

СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ ПЛЮМБУМУ (СВИНЦЮ)

Бібліографічні дані

[Опис](#)

Деклараційний патент на винахід

(11)63805 А (51) МПК
G01N 33/50 (2006.01)
B01J 20/281 (2006.01)

(24)15.01.2004

(21)2003076416 (22) 09.07.2003

(46)15.01.2004, бюл. № 1

(71)НАЦІОНАЛЬНИЙ МЕДИЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ІМ. О.О.БОГОМОЛЬЦЯ (UA)

.....
НАЦИОНАЛЬНЫЙ МЕДИЦИНСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМ. А.А. БОГОМОЛЬЦА (UA)

.....
O.VOHOMOLETS NATIONAL MEDICAL UNIVERSITY (UA)

(72)Зайцев Володимир Миколайович (UA); Рева Тетяна Дмитрівна (UA); Зайцева Галина Миколаївна (UA); Гождзінський **Сергій Мартинович** (UA); Калібабчук Валентина Олександрівна (UA)

.....
Зайцев Владимир Николаевич (UA); Гождзинський Сергей Мартынович (UA)

.....
Zaitsev Volodymyr Mykolaiovych (UA); Hozhdzinskyi Serhii Martynovych (UA)

(73)НАЦІОНАЛЬНИЙ МЕДИЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ІМ. О.О.БОГОМОЛЬЦЯ, бул. Шевченка, 13, м.Київ-4, 01601 (UA)

.....
НАЦИОНАЛЬНЫЙ МЕДИЦИНСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМ. А.А. БОГОМОЛЬЦА (UA)

.....
O.VOHOMOLETS NATIONAL MEDICAL UNIVERSITY (UA)

(98)НМУ

бульв.Т.Шевченка, 13, м.Київ, 01601
(UA)

(54)СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ ПЛЮМБУМУ (СВИНЦЮ)

.....
METHOD FOR DETERMINING CONTENT OF LEAD

.....
СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СВИНЦА

(57)[немає даних]

Винахід належить до аналітичної хімії, конкретніше до способів кількісного визначення п्लюмбуму у рідинах, і може бути використаний при аналізі на вміст п्लюмбуму у сечі, плазми крові та інших рідинах.

У сучасних екологічних умовах України актуальною проблемою є діагностика та лікування захворювань, що обумовлені хронічним отруєнням незначними кількостями важких металів. Значна частка таких отруєнь - свинцеві отруєння, обумовлені широким використанням пального для автотранспорту, що містить тетраетилплюмбум чи інші сполуки п्लюмбуму. Сучасні методи кількісного визначення п्लюмбуму у крові та сечі вимагають використання складних аналітичних приладів, у більшості випадків включають стадію мінералізації органічних речовин, що обов'язково присутні у біологічних рідинах. Тому такі аналізи дорого коштують. Тому актуальним є пошук дешевих і надійних способів визначення п्लюмбуму в біологічних рідинах.

Відомий спосіб визначення п्लюмбуму у сечі методом атомно-абсорбційної спектrophотометрії після співсаджання п्लюмбуму з торієм (журнал Anal. Chim. Acta, том 47, с. 203 - 208, 1969 рік). За цим способом до 12,5 мл сечі (при рН = 5-6) додають 0,5 мл розчину, який містить нітрат торію і сульфат міді. Через 5 хв. центрифугують (2500 об/хв.) протягом 5 хв. Рідку фазу відкидають, осад розчиняють у 0,5 мл розведеної HCl (1:1), що не містить п्लюмбуму, додають 2 мл води і здійснюють атомно-абсорбційне спектrophотометричне визначення п्लюмбуму при $\lambda = 2170\text{\AA}$, витрата пропану 250 мл/хв., витрата повітря 4,5 л/хв.

Причинами, що перешкоджають одержанню потрібного технічного результату, є необхідність використання атомно-абсорбційного методу, що дорого коштує, а також використання нітрату торію, який має високу токсичність і певну радіоактивність.

Відомий спосіб концентрування і розділення іонів металів (патент Російської Федерації № 2192300, МПК⁷ B01D15/08, B01J20/22, G01N30/48, 11.10.2002). За цим способом розчин, що містить іони важких металів, контактує з модифікованим кремнеземом, на якому іммобілізовано цинкон (2-карбоксо 2'-гідроксо-5'сульфоформазилбензол), що був розчинений у водно-ацетоновому середовищі (1:1). Визначення іонів ведуть спектроскопією дифузного відбиття.

Причинами, що перешкоджають одержанню потрібного технічного результату, є необхідність використання методу спектроскопії дифузного відбиття з використанням спеціальної апаратури, що дорого коштує.

За найбільш близький аналог вибрано спосіб визначення важких металів у розчині (патент Російської Федерації № 21080959, МПК⁷ GO IN 33/18, 30/00, 27.03.2002), у якому для визначення важких металів (Pb^{2+} , Cd^{2+} , Cu^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Zn^{2+}) відповідні розчини пропускають через колонку з тонкодисперсним синтетичним гідросилікатом кальцію. Десорбцію іонів металів здійснюють нітратною кислотою. Кількісне визначення проводять атомно-абсорбційним методом. Спільними ознаками з винаходом, що заявляється, є пропускання розчину через колонку з сорбентом, десорбція іонів п्लюмбуму дією нітратної кислоти та визначення кількісного вмісту іонів п्लюмбуму.

Причинами, що перешкоджають одержанню потрібного технічного результату, є необхідність використання атомно-абсорбційного методу, що дорого коштує, а також недостатня селективність тонкодисперсного синтетичного гідросилікату кальцію.

В основу винаходу поставлено задачу у способі визначення п्लюмбуму шляхом зміни сорбенту і параметрів способу, забезпечити спрощення і здешевлення аналізу при збереженні достатньої чутливості і достовірності.

Поставлена задача вирішується тим, що у способі визначення п्लюмбуму (свинцю), який включає пропускання аналізованого розчину через колонку з сорбентом, десорбцію іонів п्लюмбуму нітратною кислотою та визначення вмісту іонів п्लюмбуму в елюаті, згідно з винаходом, в якості сорбенту беруть модифікований сіллю б-пропіламідо-2-піридиндикарбонової кислоти кремнезем, визначення вмісту іонів п्लюмбуму в елюаті проводять фотометричним методом шляхом додавання буферного розчину з рН = 9,8 та розчину 4-(2-піридилазо)-резорцину, вимірювання оптичної густини при 510 - 520 нм, за одержаною оптичною густиною визначають вміст п्लюмбуму.

Першою додатковою відмінною ознакою є те, що беруть кремнезем, що модифікований натрієвою сіллю б-пропіламідо-2-піридиндикарбонової кислоти.

Для проведення аналізу брали такі прилади, обладнання та реактиви:

кремнезем, що модифікований натрієвою сіллю б-пропіламідо-2-піридин-дикарбонової кислоти (ХМК), спектrophотометр "Specol-11",

перистальтичний насос,

іономер універсальний марки "ЭВ-74",

розчини HNO_3 з $c(\text{HNO}_3) = 0,1$ моль/л,

буферний розчин з рН = 9,8 (тетраборат натрію + гідроксид натрію),

0,05%-ний розчин 4-(2-ширидилазо)-резорцину (ПАР),

модельні розчини нітрату п्लюмбуму.

Для проведення аналізів до 200мл аналізованої сечі додають такий же об'єм дистильованої води, перемішують і пропускають через колонку з ХМК. Після цього промивають колонку 2-3 рази невеликими порціями дистильованої води. Для десорбції колонку промивають 5 разів розчином HNO_3 з $c(\text{HNO}_3) = 0,1$ моль/л. Промивні води об'єднують, додають буферний розчин з рН = 9,8 і розчин органічного реагенту ПАР, перемішують. На спектrophотометрі "Specol-11" вимірюють оптичну густину, використовуючи кювету товщиною 5 см. З калібрувального графіка, який будують за відомою стандартною методикою, знаходять вміст п्लюмбуму у сечі. Для перевірки відносної похибки аналізу на п्लюмбум були приготовлені модельні розчини, що містили сечу і відомі кількості п्लюмбуму. У модельних розчинах визначали за способом, що заявляється, вміст п्लюмбуму і порівнювали з уведеною кількістю п्लюмбуму. У таблиці наведено відповідні дані для модельних розчинів, а також відносна похибка визначення п्लюмбуму. Далі винахід підтверджується наступними прикладами конкретного виконання способу.

Таблиця

№ прикладу	Уведено у модельний розчин	Знайдено у модельному розчині	Відносна похибка, %
------------	----------------------------	-------------------------------	---------------------

	плюмбуму, мкг/л	плюмбуму, мкг/л	
1	10,05	9,2	8,46
2	20,1	18,8	6,47
3	30,15	27,6	8,46
4	40,2	37,1	7,71
5	50,25	46,24	7,98

Приклад 1. У хроматографічну колонку діаметром 0,5 см завантажують 0,5 г кремнезему, модифікованого натрієвою сіллю 6-пропіламідо-2-пі-ридиндикарбонової кислоти (ХМК). До 200 мл модельного розчину сечі, що містив 10,05 мкг/л додають 200 мл дистильованої води, вимірюють рН розчину. Якщо рН відрізняється від оптимального потрібного значення рН = 5 -6, то за допомогою лугу чи нітратної кислоти доводять рН розчину до потрібного значення. За допомогою перистальтичного насоса приготований розчин пропускають через колонку з ХМК. Потім хроматографічну колонку промивають 3 рази дистильованою водою для вимивання органічних компонентів сечі, які можуть заважати спектрофотометричному визначенню плюмбуму. Для вилучення адсорбованих іонів плюмбуму колонку промивають 2 порціями по 1 мл розчину нітратної кислоти, $c(\text{HNO}_3) = 0,1$ моль/л. Промивні розчини об'єднують, додають 3 мл буферного розчину з рН = 9,8 та 1 мл 0,05%-ого розчину ПАР і вимірюють оптичну густину при $\lambda = 520$ нм. У кюветі товщиною 5 см оптична густина становила 0,33. За калібрувальним графіком ці оптичні густині відповідає концентрація іонів плюмбуму у модельному розчині 9,2 мкг/л. У вказаному модельному розчині була введена кількість солі плюмбуму, що створила концентрацію 10,05

$$\frac{(10,05 - 9,2) \cdot 100\%}{10,05} = 8,46\%$$

мкг/л. Відносна похибка визначення становить

$$10,05$$

Приклади 2-5. Визначення плюмбуму проводили так, як описано у прикладі 1, за винятком того, що змінювали вміст плюмбуму у модельних розчинах. Результати аналізу наведені у таблиці.

Наведені приклади показують, що цим способом можна визначити вміст плюмбуму в інтервалі від допустимої норми до патологічного вмісту при хронічних отруєннях плюмбумом. Спосіб визначення, що заявляється, не потребує спеціального обладнання, що дорого коштує, простий у виконанні і має низьку собівартість. За цим способом можна визначати плюмбум у сечі, використовуючи обладнання лабораторій, які виконують клінічні аналізи у лікарнях та поліклініках.