

УДК: 543-4

ББК: 24.4

**Экспресс - методы анализа металлов:
разработка реагентных химических тест-систем**

Соловьева Елена Николаевна,

магистрант «Ульяновского государственного педагогического университета им. И. Н. Ульянова», естественно-географический факультет, специальность: химическое образование.

Научный руководитель: кандидат химических наук, доцент кафедры биологии и химии УлГПУ Пестова Н.Ю.

г. Ульяновск, Россия

Аннотация. Научная новизна работы состоит в разработке высокоспецифичной твёрдофазной тест-системы для обнаружения ионов меди, никеля и кобальта в объектах окружающей среды на основе диэтилдиокарбамата свинца, диметилглиоксима и тиоцианата аммония, адсорбированных на твёрдом носителе и применение данных систем на факультативных и элективных курсах в школе. Тест-система отличается экспрессностью, доступностью и дешевизной. Тест - методы используют в лаборатории, в частности для скрининга проб, однако, наиболее целесообразно применять их во внелабораторных условиях (on-site), тем более, что on-site анализ представляет собой важное и весьма перспективное направление химии.

Ключевые слова: химический анализ, тяжелые металлы, комплексные соединения, концентрация, экспресс-методы, реагент.

Упрощение и удешевление средств химического анализа - всегда благо, но решение многих аналитических задач пока требует сложных и дорогих методов и приборов. К счастью, успехи ряда областей химии, физики, электроники, а также математики обеспечивают возможность создания средств

анализа, всё более миниатюрных, недорогих и лёгких с точки зрения использования и, в то же время, сопоставимых по своим аналитическим характеристикам с современными инструментальными методами. Тест-системы, несомненно, могут быть отнесены к таким средствам. Потребность в тест-наборах весьма значительна. Уже создано много тест-систем разного типа и разного назначения, в основе которых лежат чувствительные и селективные химические реакции и результат анализа может быть получен либо визуально, либо путём простейших измерений (длина окрашенной зоны, число капель), либо с использованием миниприборов, также весьма простых в использовании.

Основными областями использования тест-систем могут быть:

- контроль объектов окружающей среды, определение важнейших нормируемых компонентов в воде, почвенных вытяжках, воздухе (прежде всего в полевых условиях);
- контроль за качеством пищи, в том числе питьевой воды и напитков, главным образом с точки зрения наличия вредных веществ;
- анализ крови, мочи, пота для целей медицины, в том числе в домашних условиях;
- решение задач криминалистики, охраны порядка, военной сферы (наркотики, алкоголь, взрывчатые вещества, отравляющие вещества);
- контроль в промышленности, на транспорте, например обнаружение утечек газа;
- обучение химии, экологии и др. дисциплинам в школе и других учебных заведениях.

Тест-системы могут стать незаменимыми в критических ситуациях, когда нужно быстро определить состав воздуха, воды и др. объектов после взрыва, промышленной катастрофы или природного катаклизма. Тест-системы удобны для широкомасштабного обследования жилых и производственных помещений, например на пары ртути, формальдегида, фенола и др. вещества. Для разработки надёжных, чувствительных и селективных тестов используют

достижения классической аналитической химии (реакции и реагенты). Однако, ещё более важным является поиск новых подходов.

Разработанная тест-система представляет собой твердофазный носитель, на поверхности которого адсорбирован: роданид аммония, дитизон, аммиачный буфер + эриохром Т + Трилон Б (этилендиамминтетраацетат натрия), аммиачный буфер + роданид аммония, аммиачный буфер + реактив Чугаева, аммиак.

Выбор носителя был обусловлен положительными свойствами твердой фазы. Фильтровальная бумага «синяя лента» отличается однородностью состава, механической прочностью, микробиологической устойчивостью и хорошей проницаемостью. Качественный анализ содержания ионов железа, свинца, кобальта, никеля и меди, определения жесткости воды в объектах внешней среды предоставляет большие возможности и позволяет создать недорогие, легкие с точки зрения использования средства анализа: и в то же время сопоставимые по своим аналитическим характеристикам с современными инструментальными методами. Разработанная тест-система обладает специфичностью, экспрессностью и дешевизной.

Тестирование (тест) в химическом анализе означает быструю и простую оценку присутствия и/или содержания химического компонента в образце.

Тест-средства — это компактные, легкие и обычно дешевые единичные устройства или приспособления для тестирования, наборы или системы таких единичных устройств (приспособлений).[2]

Тест-системы для химического анализа представляют собой простые, портативные, легкие и дешевые аналитические средства и соответствующие экспрессные методики для обнаружения и определения веществ без существенной пробоподготовки (иногда без отбора проб), без использования сложных стационарных приборов, лабораторного оборудования, без самой лаборатории, без сложной обработки результатов, а также подготовленного персонала; в большинстве случаев применяют автономные средства однократного использования.

Тест-методика (инструкция) описывает процедуру проведения теста, включая пробоотбор (если это необходимо), обнаружение и определение компонента или параметра.

Тест-форма — аналитическая форма реагента или комбинации реагентов и разного рода добавок, приспособленная к условиям тестирования и готовая к применению в этих условиях.

Общий принцип почти всех химических тест-методов — использование аналитических реакций и реагентов в условиях и в формах, которые обеспечивают получение визуально наблюдаемого и легко измеряемого эффекта, например интенсивность окраски бумаги или длину окрашенной части трубки. Реагенты и различные добавки используют в виде заранее приготовленных растворов (в ампулах или капельницах) или иммобилизованными на твердом носителе — бумаге, силикагеле, пенополиуретане и т. д. В качестве средств для тест-методов химического анализа могут быть использованы индикаторные бумаги, индикаторные порошки и трубки, таблетки и др.[4]

Тест-методы во многих случаях используют для предварительной оценки наличия и содержания компонентов. В этом случае уместна методология скрининга. Очень удобны тест-системы для оценки обобщенных показателей изучаемого объекта, например химического потребления кислорода (ХПК) или суммы тяжелых металлов в водах. По мере их совершенствования тест-методы служат (и все в большей степени будут служить) единственным и окончательным средством анализа. Особое значение имеют тест-методы для анализа «на месте» (on site), вне лаборатории.

На протяжении столетий, со времен алхимиков, химический анализ осуществлялся в лабораториях. Это было связано с необходимостью использовать специальную химическую посуду, специальное оборудование, например печи, а затем и измерительные приборы; с применением не всегда безвредных химических веществ, что требовало как минимум хорошей вентиляции; с длительностью, сложностью и трудоемкостью операций

разделения сложных смесей веществ. В значительной мере эти факторы действуют и в настоящее время, поэтому сотни тысяч, миллионы химических анализов проводят в аналитических лабораториях, причем теперь не только химических, но и физических и биологических. Так, любой исследовательский институт химического, геологического или металлургического профиля имеет аналитические лаборатории. То же самое можно сказать о любом химическом, нефтеперерабатывающем, фармацевтическом или металлургическом заводе. И в этих лабораториях обычно много сложных и дорогостоящих приборов.

В последнее время положение меняется: химический анализ постепенно перемещается из лабораторий к тем местам, где находятся анализируемые объекты. Это одна из важнейших тенденций развития аналитической химии, которая определяется назревшими потребностями практики.

Внелабораторный анализ либо уже делается в широких масштабах, либо совершенно необходим и применяется уже в очень многих областях: экспресс-контроль технологических процессов, экспресс-анализ в поле для геологов-поисковиков, быстрый анализ почв (рН, азот, фосфор, калий), контроль пищевых продуктов на рынках, оперативный анализ воды и др. Анализ «на месте» имеет много достоинств. Экономится время и средства на доставку проб в лабораторию и на сам лабораторный анализ (конечно, более дорогой). При анализе на месте обычно снижаются требования к квалификации исполнителя, поскольку используются более простые средства анализа. Но главное заключается в том, что часто анализ в стационарной лаборатории вообще невыполним или не имеет никакого смысла, например в случаях, когда изменяются формы существования компонентов. Анализ «на месте» осуществляется почти или точно в режиме реального времени; это позволяет без промедления начать действия по устранению источников и/или последствий происшествий, не дожидаясь проведения анализа в лаборатории и соответствующих лабораторных данных.

Химия тест-методов основана на цветных реакциях, например реакциях комплексообразования или окисления—восстановления. «Ноу-хау»

разработчиков и производителей тест-систем означает: подбор рациональной комбинации реагентов, стабилизацию смесей реагентов и растворов, уменьшение мешающих влияний путем добавления маскирующих агентов. Главная цель — разработать тест, который был бы экспрессным и легким в осуществлении. Помимо реакций, приводящих к появлению окраски, используют также химические взаимодействия, результатом которых является люминесценция. Эффект измеряют не только визуально, но и с помощью простых в использовании портативных (обычно карманного типа) приборов. Особенно часто измеряют пропускание света, диффузное отражение или, как уже сказано, люминесценцию.

Основные требования, предъявляемые к реагентам, которые используют в тест-методах, можно сформулировать так:

1. Селективность по отношению к обнаруживаемым (определяемым) компонентам или их сумме — в зависимости от поставленной задачи.
2. Достаточно высокая чувствительность — тоже в зависимости от задачи. Например, при анализе объектов окружающей среды предел обнаружения обычно должен быть ниже предельно допустимой концентрации нужного компонента или близок к ней.
3. При использовании цветных реакций — высокая контрастность и высокая скорость цветового перехода в присутствии обнаруживаемого или определяемого вещества.
4. Возможность ввести реагенты в формы, пригодные для использования в тест-методах, например, привить (с образованием ковалентных связей) на поверхность силикагеля или целлюлозы.
5. Устойчивость реагентов при хранении в той именно форме, в какой они используются в тест-методах.
6. Достаточная устойчивость аналитического эффекта (окраски, люминесценции и т. д.) во времени.

Для создания тест-методов и тест-средств используют химические реакции почти всех основных типов: кислотно-основные, окислительно-

восстановительные, комплексообразования, разные реакции органического синтеза. Значительную роль в тест-методах играют занимающие несколько особое положение каталитические реакции, преимущественно с использованием ферментов. Соответственно используются реагенты различной природы и различного механизма действия (табл.1).[3]

Таблица 1. Подбор реагентов

Ион	Реагент
Fe^{3+} (Fe^{2+})	Роданид аммония
Pb^{2+}	Дитизон
$Ca^{2+}+Mg^{2+}$	Аммиачный буфер + Эриохром + Трилон Б (этилендиаминтетраацетат натрия)
Co^{2+}	Аммиачный буфер + роданид аммония
Ni^{2+}	Аммиачный буфер+ реактив Чугаева
Cu^{2+}	Аммиак

Селективность тест-форм повышали введением маскирующих веществ, как и при фотометрическом определении этих ионов в растворах, либо использованием довольно селективных реагентов — диметил- или бензилдиоксимов (определение никеля), тайрона, сульфосалициловой кислоты (определение железа). Особо селективны реакции, в которых в качестве тест-реагента используют комплекс реагента с каким-либо ионом, селективно замещаемым другим ионом. При этом окрашен либо первый, либо второй комплекс, что позволяет использовать в тест-методах внешний эффект — ослабление окраски. Например, в диэтилдитиокарбаминате меди, окрашенном в желто-коричневый цвет, медь селективно замещается на ртуть(II), что использовано для селективного тест-определения последней. В бесцветном

диэтилдитиокарбаминате свинца катион селективно замещается на медь, карбаминат которой окрашен, в отличие от комплекса свинца.

Для определения ионов железа(III) используется раствор роданида аммония, смеси тяжелых металлов на примере свинца определяется действием дитизона.

Для определения жесткости воды наносим на полоску фильтровальной бумаги аммиачный буфер и эриохром, даем высохнуть и добавляем Трилон Б.

Для достижения нашей цели, исследуется влияние концентраций на насыщенность окраски раствора. За границу окраски берется ПДК (предельно допустимая концентрация). ПДК вещества — максимальная концентрация вещества в различных объектах окружающей природной среды, не вызывающая неблагоприятного воздействия на население, флору и фауну.

Полученные данные обобщены в таблице 2.

Таблица 2. Влияние концентраций на окраску исследуемой зоны

Ион	ПДК, мг/л	Реагент	Окраска при C<ПДК	Окраска при C>ПДК
Fe ³⁺ (Fe ³⁺)	0.3	р-р NH ₄ CNS	не окрашивает	светло- розовый
Pb ²⁺	0.1	р-р дитизона в CCl ₄	Зеленый	малиновый
Ca ²⁺ +Mg ²⁺ жесткость	7	Аммиачный буфер+ Эриохром+ Трилон Б	Синий	фиолетовый
Co ²⁺	0,1	Аммиачный буфер + р-р NH ₄ CNS	не окрашивает	голубой
Ni ²⁺	0,1	Аммиачный буфер+ реактив Чугаева	не окрашивает	розово- малиновый
Cu ²⁺	1	Раствор аммиака	не окрашивает	сине-голубой

На основе экспериментально полученных данных можно сделать следующие **выводы** о проделанной работе:

1. Установили основу для определения жесткости, содержания ионов железа, свинца, кобальта, никеля и меди на основе ионов, адсорбированных на твердом носителе;
2. Исследовали влияние концентрации определяемых ионов на интенсивность окрашивания исследуемой зоны;
3. Исследовали влияние разноимённых ионов на специфичность тест-системы;
4. Проанализировав полученные экспериментальные данные, сформировали тест-систему для определения жесткости, содержания ионов железа, свинца.

Литература

1. Дроздов В.А., Кузнецов В.В., Рогатинская С.Л. Введение в физико-химические методы анализа. М., 1980, 176 с.
2. Золотов Ю. А., Иванов В. М., Амелин В. Г. – Химические тест-методы анализа, М., 2002, 304 с.
3. Ляликов Ю.С., Клячко Ю.А. Теоретические основы современного качественного анализа. М.: Химия, 1978, 249 с.
4. Моросанова Е.И., Великородный А.А., Золотов Ю.А. //Журнал аналитической химии, М., 2000, 486 с.
5. Пестова Н.Ю., Пантелеев С.В. Практические работы по аналитической химии для студентов 2 курса отделения «биология-психология». Ульяновск, издательство УлГПУ им. И.Н. Ульянова, 21 с.
6. Пестова Н.Ю. Прикладная химия. Методические рекомендации и лабораторные работы. – Ульяновск, издательство УлГПУ, 2005, 29 с.
7. Цитович И.К. Курс аналитической химии. Учебник для с.-х. вузов. Изд. 4, испр. и доп. М., «Высшая школа», 1977, 462 с.
8. Шарло Г. - Методы аналитической химии. М.-Л., Химия, 1965г, 979 с.