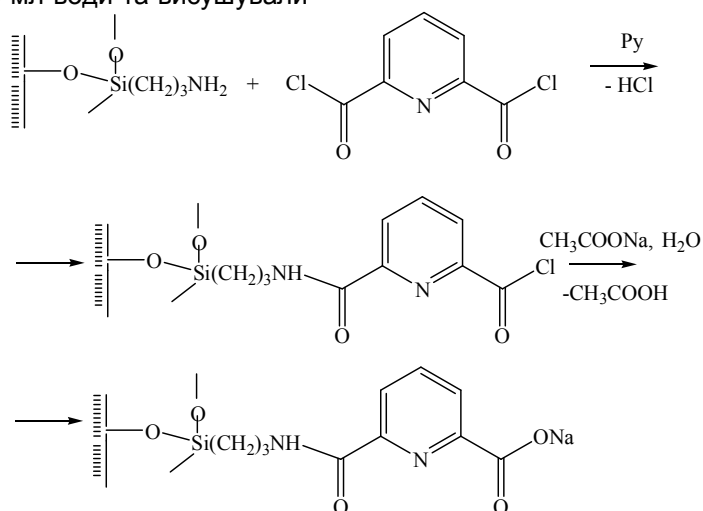


Після цього основну частину модифікованого кремнезему (18 г) струшували з 100 мл 1 М розчину ацетату натрію протягом 8 годин, за допомогою струшувача. Осад відфільтровували, ретельно промивали з 300 мл води та висушували

при 120°C. В результаті реакції одержали хімічно модифікований кремнезем з ковалентно закріпленими групами натрієвої солі 6-пропіламідо-2-піридинкарбонової кислоти:



В попередніх дослідженнях [6-7] нами було показано, що високодисперсний кремнезем, модифікований функціональними групами натрієвої солі 6-пропіламідо-2-піридиндикарбонової кислоти (PyCOONa – CX) є селективним до деяких важких металів. Тому було цікаво дослідити можливість застосування PyCOONa – CX як твердофазного екстрагента іонів важких металів із розчинів різної природи з метою розробки методики визначення іонів плюмбуму у сечі людини.

Для проведення аналізу брали такі прилади, обладнання та реактиви:

- кремнезем, що модифікований натрієвою сіллю 6-пропіламідо-2-піридиндикарбонової кислоти (PyCOONa – CX);
- спектрофотометр "Specol-11";
- перистальтичний насос;
- іономер універсальний марки "ЭВ-74";
- розчини HNO₃ з с(HNO₃) = 0,1 моль/л;
- буферний розчин з рН = 9,8 (тетраборат натрію + гідроксид натрію);
- 0,05%-ний розчин 4-(2-піридилазо)-резорцину (ПАР);
- модельні розчини нітрату плюмбуму.

Об'єкти та методи дослідження

0,1М розчин нітрату плюмбуму готували за [8]. Точну концентрацію іонів металів у розчині встановлювали комплексонометрично [9]. Більш розбавлені розчини готували розведенням вихідних.

Оптичну густину розчинів вимірювали на спектрофотометрі Spescol-11 чи СФ-16 [10], рН контролювали на приладі "Иономер ЭВ – 74".

Методика експерименту.

Для проведення аналізів до 200мл аналізованої сечі додають такий же об'єм дистильованої води, перемішують і пропускають через колонку з PyCOONa – CX зі швидкістю 5 мл/хв (m = 0,5 г, висота шару сорбенту 16 мм, внутрішній діаметр 5 мм). Після цього промивають колонку 2 – 3 рази невеликими порціями дистильованої води. Для десорбції колонку промивають 5 разів розчином HNO₃ з с(HNO₃) = 0,1 моль/л. Промивні води об'єднують, додають буферний розчин з рН = 9,8 і розчин органічного реагенту ПАР, перемішують. На спектрофотометрі "Spescol-11" вимірюють оптичну густину, використовуючи кювету товщиною 5 см. З калібрувального графіка, який будують за відомою стандартною методикою, знаходять вміст плюмбуму у сечі. Для перевірки відносної похибки аналізу на плюмбум були приготовлені модельні розчини, що містили сечу і відомі кількості плюмбуму. У модельних розчинах визначали за способом, що заявляється, вміст плюмбуму і порівнювали з уведеною кількістю плюмбуму. У таблиці наведено відповідні дані для модельних розчинів, а також відносна похибка визначення плюмбуму. Далі винахід підтверджується наступними прикладами конкретного виконання способу.

Таблиця

№ прикладу	Уведено у модельний розчин плюмбуму, мкг/л	Знайдено у модельному розчині плюмбуму, мкг/л	Відносна похибка, %
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-піридиндикарбонової 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 плумбуму. Для вилучення адсорбованих іонів плумбуму 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 густини відповідає концентрація іонів плумбуму у модельному розчині 9,2 мкг/л. У вказаному модельному розчині була введена кількість солі плумбуму, що створила концентрацію 10,05 мкг/л. Відносна похибка визначення становить $\frac{(10,05 - 9,2) \cdot 100\%}{10,05} =$

$$8,46 \%$$

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

Висновки

Наведені приклади показують, що цим спосо-

Реферат

СОРБЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИОНОВ ПЛЮМБУМА В МОЧЕ ЧЕЛОВЕКА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ХИМИЧЕСКИ-МОДИФИЦИРОВАННОГО КРЕМНЕЗЕМА, НА ПОВЕРХНОСТИ КОТОРОГО КОВАЛЕНТНО ЗАКРЕПЛЕННЫ ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ ГРУППЫ НАТРИЕВОЙ СОЛИ 6-ПРОПИЛАМИДО-2-ПИРИДИНДИКАРБОНОВОЙ КИСЛОТЫ (($\text{PyCOONa} - \text{CX}$))

Рева Т.Д., Слипчук В.Л., Зайцева Г.Н., Калибачук В.А.

Ключевые слова: моча, плумбум, концентрирование.

Синтезирован и исследованы химико-аналитические свойства

$\text{PyCOONa} - \text{CX}$. Показана эффективность сорбента для концентрирования ионов плумбума из мочи человека. Предложена методика определения плумбума, которая основана на извлечении ионов концентрированием на поверхности $\text{PyCOONa} - \text{CX}$ из мочи и дальнейшим их количественным определением фотометрическим методом.

Summary

SORPTION-PHOTOMETRIC IDENTIFICATION OF LEAD IONS IN HUMAN URINE BY CHEMICALLY MODIFIED SILICA

Reva T.D., Slipchuk V.L., Zaitseva G.N. Kalibabchuk V. A.

Keywords: urine, lead, concentration.

This paper focuses on the possibility to identify lead ions in human urine by chemically modified silica on whose surface there are covalent bound functional groups of sodium salts of 6-propylamido-2-pyridinecarboxylic acid. The technique we have developed is based on the producing of the ions by the concentration of $\text{PyCOONa} - \text{CX}$ from urine and by their following photometric test.

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

Література

1. Вредные вещества в промышленности. Т.3. Справочник для химиков, инженеров и врачей под редакцией Н.В. Лазарева. Издательство "Химия", 1977.
2. Мицуике А. Методы концентрирования микроэлементов в неорганическом анализе / Мицуике А. – М.: Химия, 1986. – 151 с.
3. Зайцев В.Н. Комплексообразующие кремнеземе: синтез, строение привитого слоя и химия поверхности / Зайцев В.Н. – Харьков: Фолио, 1997. – 240 с.
4. Зайцева Г.М. Синтез та властивості кремнеземів з ковалентно закріпленими фосфінсульфідними групами / Г.М. Зайцева, Т.Д.Рева, В.М/ Зайцев, В.О. Калибачук // Укр.хім.журн. – 2001. – Т. 67, № 2. – С.94-98.
5. Пат. 65482 Україна, МПК 7 ВО1J 20/10. Модифікований сорбент для вилучення іонів металів із розчинів/ Зайцев В.М., Алексеев С.О., Рева Т.Д., Зайцева Г.М., Гождзінський С.М. Заявник і патентовласник Київський національний університет імені Тараса Шевченка.-№ 65482 , 2003 1110242; заявл. 2003.11.13; опубл. 2004. 03.15. Бюл № 3.- 3 с.
6. Reva T.D. Chelating silicas for preconcentration and column chromatography of metal ions indrinking artesian water / T.D.Reva, V.A.Kalibabchuk // Short abstracts. Second International Conference On Silica Science And Technology. – France, 2001. – P. 121.
7. Рева Т.Д. Сорбційна здатність кремнеземів з прищепленими комплексоутворюючими групами до іонів Zn(II), Hg(II), Fe(III), Cu(II) та Pb(II) / Рева Т.Д., Зайцев В.М., Трохименко О.М. // Методы и объекты химического анализа. – 2008. – Т. 3, № 2. – С. 202–206.
8. Коростылев П.П. Приготовление растворов для химико-аналитических работ / Коростылев П.П. – М.: Наука, 1974. – 399 с.
9. Шварценбах Г. Комплексонометрическое титрование / Г. Шварценбах, Т.Флашка. – М.: Химия, 1970. – 360 с.
10. Упор Э. Фотометрические методы определения следов неорганических соединений / Э.Упор, М.Мохай, Д.Новак. – М.: Мир, 1985. – 293 с.