

Министерство образования и науки Российской Федерации

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«САРАТОВСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ Н.Г.ЧЕРНЫШЕВСКОГО»

Кафедра аналитической химии и химической экологии

**ТЕСТ-ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИОНОВ Ni^{2+} В ИНДИВИДУАЛЬНЫХ
РАСТВОРАХ И СМЕСЯХ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ**

АВТОРЕФЕРАТ БАКАЛАВРСКОЙ РАБОТЫ

Студентки IV курса 421 группы

направления 44.03.01 Педагогическое образование «Химия»

Института химии

Ли Екатерины Петровны

Научный руководитель

Доцент, к.х.н.
должность, уч. степень, уч. звание

подпись, дата

И.В. Косырева
инициалы, фамилия

Зав. кафедрой

д.х.н., профессор
должность, уч. степень, уч. звание

подпись, дата

Т.Ю. Русанова
инициалы, фамилия

Саратов 2017 г.

ВВЕДЕНИЕ

Одна из экологических проблем, возникающая в различных отраслях жизнедеятельности – необходимость массового контроля токсикантов в ООС вне лаборатории. Массовый характер анализов обусловлен недостатком времени и места, сложностью проведения анализа и дорогостоящей процедурой. При этом необходимо разработать новые методы, которые на сегодняшний день будут являться перспективными для химических анализов различных объектов ООС.

Определить состав объекта, а также его принадлежность к определенной группе, его особенности и свойства, можно с помощью оценки интегральных (обобщенных) показателей исследуемых объектов окружающей среды. Широко известны показатели – химическое (ХПК) и биологическое (БПК) потребление кислорода, общее содержание летучих органических веществ, фенольный индекс, общая токсичность воды, а также суммарное содержание тяжелых металлов и другие. В частности, общее содержание суммы тяжелых металлов в ООС, нашли широкое применение в создании тест-методов для их определения. Тест – методы анализа – это экспрессные, простые и недорогостоящие приемы обнаружения и определения веществ на месте, не требующие большого количества лабораторного оборудования и обученности кадров. В связи с расширением их применения целесообразно разрабатывать новые тест-средства, или искать подходы к усовершенствованию последних, для оценки качества ООС.

Данная выпускная квалификационная работа посвящена

Целью работы является разработка индикаторных бумаг для тест-определения ионов никеля (II) с помощью иммобилизованного диметилглиоксима и 1-(2-пиридилазо)-2-нафтола в индивидуальных растворах и смесях тяжелых металлов. Полученные результаты использовались при разработке учебно-методического пособия «Никель и его

соединения: свойства и методы определения» для курса «Общей и неорганической химии» и «Аналитической химии».

Структура работы. Бакалаврская работа общим объемом 65 страниц машинописного текста состоит из введения, двух основных глав: 1 глава – литературный обзор; 2 глава – экспериментальная часть (7 разделов) и заключения.

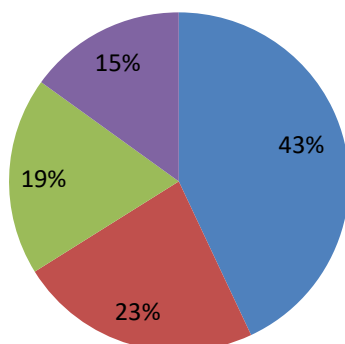
Практическая значимость: разработка тест-методик определения ионов Ni^{2+} в объектах окружающей среды.

Основное содержание работы

Первый раздел – литературный обзор методов определения Ni^{2+} в водных объектах .

Для определения ионов Ni^{2+} применялись такие методы, как гравиметрический, титрометрический, спектрофотометрический, экстракционно – фотометрический, сорбционно-фотометрический.

■ Спектрофотометрический метод ■ титрометрический метод
■ гравиметрический метод ■ другие методы



Экспериментальная часть включает в себя следующие разделы и подразделы:

2.1 Реагенты и аппаратура

2.2 Методики приготовления и стандартизации растворов

3 Способы иммобилизации диметилглиоксима и 1-(2-пиридилазо)-2-

нафтола на поверхности бумаги

3.1 Способы иммобилизации диметилглиоксима на поверхности бумаги в присутствии и отсутствие ПАВ

3.2 Способы иммобилизации 1-(2-пиридилазо)-2-нафтола на поверхности бумаги в присутствии и отсутствие ПАВ

4 Изучение реакции взаимодействия ионов никеля (II) с диметилглиоксимом и 1-(2-пиридилазо)-2-нафтолом на поверхности бумаги

4.1 Визуально-колориметрическое и цветометрическое определение ионов Ni(II) с помощью индикаторных бумаг на основе иммобилизованного диметилглиоксима в присутствии и отсутствие ПАВ

4.2 Визуально-колориметрическое и цветометрическое определение ионов Ni(II) помощью индикаторных бумаг на основе иммобилизованного 1-(2-пиридилазо)-2-нафтола в присутствии и отсутствие ПАВ

4.3 Сравнение профилей лепестковых диаграмм при определении никеля (II) с помощью иммобилизованного диметилглиоксима и 1-(2-пиридилазо)-2-нафтола в индивидуальных растворах и в смесях тяжелых металлов

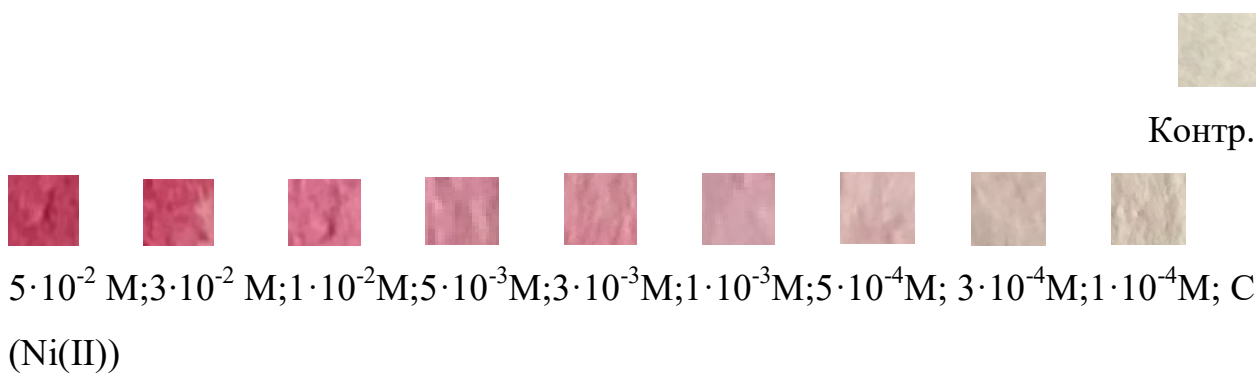
5 Изучение реакции взаимодействия ионов никеля (II) с иммобилизованным диметилглиоксимом с помощью спектроскопии диффузного отражения

6 Разработка тест-методики для определения ионов никеля (II) с помощью иммобилизованным диметилглиоксима индивидуальных растворах и смесях

7 Разработка учебно-методического пособия «Никель и его соединения: свойства и методы определения» для студентов направления «Педагогическое образование» профиль «Химия»

Визуально-колориметрическое определение Ni²⁺:

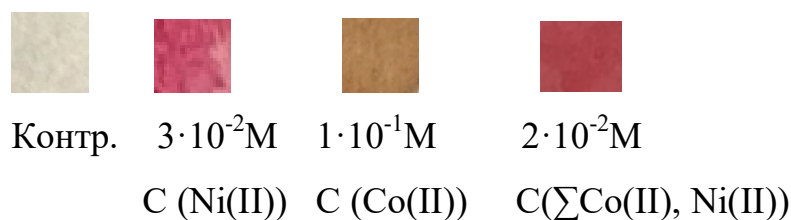
Иммобилизованный диметилглиоксим ($1 \cdot 10^{-2} \text{M}$) +Ni(II) в среде ацетатно-аммиачного буферного раствора (pH=7)



НГОС=1·10⁻⁴М

Визуально-колориметрическое определение Ni²⁺ в смеси тяжелых металлов при pH=7

Иммобилизованный диметилглиоксим (1·10⁻²М) + ∑(Co(II)+Ni(II)) (2·10⁻²М) в среде ацетатно-аммиачного буферного раствора (pH=7)



Как видно из рисунка, ДМГ специфично реагирует только с никелем (II), но незначительный вклад ионов кобальта (II) без маскирующих агентов наблюдается.

Цветометрическое определение Ni²⁺:

Окрашенные продукты реакции фотографировали фотокамерой iPhone5S.

Для обработки полученных данных использовали графический редактор Adobe Photoshop CS6 x64 и авторскую онлайн программу по определению RGB - канала (программу составил студент 2 курса КНиИТ <http://him.its-node.ru>). В программе Adobe Photoshop CS6 x64 цветную область усредняли до одного пикселя, затем в этой части изображения определяли яркость цветовых каналов R, G, B. По данным канала – RGB, строили графики зависимости яркости цветового канала от логарифма

концентрации ионов металла в программе Microsoft Excel представленных на рисунках.

На рисунке 1 представлена зависимость I - pC для наилучшего канала G по яркости (I = 200), контрастности ($\Delta I = 150$), наибольшей чувствительности ($\text{tg}\alpha = 61$) и коэффициенту регрессии ($R^2 = 0,9415$), которую можно применить для количественного определения Ni (II).

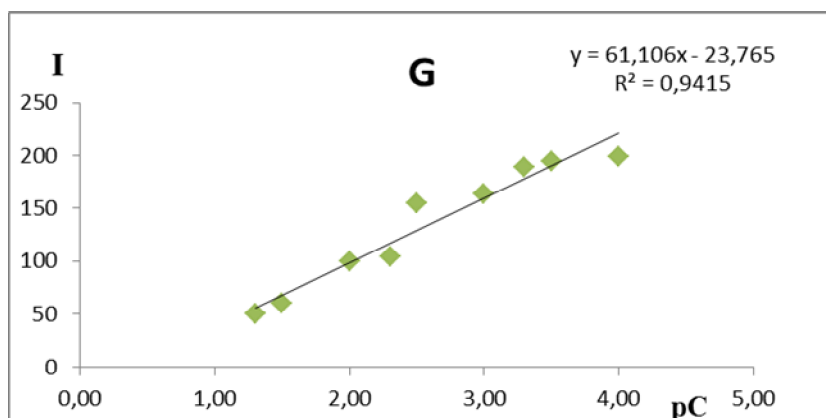
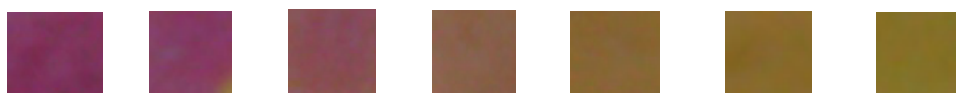


Рисунок 1 - Зависимость яркости канала G от логарифма концентрации ионов Ni(II) в системе Ni(II)+ диметилглиоксим $1 \cdot 10^{-2}$ М в среде ацетатно-аммиачного буферного раствора (pH=7)

Визуально-колориметрическое определение Ni²⁺:

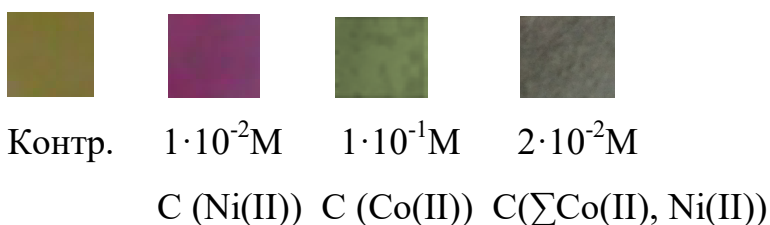
Результаты иммобилизованного ПАН ($1 \cdot 10^{-2}$ М) +Ni(II) в среде ацетатно-аммиачного буферного раствора (pH=7) представлены следующими цветовыми шкалами:



$1 \cdot 10^{-2}$ М; $5 \cdot 10^{-3}$ М; $1 \cdot 10^{-3}$ М; $5 \cdot 10^{-4}$ М; $1 \cdot 10^{-4}$ М; $5 \cdot 10^{-5}$ М; С(Ni(II))Контр.

Визуально-колориметрическое определение никеля (II) в смеси тяжелых металлов при pH=7

Иммобилизованный 1-(2-пиридилазо)-2-нафтол ($1 \cdot 10^{-2}$ М) + Σ (Co(II) + Ni(II)) ($2 \cdot 10^{-2}$ М) в среде ацетатно-аммиачного буферного раствора (pH=7)



Как видно из рисунка, иммобилизованный ПАН может быть использован для определения в водных объектах ионов тяжелых металлов. При взаимодействии с ионами никеля(II) дает ярко окрашенное фиолетовое соединение, а при взаимодействии реагента с суммой тяжелых металлов окраска комплекса меняется на серый цвет.

Цветометрическое определение Ni²⁺:

Цветометрическое определение цветных продуктов реакции проводили аналогично с методикой на странице 5.

На рисунке 2 представлена зависимость интенсивности канала G от десятичного логарифма концентрации Ni²⁺. Уравнение регрессии составляет $y = 23,785x + 7,578$, а коэффициент регрессии - $R^2 = 0,955$.

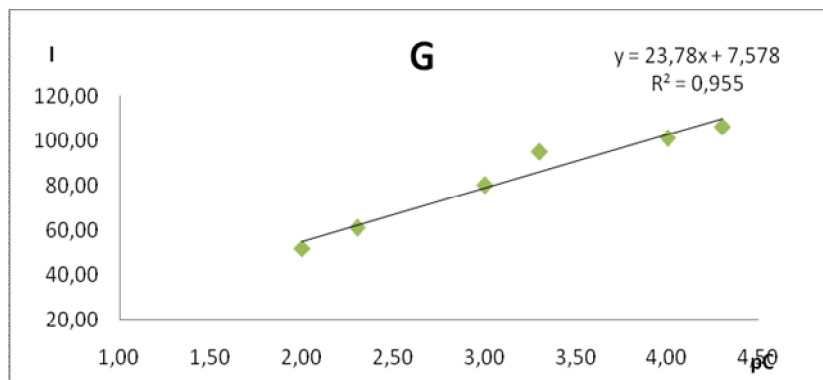


Рисунок 2 - Зависимость I – pC для G в системе Ni(II)+ ПАН 1·10⁻² М в среде ацетатно-аммиачногобуферного раствора (pH=7)

Изучение профилей лепестковых диаграмм при определении никеля (II) с помощью иммобилизованного диметилглиоксима и 1-(2-пиридилазо)-2-нафтола в индивидуальных растворах и в смесях тяжелых металлов

Нами был впервые предложен подход обработки цифровых изображений в виде лепестковых диаграмм (ЛД), с 6-ю осями в полярных координатах, отражающими значения интенсивности (F_i) цветовых координат в модели RGB в одинаковой последовательности $R1, G1, B1, R2, G2, B2$, где индекс 1 и 2 относятся соответственно к 1-ой и 2-ой цветным реакциям, а также в координатах RGB СМΥΚ.

На рисунке 3 изображены ЛД в координатах RGB СМΥΚ для растворов различных концентраций никеля (II) с иммобилизованным диметилглиоксимом (а) и 1-(2-пиридилазо)-2-нафтол (б)

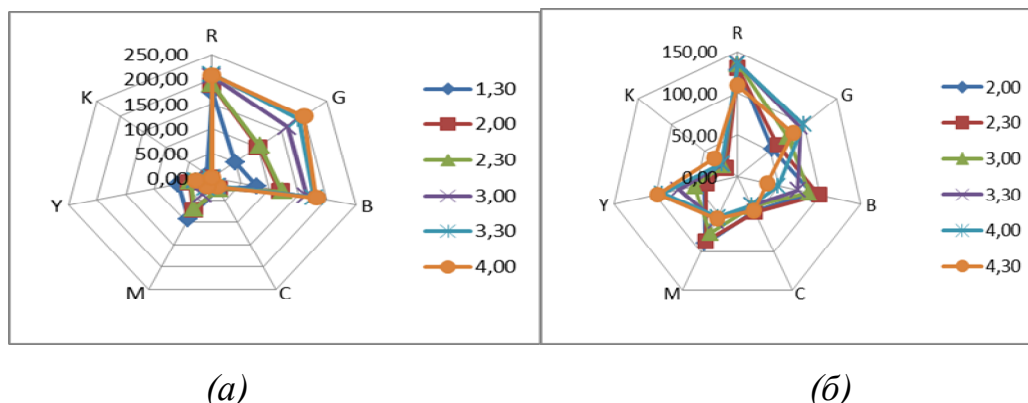


Рисунок 3 – Зависимость RGB СМΥΚ – рС (ЛП)

(а) Ni(II)-иммобилизованный ДМГ; (б) - Ni(II)-иммобилизованный ПАН

Как видно из рисунков (а),(б) профиль ЛД различен для представленных реагентов, при увеличении концентрации ионов никеля (II).

Для количественной оценки содержания ионов никеля (II) применяли геометрические параметры полученных ЛД: площадь (S) и периметр (P) по следующим формулам:

$$P = \sum \sqrt{a^2 + b^2 - 2ab * \cos(ab)}, \quad (1),$$

$$S = \sum (a + b * \sin(ab)) \quad , \quad (2),$$

где a, b – стороны треугольника;

$\cos(ab)$ – \cos угла между сторонами a, b .

$\sin(ab)$ – \sin угла между сторонами a, b .

Площадь профиля ЛД возрастает, как с ДМГ ($S= 22909, 35490, 37033, 60184, 71124, 75047$), так и с ПАН ($S=24634, 26444, 28812, 31067, 29994, 26604$).

Спектроскопия диффузного отражения ионов Ni^{2+} с иммобилизованным диметилглиоксимом

Как видно из рис. 4 нами показана возможность изучения продуктов взаимодействия $Ni(II)$ с иммобилизованным ДМГ на бумажном носителе с помощью спектроскопии диффузного отражения (СДО) ($\lambda_m = 540nm$).

Из данных литературы спектры поглощения продуктов взаимодействия $Ni(II)$ с ДМГ в индивидуальных растворах в щелочной среде известны ($\lambda_m=570nm$).

Построенная зависимость $F - pC$ является линейной и представлена на рисунке 5

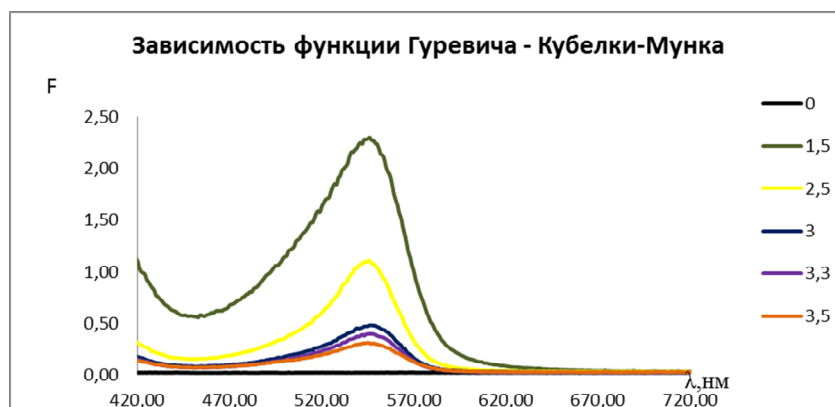


Рисунок 4 - СДО иммобилизованного ДМГ на КГ и их комплексов с $Ni(II)$:
 $C_{Ni(II)}$: $5 \cdot 3 \cdot 10^{-2}$; $2,5 \cdot 3 \cdot 10^{-3}$; $3 \cdot 10^{-3}$; $3,3 \cdot 5 \cdot 10^{-4}$; $3,5 \cdot 3 \cdot 10^{-4}$, 0-0.

Построенная зависимость $F - pC$ является линейной и представлена на рисунке 5.

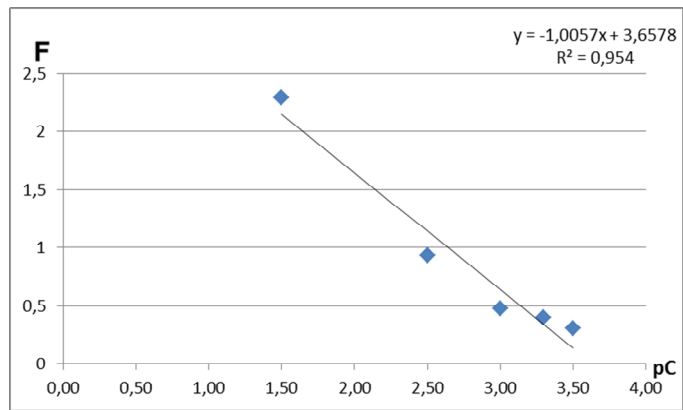


Рисунок 5 – Зависимость функции ГКМ (F) от логарифма концентраций в системе Ni (II) – ДМГ в среде ацетатно-аммиачного буферного раствора pH=7

Тест – методика определения Ni²⁺ с помощью иммобилизованного диметилглиоксима

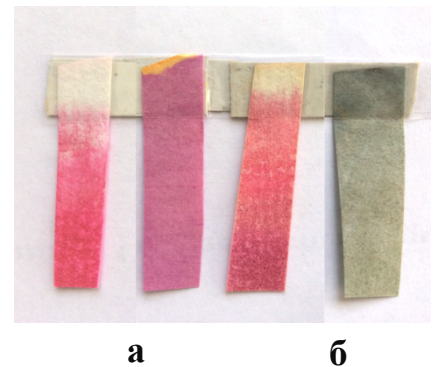
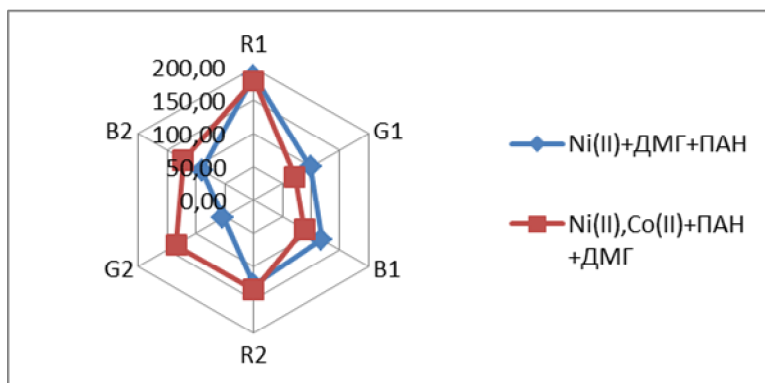


Рисунок 6 – (а) иммобилизованный ДМГ ($10^{-2}M$) + Ni(II)($10^{-2}M$)/
 ДМГ ($10^{-2}M$) + $\sum Ni(II)Co(II)(2 \cdot 10^{-2}M)$
 (б) иммобилизованный ПАН ($10^{-2}M$) + Ni(II)($10^{-2}M$)/ ПАН ($10^{-2}M$) +
 $\sum Ni(II)Co(II)(2 \cdot 10^{-2}M)$

Полученные данные можно использовать при определении никеля (II) в индивидуальных растворах и в смесях тяжелых металлов.

Способ определения	НГОС, М	ДОС, М	Уравнение регрессии	R ²	P	S
ВК	1·10 ⁻⁴	1·10 ⁻⁴ - 5·10 ⁻²	-	-	-	-
СДО	3·10 ⁻⁴	3·10 ⁻⁴ - 3·10 ⁻²	y= -1,0057x +3,6578	0,954	-	-
<i>Цветомертическая обработка</i>						
RGB	1·10 ⁻⁴	1·10 ⁻⁴ - 5·10 ⁻²	y=61,106x- 23,765	0,942		
ЛД (RGB), (СМΥК)	1·10 ⁻⁴	1·10 ⁻⁴ - 5·10 ⁻²	y=21468x- 92,3(S) y=73.589x+614.9 9(P)	0.95 (P) 0.95(S)	771;	37033;

Разработка учебно-методического пособия «Никель и его соединения: свойства и методы определения» для студентов направления «Педагогическое образование» профиль «Химия»

Нами было разработано учебно-методического пособие «Никель и его соединения: свойства и методы определения» для студентов направления 44.03.01 «Педагогическое образование» профиль «Химия». Данное пособие составлено в соответствии с программой дисциплины «Общая и неорганическая химия», раздел «Металлы и их соединения» и предназначено для студентов 2 курса Института химии, обучающихся по направлению «Педагогическое образование», бакалавриат (рис. 7). Пособие является частью комплекта пособий для самостоятельной подготовки студентов.

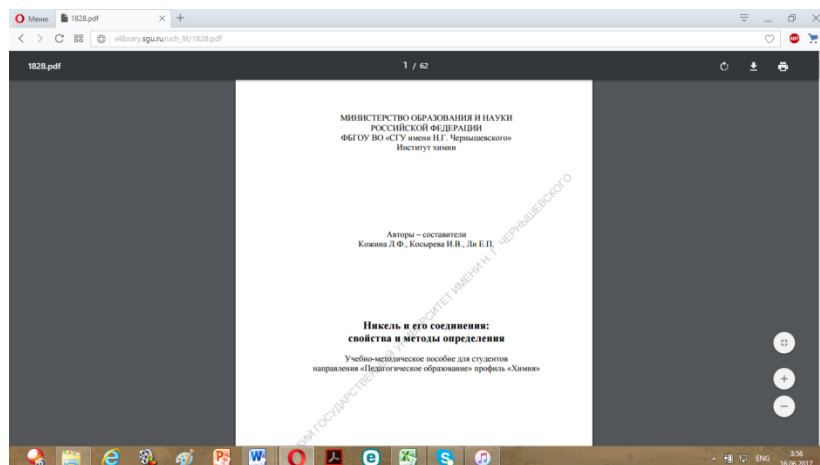


Рисунок 7 – Скриншот сайта учебно- методического пособия «Никель и его соединения: свойства и методы определения», ссылка на сайт http://elibrary.sgu.ru/uch_lit/1828.pdf

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. В данной работе был проведен анализ данных литературы по определению никеля (II) в водных объектах за последние 15 лет (спектрофотометрический 42,9%)

2. Изучены способы иммобилизации диметилглиоксима и 1-(2-пиридилазо)-2-нафтола на бумажном носителе; выбраны оптимальные условия взаимодействия иммобилизованных реагентов с ионами никеля (II): $C_R 1 \cdot 10^{-2}$ М и $pH=7$ (ацетатно-аммиачный буферный раствор)

3. Проведено визуально-колориметрическое и цветометрическое тест- определение ионов никеля (II) с иммобилизованным реагентами (Ni(II)-ДМГ ($tg\alpha = 61$, $R^2= 0,9415$) , Ni(II)-ПАН($tg\alpha = 23$, $R^2= 0,9550$), Ni(II)-ПАН–ДДС ($5 \cdot 10^{-4}$ М) ($tg\alpha = 18$, $R^2= 0,9899$). ДОС $1 \cdot 10^{-4}$ - $5 \cdot 10^{-2}$ М.

4. С помощью спектроскопии диффузного отражения изучена реакция взаимодействия ионов никеля(II) с иммобилизованными диметилглиоксим. ($\lambda_{max} = 545$ нм).

5. Построены профили лепестковых диаграмм при качественном и количественном определении Ni(II), получены зависимости площади и периметра от концентрации иммобилизованного диметилглиоксима ($S= 22909,35490,37033,60184,71124,75047$; $P = 707;764;771;848; 881;889$) и 1-(2-пиридилазо)-2 нафтола ($S=24634, 26444, 28812, 31067, 29994, 26604$; $P =609,2; 623;614;616;623;567$)

6. Разработано учебно – методическое пособие «Никель и его соединения: свойства и методы определения» для студентов направления «Педагогическое образование» профиль «Химия».