



УКРАЇНА

(19) UA (11) 25054 (13) U

(51) МПК (2006)

G01N 31/22

C02F 1/28

C02F 1/42

B01J 20/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІОПИС  
ДО ПАТЕНТУ  
НА КОРИСНУ МОДЕЛЬвидається під  
відповідальність  
власника  
патенту

## (54) ТЕСТ-ЗАСІБ ДЛЯ ВИЯВЛЕННЯ ТА НАПІВКІЛЬКІСНОГО ВИЗНАЧЕННЯ НІКЕЛЮ (II)

1

2

(21) u200702607

(22) 12.03.2007

(24) 25.07.2007

(46) 25.07.2007, Бюл. № 11, 2007 р.

(72) Атаманіченко Яна Анатоліївна, Панталер Револьд Петрович, Бланк Аврам Борисович

(73) ДЕРЖАВНА НАУКОВА УСТАНОВА "НАУКОВО-ТЕХНОЛОГІЧНИЙ КОМПЛЕКС "ІНСТИТУТ МОНОКРИСТАЛІВ" НАЦІОНАЛЬНОЇ АКАДЕМІЇ НАУК УКРАЇНИ

(57) Тест-засіб для виявлення та напівкількісного визначення нікелю (II), що включає як основу пінополіуретан, модифікований хромогенним реагентом, який **відрізняється** тим, що як хромогенний реагент містить рубеановодневу кислоту з концентрацією 0,01моль/л і додатково - буферну суміш із карбонату калію й тетраборату натрію в концентрації кожного 0,1моль/л.

Корисна модель належить до області аналітичної хімії, а саме до тест-засобів виявлення та напівкількісного визначення нікелю (II) у питній воді. У теперішній час оперативний контроль забруднень об'єктів навколишнього середовища здійснюють тест-засобами, що дозволяють просто, швидко й надійно визначати на місці відбору проби зміст токсичних речовин на рівні їх ГДК у природних водах, атмосферних опадах і ґрунтових витяжках. Тест-метод є незамінним ніяким іншим методом у тих випадках, коли потрібна невідкладна інформація про матеріальний стан досліджуваного об'єкта й екологічної ситуації на місцях.

Тест-методи виявлення й напівкількісного визначення нікелю засновані на використанні "кольорових" реакцій взаємодії нанесених на сорбуючий носій (тест-засіб) хромогенних реагентів із іонами нікелю (II). Про наявність нікелю (II) у досліджуваній рідині судять по виникненню забарвлення на тест-засобі, а кількісне визначення проводять по інтенсивності забарвлення, порівнюючи отримане забарвлення з кольоровою шкалою. Кольорову шкалу будують у координатах: "інтенсивність забарвлення - концентрація нікелю (II)" за результатами визначення інтенсивності забарвлення хромогенними барвниками водних розчинів з відомим вмістом нікелю (II).

Відомий тест-засіб для виявлення й напівкількісного визначення нікелю (II) на основі фільтрува-

льного паперу [заявка ФРН №2043600, G01N31/22], що містить хромогенний реагент - диметилглюксим, буферний розчин і допоміжні реагенти (тіосульфат натрію, фторид калію, хлорид гідроксиламонію). Межа виявлення нікелю (II) у цьому випадку становить 10мг/л.

Відомий тест-засіб для виявлення й напівкількісного визначення нікелю (II) [Азарова Ж.М., Моросанова Е.И., Золотов Ю.А. //Журн. аналит. хімії. - 2000.-Т.55. №7. -С.714-718] на основі ксерогелю кремнієвої кислоти, модифікованого хромогенним реагентом - диметилглюксимом. Для визначення іонів нікелю (II) за допомогою відомого тест-засобу до розчину, що аналізується, необхідно попередньо вводити боратний буфер. Межа виявлення нікелю (II) у цьому випадку становить 1,6-10мг/л.

Незважаючи на те, що диметилглюксим є досить селективним реагентом для визначення нікелю (II), істотним недоліком тест-засобів такого типу є їхня недостатня чутливість (межа виявлення 1,6мг/л не відповідає сучасним вимогам до вмісту нікелю (II) у водних об'єктах навколишнього середовища).

Відомий тест-засіб для виявлення й напівкількісного визначення нікелю (II) [Азарова Ж.М., Моросанова Е.И., Золотов Ю.А. //Журн. аналит. хімії. -2000.-Т.55. №7. -С.714-718] на основі ксерогелю кремнієвої кислоти, модифікованого

(13) U

(11) 25054

(19) UA

хромогенним реагентом - піридилазонафтолом. Для визначення іонів нікелю (II) за допомогою відомого тест-засобу до розчину, що аналізується, необхідно попередньо додавати ацетатний буфер. Межа виявлення нікелю (II) у цьому випадку становить 0,05-2мг/л.

Відомий тест-засіб для виявлення й напівкількісного визначення нікелю (II) [Островская В.М., Запорожец О.А., Будников Г.К., Чернавская Н.М. Вода. Индикаторные системы. - ВИНТИ РАН, Научно-производственное предприятие «Эко-никс», -М. 2002, с.149] на основі порошку силікагелю, модифікованого хромогенним реагентом - комплексом цинку з 1-(2-піридилазо)-2-нафтолом. Для визначення іонів нікелю (II) за допомогою відомого тест-засобу до розчину, що аналізується, необхідно попередньо додавати ацетатний буфер. Межа виявлення нікелю (II) у цьому випадку становить до 0,003мг/л з об'єму проби 10мл.

Піридилазонафтол є досить чутливим реагентом для визначення нікелю (II), однак тест-засоби на його основі не мають необхідної селективності, тому що піридилазонафтол утворює забарвлені комплекси з іонами інших важких металів. У зв'язку з цим при визначенні нікелю (II) доводиться використовувати додаткові реактиви для усунення заважаючого впливу супутніх іонів, що призводить до збільшення витрат часу та ускладнення процесу аналізу.

Відомий тест-засіб для виявлення й напівкількісного визначення нікелю (II) [Золотов Ю.А., Иванов В.М., Амелин В.Г. Химические тест-методы анализа. -М.: «Едиториал УРСС» -2002, с.185] на основі пінополіуретану, модифікованого хромогенним реагентом - диметилглюксимом у присутності пластифікатора (триоктиламіну). Для визначення іонів нікелю (II) за допомогою відомого тест-засобу до розчину, що аналізується, необхідно попередньо додавати аміачний буфер. Тест-засіб дозволяє фіксувати вміст нікелю (II) у діапазоні від 0,2 до 4мг/л.

Суттєвим недоліком зазначеного тест-засобу є його недостатня чутливість (гранично допустима концентрація вмісту нікелю (II) у питних водах за [Санітарними правилами і нормами №136/1940 згідно Наказу МОЗ №383 від 23.12.96р.] становить 0,1мг/л).

Варто також звернути увагу на той факт, що всі перераховані аналоги (за винятком першого) не мають необхідної для тест-засобів експресності, тому що передбачають використання допоміжних реактивів (у процесі аналізу необхідне додавання буфера до проби води) і вимагають додаткового обладнання (піпетки, посудини).

Як найближчий аналог за кількістю загальних ознак обраний останній з наведених аналогів.

В основу корисної моделі поставлена задача розробки тест-засобу для виявлення та напівкількісного визначення нікелю (II), який володіє експресністю, високою селективністю та забезпечує підвищену чутливість визначення нікелю (II) у питній воді.

Рішення поставленої задачі забезпечується тим, що тест-засіб для виявлення й напівкількісного визначення нікелю (II) на основі пінополіурета-

ну, модифікованого хромогенним реагентом, відповідно до корисної моделі, як хромогенний реагент містить рубеановодневу кислоту з концентрацією 0,01моль/л і додатково буферну суміш із карбонату калію й тетраборату натрію в концентрації кожного 0,1моль/л.

У розчинах, що містять іони нікелю (II), у присутності рубеановодневої кислоти в лужному середовищі утворюється синій комплекс рубеанату нікелю. У цьому випадку зміна кольору більш контрастна (у порівнянні з рожевими відтінками кольорової шкали за найближчий аналогом), що зводить до мінімуму можливість неоднозначного тлумачення результату визначення.

У ході досліджень було встановлено, що концентрація рубеановодневої кислоти 0,01моль/л забезпечує максимальну повноту сорбції утвореного комплексу рубеанату нікелю з розчину води, що аналізується.

Зменшення концентрації рубеановодневої кислоти приводить до зниження чутливості визначення тест-засобом іонів нікелю (II) внаслідок нестачі хромогенного реагенту, а збільшення - до зниження міцності утримання хромогенного реагенту на тест-засобі при контакті з водою.

Крім того, був вивчений вплив ряду катіонів важких металів на селективність визначення нікелю (II) за допомогою тест-засобу на основі пінополіуретану, модифікованого рубеановодневою кислотою в концентрації 0,01моль/л. Як з'ясувалося, катіони Cu, Cd, Mn, Pb, Zn, Fe не впливають на визначення, тобто заявляється тест-засіб, що відповідає вимозі селективності при визначенні нікелю (II) у питній воді на рівні ГДК. Як показали експериментальні дані, наявність у тест-засобі буферної суміші з карбонату калію й тетраборату натрію з концентрацією кожного 0,1моль/л забезпечує визначення нікелю в середовищі з рН9,2, що є оптимальною умовою утворення комплексу рубеанату нікелю. При інших концентраціях карбонату калію й тетраборату натрію (і, відповідно, інших значеннях рН) забарвлення утвореного комплексу недостатньо яскраве, що негативно позначається на чутливості визначення іонів нікелю (II).

Поєднування в тест-засобі усіх необхідних складових (хромогенного реагенту й компонентів для створення необхідного рН) дозволяє уникнути проміжних операцій і звести до мінімуму час аналізу, тобто забезпечити експресність.

У таблиці 1 на прикладі дослідження проби води з відомим вмістом нікелю (II) показаний вплив різних факторів на процес утворення комплексу рубеанату нікелю.

У таблиці 2 наведені порівняльні характеристики використання тест-засобу за найближчим аналогом й тест-засобом що заявляється.

Спосіб виготовлення тест-засобу полягає в наступному.

З пінополіуретану на основі простих ефірів товщиною 5мм вирізають заточеним металевим пробійником діаметром 16мм таблетки, масою близько 0,02г. Отриманий матеріал промивають у хлороводневій кислоті з концентрацією 1моль/л протягом години, після чого промивають дистильованою водою до нейтральної реакції за бромк-

резоловим зеленим й віджимають між аркушами фільтрувального паперу. Після висушування таблеток пінополіуретану просочують розчином, що містить тетраборат натрію та карбонат калію з концентраціями 0,1моль/л, і висушують у сушильній шафі при температурі  $60 \pm 0,2^\circ\text{C}$ , після чого просочують етанольним розчином рубеановодневої кислоти, з розрахунку 2мл на 3 таблетки пінополіуретану, і висушують на повітрі при кімнатній температурі до повного видалення спирту. Зберігають підготовлений у такий спосіб тест-засіб у темній ємності, що щільно закривається.

Виявлення та напівкількісне визначення нікелю (II) за допомогою тест-засобу, що заявляється, реалізують на наступному прикладі.

Приклад. В одноразовий шприц без голки об'ємом 20мл, з попередньо поміщеним у нього тест-

засобом, відбирають 10мл розчину, що аналізується, й струшують розчин у шприці протягом 5 хвилин. Після сорбції розчин зливають, витягають таблетку й віджимають її між аркушами фільтрувального паперу, після чого візуально визначають вміст нікелю, порівнюючи колір таблетки зі стандартною кольоровою шкалою, що являє собою кольорний ряд (по зростанню або убаванню забарвлення). Як видно з таблиць 1, 2 використання нового тест-засобу для тест-визначення іонів нікелю дозволяє не тільки забезпечити необхідну чутливість і селективність визначення, але й значно знизити вартість процедури, скоротити час аналізу, а також дає можливість проводити аналіз у польових умовах.

Таблиця 1

Буферний розчин	Рубеановоднева кислота, моль/л	Утворення комплексу рубеанату нікелю
Ацетат натрію, 0,2моль/л (pH=8,16)	0,01	Блакитний колір тест-засобу (неповна сорбція)-часткове утворення комплексу
Уротропін, 1моль/л (pH=8,38)	0,01	Блакитний колір тест-засобу (неповна сорбція)-часткове утворення комплексу
Карбонат натрію, 0,1моль/л (pH=11,22)	0,01	Блакитний колір тест-засобу (неповна сорбція)-часткове утворення комплексу
Карбонат калію 0,1моль/л Тетраборат натрію 0,1моль/л (pH=9,2)	0,01	Синій колір тест-засобу (повна сорбція) -повне утворення комплексу
Карбонат калію 0,1моль/л Тетраборат натрію 0,1моль/л (pH=9,2)	0,001	Слабке забарвлення тест-засобу - недостатньо хромогенного реагенту
Карбонат калію 0,1моль/л Тетраборат натрію 0,1моль/л (pH=9,2)	0,005	Слабке забарвлення тест-засобу - недостатньо хромогенного реагенту
Карбонат калію 0,1моль/л Тетраборат натрію 0,1моль/л (pH=9,2)	0,025	Слабке забарвлення тест-засобу, проба каламутніє - надлишок хромогенного реагенту
Карбонат калію 0,1моль/л Тетраборат натрію 0,1моль/л (pH=9,2)	0,05	Слабке забарвлення тест-засобу, проба каламутніє - надлишок хромогенного реагенту

Таблиця 2

Показник	Найближчий аналог	Тест-засіб, що заявляється
Чутливість, мкг/мл	$\geq 0,2$	$\geq 0,03$
Об'єм проби, мл	15	10
Час аналізу, хв	35-40	5
Використовуване обладнання	Посудини й прилад для струшування, скляна паличка піпетки, мірний циліндр	Одноразовий шприц
Додаткові реактиви	Аміачний буферний розчин	Немає