

УДК 543. 422

## ОПТИМІЗАЦІЯ ПРОБОПІДГОТОВКИ ПРИ АТОМНО-АБСОРБЦІЙНОМУ ТА ФОТОМЕТРИЧНОМУ ВИЗНАЧЕННІ ФЕРОЦЕНУ В БЕНЗИНАХ

© 2007 А.М. Рокун, О.В. Доценко\*

Досліджено способи пробопідготовки і оптимізовано умови полум'яного атомно-абсорбційного та фотометричного визначення фероцену в бензинах. Показано, що кількісне екстракційне вилучення заліза досягається при використанні порівняно великих концентрацій кислот та окислювачів, що призводить до появи матричних впливів при атомно-абсорбційному аналізі. Запропоновано ефективний спосіб пробопідготовки, що полягає в окисленні фероцену та вилученні сполук заліза(III) з органічної фази хлорною водою. Вибрані оптимальні умови вилучення заліза, які покладено в основу методик атомно-абсорбційного та фотометричного визначення фероцену в бензинах, що відрізняються від попередніх кращими метрологічними характеристиками.

Фероцен додають до складу автомобільних бензинів з метою підвищення їх октанового числа [1,2]. Однак при використанні бензину з цією антидетонаційною присадкою в камері згоряння утворюються та відкладаються на поверхні деталей оксиди заліза. Це призводить до значного зниження ресурсу двигунів та свічок запалювання, підвищення витрат бензину та погіршення внаслідок цього їх екологічних властивостей. Світова паливна хартія 1998 року [3] забороняє введення металоорганічних сполук в автомобільні бензини з метою підвищення детонаційної стійкості. В Росії та країнах Європи фероцен заборонений до використання в автомобільних бензинах [4-8]. В Україні вміст фероцену нормується технологічними регламентами на виробництві [9,10]. Тому необхідний контроль за вмістом фероцену в бензинах.

Полум'яна атомно-абсорбційна спектрофотометрія є вибірковим, швидким, доступним, простим у виконанні методом визначення в бензинах металів, що входять до складу антидетонаційних металоорганічних присадок. Стандартного атомно-абсорбційного методу визначення фероцену в бензині не існує. Описано полум'яне атомно-абсорбційне визначення фероцену з розпиленням в полум'я водно-органічної емульсії бензину з додецилсульфатом натрію та бутанолом [11,12]. Обмеженням цієї методики є високий вміст в бензині ненасичених вуглеводнів, що характерно для сучасних бензинів. Стандартний метод [13] ґрунтується на екстрагуванні із бензину і мінералізації залізвмісної присадки сумішшю сірчаної кислоти і пероксиду водню при кип'ятінні з подальшим фотоколориметричним визначенням заліза(III) у вигляді комплексу з сульфосаліциловою кислотою. При наявності в бензині монометиланіліну і метилтретбутилового ефіру пробу багаторазово промивають щавлевою кислотою. З урахуванням операцій нагрівання, охолодження, багатократного розділення водної та органічної фаз пробопідготовка займає більше 1 години.

З метою вибору більш експресного та універсального способу підготовки бензинів розглянуто існуючі способи пробопідготовки при визначенні металів, що входять до складу металорганічних антидетонаційних присадок.

Будь-які методики визначення антидетонаційних металорганічних присадок в бензинах ускладнюються труднощами пробопідготовки. Визначення металів без пробопідготовки практично не використовують. Описано пряме атомно-абсорбційне визначення свинцю в бензині з використанням пальника спеціальної конструкції [14]. Детально методи пробопідготовки описано в [12]. Розведення є одним із простіших і широко розповсюджених способів підготовки проби бензину до аналізу. В якості розчинників найчастіше використовують метилізобутилкетон (МІБК), недоліком застосування якого є висока вартість та їдкий подразнюючий запах [12]. Автори [12,15,16] вказують на можливість значних систематичних похибок в результаті невідповідності форм елемента, що визначають, в бензині та зразках порівняння. Для забезпечення адекватності металоорганічних стандартів і проб досліджуваних розчини бензину в МІБК при визначенні свинцю [17] обробляють йодом, при визначенні марганцю [18] обробляють бромом. Обмеженням методу розведення, як і методу переведення проби в водно-органічну емульсію, є великий вміст в пробах бензину ненасичених, особливо ароматичних вуглеводнів, які при зго-

\* Донецький Національний університет

рянні утворюють яскраве полум'я, що має високу абсорбційну здатність, максимум якої припадає на область спектру 180 – 280 нм. Таким чином, знижується чутливість та точність аналізу. Для усунення впливу компонентів бензину та переведення металів в єдину, зручну для аналізу форму використовують екстракційну обробку проб. В якості екстрагентів використовують мінеральні кислоти – хлороводневу, сірчану та інші з добавкою комплексуючого агента. В більшості випадків, особливо коли відповідний елемент зв'язаний в металоорганічну сполуку, повного вилучення таким чином досягнути неможливо [12]. Для атомно-абсорбційного визначення свинцю, що знаходиться в бензині у вигляді тетраметил- та тетраетил свинцю, використовують екстракцію свинцю водним розчином монохлориду йоду, який взаємодіє з органічними сполуками свинцю і переводить їх в галогеніди діалкілсвинцю. Останні переходять у водну фазу і після кип'ятіння переходять в неорганічну форму. Додають надлишок йодиду калію, йод, що утворився, переводять в йодид відновленням аскорбіновою кислотою, свинець повторно вилучають у вигляді складного йодиту метилізобутилкетонам і визначають атомно-абсорбційним методом. Метод дуже складний і трудомісткий, але вплив основи і форми сполуки усувається повністю. Для визначення марганцю в бензині пробу обробляють бромом в присутності н-октанолу. Сполуку, що утворилася, екстрагують розведеною хлороводневою кислотою і отриманий розчин аналізують методом полум'яної атомно-абсорбційної спектрофотометрії [12].

Для перетворення проби в зручну форму використовують також методи сухого або мокрого озолення. Безпосереднє високотемпературне сухе або мокре озолення проб небажано внаслідок великої вибухово- та пожежонебезпечності бензину. Для розкладання проб використовують суміш азотної і хлорної або азотної і хлороводневої кислот [12,15,19]. Цей метод досить тривалий і потребує від аналітика великої обережності (при бурхливому протіканні реакції можливо розкладання хлорної кислоти із вибухом). При озоленні кислотних екстрактів можливі істотні втрати металів у вигляді летких металоорганічних сполук.

В даній роботі запропоновано і досліджено експресний спосіб пробопідготовки, що полягає в окисненні фероцену та екстракційному вилученні сполук заліза(III) з бензину хлорною водою. В водній фазі визначають концентрацію заліза(III) полум'яним атомно-абсорбційним або фотометричними методами та розраховують вміст фероцену в бензинах.

### Експериментальна частина

**Реагенти та обладнання.** В роботі використовували фероцен (Merck, масова частка основної речовини 98%); стандартний зразок складу розчинів іонів заліза ДСЗУ 022.38-96 (ФХІ НАН України, Одеса) з атестованою концентрацією заліза(III) 1.00 мг/мл; хлороводневу, сірчану, сульфосаліцилову кислоти кваліфікації хч; аміак водний, хч; пероксид водню, хч; н-гептан (Лабскан, Ірландія, масова частка основної речовини 99%); ізооктан, хч; перманганат калію, чда.

Вимірювання атомного поглинання проводили на атомно-абсорбційному спектрометрі С-115-ПК в полум'ї ацетилен-повітря при оптимальних параметрах визначення заліза: аналітична лінія заліза 248.3 нм; ширина щілини монохроматора 0.2 нм; висота внутрішнього конуса полум'я 30 – 35 мм; сила струму лампи з порожнистим катодом 10 мА; напруга на фотоелектропідсилювачі 10 кВ; тиск окислювача та пального, юстировку розпилювача та тривалість розпилювання розчинів в атомізатор обирали таким чином, щоб досягнути добре відтворених аналітичних сигналів.

Оптичну густину розчинів вимірювали на фотоколориметрі КФК-2 в кюветі з товщиною шару, що поглинає, 5 см відносно розчину порівняння, що не містить заліза(III).

Для вимірювання рН використовували рН-метр-мілівольтметр рН-121 з індикаторним скляним електродом ЭСЛ 43-07 і хлоридсрібним електродом порівняння ЭВЛ-1М3.

Спектри розчинів фероцену в гептані та в бензині в УФ та видимій області вивчали на приладі SPECORD 200 Analytik Jena AJ в діапазоні 220 – 800 нм.

**Умови експерименту.** Дослідження факторів, що впливають на ступінь вилучення заліза, проводили на модельних розчинах бензину з об'ємними частками ізооктану – 76 %, н-гептану – 24 % та на реальних бензинах різних марок та виробників. Стандартний розчин фероцену (біс(η-циклопентадієніл)залізо) готували розчиненням відповідної наважки фероцену в модельній суміші або в бензині певної марки. Екстракцію заліза(III) проводили за такою методикою.

В ділительну лійку об'ємом 50 мл вносили від 1 до 10 мл бензину або модельної суміші, додавали від 1 до 10 мл екстрагенту певного складу, енергійно струшували протягом певного фіксованого часу. Після розділення і відокремлення фаз у водному розчині визначали вміст заліза атомно-абсорбційним або фотоколориметричним методами за градувальними графіками.

Хлорну воду отримували пропусканням газоподібного хлору через дистильовану воду, яка не містила діоксиду вуглецю. Газоподібний хлор отримували за реакцією перманганату калію з хлороводневою кислотою за відомою методикою [20] при температурі лабораторного приміщення  $18 \pm 1$  °С. При розчиненні хлору у воді відбувається реакція гідролізу, в результаті якої утворюються хлорнуватиста та хлороводнева кислоти. Загальний вміст активного хлору в воді визначали йодометричним методом при взаємодії активного хлору з йодидом калію в ацетатному буферному розчині з виділенням елементарного йоду, який титрували розчином тіосульфату натрію [20-22]. Вміст хлорнуватистої кислоти визначали іонометричним методом за значенням рН. Концентрація хлороводневої кислоти в розчині хлорної води дорівнює концентрації хлорнуватистої кислоти при гідролізі хлору [20,23,24]. Хлорнуватиста кислота є дуже слабкою, тому рН визначається дисоціацією сильної хлороводневої кислоти.

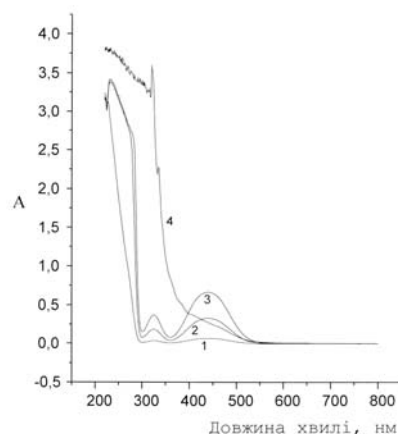
Градувальні водні розчини заліза(III) для полум'яного атомно-абсорбційного визначення готували розведенням ДСЗУ 022.38-96 екстрагентом відповідного складу або 0.1 М розчином хлороводневої кислоти. Концентрація заліза(III) в градувальних розчинах знаходилась в інтервалі концентрацій від 0.5 до 6.0 мкг/мл. Враховували холостий дослід. Для цього модельні суміші та проби бензину без фероцену проводили через всі стадії аналізу.

Концентрацію заліза(III) в екстрактах визначали фотометричним методом в кислому середовищі з сульфосаліциловою кислотою [25] за градувальним графіком. Для побудови градувального графіку в мірні колби на 50 мл вміщували 0; 0.25; 0.50; 1.0; 1.5; 2.0; 2.5; 3.0 мл стандартного розчину, що містить 0.1 мг/мл заліза(III), 1 мл розчину сірчаної кислоти з концентрацією 1 моль/л, 5 мл сульфосаліцилової кислоти з концентрацією 10% мас., доводили до мітки водою і перемішували. При визначенні заліза в екстрактах бензину, розчин екстракту проводили через всі стадії аналізу, як при побудові градувального графіку. Вимірювання оптичної густини проводили відносно розчину порівняння, що не містив екстракту. Від отриманих значень віднімали значення оптичної густини розчину екстракту, в який не додавали сульфосаліцилову кислоту. Зазвичай оптична густина цього розчину була незначна.

### Обговорення результатів

**Дослідження можливості визначення фероцену в бензині методом спектрофотометрії в УФ та видимій області.** Фероцен має власне забарвлення оранжевого кольору. Його розчини в органічних розчинниках мають забарвлення від жовтого до оранжевого кольору в залежності від концентрації. Досліджено спектри розчинів фероцену в гептані та в бензині в УФ та видимій області в діапазоні 220 – 800 нм. Спектри представлено на рисунку. Спостерігається збільшення інтенсивності сигналу залежно від концентрації фероцену. Максимум інтенсивності сигналу спостерігається при довжині хвилі 441 нм. Однак у спектрі фероцену в бензині не спостерігається чіткого максимуму, причому спостерігається значне поглинання при довжині хвилі 400 – 500 нм, що обумовлено поглинанням компонентів бензину. Тобто методом УФ спектроскопії неможливо визначати вміст фероцену за власним світлопоглинанням в бензинах багатокомпонентного складу.

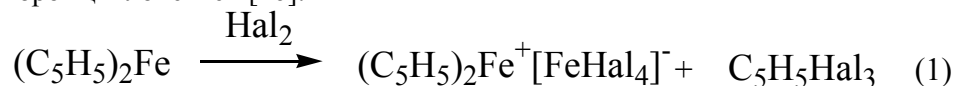
**Вплив загальної концентрації активного хлору та концентрації хлорнуватистої кислоти на ступінь вилучення заліза.** Складність переведення заліза із бензина в водну фазу пов'язана з високою стійкістю металоорганічної сполуки фероцену, обумовленою ароматичністю і



**Рис.** Спектри поглинання фероцену в гептані та в бензині в УФ та видимій області

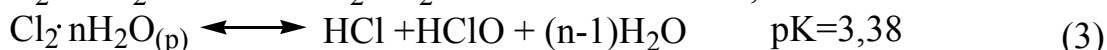
1 – с (фероцену) = 0,138 г/л в гептані  
 2 – с (фероцену) = 0,692 г/л в гептані  
 3 – с (фероцену) = 1,384 г/л в гептані  
 4 – с (фероцену) = 0,138 г/л в бензині А-76

сендвічевою структурою біс( $\eta$ -циклопентадієніл)заліза [26, 27]. Розчинність його в воді дуже низька, але при взаємодії фероцену з кислотами та окислювачами утворюються добре розчинні в воді сполуки, до складу яких входить фероценій-катион, який має власне блакитне забарвлення [27]. Фероцен руйнується під дією окислювачів. При взаємодії розчину фероцену в органічному розчиннику із бромом при  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ , а із хлором при  $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$  у якості основного продукту виходить феригалогенід фероценію. Циклопентадієнільне кільце у випадку реакції із бромом перетворюється в трибромциклопентен [26]:



Досліджена можливість окислення хлором фероцену, який знаходиться в модельному розчині бензину. При пропусканні газоподібного хлору через модельну суміш з добавкою фероцену спостерігалось забарвлення розчину в блакитний колір, що свідчить про утворення катиону фероценію. Тобто окислювання в органічній фазі дійсно відбувається. Після подальшого струшування обробленої хлором органічної фази з дистильованою водою в останню кількісно екстрагується залізо(III). Однак більш зручним та технологічним прийомом, на наш погляд, є екстрагування заліза з органічної фази хлорною водою.

При розчиненні хлору в воді утворюються хлороводнева и хлорноватиста кислоти:



З літературних даних відомо, що  $\text{HClO}$  є більш сильним окислювачем, ніж хлор, який розчинено в воді [16,24]. Це підтверджується і значеннями окисно-відновних потенціалів  $\text{Cl}_2$  и  $\text{HClO}$ :  $E^0(\text{Cl}_2/2\text{Cl}^-) = 1.359\text{ В}$ ;  $E^0(\text{HClO}/\text{Cl}^-) = 1.50\text{ В}$ .

В хлорній воді разом знаходяться  $\text{Cl}_2$ ,  $\text{HClO}$ ,  $\text{ClO}^-$ . Можна було припустити, що руйнування фероцену буде відбуватися за рахунок окислювання його як хлорноватистою кислотою, так і негідролізованим хлором. Досліджена екстракція заліза(III) з розчинів фероцену в модельній суміші хлорною водою, в якій попередньо визначали концентрацію вільного активного хлору (сумарну концентрацію  $\text{Cl}_2$ ,  $\text{HClO}$ ,  $\text{ClO}^-$ ) та концентрацію хлорноватистої кислоти. Результати досліджень наведено в табл. 1. Співвідношення об'ємів водної ( $V_v$ ) та органічної фаз ( $V_o$ ) дорівнювало 1:2, час екстрагування ( $\tau$ ) дорівнював 10 хвилинам.

**Таблиця 1.** Залежність ступеня вилучення (R) фероцену із модельної суміші від концентрації вільного активного хлору та концентрації хлорноватистої кислоти у розчині хлорної води

Концентрація, $10^{-3}$ моль/л		R, %
$\text{HClO}$ , $\text{Cl}_2$ , $\text{ClO}^-$	$\text{HClO}$	
1.0	0.33	11.8
2.8	0.71	23.3
2.9	1.0	31.5
3.3	1.4	42.1
4.5	2.1	59.4
5.6	2.5	66.5
9.6	3.5	82.9
19.0	5.0	97.1
30.1	6.3	99.3
38.5	7.1	99.8
61.4	8.9	99.8
65.7	9.2	99.9

З даних табл. 1 видно, що при збільшенні концентрації вільного активного хлору та концентрації хлорноватистої кислоти у розчині хлорної води ступінь вилучення фероцену збільшується. При концентрації вільного активного хлору  $0.03$  моль/л та більше спостерігається кількісна екстракція заліза(III).

Досліджена залежність екстракції заліза(III) хлорною водою з модельної суміші від часу контакту фаз. Встановлено, що при екстрагуванні протягом 30 секунд та більше досягаються високі значення ступеня вилучення. Дані представлені в табл. 2.

**Таблиця 2.** Залежність ступеня вилучення фероцену з модельної суміші від часу екстрагування  $c(\text{Cl}_2, \text{HClO}, \text{ClO}^-) = 0.061$  моль/л;  $c(\text{HClO}) = 0.0089$  моль/л;  $V_o : V_v = 1:2$

$\tau, \text{с}$	$R, \%$
3	59.4
10	94.9
20	95.7
30	96.6
60	99.7
120	99.7
300	99.6
600	99.8

**Вибір оптимальних умов екстракції заліза(III) з автомобільних бензинів.** В оптимальних умовах екстракційного вилучення заліза(III) з модельної суміші (з об'ємними частками ізооктану – 76 %, н-гептану – 24 %) проведена екстракція заліза(III) з товарного автомобільного бензину марки А-80. Досліджуваний бензин містив (мас. %): олефінів – 9.6; алканів – 69.4; аренів – 20.9 (в тому числі бензолу – 0.82; ксилолів – 6.1; толуолу – 4.3) та 0.067 мг/мл фероцену, що в перерахунку на залізо складає 0.020 мг/мл. Встановлено, що в даних умовах відбувається неповне вилучення заліза (табл.3). Можна припустити, що це пов'язано з впливом компонентів бензину. Можливий склад бензинів різних марок і виробників наведено в [1,2,4,29]. Вплив окремих компонентів бензину в даній роботі не вивчали, але досліджували вилучення заліза з бензинів різних марок, що містили, крім вказаних вище компонентів, монометиланілін, метилтретбутиловий ефір, анілін та ін.

Для досягнення більш повного вилучення заліза(III) з бензину ми змінювали співвідношення об'ємів органічної і водної фаз. Дані представлені в табл. 3. Видно, що вже при співвідношенні об'ємів органічної і водної фаз 1:5 досягається практично повне вилучення заліза(III) з бензину марки А-80. Для досліджуваних бензинів марок А-76, А-92, А-95 спостерігається також кількісне вилучення заліза при співвідношенні об'ємів органічної і водної фаз 1:5.

**Таблиця 3.** Залежність ступеня вилучення заліза(III) з бензину марки А-80 від об'ємів органічної і водної фаз  $c(\text{Cl}_2, \text{HClO}, \text{ClO}^-) = 0.030$  моль/л;  $c(\text{HClO}) = 0.0063$  моль/л;  $\tau = 3$  хв;  $V_o = 2.0$  мл

$V_o : V_v$	$R, \%$
1 : 1	84.8
1 : 2	91.7
1 : 5	99.5
1 : 10	99.9

**Атомно-абсорбційне і фотометричне визначення фероцену в бензинах.** При екстракції проби бензину хлорною водою фероцен руйнується, при цьому залізо(III) переходить у водну фазу (екстракт) на 99-100 %. В екстракті визначали вміст заліза(III) атомно-абсорбційним або фотоколориметричними методами. При екстракції заліза(III) в ділільну лійку вміщували 2 мл проби бензину, додавали 10 мл хлорної води з концентрацією вільного активного хлору не менше 0.03 моль/л (концентрацією хлорноватистої кислоти не менше 0.006 моль/л). Екстрагували протягом 3 хвилин. Водну фазу відокремлювали. При атомно-абсорбційному визначенні екстракт розпорошували в полум'я атомно-абсорбційного спектрометра. Концентрацію заліза(III) визначали за градувальним графіком. При фотометричному визначенні заліза екстракт вміщували в колбу місткістю 50 мл, додавали сірчану, сульфосаліцилову кислоти, як наведено в експериментальній частині. Вимірювали оптичну густину і визначали вміст заліза(III) за градувальним графіком. Сучасні бензини – це суміші, в складі яких може бути більше 300 індивідуальних сполук [29], більшість з них впливає на формування аналітичного сигналу при полум'яному атомно-абсорбційному визначенні заліза [12,15,19].

Нами досліджено вплив компонентів бензину, що можуть екстрагуватися разом із залізом(III) хлорною водою (водорозчинні спирти, ефіри та ін.), на атомно-абсорбційне та на фотоколориметричне визначення заліза(III). Для цього проводили екстракцію проб бензинів, різних марок, що не містили фероцену. Отримані екстракти додавали в градувальні розчини. Градувальні графіки, побудовані з додаванням отриманих екстрактів та без них, практично співпадають. У випадку атомно-абсорбційного визначення в градувальні розчини додавали хлороводневу кислоту до концентрації 0.01 моль/л, враховуючи, що приблизно така концентрація її міститься в хлорній воді, та для запобігання гідролізу заліза(III) в градувальних розчинах. Правильність розроблених методик атомно-абсорбційного та фотоколориметричного визначення заліза перевіряли методом добавок (табл. 4) та порівнянням із іншим незалежним методом, яким є стандартний фотоколориметричний метод [13] (табл. 5).

**Таблиця 4.** Перевірка правильності атомно-абсорбційного та фотометричного визначення фероцену методом добавок (n=6; p=0.95; c(Cl<sub>2</sub>, HClO, ClO<sup>-</sup>) = 0.030 моль/л; c(HClO) = 0.0063 моль/л; τ = 3 хв; V<sub>о</sub>:V<sub>в</sub> = 5:1)

Марка бензину	Введено	Концентрація фероцену в перерахунку на залізо, мг/мл			
		Знайдено методами			
		атомно-абсорбційним		фотоколориметричним	
		$\bar{x} \pm \frac{t_{p,f} S}{\sqrt{n}}$	S <sub>r</sub>	$\bar{x} \pm \frac{t_{p,f} S}{\sqrt{n}}$	S <sub>r</sub>
A-80	0.020	0.019±0.001	0.06	0.020±0.001	0.05
A-76	0.020	0.019±0.001	0.06	0.020±0.001	0.05

**Таблиця 5.** Перевірка правильності розробленої методики атомно-абсорбційного визначення фероцену порівнянням із стандартною методикою (n=6; p=0.95; c(Cl<sub>2</sub>, HClO, ClO<sup>-</sup>) = 0.030 моль/л; c(HClO) = 0,0063 моль/л; τ = 3 хв; V<sub>о</sub>:V<sub>в</sub> = 5:1)

Введено, мг/мл	Знайдено фероцену в перерахунку на залізо, мг/мл			
	Методика [13]		Розроблена методика	
	$\bar{x} \pm \frac{t_{p,f} S}{\sqrt{n}}$	S <sub>r</sub>	$\bar{x} \pm \frac{t_{p,f} S}{\sqrt{n}}$	S <sub>r</sub>
0.020	0.019±0.001	0.06	0.019±0.001	0.06
0.040	0.039±0.001	0.04	0.038±0.002	0.03
0.080	0.078±0.002	0.02	0.079±0.001	0.02

Встановлено, що отримані результати не містять значущих систематичних похибок. Як видно із табл. 4 і табл. 5, відтворюваність результатів не поступається відтворюваності, яку забезпечує стандартний фотоколориметричний метод [13].

Таким чином, досліджено умови кількісного екстракційного вилучення заліза(III) із бензину хлорною водою, що склало основу експресних методик атомно-абсорбційного і фотоколориметричного визначення фероцену в бензинах. Розроблені методики використовуються в лабораторії з аналізу нафтопродуктів ООО „Паралель М ЛТД” (місто Донецьк).

### Література

1. Данилов А.М. Применение присадок в топливах для автомобилей: Справочник. – М.: Химия, 2000. – 232 с.
2. Емельянов В.Е., Симоненко Л.С., Скворцов В.Н. Антидетонационные свойства фероцена в бензинах различного компонентного состава // Нефтепереработка и нефтехимия, 2001. – №12. – С. 8 – 13.
3. World-wide fuel charter. American Automobile Manufacturers Association, European Automobile Manufacturers Association, Engine Manufacturers Association, Japan Automobile Manufacturers Association, December 1998.
4. Бычков С.М., Коваленко А.Н. Автомобильные бензины. Способы фальсификации и методы ее выявления // Партнеры и конкуренты, 2004. – № 4. — С. 24 – 31.

5. ГОСТ 2084-77. Бензины автомобильные. Технические условия.
6. ГОСТ 31077-2002. Топлива для двигателей внутреннего сгорания. Неэтилированный бензин. Технические условия.
7. ГОСТ Р 51866-2002. Топлива моторные. Бензин неэтилированный. Технические условия.
8. ГОСТ 51105-97. Топливо для двигателей внутреннего сгорания. Неэтилированный бензин. Технические условия.
9. ТУ У 30958302.001-2000. Многофункциональная присадка Стандарт.
10. ДСТУ 4063-2001 Палива для двигунів внутрішнього згоряння. Технічні умови.
11. Wei Q., Du B., Du Z.H. Determination of ferrocene in gasoline by microemulsion sampling-flame atomic-absorption // Fenxi Huaxue, 1994.-Vol. 22, №9 – P.971.
12. Кюрегян С.К. Атомный спектральный анализ нефтепродуктов. – М.: Химия, 1985. – 320 с.
13. ГОСТ Р 52530-2006. Бензины автомобильные. Фотоколориметрический метод определения железа.
14. Долинский А.А., Лавриненко А.И. Атомно-абсорбционное определение примесей свинца в бензинах при теплофизической минимизации матричного эффекта пробы // Журнал прикладной спектроскопии, 1996. – Т.63, №1. – С. 26 – 38.
15. Прайс В. Аналитическая атомно-абсорбционная спектроскопия. М.: Мир, 1976. – 355 с.
16. Определение микроэлементного состав нефти и нефтепродуктов. Состояние и проблемы (Обзор)/А.В. Колодяжный, Т.Н. Ковальчук, Ю.В. Корвин, В.П. Антонович // Методы и объекты химического анализа, 2006. – Т.1, №2. – С. 90 – 104.
17. ASTM D3237-02. Standart Test Method for Lead In Gasoline By Atomic Absorption Spectroscopy.
18. ASTM D3831-01. Standart Test Method for Manganese In Gasoline By Atomic Absorption Spectroscopy.
19. Хавезов И., Цалев Д. Атомно-абсорбционный анализ. – Ленинград: Химия, 1981. – С. 124 – 125.
20. Фрумина Н.С., Лисенко Н.Ф., Чернова М.А. Хлор (Аналитическая химия элементов). – М.: Наука, 1983. – 200 с.
21. Лурье Ю. Ю. Аналитическая химия промышленных сточных вод. – М.: Химия, 1984. – 448 с.
22. ГОСТ 18190-72. Вода питьевая. Методы определения содержания остаточного активного хлора // Вода питьевая. Методы анализа. М.: Изд. Стандартов, 1984. – С. 68-71.
23. Химическая энциклопедия. В 5 т.: т.1/Под ред. Кнунянц И.Л. – М.: Сов. энцикл., 1988. – 623 с.
24. Химические свойства неорганических веществ/Под ред. Лидина Р.А. – М.: Химия, 2000. – 480 с.
25. Основы аналитической химии. Практическое руководство/Под ред. Золотова Ю.А. – М.: Высш. шк., 2001. – 463 с.
26. Несмеянов А.Н. Химия ферроцена. – М.: Наука, 1969. – С. 458-461.
27. Методы элементоорганической химии/Под ред. Несмеянова А.Н. – М.: Наука, 1983. – С. 12-23.
28. Лурье Ю. Ю. Справочник по аналитической химии. 5-е изд. – М.: Химия, 1979. – 480 с.
29. Методика газохроматографического анализа автомобильных бензинов/С.В.Черепица, С.М. Бычков, С.В. Гациха и др. // Химия и технология топлив и масел, 2001. – №4. – С. 44-48.

*Поступила в редакцию 13 мая 2007 г.*

Kharkov University Bulletin. 2007. №770. Chemical Series. Issue 15(38). A.M. Rokun, O.V. Docenko. Sample preparation optimization in atomic absorption and photometric determination of ferrocene in petrol.

The methods of sample preparation are probed and the terms of flaming atomic-absorption determination of ferrocene in petrols are optimized. It is shown that the quantitative extraction recovery of iron is achieved by using relatively large concentrations of acids and oxidants, which results in appearance of the matrix effects at atomic-absorption analysis. The effective method of preparation of tests is offered, which includes the oxidization of ferrocene and recovery of iron (III) compounds from an organic phase by using chloric water. The optimal condition of extraction recovery of iron was chosen and on this basis the method of atomic-absorption determination of ferrocene in petrols was proposed, which shows better metrological characteristics from previous methods.