

7. Сергеев О. А., Шашков А. Г., Уманский А. С. — ИФЖ, 1982, т. 43, № 6, с. 960;  
8. Сергеев О. А., Мень А. А. — Теплофизические свойства полупрозрачных материалов, М., Изд. стандартов, 1977, с. 287.  
9. Лeko В. К., Мазурин О. В. — Свойства кварцевого стекла. Л., Наука, 1985. с. 94.

Армянский химический журнал, т. 42, № 11, стр. 696—699 (1989 г.)

УДК 632.95:551.482

## ЭКСТРАКЦИОННО-ФЛУОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СТИМУЛЯТОРА РОСТА А<sup>2</sup>-57 В ВОДЕ

Г. П. ПИРУМЯН, Л. А. ГРИГОРЯН, А. И. МАРТИРЯН и Р. А. ГРИГОРЯН

Ереванский государственный университет

Поступило 29 XII 1988

Разработан экстракционно-флуориметрический метод определения микрограммовых количеств стимулятора роста А<sup>2</sup>-57 эозинном. Экстракция осуществляется из водного раствора с рН 9,5. Предел определения—1,2 мкг/мл. Градуировочный график остается прямолинейным до содержания 140 мкг/мл. Метод применялся для определения А<sup>2</sup>-57 в воде.

Рис. 2, табл. 2, библиографические ссылки 5.

Развитие искусственного рыбного производства привело к значительному росту применения ряда биологически активных синтетических веществ. Наряду с лекарственными препаратами важное значение имеют также стимуляторы роста. Применяемые в небольших количествах, эти вещества значительно увеличивают производительность водных бассейнов. Однако, будучи биологически высокоактивными, они активно, в ряде случаев непредсказуемо, влияют на окружающую среду. Изучение их поведения в окружающей среде, миграции в воде, почве, растительных и живых организмах возможно только при наличии высокочувствительных аналитических методов количественного определения.

Испытание в искусственных водоемах республики 3,3-диметил-5-оксипиразолидин-2-карбальдегида (препарат А<sup>2</sup>-57) [1] в качестве биостимулятора роста показало его высокую эффективность. Однако в настоящее время не разработан сколько-нибудь чувствительный аналитический метод определения А<sup>2</sup>-57, что исключает возможность его применения.

Ранее для количественного определения гербицидов использовали эозин, который образует извлекаемый органическими растворителями флуоресцирующий комплекс с ними [2].

Настоящее сообщение посвящено изучению флуоресцентной реакции эозина с А<sup>2</sup>-57 с целью разработки высокочувствительного экспресс-метода определения микрограммовых количеств этого препарата в природных водах с применением эозина в качестве реагента-красителя.

## Экспериментальная часть

Стандартный раствор А<sup>2</sup>-57 и раствор реагента-красителя готовили растворением соответствующих препаратов (А<sup>2</sup>-57 и тетрабромфлуоресцеината) в соответствующем буфере.

Равновесное значение рН водной фазы измеряли стеклянным электродом с применением потенциометра рН-340. Спектры поглощения растворов снимали на спектрофотометре СФ-4А, спектры флуоресценции—на спектрофлуориметре «Perkin-Elmer MPF-43».

Установлено, что препарат А<sup>2</sup>-57 имеет слабую флуоресценцию. Сняты спектры поглощения и флуоресценции препарата в водных растворах и дихлорэтано. Максимумы на спектрах поглощения и флуоресценции в водных растворах находятся при 395 и 504 нм, а в дихлорэтано—при 424 и 458 нм, соответственно (рис. 1).

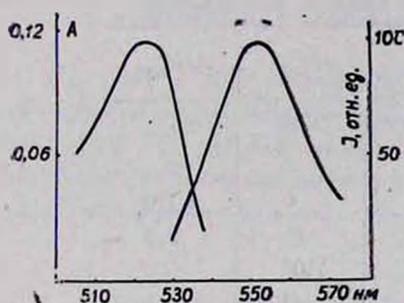


Рис. 1. Спектры поглощения (1) и флуоресценции (2) дихлорэтанового экстракта комплекса А<sup>2</sup>-57 с эозином.

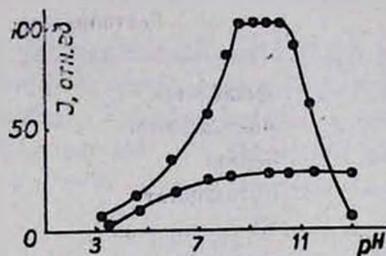


Рис. 2. Зависимость интенсивности флуоресценции дихлорэтановых экстрактов комплекса А<sup>2</sup>-57 с эозином (1) и эозина (2) от кислотности водной фазы. ( $C_{A^{2-57}} = 2,2 \cdot 10^{-6}$  М,  $C_{\text{эозин}} = 3,0 \cdot 10^{-4}$  М,  $V_{H_2O} = V_{\text{орг}} = 5$  мл).

А<sup>2</sup>-57 образует комплексное соединение с эозином, которое экстрагируется органическим растворителем. Соответствующие максимумы на спектрах дихлорэтановых экстрактов полученных комплексных соединений находятся при 523 и 549 нм.

Выбор оптимального растворителя осуществлен по значению отношения дифференциальной и фоновой интенсивности флуоресценции экстрактов (табл. 1). Максимальное извлечение комплекса А<sup>2</sup>-57 с эозином при сравнительно низком извлечении простой соли красителя имеет место при экстракции 1,2-дихлорэтаном. Дихлорэтановые экстракты комплекса имеют желто-зеленую флуоресценцию, интенсивность которой зависит от концентрации А<sup>2</sup>-57 в водной фазе. Зависимость интенсивности флуоресценции от кислотности водной фазы изучена в интервале рН 3—13. Из полученных результатов (рис. 2) видно, что постоянное и максимальное значение дифференциальной интенсивности флуоресценции имеют экстракты, полученные из растворов с рН 8,7—10,2. В дальнейшей работе экстракцию проводили из водных фаз с рН 9,5 (глицин-гидроксидный буфер). При этих значе-

ниях рН эозин находится в форме  $R^{2-}$  [3, 4]. Максимальное извлечение комплекса  $A^{2-}57$  с эозином имеет место при содержании не менее 12-кратного избытка эозина по отношению к  $A^{2-}57$  в водной фазе. Дальнейшее повышение концентрации красителя не приводит к изменению дифференциальной интенсивности флуоресценции экстрактов. Фактор извлечения ( $R$ ) соединения был определен методом повторного экстрагирования [5]. При однократной экстракции в установленных оптимальных условиях и при равных объемах водной и органической фаз  $R = 0,82$ . Равновесное распределение ионного ассоциата между контактирующими фазами наступает при совместном встряхивании в течение 2 мин.

Таблица 1  
Зависимость интенсивности флуоресценции экстрактов комплекса  $A^{2-}57$  с эозином от природы растворителя

Растворитель	$\Delta J, \%$	$\Delta J/J_{хол.}$
Амиллацетат	6	1,2
Ацетилацетон	3	0
Бензол	6	1,0
Бутилацетат	78	2,5
1,2-Дихлорэтан	100	6,3
Изоамилацетат	46	1,5
Толуол	3	0,7
Хлороформ	0	0
Четыреххлористый углерод	0	0
Этилацетат	84	3,3

Интенсивность флуоресценции экстрактов остается неизменной в течение 6 ч. Предел обнаружения, определенный по  $3s$ -критерию ( $n = 20$ ), составляет 1,2  $\mu\text{кг/мл}$ . Градуировочный график остается прямолинейным до содержания 140  $\mu\text{кг/мл}$  ( $n = 6$ ,  $s_r = 0,09$ ).

На основании полученных результатов был разработан метод экстракционно-флуориметрического определения  $A^{2-}57$  в водах природных и искусственных водоемов.

Таблица 2  
Определение содержания  $A^{2-}57$  в воде методом добавок ( $n = 6$ ,  $p = 0,95$ )

Стандартный раствор, $C$ , $\mu\text{г/л}$	$A^{2-}57$ , $\mu\text{кг}$		$s$	$\left( C \pm \frac{t \cdot s}{\sqrt{n}} \right)$ , $\mu\text{г/л}$
	добавлено	найдено		
2,2	15	36,2	0,08	$2,12 \pm 0,08$
	20	43,1	0,10	$2,31 \pm 0,10$
	25	46,4	0,11	$2,14 \pm 0,11$
	30	51,3	0,13	$2,13 \pm 0,13$

*Методика определения А<sup>2</sup>-57 в воде.* Для извлечения А<sup>2</sup>-57 10—50 мл анализируемой воды помещают в делительную воронку, добавляют 10 мл буферного раствора (рН 9,5), 10 мл 0,1% раствора эозина, 5 мл дихлорэтана и встряхивают в течение 2 мин. После разделения фаз к водной фазе добавляют 5 мл дихлорэтана, опять встряхивают в течение 2 мин. Объединенные экстракты обезвоживают, пропуская через слой безводного сульфата натрия. Измеряют интенсивность флуоресценции обезвоженного экстракта. Аналогично готовят холостые растворы. Содержание А<sup>2</sup>-57 определяют методом добавок или по градуировочному графику (табл. 2).

**ԱճԻ ԽՔԱՆԻՉ Ա<sup>2</sup>-57-Ի ՈՐՈՇՄԱՆ ԷՔՍՐԱԿՑԻՈՆ-ՖԼՅՈՒՈՐԻՄԵՏՐԻԿ ԵՂԱՆԱԿ**

Գ. Գ. ՓԻՐՈՒՄՅԱՆ, Լ. Հ. ԳՐԻԳՈՐՅԱՆ, Ա. Ի. ՄԱՐՏԻՐՅԱՆ և Բ. Հ. ԳՐԻԳՈՐՅԱՆ

*Մշակված է աճի խթանիչ А<sup>2</sup>-57-ի միկրոգրամային քանակների էոզինով որոշման էքստրակցիոն-ֆլյուորիմետրիկ եղանակ: էքստրակցիան իրականացվում է рН 9,5 ջրային լուծույթից: Հայտնաբերման սահմանը՝ 1,2 մկգ/մլ է: Աստիճանավորման գրաֆիկը գծային է մինչև 140 մկգ/մլ պարունակությունը: Եղանակը կիրառվել է А<sup>2</sup>-57-ը ջրում որոշելու համար:*

**EXTRACTIVE-FLUORIMETRIC METHOD OF A<sup>2</sup>-57 GROWTH STIMULATOR DETERMINATION IN WATER**

G. P. PIROUMIAN, L. H. GRIGORIAN, A. I. MARTIRIAN and R. H. GRIGORIAN

An extractive-fluorimetric method for determination of growth stimulator A<sup>2</sup>-57 by eozine has been worked out. pH of water phase is recommended to be 9.5. The limit of the detection 1,2 mcg/ml. The calibration diagram is linear un to 140 mcg/ml. The method has been applied for A<sup>2</sup>-57 determination in water.

**Л И Т Е Р А Т У Р А**

1. Пирумян Г. П., Мартирян А. И., Скурлатов Ю. И., Петросян Дж. А., Ахназарян А. А., Арутюнян В. С. — Арм. хим. ж., 1988, т. 41, № 10, с. 609.
2. Овсепян Е. Н., Мушегян Л. Г., Григорян Л. А., Бабаян М. А. — Арм. хим. ж., 1986, т. 39, № 7, с. 409.
3. Матвеец М. А., Щербов Д. Б., Ахметова С. Д. — ЖАХ, 1979, т. 39, № 6, с. 409.
4. Мчедлов-Петросян И. О., Адамович Л. П., Никитина П. Е. — ЖАХ, 1980, т. 35, № 8, с. 14.
5. Блюм И. А. — Экстракционно-фотометрические методы анализа с применением основных красителей. М., Наука, 1970, с. 34.