ТЕСТ-МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАДМИЯ С ПОМОЩЬЮ ИНДИКАТОРНОЙ БУМАГИ И ЕГО МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

Светлова Н.В.,[1] Никитина Н.А.,[1] Решетняк Е.А.,[1] Островская В.М.[2]
[1]Харьковский национальный университет им. В.Н. Каразина
loginova@univer.kharkov.ua
[2]Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН, Россия
ostr@igic.ras.ru

Для быстрой оценки содержания тяжелых металлов в водных средах на уровне предельно допустимых концентраций служат тестовые методы анализа. Для визуального определения кадмия разработаны тест-системы, в основе которых лежат различные химические реакции, протекающие либо в растворе, либо в фазе сорбента (пенополиуретана, индикаторной бумаги, индикаторного порошка и др.) [1]. Авторы разработок обычно приводят диапазоны определяемых концентраций кадмия, но не указывают способов оценки предела обнаружения (c_{min}) и нижней границы определяемых концентраций ($c_н$), которые являются важными метрологическими характеристиками методик. В данной работе исследовано обнаружение ионов кадмия с использованием реагентной индикаторной бумаги РИБ-Кадмий-тест и статистически оценены значения $c_н$ и c_{min}.

РИБ была изготовлена из нерегулярной 1-(2-метоксифенил)-5-(4-метил-1,6-дигидро-1Н-6-оксопиримидин-2-ил)-формазан-6-целлюлозы с ковалентно закрепленным реагентом [2] . Окраска бумаги менялась от желто-оранжевой до красно-коричневой в зависимости от концентрации металла. В растворах поддерживали pH=9,18 добавками боратного буфера; все растворы концентрировали, пропуская их со скоростью 20мл/5мин через реакционную зону бумаги диаметром 6 мм в камеру карманного индикаторного устройства.

Группой независимых наблюдателей, состоящей из 15 человек, была выявлена область ненадежной реакции, в которой имелись положительные и отрицательные результаты наблюдений. В качестве ориентировочного значения $c_н$ принимали концентрацию, ограничивающую "сверху" эту область, т.е. концентрацию, которую обнаружили все наблюдатели, а за истинное значение $c_н$ – утроенное стандартное отклонение результата определения s_c, экспериментально оцененное вблизи $c_н$ ($c_н=3s_c= 3{,}64\cdot10^{-3}$мг/л). Область ненадежной реакции разбили на 10 концентраций, причем утроенная абсолютная погрешность приготовления растворов ($3\Delta_c\approx5\cdot10^{-5}$мг/л) не превышала минимальной разности задаваемых концентраций. Для каждой концентрации было зарегистрировано 150 наблюдений, вычислены вероятности обнаружения кадмия $P(c_i)$. Для выбора вида функции распределения $P(c_i)$ применили как известные графические приемы, основанные на сопоставлении коэффициента регрессии (r) линеаризованных зависимостей, так и численные способы проверки гипотез о виде распределения (нормального, логнормального, экспоненциального, Вейбулла, Пуассона) с помощью комплекса критериев: χ^2, Колмогорова-Смирнова, коэффициентов асимметрии и эксцесса. Путем сравнительного анализа выявлено, что малые выборки (менее 80 наблюдений) не дают однозначного ответа на вопрос о выборе вида распределения. Значения вычисленных параметров превышали их теоретические значения, а коэффициент r не достигал 0,90. Анализ выборок из 135-150 наблюдений позволил установить, что результаты эксперимента лучше всего описывает функция нормального распределения. Пределом обнаружения считали концентрацию, для которой $P(c) = 0.95$ ($c_{min}= 3{,}42\cdot10^{-3}$мг/л).

1. Золотов Ю.А, Иванов В.М., Амелин В.Г. Химические тест-методы анализа. – М.: Едиториал УРСС, 2002, 304 с.
2. Островская В.М., Запорожец О.А., Будников Г.К., Чернавская Н.М. Вода. Индикаторные системы. М.: ФГУП ВТИИ, 2002. 266 с.