



УКРАЇНА

(19) UA (11) 18421 (13) U
(51) МПК (2006)
B01J 20/30МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ
НА КОРИСНУ МОДЕЛЬвидається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ТЕСТ-ВИЗНАЧЕННЯ СЕЛЕНУ (IV)

1

(21) u200604142

(22) 14.04.2006

(24) 15.11.2006

(46) 15.11.2006, Бюл. № 11, 2006 р.

(72) Запорожець Ольга Антонівна, Білоконь Світлана Леонідівна

(73) КИЇВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
ІМЕНІ ТАРАСА ШЕВЧЕНКА

2

(57) Спосіб тест-визначення селену (IV), що включає обробку модифікованого індигокарміном сорбенту розчином, що містить сульфід і селен, та наступне вимірювання часу до зміни забарвлення сорбенту, який **відрізняється** тим, що як сорбент використовують силікагель SG-60 фірми "Merck", модифікований тетрадециламонію нітратом.

Запропонований спосіб відноситься до аналітичної хімії, зокрема до візуальних тест-методів визначення селену (IV) і може бути використаний при аналізі фармпрепаратів та біодобавок.

В цій галузі прийнято використовувати такі терміни і скорочення;

СГ - силікагель.

ІК - індигокармін.

ЧАС - тетрадециламонію нітрат.

ЧАС-СГ - силікагель, модифікований ЧАС.

ІК-СГ - індигокармін, іммобілізований на ЧАС-СГ.

Відомий спосіб тест-визначення селену, який включає вимірювання швидкості реакції відновлення сульфідом індигокарміну, імпрегнованого на прошитому іонообміннику, де селен виступає каталізатором [Girdlnic V., Luterotti S., Stefanini-Oresic L. Analytical Profile of the Resin Spot Test. - Boca Raton, Florida: CRC Press, Inc., 1990. - P.12, P.247]. Швидкість каталітичної реакції визначають шляхом виміру часу послаблення темно-синього забарвлення сорбенту. Межа виявлення селену становить 50нг/проба. Недоліком запропонованого способу є його недостатня чутливість, обумовлена власним забарвленням органічної матриці.

В основу корисної моделі покладена задача розробити вибірковий та чутливий спосіб визначення селену, який дозволяє проводити визначення Se(IV) у фармпрепаратах та біодобавках.

Поставлена задача вирішується за рахунок того, що спосіб визначення селену включає обробку розчином Se(IV) у присутності сульфиду при pH 8,0 сорбенту, модифікованого ІК з наступним вимірюванням секундоміром часу до зміни забарвлення

сорбенту від синього до жовтого. В способі, що заявляється, використовують силікагель марки SG-60 фірми Merck, модифікований тетрадециламонію нітратом (ЧАС-СГ). Іммобілізацію індигокарміну на ЧАС-СГ здійснюють адсорбцією з водного розчину при pH4-5.

Градувальний графік, що використовують для визначення концентрації селену, лінійний у діапазоні концентрацій 50-400мкг/л. Рівняння градуального графіка має вигляд:

$$1/t \text{ (с}^{-1}\text{)} = (7.40 \pm 0.02) + (6.40 \pm 0.08) C_{\text{Se}} \text{ (мг/л)}$$

Заважаючий вплив іонів важких металів усувають введенням 0,01М розчину трилону Б.

Найбільша швидкість відновлення іммобілізованого на ЧАС-СГ індигокарміну (ІК-СГ) спостерігається при pH7,8-8,2.

Використання способу, що заявляється, дозволяє підвищити чутливість при визначенні селену у 25 разів (MB=10мкг/л при об'ємі проби 0,2мл, або 2нг/проба).

Можливість здійснення корисної моделі ілюструється наступними прикладами, які не обмежують обсяг правової охорони:

Приклад 1

Модифікація силікагелю ЧАС.

До 1,000г силікагелю додають 2,5мл 1-10⁻² моль/л хлороформного розчину ЧАС та 37,5мл гексану, перемішують магнітною мішалкою впродовж 15хв та висушують на повітрі. Ємність одержаного у такий спосіб сорбенту відносно ЧАС становить 2,5·10⁻⁵ моль/г.

Приклад 2

Іммобілізація ІК на ЧАС-СГ.

До 1,000г ЧАС-СГ додають 50мл 6,4·10⁻⁴

(19) UA (11) 18421 (13) U

⁵моль/л водного розчину ІК, перемішують магнітною мішалкою впродовж 30хв та висушують при температурі 60-80°C. Ємність одержаного у такий спосіб сорбенту відносно ІК становить $2,8 \cdot 10^{-6}$ моль/г.

Приклад 3

Побудова градувального графіку.

Наважки (4,0мг) ІК-СГ, вміщені у циліндричні пластикові кювети діаметром 4мм, обробляють за допомогою дозатора 0,2мл розчинів з концентрацією Se(IV) 0, 50; 100; 200; 400мкг/л, концентрацією сульфідів натрію 130мг/л і рН=8,0 (боратний буферний розчин, вмикають секундомір і вимірюють час до зміни забарвлення сорбентів від синього до жовтого. Будують градувальний графік у координатах (1/t), $s^{-1}=f(C)$, мкг/л. Діапазон лінійності

градувального графіка становить 50-400мкг/л Se(IV).

Приклади 4-6

Визначення селену (IV) у стандартних розчинах.

Наважки (4,0мг) ІК-СГ, вміщені у пластикові кювети, як вказано у прикладі 3, обробляють за допомогою дозатора 0,2мл розчинів з вмістом Se(IV) 100; 200; 400мкг/л, концентрацією сульфідів натрію 130мг/л і рН=8,0 (боратний буферний розчин) і вимірюють за допомогою секундоміру час до зміни забарвлення сорбентів від синього до жовтого. Концентрацію Se(IV) у розчині визначають за градувальним графіком.

Результати визначення селену (IV) у стандартних розчинах наведено у таблиці 1.

Таблиця 1

Результати визначення вмісту Se(IV) у стандартних розчинах (n=3, P=0,95)

Приклад №	Введено, мкг/л	Знайдено, мкг/л	S _r
4	100	100±20	0,08
5	200	210±30	0,06
6	400	380±40	0,04

З таблиці видно, що дана методика характеризується задовільною точністю та відтворюваністю (відносне стандартне відхилення не перевищує 10%).

Приклад 7

Вплив сторонніх іонів на результати визначення селену (IV).

Наважки (4,0мг) ІК-СГ, вміщені у пластикові кювети, обробляли за допомогою дозатора 0,2мл розчинів з концентрацією Se(IV) 0,2мг/л, концентрацією сульфідів натрію 130мг/л і рН=8,0 (боратний буферний розчин) та різними концентраціями сто-

роннього іону (Табл.2) і вимірювали за допомогою секундоміру час до зміни забарвлення сорбенту від синього до жовтого. Концентрацію Se(IV) у розчині визначали за градувальним графіком. Допустимим вважали такий вміст сторонніх іонів, при якому відносна похибка не перевищує 5%. Для маскування іонів важких металів, здатних утворювати нерозчинні сульфідів, використовували 0,01М розчин Трилону Б.

Результати дослідження заважаючого впливу сторонніх іонів наведено у таблиці 2.

Таблиця 2

Допустимі кількості заважаючих іонів

Сторонні іони, X	Допустиме співвідношення Se: X
Na ⁺ , K ⁺ , NH ₄ ⁺	1:10000
Mg ²⁺ , Ca ²⁺	1:1000
Cl ⁻ , NO ₃ ⁻ , SO ₄ ²⁻	1:1000
Zn ²⁺	1:1000*
Cu ²⁺	1:200*
Fe ³⁺ , Co ²⁺ , Ni ²⁺	1:5*

*В присутності 0.01 М Трилону Б

Приклад 8

Визначення селену (IV) у вітамінних "Multi-tabs" ("Fergosan", Данія).

Наважку порошку 0,1622г, отриманого подрібненням 5 драже, розчиняли у 25мл дистильованої води. Розчин фільтрували крізь паперовий фільтр "синя стрічка" для відокремлення наповнювача. Аліквотну частину розчину 0,1мл вносили у стакан ємністю 20мл, додавали 0,2мл 0,01моль/л розчину ЕДТА, боратний буферний розчин (рН=8) з розрахунку загального об'єму суміші 2мл, далі дозато-

ром вводили 0,2мл $4 \cdot 10^{-2}$ моль/л розчину Na₂S та перемішували. Відбирали дозатором 0,2мл отриманого розчину та обробляли сорбентом (4,0мг), як зазначено у прикладах 3-6, з одночасним ввімкненням секундоміра. Вимірювали час до зміни забарвлення сорбенту від синього до жовтого. Концентрацію Se(IV) у пробі визначали за градувальним графіком.

Результати визначення селену(IV) у вітамінних „Multi-tabs" наведено у таблиці 3.

Таблиця 3

Результати визначення Селену (IV) у вітамінах "Multi-tabs" ($P=0,95, n=3$)

Приклад №	Вміст Se(IV), мкг/драже		Sr
	Оголошений	Знайдено $x \pm \Delta x$	
8	125	110 \pm 40	0,2

З таблиці 3 видно, що розроблена методика є придатною для аналізу вітамінів на вміст Se(IV).

Приклад 9

Визначення селену (IV) у біодобавці "Морской кальций" ("Экомир", Москва).

Наважку порошку 1,1984г, отриманого подрібненням 5 таблеток "Морской кальций", розчиняли у 25мл дистильованої води. Розчин фільтрували крізь паперовий фільтр "синя стрічка" для відокремлення наповнювача. Аліквоту розчину об'ємом 0,4мл вносили у стакан ємністю 20мл, додавали 0,2мл 0,01моль/л розчину ЕДТА, боратний буфер-

ний розчин ($pH=8$) з розрахунку загального об'єму суміші 2мл, далі дозатором вводили 0,2мл $4 \cdot 10^{-2}$ моль/л розчину Na_2S та перемішували. Відбирали дозатором по 0,2мл отриманого розчину та обробляли сорбенти (4,0мг), як вказано у прикладах 3-6, з одночасним ввімкненням секундоміра. Вимірювали час до зміни забарвлення сорбенту від синього до жовтого. Концентрацію Se(IV) у пробі визначали за градувальним графіком.

Результати визначення селену(IV) у біодобавці "Морской кальций" наведено у таблиці 4.

Таблиця 4

Результати визначення селену(IV) у біодобавці „Морской кальций" ($P=0,95, n=3$)

Приклад №	Вміст Se(IV), мкг/таблетка		Sr
	Оголошений	Знайдено $x \pm \Delta x$	
9	12	11 \pm 5	0,2

Дані таблиці 4 свідчать про придатність заявленого способу для визначення Se(IV) у біодобавках.

Таким чином, запропонований спосіб характеризується задовільними точністю та відтворюваністю. Використання сорбенту на основі кремнеземної матриці дозволяє у 25 разів підвищити чутливість визначення селену порівняно з відомим

способом (межа виявлення становить 2нг/проба проти межі виявлення за прототипом 50нг/проба). Запропонований спосіб не потребує жодних приладів, окрім секундоміру. Це дозволяє проводити експресне визначення Se(IV) у фармпрепаратах (час одного елементовизначення не перевищує 1-2 хвилин).