II). Возрастание интенсивности окраски сорбентов при увеличении содержания Ni(II) на их поверхности использовано при разработке методик его сорбционно-фотометрического определения в варианте спектроскопии диффузного отражения.

Построение градуировочных графиков. В ряд пробирок с притертыми пробками вводили от 0.01 до 10 мкг Ni(II) в виде раствора в 0.1 М HCl, добавляли NaOH и ацетатный буферный раствор с pH=6.0 и воду до общего объема 10 мл. Вносили 0.1 г сорбента SiO₂-ПГМГ-ННС или SiO₂-ПГМГ-НРС, пробирки закрывали пробками и перемешивали в течение 10 мин. Сорбент отделяли от раствора декантацией, переносили во фторопластовую кювету, излишки воды убирали фильтровальной бумагой и измеряли коэффициент диффузного отражения при длинах волн, при

которых наблюдается наименьшее поглощение органических реагентов: 510 нм для сорбента SiO₂-ПГМГ-ННС и 490 нм для сорбента с SiO₂-ПГМГ-НРС. При измерении аналитического сигнала сорбентов в варианте спектроскопии диффузного отражения назначение аналитического сигнала большое влияние оказывает степень влажности сорбентов. Значения F(R) воздушно-сухих образцов сорбентов в два раза ниже по сравнению с образцами, излишки влаги с которых удалены фильтровальной бумагой. При измерении коэффициента диффузного отражения пяти

параллелей сорбентов с концентрацией Ni(II) 1 мкг на 0.1 г SiO₂-ПГМГ-ННС или SiO₂-ПГМГ-НРС относительное стандартное отклонение не превышало 0.06.

Градуировочные графики строили в координатах $\Delta F(R) = f(c)$, где $\Delta F(R)$ - разница между значениями функции Гуревича-Кубелки-Мунка образца с Ni(II) и контрольного образца при λ_{max} , c - концентрация Ni(II), мкг на 0.1 г сорбента. Метрологические характеристики разработанных методик для определения Ni(II) и уравнения градуировочных зависимостей приведены в табл. 2.

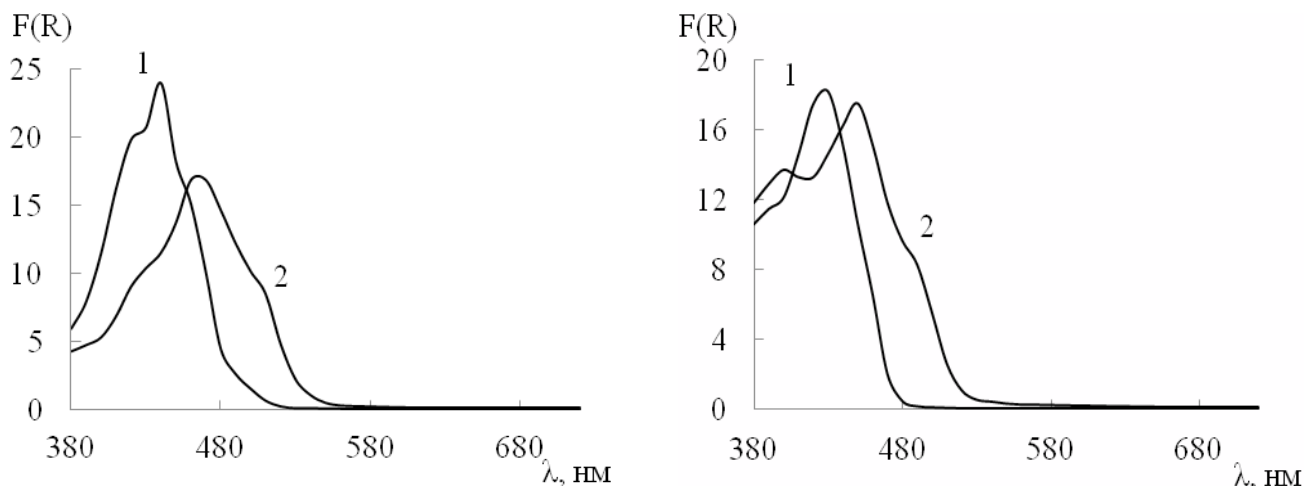


Рис. 3. Спектры диффузного отражения поверхностного комплекса Ni(II) на SiO₂-ПГМГ-ННС (а) и SiO₂-ПГМГ-НРС (б): c_{Ni} , мкг/0.1г = 0 (1), 5 (2); $c_{реагента}$ = 3.0 мкмоль/г; pH = 6.0; $m_{сорб}$ = 0.1 г; V = 10 мл.

Таблица 2. Метрологические характеристики методик сорбционно-фотометрического определения Ni(II): $m_{сорб}$ = 0.1 г, V = 10 мл, n = 5, P = 0.95.

Сорбент, поверхностная концентрация реагента, мкмоль/г	Градуировочные уравнения	ДОС*, мкг/0.1 г	Предел обнаружения, мкг/0.1г	s_r
SiO ₂ -ПГМГ-ННС, 1.5	$\Delta F(R) = 1.56 \cdot c$	0.1 – 3.0	0.04	0.08
SiO ₂ -ПГМГ-ННС, 3.0	(R ² = 0.995)	0.15 – 6.0	0.06	
SiO ₂ -ПГМГ-НРС, 1.5	$\Delta F(R) = 1.82 \cdot c$	0.1 – 3.0	0.03	0.08
SiO ₂ -ПГМГ-НРС, 3.0	(R ² = 0.993)	0.15 – 6.0	0.05	

* ДОС - диапазон определяемых содержаний.

Как видно из табл. 2, уменьшение поверхностной концентрации реагента приводит к уменьшению диапазона определяемых содержаний и к снижению предела обнаружения. Снижение предела обнаружения связано с уменьшением вклада реагента, имеющего собственную окраску (рис. 3), в аналитический сигнал на длине волны соответствующей диффузному отражению комплекса. Наклон градуировочных графиков не зависит от поверхностной концентрации реагента.

Изучение селективности сорбционно-фотометрического определения никеля проводили в бинарных системах, содержащих 0.1 мкг/мл Ni(II)

и от 0.1 до 100 мкг/мл других ионов металлов при pH=6.0. Сорбционно-фотометрическому определению Ni(II) не мешают (в кратных количествах): Na(I), K(I), Ca(II), Mg(II), Sr(II) (1000), Al(III), Cr(III) (100), Mn(II), Pb(II), Cd(II) (50), Zn(II) (20) и солевой фон до 30 г/л по NaCl или Na₂SO₄. Ионы Co(II), Cu(II) и Fe(II) мешают определению никеля в сопоставимых количествах, завышая значения $\Delta F(R)$. Мешающее влияние Cu(II) устраняли добавлением в раствор тиомочевины. Устранение мешающего влияния Fe(II) осуществляли его окислением персульфатом аммония до Fe(III), поскольку извлечение Fe(III)

сорбентами SiO₂-ПГМГ-ННС или SiO₂-ПГМГ-НРС характеризуется более длительным временем установления сорбционного равновесия и более длительным временем развития окраски поверхностных комплексов [19]. 2-кратные избытки Fe(III) в растворе не мешают сорбционно-фотометрическому определению Ni(II).

Разработанная сорбционно-фотометрическая методика использована при определении в промывной и сточной воде участка никелирования гальванического цеха ОАО «ЭНЕКО» (г. Минусинск, Красноярский край).

Методика определения никеля в промывной и сточной воде гальванического цеха. При определении Ni(II) в промывных водах использовали сорбенты с поверхностной концентрацией реагента 3.0 мкмоль/г. В ряд градуированных пробирок с притертыми пробками вводили 0.5 мл промывной воды или 5 мл сточной воды, добавляли 1 мл 0.1 М раствора персульфата аммония, 3 мл ацетатного буферного раствора с рН=6.0, доводили объем раствора до 10 мл дистиллированной водой. Вносили 0.1 г сорбента SiO₂-ПГМГ-ННС или SiO₂-ПГМГ-НРС, пробирки закрывали пробками, интенсивно перемешивали в течение 10 мин, раствор декантировали, сорбент переносили

во фторопластовую кювету, убирали излишки воды фильтровальной бумагой и регистрировали коэффициент диффузионного отражения при 510 нм для SiO₂-ПГМГ-ННС и 490 нм для SiO₂-ПГМГ-НРС. Правильность полученных результатов сорбционно-фотометрической методикой (СФМ) определения Ni(II) подтверждена данными, полученными методом АЭС-ИСП (табл.3).

Аналитические характеристики разработанной сорбционно-фотометрической методики определения Ni(II) с использованием сорбентов SiO₂-ПГМГ-ННС и SiO₂-ПГМГ-НРС превосходят методики, опубликованные в литературе [12, 23, 24] по пределам обнаружения в 2–8 раз (табл. 4) и сопоставимы с пределами обнаружения после элюирования Ni(II) в виде комплекса с 5-(4'-хлорфенилазо)-6-гидроксипиримидин-2,4-дионом с поверхности мембранного диска C₁₈ [13] и позволяют получать правильные и воспроизводимые результаты определения содержания Ni(II) в техногенных водах.

Предложенные сорбенты SiO₂-ПГМГ-ННС и SiO₂-ПГМГ-НРС для концентрирования и сорбционно-фотометрического определения Ni(II) сохраняют свои свойства, как минимум, в течение года.

Таблица 3. Результаты определения Ni(II) в промывной и сточной воде гальванического цеха: $n = 5$, $P = 0.95$.

Образец	Найдено никеля, $x \pm t_p S/\sqrt{n}$, мг/л		
	СФМ		АЭС-ИСП
	SiO ₂ -ПГМГ-ННС	SiO ₂ -ПГМГ-НРС	
Промывная вода	9.5 ± 0.6	9.8 ± 0.7	9.6 ± 0.1
Сточная вода	0.12 ± 0.01	0.13 ± 0.02	0.123 ± 0.002

Таблица 4. Характеристики фотометрического определения Ni(II) с использованием сорбентов различной природы.

Сорбент/реагента	ДОС, мг/л	Предел обнаружения, мг/л	Литература
Нафталин/1-нитрозо-2-нафтол-3,6-дисульфокислота	0.03–5.4	0.01	12
Мембранный диск C-18/5-(4'-хлорфенилазо)-6-гидроксипиримидин-2,4-дионом	0.01–0.37	0.003	13
Ксерогели/1-(2-пирилалазо)-2-нафтол и диметилглиоксим	0.1–2'	0.04	23
Пенополиуретан / диметилглиоксим	0.04–4	0.01	24
Кремнезем/нитрозо-Н-соль 3 мкмоль/г 1.5 мкмоль/г	0.015–0.6**	0.005	данная работа
	0.01–0.3	0.003	

*- сорбция из 25 мл образца; ** - при сорбции из 10 мл образца.

Литература

- Zambelli B., Ciurli S. Nickel and human health. *Met. Ions. Life Sci.* 2013. 13. 321-357.
- Duda-Chodak A., Blaszczyk U. The impact of nickel on human health. *J. Elementol.* 2008. 13(4). 685-696.
- Denkhaus E., Salnikow K. Nickel essentiality, toxicity, and carcinogenicity. *Crit. Rev. Oncol. Hematol.* 2002. 42(1). 35-56.
- Mirabi A., Jamali M.R., Meheraeeen P., Berijani K. Determination of trace amounts of nickel in food and environmental water samples by flame atomic absorption Spectrometry after dispersive liquid-liquid microextraction. *Asian J. Chem.* 2012. 24(8). 3425-3429.
- Sánchez-Rojas F., Bosch-Ojeda C. Preconcentration of nickel in waters by vortex assisted dispersive liquid-liquid microextraction. *Sample Prep.* 2017, 3(1). 11-13.
- Mirzaei M., Behzadi M., Mahmoud Abadi N., Beizaei A. Simultaneous separation/preconcentration of ultra trace heavy metals in industrial wastewaters by dispersive liquid-liquid microextraction based on solidification of floating organic drop prior to determination by graphite furnace atomic absorption spectrometry. *J. Hazard. Mater.* 2011. 186. 1739-1743.
- Safavi A., Abdollahi H., Hormozi Nezhad M.R., Kamali R., Cloud point extraction preconcentration and simultaneous spectrophotometric determination of nickel and cobalt in water samples. *Spectrochim. Acta.* 2004. 60A. 2897-2901.
- Kaya G., Akdeniz I., Yaman M. Solid phase extraction and preconcentration of nickel in water samples with activated carbon-PAR and flame atomic absorption spectrometry. *Atomic Spectrosc.* 2008. 29(4). 150-155.
- Pourreza N., Keykhaii M., Behdarvand N. Solid phase extraction of nickel as methylthymol blue complex on naphthalene adsorbent and flame atomic absorption spectrometric determination. *Canad. J. Analyt. Sci. Spectrosc.* 2006, 51(1), 17-23.
- Khadem M., Shahtaheri S.J., Golbabaei F., Rahimi-Froushani A. Comparative study of nickel recoveries from urine, nail, and hair samples using XAD-7 and Chromosorb 105 resins. *Inter. J. Occupational Hygiene.* 2014. 6(3). 101-107.
- Jiang N., Chang X., Zheng H., He Q., Hu Zh. Selective solid-phase extraction of nickel(II) using a surface-imprinted silica gel sorbent. *Analyt. Chim. Acta.* 2006. 577. 225-231.
- Taher M.A. Preconcentration of trace nickel with the ion pair of disodium 1-nitroso-2-naphthol-3,6-disulfonate and tetradecyldimethylbenzylammonium chloride on microcrystalline naphthalene or by the column method and determination by third derivative spectrophotometry. *Talanta.* 1999. 50(3). 559-564
- Amin A.S., AL-Attas A.S. Study of the solid phase extraction and spectrophotometric determination of nickel using 5-(40-chlorophenylazo)-6-hydroxypyrimidine-2,4-dione in environmental samples. *J. Saudi Chem. Soc.* 2012. 16. 451-459.
- Hu Q., Yang G., Huang Zh., Yin J. Study on solid phase extraction and spectrophotometric determination of nickel in waters and biological samples. *Bull. Korean Chem. Soc.* 2004, 25(4), 545-548.
- Gazda D.B., Fritz J.S., Porter M.D. Determination of nickel(II) as the nickel dimethylglyoxime complex using colorimetric solid phase extraction. *Analyt. Chim. Acta.* 2004, 508, 53-59.
- Taher M.A., Dehzoei A.M., Puri B., Puri S. Derivative UV-visible spectrophotometric determination of nickel in alloys and biological samples after preconcentration with the ion pair of 2-nitroso-1-naphthol-4-sulfonic acid and tetradecyldimethylbenzylammonium chloride onto microcrystalline naphthalene or by a column method. *Analyt. Chim. Acta.* 1998. 367(1-3). 55-61.
- Toel K., Motomizu Sh., Yokosu H. Extraction-spectrophotometric determination of nickel with 4-chloro-2-nitrosonephthol and crystal violet. *Analyt. Chim. Acta.* 1979. 110. 324-334.
- Ivanov V.M., Samarina T.O., Figurivskaya V.N. Investigation of complex formation of nickel(II) with 1-nitroso-2-naphthol-3,6-disulfonic acid by optical and chromaticity methods. *Vestnik Moskovskogo Universiteta* [Bulletin of the Moscow University]. 2011, 52(4), 285-290 (in Russian).
- Didukh S.L. Adsorption-photometric determination of iron using silica with nitroso-R salt and nitroso-N salt functional groups. *J. Analyt. Chem.* 2017, 72(1), 49-55. doi: 10.1134/S1061934817010051.
- Losev, V.N., Didukh, S.L., Mukhina, A.N., Trofimchuk, A.K. Using silica modified by polyhexamethylene guanidine and nitroso-R salt for the preconcentration and determination of cobalt. *J. Analyt. Chem.* 2015, 70(6), 677-684. doi: 10.1134/S106193481506006
- Akolo S.A., Kovo A.S. Comparative Study of Adsorption of Copper Ion onto Locally Developed and Commercial Chitosan. *J. Encapsul. Ads. Sci.* 2015. 5(1). 21-37.
- Reshetnyak E., Ivchenko N., Nikitina N. Photometric determination of aqueous cobalt(II), nickel(II), copper(II) and iron(III) with 1-nitroso-2-naphthol-3,6-disulfonic acid disodium salt in gelatin films. *Centr. Europ. J. Chem.* 2012. 10(5). 1617-1623.
- Azarova Zh.M., Morosanova E.I., Zolotov Yu.A. Xerogels modified with 1-(2-pyridylazo)-2-naphthol and dimethylglyoxime: Indicator tubes for determining nickel. *J. Analyt. Chem.*, 2000, 55(7), 641-644.
- Dmitrienko S.G., Kosyreva O.A., Runov V.K., Zolotov Yu.A. Utilization of Polyurethane Foams in Sorption-Photometric Analysis. *Mend. Commun.* 1991. 1(2). 75-77.