УДК 543.066, 543.35

DOI: 10.21779/2542-0321-2018-33-2-70-73

Х.А. Мирзаева, Р.З. Зейналов, К.Э. Магомедов

**Тест-система для определения сульфидов в водах на основе вискозы
с иммобилизованным хлоридом кадмия**

Дагестанский государственный университет; Россия, 367001, г. Махачкала,
ул. М. Гаджиева, 43а; actron@yandex.ru

Исследованы системы для иммобилизации хлорида кадмия на основе беззольных фильтров – синяя и красная лента; ткани – вискоза, льняная; пенополиуретан (ППУ); силикагель. В сравнительном ряду вискозная ткань оказалась наиболее подходящей для получения тест-системы. Установлены условия использования тест-системы «Вискоза – Cd(II)» для определения сульфидов в воде. Проведено испытание на реальном объекте – минеральной воде Карабудакентского района. Сопоставлены результаты определения сульфидов в воде тест-системой «вискоза – Cd(II)» и фотометрическим методом с п,п-диметил-п-фенилендиамином. Установлено, что визуальную тест-систему на основе вискозы с иммобилизованным хлоридом кадмия можно успешно использовать для прямого качественного и количественного определения сульфидов в воде, а также расширения ассортимента способов экспресс-диагностики водных объектов.

Ключевые слова: *тест-система, сульфид, сероводород, кадмий, экспресс-анализ, вискоза.*

Сероводород может содержаться в водах (как добываемых из глубоких скважин, так и в поверхностных), особенно проходящих через месторождения сульфидных руд. Иногда присутствие сероводорода может быть вызвано развитием сульфатредуцирующих бактерий, свидетельствующих об анаэробных условиях в водоеме. Существует достаточное количество опубликованных работ по определению сероводорода и сульфидов в различных объектах, однако, разработка чувствительных, надежных, простых и экономичных методов определения их в водах до сих пор остается актуальной проблемой современной экоаналитической химии. Одним из решений задач такого рода являются тест-системы разного назначения и различных типов, в основе которых лежат чувствительные и селективные химические реакции, и результат анализа может быть получен либо визуально, либо путем несложных измерений [1–8].

В данной работе представлены результаты исследования определения сульфид ионов с помощью вискозы с иммобилизованным хлоридом кадмия.

Экспериментальная часть

В качестве тест-реагента использовали 5%-ный раствор, который готовили из $\text{CdCl}_2 \cdot 2.5\text{H}_2\text{O}$ (х. ч.). Стандартный раствор сульфида натрия с концентрацией 0.1 мг/мл готовили растворением точной навески $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ (ч. д. а.) в дистиллированной воде непосредственно перед проведением эксперимента, так как раствор устойчив не более 3 суток. Необходимое значение pH создавали 0.1 М растворами NaOH и HCl и контролировали pH-метром-иономером pH-150МИ. Контакт фаз осуществляли на перемешивающем устройстве LOIP LS-220.

При исследовании возможности иммобилизации соли кадмия на различных носителях в качестве носителей выбраны беззольные фильтры – синяя и красная ленты; ткани – вискоза, льняная; пенополиуретан (ППУ); силикагель. Удерживающая способность каждого сорбента изучалась в различных средах. Для этого в серию растворов содержащих CdCl_2 с концентрацией соли 2 % устанавливали необходимые значения pH, после чего раствор переносили в баночки с носителем, плотно закрывали крышкой и перемешивали 30 минут. По истечении времени носители вынимали, сушили между листами фильтровальной бумаги воздушно-сухим способом при комнатной температуре.

При выборе тест-системы, устойчивой при обработке исследуемым раствором, была проверена десорбируемость сульфида кадмия из твердой фазы дистиллированной водой. Для этого носители (льняная ткань, вискоза, фильтровальная бумага – синяя и красная ленты, пенополиуретан) на поверхности которых выполнена тест-реакция, залили 10 мл дистиллированной воды и перемешивали в течение 30 минут.

Предварительные опыты по проверке зависимости окраски от концентрации показали, что при повторном нанесении капли сульфида натрия на вновь высушенные материалы интенсивность окраски возрастала, особенно на основе вискозы. С целью увеличения концентрации реагента на вискозе иммобилизацию повторяли, обрабатывая раствором CdCl_2 сорбент, высушенный после первой стадии. Предварительно модифицированную и высушенную твердую фазу на основе вискозы использовали в виде тест-форм квадратной формы. Для получения тест-шкалы кусочки модифицированного носителя («вискоза – Cd(II) ») заливали раствором сульфида натрия ионов с различной концентрацией при pH 8 и перемешивали в течение 30 минут. По истечении времени носители вынимали, сушили между листами фильтровальной бумаги воздушно-сухим способом при комнатной температуре.

Обсуждение результатов

С высушенными модифицированными носителями провели тест-реакцию с нанесением капли раствора сульфида натрия. Установлено, что все образцы приобрели окраску от слабо-желтого до интенсивно-желтого цвета, свидетельствующую о том, что произошла тест-реакция взаимодействия ионов кадмия с сульфид-ионами непосредственно на твердой фазе. Интенсивность окраски увеличивается в ряду: фильтр красная лента < фильтр синяя лента < льняная ткань < ППУ < силикагель < вискоза. Все твердые носители с иммобилизованным хлоридом кадмия при действии раствора с сульфид-ионами наиболее интенсивно окрашиваются при pH 8.

В последующем для создания тест-шкалы использовали вискозу с иммобилизованным хлоридом кадмия, на которой проводили тест-реакцию с сульфидом натрия при pH 7–8 (рис. 1).

CS^{2-} , мг/л	0	2	4	8	12	16	20	24
Вискоза Cd(II)

Рис. 1. Тест-шкала для определения S^{2-} визуальным тест-методом pH 8

Интервал перехода окраски тест-шкалы наблюдается от белого до оранжевого с изменением концентрации сульфид-ионов от 2 до 24 мг/л.

Апробация тест-системы на реальном объекте. В качестве анализируемой воды использовали образец, взятый из минерального источника Карабудахкентского района

в 30 км от г. Махачкалы. Вода имеет характерный запах, который обусловлен наличием растворенного сероводорода. Природные сульфидные (сероводородные) минеральные воды могут иметь различную степень минерализации, ионный состав и содержат свыше 10 мг/л общего сероводорода. В зависимости от концентрации сероводорода различают воды слабосероводородные (10–50 мг/л), средней концентрации (50–100 мг/л), крепкие (100–250 мг/л) и очень крепкие (свыше 250 мг/л) [9].

Испытание тест-системы проводили на месте отбора пробы, а фотометрический метод контроля по РД 52.24.450-2010 после консервации проводили в лаборатории [10]. Результаты анализа представлены в табл. 1.

Таблица 1. Сравнительные данные результатов анализа воды минерального источника Карабудахкентского района

Метод определения	Тест-система «вискоза – Cd(II)»	Фотометрический метод по РД 52.24.450-2010
Содержание S^{2-} , мг/л	16–20	$19,4 \pm 0,5$

Как видно из табл. 1, результаты измерения тест-системой «вискоза – Cd(II)» концентрации сульфид-ионов в воде сопоставимы с контрольным фотометрическим методом. Цифровые значения результатов позволяют отнести исследованную минеральную воду к группе слабосероводородных.

Таким образом, визуальную тест-систему на основе вискозы с иммобилизованным хлоридом кадмия можно успешно применять для прямого качественного и количественного определения сульфид-ионов в воде, а также быть альтернативой фотометрическому определению. Представленные тест-формы устойчивы во времени, позволяют осуществлять анализ на месте отбора проб и могут быть использованы для более глубокого исследования методами твердофазной спектроскопии.

Литература

1. Золотов Ю.А., Иванов В.М., Амелин В.Г. Химические тест-методы анализа. – М.: Едиториал УРСС. – 2002. – С. 304.
2. Моросанова Е.И. Тест-системы для химического анализа: характеристики и область использования // Методы оценки соответствия. – 2012. – № 1. – С. 15–20.
3. Давлетов Р.С., Ахметшина А.И., Тушков А.П., Давлетбаев И.М. Исследование сорбционных свойств в мезопористых полимерах // Вестник Казанского технологического университета. – 2013. – № 16. – С. 156–158.
4. Амелин В.Г., Третьяков А.В. Ткани из искусственных и натуральных волокон с иммобилизованными реагентами в химических тест-методах анализа // Журнал аналитической химии. – 2006. – Т. 61, № 4. – С. 439–441.
5. Исмаилова Л.У., Мирзаева Х.А. Определение пищевых красителей E122 и E155 в гранатовом соке тест-методом // Молодежный научный форум: естественные и медицинские науки. – 2016. – Т. 39, № 11. – С. 108.
6. Алиева Н.В., Мирзаева Х.А. Получение модифицированного сульфоназой сорбента на основе льняной ткани // European scientific conference. Сборник статей V Международной научно-практической конференции: в 3 ч. – Пенза: Наука и просвещение. – 2017. – С. 52–56.
7. Зейналов Р.З., Татаева С.Д. Сорбционно-атомно-абсорбционное определение Cu(II), Zn(II) и Cd(II) в питьевых водах // Вестник ДГУ. – 2013. – Вып. 1. – С. 188–193.

8. Мирзаева Х.А., Бабуев М.А., Закавова Д.С. Новый твердофазный реагент на основе пенополиуретана для сорбционно-спектрофотометрических и тест-методов определения кадмия и свинца // Известия высших учебных заведений. Северо-Кавказский регион. Сер.: Естественные науки. – 2013. – № 3. – С. 39–43.

9. Минеева Л.А., Кызыл О.М. Исследование состава сероводородных минеральных вод источников Республики Тыва // Известия Иркутского государственного университета. Сер.: Науки о Земле. – 2016. – Т. 15. – С. 77–78.

10. РД 52.24.450-2010. Массовая концентрация сероводорода и сульфидов в водах. Методика выполнения измерений фотометрическим методом с п,п-диметил-п-фенилендиаминном.

Поступила в редакцию 15 февраля 2018 г.

UDC 543.066, 543.35

DOI: 10.21779/2542-0321-2018-33-2-70-73

**Test-system for determination of sulfides in waters based on the viscose
with immobilized chloride of cadmium**

K.A. Mirzaeva, R.Z. Zeynalov, K.E. Magomedov

*Dagestan State University; Russia, 367001, Makhachkala, M. Gajiyeva, 43a;
actron@yandex.ru*

Systems for immobilization of cadmium chloride based on: ashless filters – blue and red tape; fabrics – viscose, linen; polyurethane foam (PPU); silica gel, are investigated. In the comparative series, viscose tissue proved to be the most suitable for obtaining a test system. The conditions for using «The viscose – Cd (II)» test system for the determination of sulfides in water have been established. The test was carried out on a real object – the mineral water of the Karabudakhkent district. The results of the determination of sulphides in water by «The viscose – Cd (II)» test system and the photometric method with n, n-dimethyl-p-phenylenediamine are compared. It is established that a visual test system based on viscose with immobilized cadmium chloride can be successfully used for direct qualitative and quantitative determination of sulfides in water, and will also expand the range of methods for express diagnostics of water bodies.

Keywords: test system, sulphide, hydrogen sulphide, cadmium, express analysis, viscose.

Received 15 February, 2018