

УДК 543.2 : 542.61 : 543.4

МИЦЕЛЛЯРНАЯ ЭКСТРАКЦИЯ ИОНОВ ЛЕГКО ГИДРОЛИЗУЮЩИХСЯ МЕТАЛЛОВ С 2,3,7-ТРИОКСИФЛУОРОНАМИ В МОДИФИЦИРОВАННУЮ ФАЗУ ЦЕТИЛПИРИДИНИЙ ХЛОРИДА

М.Г. Мандзюк, С.А. Куличенко

*Киевский национальный университет имени Тараса Шевченко,
кафедра аналитической химии
Украина, 01601, Киев, ул. Владимирская, 64
shcherbina@univ.kiev.ua*

Поступила в редакцию 5 ноября 2013 г.,
после исправления – 9 декабря 2013 г.

Исследована мицеллярная экстракция ряда 2,3,7-триоксифлуоронов (**ТОФ**) и их комплексов с некоторыми легко гидролизующимися ионами металлов в катионную мицеллярную фазу на основе цетилпиридиний хлорида (**ЦПХ**). Установлено, что степень извлечения ТОФ увеличивается с ростом их гидрофобности, однако не превышает 75 %. Комплексообразование реагентов с ионами металлов повышает извлечение в мицеллярную фазу, при этом с увеличением гидрофобности лиганда параметры извлечения также увеличиваются. Изучено влияние компонентов мицеллярно-экстракционной системы на светопоглощение растворов комплекса Sb(III) с фенилфлуороном. Показано, что введение салициловой кислоты на оптические характеристики образующегося комплекса влияет мало, а с ростом содержания ЦПХ интенсивность поглощения растворов комплекса увеличивается. Найдены оптимальные условия извлечения комплекса в катионную мицеллярную фазу. Разработанные спектрофотометрическая и цветометрическая методики с предварительным концентрированием в катионную мицеллярную фазу апробированы при определении Sb(III) в бутилированной минеральной воде и моче.

Ключевые слова: мицеллярная экстракция, сурьма, фенилфлуорон, цетилпиридиний хлорид

Мандзюк Марина Григорьевна – к.х.н., инженер 2-категории кафедры аналитической химии Киевского национального университета имени Тараса Шевченко.

Область научных интересов: мицеллярно-экстракционное концентрирование катионными фазами ПАВ.

Автор 9 публикаций.

Куличенко Сергей Анатольевич – к.х.н., доцент, доцент кафедры аналитической химии Киевского национального университета имени Тараса Шевченко.

Область научных интересов: организованные среды на основе ПАВ в анализе.

Автор свыше 100 научных публикаций.

Введение

Разработка гибридных методик определения микрокомпонентов с предварительным концентрированием является актуальной тенденцией развития химического анализа [1]. Среди экстракционных методов концентрирования особое место занимает мицеллярная экстракция фазами неионных поверхностно-активных веществ (**НПАВ**) при температуре помутнения. Метод обеспечивает достижение высоких коэффициентов концентрирования ($K > 100$) при использовании небольших объемов пробы, хорошо сочетается с физико-химическими методами определения [2]. Однако необходимость нагревания растворов до температуры помутнения ограничивает применение метода при концентрирова-

нии лабильных биологически-активных веществ и легко гидролизующихся ионов металлов.

Низкотемпературные фазовые переходы в растворах ионных поверхностно-активных веществ (**ИПАВ**) выступают рациональной альтернативой мицеллярной экстракции фазами НПАВ при повышенной температуре. Фазаобразование в растворах ИПАВ обусловлено исчезновением мицеллярной составляющей растворимости при охлаждении ниже температуры Крафта, а избыток поверхностно-активных веществ (**ПАВ**) формирует твердый осадок [3]. Регулирование фазовых переходов в растворах ИПАВ осуществляют варьированием температуры системы, введением электролитов [4, 5] или гидротропных органических добавок [6]. Из всего многообразия исследованных гидротропных

добавок наиболее эффективной оказалась салициловая кислота (H_2Sal). Введение H_2Sal в растворы ИПАВ способствует образованию компактных жидких мицеллярных фаз при комнатных температурах [7]. Такие фазы технологически удобны и обеспечивают высокие показатели концентрирования. Индуцированные салициловой кислотой фазы на основе анионных ПАВ используют для извлечения лекарственных веществ и белков [8, 9]. Образование жидкой компактной фазы в растворах катионных ПАВ в присутствии H_2Sal наблюдается при $pH < 2$, в условиях существования салициловой кислоты в молекулярной форме [10].

Перспективность применения катионных поверхностно-активных веществ (КПАВ) в качестве фазообразователей обусловлена их дополнительной способностью к рациональной модификации аналитических форм на основе комплексов металлов с органическими аналитическими реагентами за счет образования разнолигандных комплексов. Так, например, комплексообразование в присутствии КПАВ сопровождается увеличением числа координированных лигандов, усилением комплексообразования в кислых растворах и повышением общей устойчивости хелатов [11]. Кроме того, введение КПАВ стабилизирует коллоидно-химическое состояние растворов комплексов металлов, что также положительно сказывается на метрологических характеристиках соответствующих методик.

Совокупность этих эффектов обеспечивает повышение избирательности и чувствительности спектрофотометрических (СФ), флуориметрических и цветиметрических (ЦМ) методик в присутствии КПАВ [11]. В последнее время для количественного ЦМ определения микрокомпонентов используют цифровые устройства съемки (сканеры, фотоаппараты и т.д.) и компьютерные программы обработки изображений. Предварительно нами были установлены оптимальные условия съемки цветиметрических характеристик окрашенных мицеллярных экстрактов [12].

Связанные с применением КПАВ аналитические эффекты наиболее значимы для комплексов легко гидролизующихся ионов высоковалентных металлов с триоксифлуорогенами (ТОФ). Введение КПАВ в такие системы сопровождается усилением поглощения, bathochromным сдвигом максимума и стабилизацией растворов за счет солюбилизации комплексов. Целью работы было на примере комплексов $Mo(VI)$, $W(VI)$, $Zr(IV)$, $Ti(IV)$, $Sn(IV)$ и $Sb(III)$ с 2,3,7-триоксифлуорогенами оценить возможность применения индуцированных салициловой кислотой катионных фаз цетилпиридиний хлорида для целей концентрирования. Выбор металлов для проведения эксперимента проводили с учетом pH образования их комплексов с ТОФ, которое соответствовало условиям образования катионной мицеллярной фазы.

Экспериментальная часть

В работе использовали цетилпиридиний хлорид (ЦПХ) с содержанием основного вещества более 99% ("Merck"), салициловую кислоту, пропилфлуорон (ПФ), фенилфлуорон (ФФ), салицилфлуорон (СЛФ) и дисульфобензилфлуорон (ДСФФ) квалификации "ч.д.а". Растворы ЦПХ, H_2Sal и ДСФФ готовили растворением точных навесок в дистиллированной воде, а ПФ, ФФ и СЛФ – растворением в 0.1 моль/л растворе ЦПХ. Рабочие растворы $Mo(VI)$, $W(VI)$, $Zr(IV)$, $Ti(IV)$, $Sn(IV)$ и $Sb(III)$ готовили согласно [13].

Кислотность растворов контролировали с помощью pH -метра «pH-340» со стеклянным электродом ЭСЛ-43-07. Светопоглощение растворов комплексов измеряли на спектрофотометрах СФ-46 и КФК-3. Измерение цветиметрических характеристик мицеллярных экстрактов осуществляли с помощью сканера "Mustek Scanner 1200 UB". Качественную оценку светлоты R , G и B каналов мицеллярных экстрактов проводили в графическом редакторе Adobe Photoshop 7.0: на сканированном изображении выделяли область окрашенного экстракта и считывали среднее значение каждого цветового канала.

Методика мицеллярно-экстракционного концентрирования. Водные растворы ЦПХ, содержащие все необходимые компоненты, помещали в мерные пробирки объемом 10 мл, закрепляли в штативе и помещали в водяную баню. Температуру растворов контролировали с помощью термометров, погруженных в цилиндры и непосредственно в водяную баню. Растворы постепенно нагревали до гомогенизации системы, затем охлаждали в водяной (ледяной) бане. После полного фазового разделения водную фазу отделяли декантацией.

Межфазовое распределение ТОФ и их комплексов контролировали спектрофотометрическим методом, измеряя светопоглощение растворов до и после расслоения фаз, а также мицеллярной фазы после ее разбавления. Степень извлечения рассчитывали как отношение поглощения мицеллярного экстракта к суммарному поглощению экстракта и водной фазы при длине максимума поглощения комплекса с учетом разбавления.

Результаты и их обсуждение

В работе изучили параметры извлечения 2,3,7-триоксифлуоронов и их комплексов в индуцированную салициловой кислотой мицеллярную фазу ЦПХ (табл. 1). В ряду ПФ - ФФ - СЛФ с ростом молекулярной массы степень извлечения свободных реагентов в мицеллярную фазу ЦПХ увеличивается. Невысокое извлечение дисульфобензилфлуорона оказалось достаточно неожиданным. Так, например, наличие двух сульфогрупп в молекуле реагента позволяло предположить усиление извлечения в катионную фазу вследствие электростатических взаимодействий. Вместе с этим, уменьше-

ние степени извлечения ДСФФ объясняется общей гидрофилизацией реагента сульфогруппами. В отличие от самих реагентов, их комплексы переходят в катионную мицеллярную фазу более эффективно.

Среди исследованных система Sb-ФФ-КПАВ представляется наиболее интересной. Sb(III) реагирует с ФФ в кислой среде, образуя малорастворимое комплексное соединение с молярным соотношением компонентов $C_{Sb} : C_{ФФ} = 1 : 1$ или $1 : 2$. Однако в [14] отмечается, что молярное соотношение $C_{Sb} : C_{ФФ} = 1 : 2$ в отсутствие добавок ПАВ менее характерно. Для стабилизации растворов триоксифлуоридов сурьмы в качестве защитного коллоида, как правило, применяют желатин [14]. Добавки КПАВ также способствуют стабилизации раствора.

В работе изучили влияние компонентов мицеллярно-экстракционной системы на светопоглощение растворов Sb-ФФ. Так, введение салициловой кислоты на оптические характеристики образующегося комплекса влияет мало. В присутствии ЦПХ в концентрациях $C_{ЦПХ} \leq 8 \cdot 10^{-6}$ моль/л значение оптической плотности растворов Sb-ФФ в максимуме поглощения комплекса ($\lambda_{max} = 560$ нм) практически не изменяется (рисунок). При этом в растворе наблюдается образование коллоидных частиц, содержание которых максимально при стехиометрическом молярном соотношении компонентов $C_{Sb} : C_{ФФ} : C_{ЦПХ} = 1 : 2 : 2$. Увеличение содержания ЦПХ приводит к диспергированию таких частиц и светопоглощение комплекса увеличивается. Форма полученных спектров коррелирует с приведенными в литературе спектрами растворов Sb-ФФ в присутствии желатина [14]. Мицеллярные концентрации ЦПХ в изученной системе обеспечивают сольubilизацию и стабилизацию образующегося трехкомпонентного комплекса. Таким образом, ЦПХ в системе одновременно выступает в роли фазообразователя, модификатора и стабилизатора аналитической формы.

На основании полученных данных была разработана методика спектрофотометрического и цветиметрического определения сурьмы с фенолфлуороном с предварительным мицеллярно-экстракционным концентрированием в катионную фазу ЦПХ.

Методика определения сурьмы. В мерные пробирки емкостью 50 мл помещали 6.25 мл 0.04 моль/л раствора салициловой кислоты, 5 мл $4 \cdot 10^{-4}$ моль/л раствора фенолфлуорона, приготовленного на 0.1 моль/л растворе ЦПХ, 8 мл 0.5 моль/л раствора HNO_3 , доводили до метки дистиллированной водой и проводили мицеллярно-экстракционное концентрирование. При фотометрическом детектировании полученные мицеллярные экстракты объемом ~0.5 мл отделяли от водной фазы декантацией, разбавляли раствором 0.1 моль/л HNO_3 до 2.5 мл и измеряли светопоглощение при $\lambda_{max} = 560$ нм в кювете с $l = 0.5$ см относительно воды. Построение градуировочного графика проводили аналогично, добавлением 0, 0.6, 1.3, 2.5 и 3.8 мл раствора

Таблица 1

Степень извлечения ТОФ и их комплексов в индуцированную салициловой кислотой мицеллярную фазу ЦПХ. $C_{ТОФ} = 8 \cdot 10^{-5}$ моль/л, $C_M = 4 \cdot 10^{-5}$ моль/л, $C_{ЦПХ} = 0.01$ моль/л, $C_{H_2Sal} = 0.01$ моль/л, pH = 1

Металл	Степень извлечения, %			
	ПФ	ФФ	СЛФ	ДСФФ
-	43	62	74	52
Sb(III)	65	>99	85	78
Sn(IV)	62	>99	>99	77
Ti(IV)	68	70	>99	>99
Zr(IV)	78	65	>99	95
Mo(VI)	70	>99	>99	>99
W(VI)	54	>99	>99	87

сурьмы с концентрацией $8 \cdot 10^{-6}$ моль/л. Уравнение градуировочной зависимости:

$$A = (0.78 \pm 0.02) \cdot C_{Sb}, \text{ мкмоль/л; } r^2 = 0.988.$$

При цветиметрическом детектировании мицеллярные экстракты отделяли от водной фазы декантацией, переносили в специальную кювету – закрепленную на тонком стекле фторопластовое кольцо ($d = 1.5$ см), и проводили сканирование при 150 dpi. Предварительно установлено, что варьирование разрешения режима сканирования в диапазоне 150-600 dpi на интенсивность сигнала не влияет. При этом стабильный и воспроизводимый аналитический сигнал регистрируется при сканировании мицеллярных экстрактов толщиной 1.7-2.7 мм [12].

Наиболее чувствительным к изменению концентрации сурьмы оказался G-канал цвета и с ростом содержания металла светлота G-канала экспоненциально уменьшается. Такую зависимость описывает экспонента первого порядка $Y = Y_0 + a \cdot \exp(-C_{Sb}/t)$, которую линеаризуют в координатах $\ln[a/(Y - Y_0)] - C_{Sb}/t$, где Y – светлота соответствующего канала цвета, Y_0 , a , t – параметры зависимости, C_{Sb} – концентрация сурьмы(III) [15]. Уравнение полученной градуировочной зависимости:

$$\ln[a / (G - Y_0)] = (-0.01 \pm 0.03) + (1.06 \pm 0.05) \cdot C_{Sb}/t, r^2 = 0.993.$$

Разработанные условия были апробированы при анализе модельных растворов с известным со-

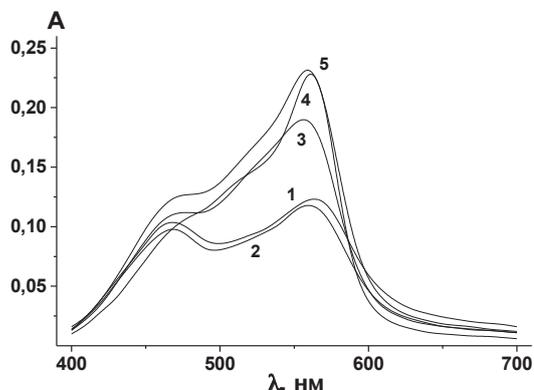


Рис. Спектры поглощения растворов Sb(III)-ФФ при различной концентрации ЦПХ. $C_{Sb} = 4.0 \cdot 10^{-6}$ моль/л, $C_{ФФ} = 8.0 \cdot 10^{-6}$ моль/л; $C_{ЦПХ}$, моль/л: 0 (1); $4.0 \cdot 10^{-6}$ (2); $1.0 \cdot 10^{-4}$ (3); $1.0 \cdot 10^{-3}$ (4); $1.0 \cdot 10^{-2}$ (5). pH = 1, $l = 1,0$ см, раствор сравнения – вода

Таблица 2

Результаты определения Sb(III) с фенилфлуороном в модельных растворах после мицеллярно-экстракционного концентрирования ($n = 3, P = 0.95$)

Метод определения	Введено, мг/л	Найдено, мг/л	S_r
Спектрофотометрический	0.10	0.08 ± 0.02	0.12
	0.29	0.27 ± 0.04	0.060
Цветометрический	0.012	0.014 ± 0.002	0.076
	0.073	0.072 ± 0.001	0.010

держанием сурьмы методом «введено-найдено». Данные табл. 2 свидетельствует о достаточной правильности и точности полученных результатов.

В работе изучили мешающее влияние макро- и микрокомпонентов мочи и бутилированной воды (в пределах природного содержания) на результаты определения Sb(III) с ФФ. Установлено, что, вследствие образования окрашенного салицилатного комплекса, определению Sb(III) мешает железо, однако после мицеллярной экстракции этот гидрофильный комплекс в фазу-коллектор не переходит. При этом основные органические и неорганические компоненты на уровне природного содержания определению Sb(III) не мешают. С целью повышения коэффициентов абсолютного концентрирования, компоненты аналитической реagentной системы вносили в сухом виде.

Методика определения Sb(III) в бутилированной воде и моче. В мерные пробирки емкостью 50 мл помещали 40 мл бутилированной воды или предварительно профильтрованной мочи (использовали среднюю фракцию утренней мочи мальчика 7 лет) и навеску реagentной смеси, содержащей 0.088 г ЦПХ, 0.035 г салициловой кислоты, 0.0064 г фенилфлуорона; доводили раствором 0.5 моль/л HNO_3 до метки и проводили мицеллярно-экстракционное концентрирование. Определение сурьмы в экстрактах выполняли по приведенной выше схеме.

Результаты определения Sb(III) в бутилированной воде приведены в табл.3. По сравнению со стандартными экстракционно-фотометрическими методиками, предложенные методики определения сурьмы характеризуются улучшенными метрологическими характеристиками, а полное извлечение комплекса достигается при однократной экстракции

Результаты определения Sb(III) с ФФ в бутилированной минеральной воде с предварительным мицеллярно-экстракционным концентрированием ($n = 3, P = 0.95$)

Вода	Введено Sb, мкг/л	Найдено методом СФ, мкг/л	S_r	Найдено методом ЦМ, мкг/л	S_r
ТМ* «Моршинская»	12	13 ± 2	0.06	14 ± 3	0.09
	24	25 ± 3	0.05	24 ± 1	0.03
ТМ* «Природне джерело»	12	14 ± 3	0.08	11 ± 3	0.10
	20	21 ± 3	0.06	20 ± 1	0.05

Примечание: * – ТМ - торговая марка.

Таблица 4

Результаты цветометрического определения Sb(III) с ФФ в моче с предварительным мицеллярно-экстракционным концентрированием ($n = 3, P = 0.95$)

Введено, мкг/л	Найдено, мкг/л	S_r
3	3 ± 1	0.15
6	7 ± 2	0.11
12	13 ± 2	0.06

[16-18]. Так, например, предел обнаружения (ПрО), рассчитанный по 3σ -критерию, для спектрофотометрической методики составляет 5 мкг/л и 1 мкг/л для цветометрической. Разработанные методики позволяют определять содержание Sb(III) в бутилированной воде на уровне ПДК и ниже.

Чувствительность разработанной спектрофотометрической методики недостаточна для определения сурьмы в моче на уровне природного содержания (0-10 мкг/л [19]). Для цветометрического детектирования ПрО существенно ниже и позволяет проводить анализ (табл. 4).

Снижение ПрО цветометрического определения достигается отсутствием разбавления экстракта, а также сложными нелинейными связями между цветометрическими функциями, изменяющимися в более широких пределах, чем оптическая плотность [20].

Выводы

В работе изучили извлечение ряда 2,3,7-триоксифлуоронов в индуцированную салициловой кислотой мицеллярную фазу на основе цетилпиридиний хлорида. Установлено, что степень извлечения ТОФ и их металлокомплексов в катионную фазу увеличивается с ростом гидрофобности реagentа. На примере комплекса Sb(III) с фенилфлуороном показана возможность одновременной реализации модифицирующего, фазообразующего и стабилизирующего действия ЦПХ. Найдены оптимальные условия определения Sb(III) с ФФ после предварительного мицеллярно-экстракционного концентрирования в фазу ЦПХ. Разработанные спектрофотометрическая и цветометрическая методики определения Sb(III) характеризуются улучшенными метрологическими характеристиками и апробированы при анализе бутилированной воды и мочи.

Таблица 3

ЛИТЕРАТУРА

1. Золотов Ю.А., Вершинин В.И. История и методология аналитической химии. М.: Академия, 2007. 464 с.
2. Ojeda C.B., Rojas F.S. Separation and preconcentration by a cloud point extraction procedure for determination of metals: an overview // *Analytical and Bioanalytical Chemistry*. 2009. V. 394, № 3. P. 759-782
3. Мчедлов-Петросян М.О., Лебидь В.И., Глазкова О.М. Коллоидная химия. Харьков.: Фолио, 2005. 304 с.
4. Kolesnikova E.N., Glukhareva N.A. The influence of an electrolyte on micelle formation in aqueous solutions of sodium monoalkyl sulfosuccinates // *Rus. J. of Phys. Chem. A*. 2009. V. 83, № 12. P. 2322-2324.
5. Influence of the strong electrolyte on the aggregation behavior and catalytic properties of dicationic surfactants / E.I. Yackevich [et al.] // *Russian Chemical Bulletin*. 2011. V. 60, № 12. P. 2597-2601.
6. Roy B.K., Moulik S.P. Functions of hydrotropes (sodium salicylate, proline, pyrogallol, resorcinol and urea) in solution with special reference to amphiphile behaviors // *Colloids and Surfaces A*. 2002. V. 203, № 1-3. P. 155-166.
7. Kulichenko S.A., Starova V.S. Phase separation in the sodium dodecylsulfate solutions in the presence of salicylic acid // *Chem. Papers*. 2010. V. 64, № 1. P. 98-105
8. Мицеллярно-экстракционное концентрирование катионных форм лекарственных веществ модифицированной фазой додецилсульфата натрия / В.С. Старова [и др.] // *Украинский химический журнал*. 2010. Т. 76, № 11. С. 164-171.
9. Starova V. S., Kulichenko S. A. Preconcentration of proteins using modified micellar phases of sodium dodecyl sulfate // *Journal of Analytical Chemistry*. 2010. V. 65, № 12. P. 1244-1249.
10. Куличенко С.А., Щербина М.Г. Мицеллярная экстракция комплекса олова с фенилфлуороном в жидкую фазу на основе цетилпиридиний хлорида // *Ж. аналит. химии*. 2012. Т. 67, № 11. С.980-986.
11. Штыков С.Н. Поверхностно-активные вещества в анализе. Основные достижения и тенденции развития // *Ж. аналит. химии*. 2000. Т. 55, № 7. С. 679-686.
12. С.А. Куличенко, М.Г. Щербина. Кольорометричне визначення молибдену у мицеллярних екстрактах катіонної ПАР // *Методи и объекты химического анализа*. 2012. Т. 7, № 1. С.39-44.
13. Коростелев П.П. Приготовление растворов для химико-аналитических работ. М.: Наука. 1964. 400 с.
14. Назаренко В.А., Антонович В.П. Триоксифлуороны. М.: Наука, 1973. 182 с.
15. Апяри В.В., Дмитриенко С.Г. Применение цифрового фотоаппарата и компьютерной обработки данных для определения органических веществ с использованием диазотированного пенополиуретана // *Ж. аналит. хим.* 2008. Т. 63, № 6, С. 581-588.
16. Sato S. Differential determination of antimony(III) and antimony(V) by solvent extraction-spectrophotometry with mandelic acid and Malachite Green, based on the difference in reaction rates // *Talanta*. 1985. V. 32, № 5. P. 341-344.
17. Thorburn Burns D., Chimpalee D., Bullick H.J. Spectrophotometric determination of antimony after extraction of Brilliant Green hexachloroantimonate(V) with microcrystalline 1,4-dichlorobenzene // *Analytica Chimica Acta*. 1993. V. 284, № 1. P. 195-198.
18. Košturiak A., Beňo A. Extraction-spectrophotometric determination of low amounts of antimony in metals and alloys // *Chem. Papers*. 1993. V. 47, № 3. P. 179-182.
19. Крамаренко В.Ф. Токсикологическая химия. Киев: Выща школа, 1989. 447 с.
20. Иванов В.М., Кузнецова О.В. Химическая цветометрия: возможности метода, области применения и перспективы // *Успехи химии*. 2001. Т. 70, № 5. С. 411-429.

MICELLAR EXTRACTION OF EASY HYDROLYZED METALS WITH 2,3,7-TRIHYDROXYFLUORONES INTO MODIFIED PHASE OF CETYLPIRIDINIUM CHLORIDE

M.G. Mandziuk, S.A. Kulichenko

*Taras Shevchenko National University of Kyiv,
department of analytical chemistry
Volodymyrska Street, 64, Kyiv, 01601, Ukraine Kyiv, 01601, Ukraine*

The micellar extraction of 2,3,7-trihydroxyfluorones and their complexes with some metal ions was investigated. Cationic cetylpyridinium chloride (**CPC**) was used as surfactant for the formation of surfactant-rich phase. Phase separation of CPC at room temperature was induced by the addition of salicylic acid. The increasing of the extraction degree of 2,3,7-trihydroxyfluorones and their complexes as hydrophobicity of reagent increase was established. The quantitative extraction of the complex of Sb(III) with phenylfluorone into surfactant-rich phase was shown. The influence of concentration of CPC and salicylic acid on the absorption of Sb(III)-phenylfluorone solutions was studied. The optimum conditions for extraction of the complex into surfactant-rich phase were found. Spectrophotometric and colorimetric techniques for the determination of Sb(III) after micellar extraction were developed. Under the selected optimum conditions, the limits of detection (**LOD**) for Sb(III) were 5.0 and 1.0 $\mu\text{g L}^{-1}$ for spectrophotometric and colorimetric procedure, respectively. The proposed methods for Sb(III) determination were applied for bottled mineral water and urine analysis.

Key words: micellar extraction, antimony, phenylfluorone, cetylpyridinium chloride

REFERENCES

- Zolotov Iu.A., Vershinin V.I. *Istoriia i metodologija analiticheskoi khimii* [History and methodology of analytical chemistry]. Moscow, Akademiia, 2007. 464 p. (in Russian).
- Ojeda C.B., Rojas F.S. Separation and preconcentration by a cloud point extraction procedure for determination of metals: an overview. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 2009, vol. 394, no. 3, pp. 759-782.
- Mchedlov-Petrosian M.O., Lebid' V.I., Glazkova O.M. *Kolloidnaia khimija* [Colloid chemistry]. Har'kov, Folio, 2005. 304 p. (in Russian).
- Kolesnikova E.N., Glukhareva N.A. The influence of an electrolyte on micelle formation in aqueous solutions of sodium monoalkyl sulfosuccinates. *Rus. J. of Phys. Chem. A.*, 2009, vol. 83, no. 12, pp. 2322-2324.
- Yackevich E. I., Mirgorodskaya A. B., Zakharova L. Ya., Konovalov A. I. Influence of the strong electrolyte on the aggregation behavior and catalytic properties of dicationic surfactants. *Russian Chemical Bulletin*, 2011, vol. 60, no. 12, pp.2597-2601.
- Roy B.K., Moulik S.P. Functions of hydrotropes (sodium salicylate, proline, pyrogallol, resorcinol and urea) in solution with special reference to amphiphile behaviors. *Colloids and Surfaces A*, 2002, vol. 203, no. 1-3, pp.155-166.
- Kulichenko S.A., Starova V.S. Phase separation in the sodium dodecylsulphate solutions in the presece of salicylic acid. *Chem. Papers*, 2010, vol. 64, no 1, pp. 98-105.
- Starova V. S., Shcherbina M.G., Baziliuk Ia. V., Kulichenko S.A. [Micellar extraction of cationic forms of the drugs into modified phase of sodium dodecylsulfate]. *Ukrainian Chemistry Journal*, 2010, vol. 76, no. 11, pp. 164-171 (in Russian).
- Starova V. S., Kulichenko S. A. Preconcentration of proteins using modified micellar phases of sodium dodecyl sulfate. *Journal of Analytical Chemistry*, 2010, vol. 65, no. 12, pp. 1215-1220.
- Kulichenko S.A., Shcherbina M.G. Micellar extraction of a tin complex of phenylfluorone into a cetylpyridinium chloride-based liquid phase. *Journal of Analytical Chemistry*, 2012, vol. 67, no. 11, pp. 880-885.
- Shtykov S.N. Surfactants in analysis: progress and development trends. *Journal of Analytical Chemistry*, 2000, vol. 55, no. 7, pp. 608-614.
- S.A. Kulichenko, M.G. Shcherbina [Colorimetric determination of molybdenum in micellar extracts of cationic surfactant] *Methods and objects of chemical analysis*. 2012, vol. 7, no. 1, pp. 39-44. (in Russian).
- Korostelev P.P. *Prigotovlenie rastvorov dlia khimiko-analiticheskikh rabot* [Preparation of solutions for chemical analytical labours]. Moscow, Nauka, 1964. 400 p. (in Russian).
- Nazarenko V.A., Antonovich V.P. *Trioksisfluorony* [Trihydroxyfluorones]. Moscow, Nauka, 1973. 182 p. (in Russian).
- Apjari V.V., Dmitrienko S.G. Using a digital camera and computer data processing for the determination of organic substances with diazotized polyurethane foams. *Journal of Analytical Chemistry*, 2008, vol. 63, no. 6, pp. 530-537.
- Sato S. Differential determination of antimony(III) and antimony(V) by solvent extraction-spectrophotometry with mandelic acid and Malachite Green, based on the difference in reaction rates. *Talanta*, 1985, vol. 32, no. 5, pp. 341-344.
- Thorburn Burns D., Chimpalee D., Bullick H.J. Spectrophotometric etermination of antimony after extraction of Brilliant Green hexachloroantimonate(V) with microcrystalline 1,4-dichlorobenzene. *Analytica Chimica Acta*, 1993, vol. 284, no. 1, pp. 195-198.
- Kosturiak A., Beno A. Extraction-spectrophotometric determination of low amounts of antimony in metals and alloys. *Chem. Papers*, 1993, vol. 47, no. 3, pp. 179-182.
- Kramarenko V.F. *Toksikologicheskaiia khimiia* [Toxicological Chemistry]. Kiev, Vyshha shkola, 1989. 447 p. (in Russian).
- Ivanov V. M., Kuznetsova O. V. Chemical chromaticity: potential of the method, application areas and future prospects, *Russ. Chem. Rev.*, 2001, vol. 70, no. 5, pp. 357-372. DOI: 10.1070/RC2001v070n05ABEH000636.