

LATVIJAS UNIVERSITĀTE

ĶĪMIJAS FAKULTĀTE

**DZELZS EKSPRESTESTU LIETOŠANAS IESPĒJU IZPĒTE**

BAKALaura DARBS

Autors: VIKTORIJA DRIZĻONOKA

stud.apl.Nr. vd 05003

Zinātniskais vadītājs: doc.J.ĢĪBIETIS

RĪGA 2009

## KOPSAVILKUMS

**Dzelzs eksprestestu lietošanas iespēju izpēte.** Drizļonoka V., zinātniskais vadītājs doc., Dr. Chem. Ģībietis J. Bakalaura darbs, 49 lappuses, 26 attēli, 8 tabulas, 24 literatūras avoti, 1 pielikums. Latviešu valodā.

EKSPRESANALĪZE, EKSPRESTESTI, TESTSTRĒMELES, DIFŪZĀS ATSTAROŠANAS SPEKTRI, DENSITOMETRIJA, FOTOMETRIJA

Darbā pētītas iespējas izmantot dzelzs noteikšanas teststrēmeles dažādu blakus faktoru ietekmē ūdens paraugos. Iegūti difūzās atstarošanas spektri un kalibrēšanas līknes *Ida's Iron Check* un *Iron Check* testam. Izpētīta jonu spēka, šķīduma uzglabāšanas laika, pH un metālu jonu ietekme uz testu nolasiņumiem. Dati, kas iegūti ar eksprestestiem *Iron Check* un *Ida's Iron Check* salīdzināti ar datiem, kas iegūti ar fotometrisko metodi.

## РЕФЕРАТ

### **Исследование возможностей использования экспрестестов железа.**

Дриزلёнок В. Научный руководитель Гибиетис Я. Бакалаврская работа. 49 страницы, 26 иллюстраций, 8 таблиц, библиография из 24 названий, 1 приложение. На латышском языке.

### ЭКСПРЕСС АНАЛИЗ, ЭКСПРЕССТЕСТЫ, ТЕСТОВЫЕ ПОЛОСКИ, СПЕКТРЫ ДИФФУЗНОГО ОТРАЖЕНИЯ, ДЕНСИТОМЕТРИЯ, ФОТОМЕТРИЯ

Исследованы возможности использования тестов для определения железа в водных пробах при воздействии различных побочных факторов. Получены спектры диффузного отражения и калибровочные кривые для тестов *Ida's Iron Check* и *Iron Check*. Изучено влияние ионной силы, времени хранения растворов, pH и ионов металлов на показания тестов. Данные, полученные при помощи экспрестестов *Iron Check* и *Ida's Iron Check* сравнены с данными, полученными при помощи фотометрического метода.

## ABSTRACT

**Study of different applications of iron rapid tests.** Drizļonoka V., supervisor assoc. prof. Dr. Chem. Ģībietis J. Bachelor paper. 49 pages, 26 figures, 8 tables, 24 literature references, 1 appendix. In Latvian.

EXPRESS ANALYSIS, RAPID TESTS, TESTSTRIPS, DIFFUSE REFLECTION SPECTRA, DENSITOMETRY, PHOTOMETRY

The possibility of application of iron test strips for the analysis of different water samples is studied including evaluation of impact of side factors. Diffuse reflection spectra and calibration curves for *Ida's Iron Check* and *Iron Check* are obtained. Interferences by ionic strength, pH, metal ions and storage time of samples to the test strip reading are studied. Data obtained were compared with those obtained by photometric method.

## SATURS

IEVADS.....	7
1. LITERATŪRAS APSKATS .....	8
1.1 Dzelzs dabas ūdeņos un tā ietekme uz cilvēka organismu .....	8
1.2. Dzelzs jonu noteikšana .....	12
1.3 Fotometriskās noteikšanas metodes.....	14
1.1 Testasistēmu kopējais raksturojums .....	16
1.2 Densitometra darbības princips .....	21
2.EKSPERIMENTĀLĀ DAĻA.....	23
2.1. Izmantoā paratūra.....	23
2.2. Reaģenti un trauki.....	24
2.3. Šķīdumu pagatavošana.....	24
2.4. Testa metodoloģija.....	26
2.5. Fotometriska dzelzs jonu noteikšana .....	27
2.6. Datu apstrāde .....	28
3. REZULTĀTI UN TO IZVĒRTĒJUMS.....	29
3.1. "Iron Check" un "Ida's Iron Check" testu atstarotās gaismas spektru izpēte .....	29
3.2. "Iron Check" un "Ida's Iron Check" teststrēmeļu kalibrēšanas mērījumiem ar densitometru IHARA R710 .....	31
3.3. Jonu spēka ietekmes izpēte uz "Iron Check" testa un "Ida's Iron Check" testu strēmeļu radījumiem .....	34
3.4. Dažādu jonu ietekmes izpēte uz „Iron Check” un „Ida’s Iron Check” teststrēmeļu optiskā blīvuma radījumiem.....	35

3.5. Dažādu blakus jonu ietekmes izpēte uz „Iron Check” un „Ida’s Iron Check” teststrēmeļu radījumiem.....	36
3.6. pH ietekmes izpēte uz „Iron Check” un „Ida’s Iron Check” teststrēmeļu radījumiem .....	37
3.7. Parauga uzglabāšanas laika ietekmes izpēte uz „Iron Check” testa un „Ida’s Iron check testu .....	39
3.8. Dzelzs daudzuma noteikšana dabas ūdens paraugos ar „Iron Check” un „Ida’s Iron Check” testiem .....	43
SECINĀJUMI.....	47
LITERATŪRAS SARAKSTS.....	48
PIELIKUMI .....	49
1.Pielikums. ....	49

## IEVADS

Dzelzs – nepieciešams ķīmiskais elements mūsu organismam, taču tā pārāk liels daudzums organismā var būt bīstams mūsu veselībai. Tāpēc svarīgs analītiskās ķīmijas uzdevums ir izveidot pietiekami drošu, ātru un ērtu metodi dzelzs (II un III) jonu noteikšanai dabas un dzeramā ūdens sastāvā. Šim uzdevumam parasti izmanto dažādas fotometriskās metodes, taču tās ir visai darbietilpīgs un laikietilpīgs process. Tāpēc aktuāli kļūst ūdens analīzes eksprestesti, kas ir kompakti, ērti un ātri.

Eksprestests ir strēmelīte, uz kuras atrodas reaģents, kas veido ar attiecīgo jonu krāsaino kompleksu. Atkarībā no krāsas intensitātes pēc skalas nosaka jona koncentrāciju ūdenī. Taču šim testam ir visai novērojams trūkums – cilvēks ir visai subjektīvs krāsas intensitātes vērtētājs, tāpēc precīzo rezultātu iegūšanai racionāli būtu izmantot kādu objektīvu novērtēšanas metodi.

Darba mērķis ir noskaidrot Ida's Iron Check un Iron Check eksprestestu lietošanas iespējas dzelzs jonu koncentrācijas noteikšanai iespējamo blakus faktoru ietekmē.

Šī darba uzdevumi ir pārbaudīt eksprestestu nolasīšanas iespējas ar instrumentālām metodēm, kā arī izpētīt pH, jonu spēka, šķīduma uzglabāšanas ilguma un  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$  jonu ietekmi uz eksprestestu nolasījumiem, noteikt dzelzs jonu saturu dabas ūdens paraugos.

## 1. LITERATŪRAS APSKATS

### 1.1. Dzelzs dabas ūdeņos un tā ietekme uz cilvēka organismu

#### Dzelzs dabas ūdeņos

Dzelzs savienojumi dabas ūdeņos galvenokārt nokļūst iežu noārdīšanās un izskalošanas rezultātā. Dzelzs reaģē ar dabas ūdeņu organiskiem savienojumiem un minerāliem un veido plašu kompleksu klāstu, kas atrodas ūdenī izšķīdinātā un koloīdā stāvoklī. Liela dzelzs daļa nāk no pazemes ūdeņiem un lauksaimniecības un metalurģiskās rūpniecības notekūdeņiem. Dzeramā ūdenī tā var parādīties, ja ūdens attīrīšanas stacijā izmanto dzelzi saturošus koagulatorus vai ūdensvada cauruļu korozijas gadījumā [1].

Dzelzs daudzums saldūdens virsējos slāņos parasti ir mazāks par miligrama desmitajām daļām. Tās pamatforma šajos ūdeņos ir trīsvērtīgo dzelzs jonu kompleksi ar izšķīdinātiem organiskiem un neorganiskiem savienojumiem, galvenokārt, ar humīnskābes sāļiem – humātiem. Tāpēc lielāks dzelzs saturs ir novērojams purvu ūdeņos, kur ir liela humātu koncentrācija. Ja pH ir 8, dzelzs pamatforma ūdenī ir dzelzs hidroksīds  $\text{Fe}(\text{OH})_3$ , kas atrodas koloīdā formā. Vislielākās dzelzs koncentrācijas (līdz vairākiem miligramiem  $1 \text{ dm}^3$ ) ir novērojamas pazemes ūdeņos ar zemām pH vērtībām un mazu skābekļa saturu. Sulfātu rūdu krājumu rajonos un jauna vulkānisma vietās dzelzs koncentrācija var būt pat vairāki simti miligramu vienā litrā ūdens. Pazemes ūdeņos parasti ir divvērtīgās dzelzs savienojumi izšķīdinātā veidā. Noteiktos apstākļos var būt arī trīsvērtīgā dzelzs izšķīdinātā veidā neorganisko sāļu formā (piem., sulfātu) un šķīstošos organiskos kompleksos [1].

#### Ietekme uz ūdens kvalitāti

Dzelzi saturošais ūdens (īpaši pazemes) sākumā pēc izskata ir tīrs un caurspīdīgs. Taču jau pēc īslaicīga kontakta ar skābekli dzelzs oksidējas un ūdens paliek rūsgani dzeltens. Jau pie  $0,3 \text{ mg/L}$  ūdens var atstāt rūsas plankumus uz santehnikas un veļas, to mazgājot. Ja dzelzs saturs ir lielāks par  $1 \text{ mg/L}$ , ūdens kļūst duļķains, nokrāsojas rūsgandzeltenā krāsā un

tam ir raksturīga dzelzs garša. Visi šie faktori padara ūdeni gandrīz nelietojamu ne tehnikā, ne pārtikā [1].

Pēc organoleptiskām pazīmēm dzelzs maksimāli pieļaujamā koncentrācija gandrīz visur ir noteikta 0,3 mg/L (bet pēc ES normām 0,2 mg/L). Svarīgi ir atzīmēt to, ka šī norma ir noteikta tieši pēc organoleptiskiem apsvērumiem, pēc kaitīguma uz organismu šis parametrs nav noteikts [1].

## **Problēmas, kas saistītas ar palielinātu dzelzs daudzumu dzeramajā ūdenī**

1. **Garša un izskats** – ūdenim ir raksturīga metāliska garša, reizēm ūdens virspusē veidojas eļļaina kārtiņa, reizēm raksturīga sarkanbrūna nokrāsa. Reaģējot ar tanīnu tējā, ar kafiju vai dažiem alkoholiskajiem dzērieniem, ūdenī veidojas melnas nogulsnes, kas ietekmē gan dzēriena garšu, gan izskatu. Dārzeni, kas vārīti ūdenī ar palielinātu dzelzs saturu, iegūst tumšāku nokrāsu un reizēm nepatīkamu piegaršu [2].

2. **Nosēdumi un nogulsnes** – rodas sarkanbrūni nosēdumi uz traukiem, izlietnēm, vannām, sanitārajām iekārtām, arī veļa, mazgājot to šādā ūdenī, pieņem dzeltenīgu nokrāsu. Nosēdumus ir iespējams notīrīt, tikai lietojot balinātājus, kuri satur hloru vai koncentrētus sārmus [2].

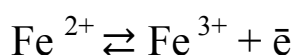
3. **Dzelzs baktēriju augšana** – pazīstams liels mikroorganismu skaits, kas tieši vai netieši piedalās dzelzs oksidēšanā (piem. *Sideriopsis*, *Blastocaulis*, *Neumannella*, *Ochromium* u.c.)[22]. Lai arī ir konstatēts, ka šī baktērija nav kaitīga veselībai, tomēr tā rada lielas problēmas - stāvošā ūdenī vai ūdenī ar samērā lēnu caurplūdi (spiediena tvertnes, ūdens sildītāji u.c.) sāk vairoties dzelzs baktērijas, kuras izmanto oksidēto dzelzi kā barības vielu. Šim procesam ir nepieciešams skābeklis. Rodas sarkanbrūni gļotveida nogulsņējumi, kas ar laiku var aizsprostot ūdenssistēmas – ūdenim rodas nepatīkama smaka, pastiprinās cauruļvadu un to savienojumu korozija, kā arī palielinās sēra baktēriju vairošanās spēja [2].

## **Ietekme uz cilvēka organismu**

Sistemātiskas dzelzi saturošu putekļu ieelpošanas rezultātā var rasties plaušu slimības – pneimokonioze, sindoze un pneimoskleroze [1].

Kas attiecas uz dzelzs iedarbību, tai nonākot organismā ar ūdeni vai pārtiku, tad Pasaules Veselības Aizsardzības Organizācija nav noteikusi rekomendējamas devas, jo nav pietiekoši daudz datu par dzelzs negatīvo ietekmi uz organismu. Pēc šīs organizācijas datiem diennakts pieļaujamais daudzums ir 0,8 mg/kg cilvēka masas, pieļaujamā koncentrācija ūdenī ir 2 mg/L [1].

Uzskati jautājumā par dzeramajā ūdenī esošo dzelzs sāļu kaitīgo ietekmi dalās. Lietas būtība slēpjas apstākļi, ka pazemes ūdeņos izšķīdušie divvērtīgās dzelzs sāļi, nonākot saskarsmē ar gaisu, viegli oksidējas, veidojot trīsvērtīgās dzelzs (III) savienojumus, bet pēdējie noteiktos apstākļos reducējas atpakaļ par  $Fe^{2+}$  savienojumiem:



Procesu pamatā ir jonradikāļu mehānisms, tādēļ dzelzs sāļu redoksprocesiem norisinoties organismā, pastāv lielāks dažādu patoloģisku ļaundabīgo procesu attīstības risks. Pastiprināta dzelzs uzņemšana ar ūdeni rada ne tikai nepatīkamu garšu, bet arī dispepsiju un traucējumus gremošanas traktā, izraisot gremošanas trakta iekaisumus, kuru rezultātā tiek traucēta hēma sintēzei nepieciešamā  $B_{12}$  vitamīna transports un netiek novērsta dzelzs deficīta anēmija [3].

Sistemātiska un ilgstoša ūdens ar paaugstinātu dzelzs saturu lietošana rada paaugstinātu saslimšanas risku ar kuņģa zarnu trakta, sirds - asinsvadu un onkoloģiskām slimībām. Notiekošie brīvo radikāļu procesi grauj organisma dabīgās aizsargsistēmas, katalītiskās sistēmas, kas atbildīgas par hēma sintēzi, radot anēmijas draudus, neraugoties uz lielo dzelzs saturu dzeramajā ūdenī vai uztura produktos [3].

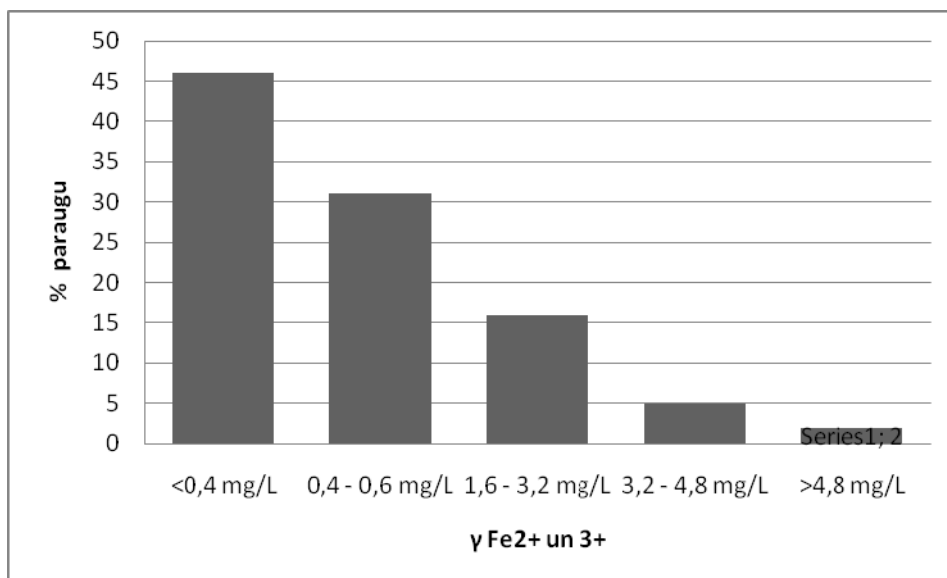
## **Dzelzs saturs Latvijas dzeramajā ūdenī**

Pēc sabiedrības veselības aģentūras veikta monitoringa datiem - vidējā dzelzs jonu koncentrācija 2007. gadā analizētajos paraugos – 0,9 mg/L (2006.g. – 1 mg/L)[4].

Konstatētā dzelzs jonu koncentrācija 2007. gada analizētajos paraugos:

- līdz 0,4 mg/L – 46% paraugu (2006.g. – 36,8%);
- 0,4 – 1,6 mg/L – 31% paraugu (2006.g. – 31,5%);
- 1,6 – 3,2 mg/L – 16% paraugu (2006.g. – 22,6%);
- 3,2 – 4,8 mg/L – 5% paraugu (2006.g. – 6,5%);
- virs 4,8 mg/L – 2% paraugu (2006.g. – 2,6%).

Lai arī paraugu skaits, kuros konstatētā dzelzs koncentrācija ir mazāka par 0,4 mg/L ir pieaudzis par 10%, joprojām vairāk nekā pusei izmeklēto paraugu tā pārsniedz maksimāli pieļaujamo koncentrāciju [4].



1.1. att. Dzelzs jonu koncentrācija Latvijas ūdeņu paraugos 2007. gadā

## Iespējas dzelzs daudzuma samazināšanai

Lai varētu noteikt būtiskos pasākumus dzelzs koncentrācijas samazināšanai dzeramajā ūdenī, nepieciešams precīzi noteikt dzelzs koncentrāciju, pH, ūdens cietību, ūdenī izšķīdušo skābekļa daudzumu, kā arī noteikt dzelzs baktērijas esamību. Centralizētajām dzeramā ūdens apgādes sistēmām tiek uzstādītas speciālās ūdens atdzelžošanas iekārtas [2].

Atkarībā no dzelzs koncentrācijas līmeņa dzelzs daudzuma samazināšanai var tikt izmantoti ūdens mīkstinātāji (dzelzs koncentrācija mazāka par 0,5mg/L), kālija permanganāta smilšu filtri (dabīga vai sintētiska materiāla filtri, apstrādāti ar kālija permanganātu, kas spēj absorbēt ūdenī izšķīdušo dzelzi) vai katalītiskie skābekļa filtri (granulēta materiāla filtri, kas veicina dzelzs reakciju ar skābekli un filtrē nešķīstošos dzelzs savienojumus).

Dzēramā ūdens piesārņojuma gadījumā ar organiskās dzelzs savienojumiem ieteicama kompleksa metode, izmantojot aktīvo ogli, ūdens mīkstināšanu un filtrēšanu, kā arī nodrošinot sistēmai gaisa caurlaidību.

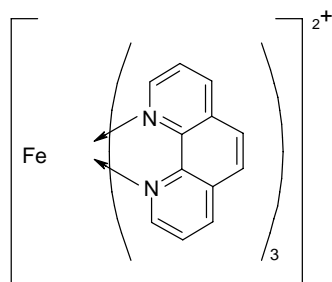
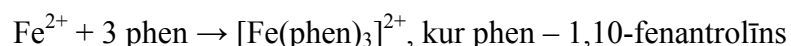
Dzelzs baktēriju savairošanās gadījumos iesaka veikt īpaši spēcīgu hlorēšanu, t.s. “šoka hlorēšanu” ar tam sekojošu regulāru ūdens hlorēšanu [2].

## 1.2. Dzelzs jonu noteikšana

### Reāģenti, kurus izmanto dzelzs jonu noteikšanai

- 1,10 –fenantrolīns

Noteikšanas pamatā sarkanoranža kompleksa jona (1) veidošanos. Šajā metodē alumīnijs, varš, hlorīdi un sulfīdi, kuru koncentrācija ir mazāka par 10 mg/L, dzelzs noteikšanu neietekmē [5].

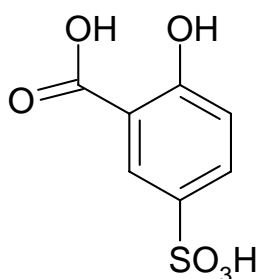


(1)

- **5 - sulfosalicilskābe**

Dzelzs (III) ar sulfosalicilskābi (2) veido dažāda sastāva kompleksus atkarībā no šķīduma skābuma. Skābā vidē pie pH = 1,8÷2,5 veidojās sarkanviolets dzelzs monosulfosalicilāta kompleksais katjons FeSSal ( $\lambda_{\max}=510$  nm,  $\epsilon=1800$  L/(moli·cm),  $\beta_1=1,1\cdot 10^{14}$ ), pie pH= 4÷8, dominē dzeltens dzelzs disulfosalicilāta kompleksais anjons  $\text{Fe}(\text{SSal})_2^{3-}$  ( $\lambda_{\max}= 416$  nm,  $\epsilon=5800$ ,  $\beta_3=1,2510^{33}$ ). Dzelzs sulfosalicilāt kompleksus izmanto dzelzs (II) un dzelzs (III) diferencētai noteikšanai. Dzelzi (III) nosaka skābā vidē monosulfosalicilāt kompleksa veidā, bet sārmainā vidē trisulfosalicilāt kompleksa veidā nosaka summāro dzelzs (II) un dzelzs (III) daudzumu [5].

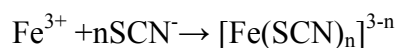
Dzelzs (III) trisulfosalicilāta komplekss ir diezgan stabils, tāpēc dzelzs noteikšanu var veikt acetāta, borāta, fosfāta un fluorīdjonu klātbūtnē [6].



(2)

- **Tiocianātjoni**

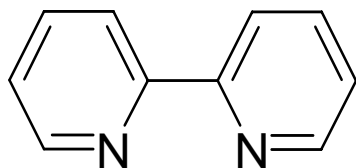
Metodes pamatā Fe (III) mijiedarbība ar tiocianātjoniem stipri skābā vidē. Rezultātā veidojas komplekss asinsarkanā krāsā. Krāsas intensitāte ir proporcionāla dzelzs jonu koncentrācijai. Metodes jūtīgums – 0,05-1 mg/L  $\text{Fe}^{3+}$ .



Atkarībā no tiocianāta koncentrācijas var veidoties dažāda sastāva  $[\text{Fe}(\text{SCN})_n]^{3-n}$  kompleksi, kuros  $n = 1\div 6$  [6].

- **2,2' – dipiridils**

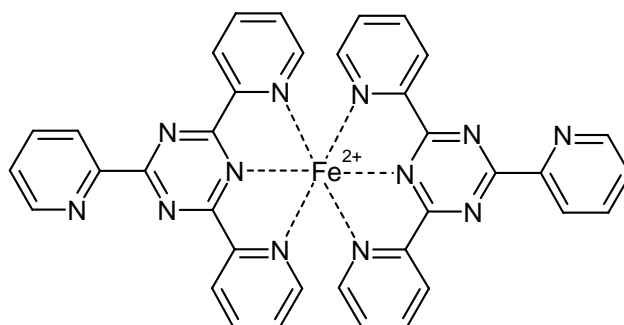
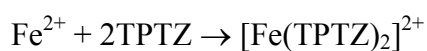
Metodes pamatā  $\text{Fe}^{2+}$  reakcija ar 2,2'–dipiridilu (3), pH intervālā no 3,5 līdz 8,5. Veidojas komplekss savienojums sarkanā krāsā. Krāsas intensitāte ir proporcionāla dzelzs jonu koncentrācijai. Trīsvērtīgā dzelzs reducēšana tiek veikta ar hidroksilamīnu. Izveidojies krāsains komplekss ir stabils. Tiešā dzelzs noteikšana ir iespējama  $0,05 \div 2 \text{ mg/L}$  [7].



(3)

- **2,4,6-Tris(2-piridil) -1,3,5-triazīns (TPTZ)**

TPTZ ir ļoti jutīgs reaģents dzelzs noteikšanai. Šī kompleksa molārais absorbcijas koeficients ūdenī  $\epsilon = 2,26 \cdot 10^4$  ( $\lambda_{\text{max}} = 593 \text{ nm}$ ). TPTZ reaģējot ar dzelzs joniem, veidojas komplekss zilā krāsā, kurš ir stabils līdz pat 32 stundām. Krāsains komplekss veidojas pH diapazonā no 3,4 līdz 5,8 [8].



(4)

### 1.3. Fotometriskās noteikšanas metodes

Fotometriskajā analīzē savienojumus un elementus nosaka, izmērot gaismas absorbciju vielā. Molekulas absorbē gaismu ultravioletajā, redzamajā un infrasarkanajā diapazonā [10]. Fotometriskās analīzes metodes iedala pēc ķīmiskās reakcijas tipa, pētāmā elementa pārveidošanās gaismu absorbējošā savienojumā, kā arī pastāv tiešās un netiešās metodes. Tiešā metodē nosakāmais jons M ar reaģentu R veido krāsaino savienojumu MR, tad izmēra krāsainā savienojuma absorbētās gaismas daudzumu [11].

Netiešā noteikšanas metodē izmanto krāsaino palīgsavienojumu  $M_1R'$ , kas sabrūk pēc saskares ar nosakāmo jonu, vai arī veidojas jauns gaismu absorbējošs savienojums [10].

### Krāsaino savienojumu stabilitāte

Katru komplekso savienojumu MR raksturo tā termodinamiskā stabilitātes konstante, kura ir atkarīga no temperatūras un spiediena. Praktiski analītiskajā ķīmijā izmanto koncentrācijas stabilitātes konstanti, tā ir atkarīga ne tikai no temperatūras, bet arī no jonu spēka šķīdumā. Līdzsvara stāvokli dažādu ligandu kompleksos raksturo komKrāsainā savienojuma stabilitāte ūdens šķīdumos pieaug, palielinoties stabilitātes konstantei. Jo stabilāks krāsainais komplekss MR, jo ciešāk nosakāmais jons M saistās ar fotometrisko reaģentu R krāsainajā savienojumā, jo augstāka jutība fotometriskai noteikšanai un to mazāk ietekmē citi joni šķīdumā. Diemžēl reālajos apstākļos nosakāmā jona un fotometriskā reaģenta līdzsvaru ietekmē blakus līdzsvāri, kas bieži vien samazina krāsainā savienojuma stabilitāti [12].

*1.1. tabula*

#### 1,10 – fenantrolīna kompleksu stabilitātes konstantes

Komplekss	Summārā stabilitātes konstante $\beta$
$CaPh^{2+}$	0,32
$CdPh^{2+}$	$4,00 \cdot 10^{-7}$
$Cd(Ph)_2^{2+}$	$6,30 \cdot 10^{-6}$
$Cd(Ph)_3^2$	$6,30 \cdot 10^{-5}$

$\text{CuPh}^{2+}$	$5,00 \cdot 10^{-7}$
$\text{Cu(Ph)}_2^{2+}$	$7,10 \cdot 10^{-7}$
$\text{Cu(Ph)}_3^{2+}$	$3,16 \cdot 10^{-6}$
$\text{FePh}^{2+}$	$1,30 \cdot 10^{-6}$
$\text{ZnPh}^{2+}$	$3,7 \cdot 10^{-7}$
$\text{Zn(Ph)}_2^{2+}$	$1,9 \cdot 10^{-6}$
$\text{Zn(Ph)}_3^{2+}$	$1,4 \cdot 10^{-5}$

## pH ietekme uz krāsaino savienojumu stabilitāti

pH ietekme uz krāsainiem kompleksiem izpaužas visdažādākās formās, no tām visbiežāk sastopama ir krāsainā savienojuma sastāva izmaiņas vai pilnīga tā noārdīšana. Dažreiz tas veicina krāsaino kompleksu veidošanos ar piemaisījuma joniem un krāsaino kompleksu šķīdības izmaiņas.

Stipri skābju anjoni (konjugētās bāzes), tādi kā  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{I}^-$ ,  $\text{SCN}^-$  pat pie lielas  $\text{H}^+$  koncentrācijas šķīdumā neveido skābes molekulu, tāpēc pH izmaiņas anjona koncentrāciju neietekmē. Savukārt metālu katjoni, palielinoties  $\text{OH}^-$  jonu koncentrācijai, veido mazšķīstošus hidroksokompleksus (konkurējošā reakcija), kas noārda krāsaino kompleksu.

Vājo skābju anjonu  $\text{H}^+$  koncentrācija šķīdumā stipri ietekmē, jo veidojas nedisociātas skābju molekulas. Pārsvārā visi indikatorreāģenti ir vājas organiskās skābes: alizarīns, ditizons, torons, u.c. Tas ir svarīgi, jo tas ir saistīts ar reāģenta krāsas atšķirībām molekulas formai  $\text{HR}$  un sāļu formai  $\text{R}^-$  [13].

## 1.4. Testsistēmu kopējais raksturojums

Testsistēmas ķīmiskajai analīzei ir vienkārši, portatīvi, viegli, lēti līdzekļi un atbilstošas ekspresmetodes vielu konstatēšanai un noteikšanai bez īpašas paraugu sagatavošanas, sarežģīto stacionāro aparātu, laboratorijas aprīkojuma lietošanas, rezultātu sarežģītas apstrādes, kā arī bez speciāli sagatavota personāla sagatavošanas. Parasti izmanto autonomos līdzekļus, kas ir vienreizēji lietojami.

Ķīmisko ekspresmetožu pamatprincips ir analītisko reakciju un reaģentu izmantošana tādos apstākļos un formās, kuros ir iespējams iegūt analītisko signālu, kuru ir viegli novērot vizuāli vai viegli izmērīt (piemēram, papīra strēmeles krāsas intensitāte vai caurulītes nokrāsotās daļas garums). Reaģentus un dažādas piedevas izmanto jau iepriekš pagatavotu šķīdumu veidā (ampulas, pilinātāji) vai imobilizētos uz kāda cieta nesēja – papīra, silikagēla, putupoliuretāna u.c. Par ķīmiskās analīzes testa metožu līdzekļiem var tikt izmantotas indikatoru strēmeles, indikatoru pulveri un caurulītes, tabletes u.c. [14].

Bieži vien testi ir domāti viena komponenta pierādīšanai, bet problēmas rodas, ja analīzē ir vairāki komponenti. Cita problēma ir tāda, ka vienkāršo iekārtu un līdzekļu izmantošana bieži vien ienes paaugstinātu kļūdu līmeni [15].

## **Testsistēmu klasifikācija**

Ķīmiskās analīzes testsistēmu klasifikācijas ir atkarīgas no izvēlētās klasificēšanas pazīmes [14].

Pēc izvēlētās klasificēšanas pazīmes J.A. Zolotovs un V.M. Ivanovs dala testa sistēmas šādi:

- Pēc procesu dabas, kuri tiek izmantoti lai iegūtu analītisko signālu: testa metodes var būt sadalītas uz fizikālām, ķīmiskām un bioloģiskām.

Fizikālās metodes ir maz un tām ir maza nozīme ķīmiskās analīzes praksē.

Bioķīmiskās parasti ir balstītas uz fermentu un imuno sistēmu lietošanu. Izdalītie dabas fermenti, īpaši imobilizētie, zināmā mērā iegūst ķīmisko reaģentu īpašības, tāpēc neskatoties uz fermentu specifiku (izcelsme, glabāšanas apstākļi, aktivitātes saglabāšanas laiks), fermentu metodi var pieskaitīt pie ķīmiskām [14].

Bioloģiskās metodēs izmanto mikroorganismus, orgānus, audus, pat augsti organizētus organismus un populācijas.

- Pēc izmantojamā testa reaģenta formas. Tie ir pirmkārt gatavie šķīdumi vai “sausie reaģenti”, t.i. uznestie uz cietu nesēju vai vienkārši pašu reaģentu pulveri un tabletes. Vēl lielāka daudzveidība ir testiem uz cietās matricas. Vispazīstamākie ir indikatoru strēmeles, kas satur reaģentu molekulas vai aktīvos atomu grupējumus, kā arī

indikatoru caurulītes gāzu analīzei, kuros nesējs satur reaģentu, kas maina krāsu laižot cauri nepieciešamo gāzi [14].

Reaģenti uz nesējiem (matricām) atšķiras ar nesēja raksturu (celuloze, sintētiskie polimēri, silikagēls u.c.) un ar nostiprināšanas paņēmieni (adsorbcijas, kovalenta utt.) [14].

## **Vispārīgās prasības testsistēmām**

Vispārīgās prasības, kas tiek izvirzītas testiem ir sekojošas:

- Izvērtējot nepieciešamā komponenta esamību priekšroka ir kļūdainam “jā”, nekā kļūdainam “nē”;
- Ātrums;
- Operāciju skaitam veicot testēšanu ir jābūt minimālam;
- Vizuāli novērtējot, nokrāsoto zonu robežām ir jābūt asām, krāsu izmaiņām ir jābūt kontrastainām utt., t.i. jāizvairās no maldinošām rezultātu interpretācijām [14].

Metroloģiskais aspekts protams ir ļoti svarīgs testa sistēmu izstrādei, pagatavošanai un izmantošanai; testa rezultātiem ir jābūt ticamiem pat tajos gadījumos kad tiek noteikti mazi vielu daudzumi [14].

Testa metožu pareizību parasti pārbauda, salīdzinot tos ar instrumentālām metodēm. Tas protams tiek darīts, izstrādājot testa metodes. Daudzas testsistēmas nav universālas un ir paredzētas komponentu noteikšanai tikai noteiktos objektos [14].

## **Eksprestestu izmantošanas mērķi un priekšrocības**

Ļoti ērts testu pielietojums ir komponenta iepriekšnoteikšana pētāmajā objektā, piemēram, ķīmiskā skābekļa patēriņam vai smago metālu saturam ūdenī. Testu sistēmām pilnveidojoties, tās varētu kļūt par vienīgo analīzes metodi tajos gadījumos, kad nav nepieciešama precīza koncentrācijas noteikšana.

Vēsturiski ķīmiskās analīzes veica laboratorijās, jo, veicot ķīmisko analīzi, ir nepieciešams izmantot speciālus ķīmiskos traukus, speciālas mērīšanas iekārtas, reaģentus, kas ne vienmēr ir nekaitīgi [14].

Pēdējā laikā situācija mainās - ķīmiskā analīze no laboratorijas pārvietojas tajā vietā, kur atrodas analizējamais objekts. Tā ir viena no svarīgākajām analītiskās ķīmijas attīstības tendencēm mūsdienās. Tas ir saistīts ar to, ka mūsdienu zinātne un tehnoloģijas prasa analīžu veikšanu ārpus laboratorijas [14]. Kā piemērus var minēt jomas, kur ekspresanalīzes metodes jau tiek plaši izmantotas: ekspreskontrolē tehnoloģiskos procesos, metāna noteikšana ogļu šahtās, dabas gāzes noplūdes konstatēšana, ātra augsnes analīze (pH, slāpekļi, fosfors, kālijs), pārtikas produktu kontrole tirgū, glikozes daudzuma noteikšana diabēta slimnieku asinīs vai urīnā mājas apstākļos u.c.

Analīzei uz vietas ir daudz priekšrocību. Tiek ietaupīts laiks, kas ir nepieciešams analīzes piegādei uz laboratoriju un analīzes veikšanai laboratorijā. Analīzei uz vietas parasti nav nepieciešams kvalificēts personāls, jo tiek izmantoti vienkārši līdzekļi analīzes veikšanai. Bieži vien analīzes veikšana laboratorijā nav iespējama vai ir bezjēdzīga, jo pētāmā objekta sastāvs var mainīties [14].

Šiem testiem tiek pievienota metodika un attiecīgi vienkārša iekārta (līdzekļi) – papīra strēmeles, pulveri, caurulītes, ampulas, tabletes u.c. Rezultātu nolasīšanai izmanto pārnēsājamās ierīces [14].

## **Testu pielietošanas ierobežojumi**

Bieži vien testi ir domāti viena komponenta pierādīšanai, bet problēmas rodas, ja ir jāanalizē vairāki komponenti. Cita problēma ir tāda, ka vienkāršo iekārtu un līdzekļu izmantošana bieži vien ienes kļūdas, un šīs metodes daudz vairāk var ietekmēt nejauši apstākļi noteikšanas laikā [15].

## **Papīra strēmeles un to analogi**

Ļoti daudzveidīgas ir testsistēmas, kurās analītiskais reaģents tiek imobilizēts uz cieta nesēja, īpaši uz celulozes papīra. Komponentu daudzumu nosaka pēc toņa vai krāsojuma

intensitātes, kas rodas pēc nesēja kontakta ar pētamo šķidrumu, salīdzinot to ar krāsu skalu vai pēc indikatoru papīra iekrāsotas vai atkrāsotas zonas lieluma [14].

Testmetodēs ilgu laiku pielietoja vizuālo noteikšanu - pārsvarā krāsas novērtējumu, tās toni, krāsojuma intensitāti un nokrāsotas zonas garumu. Tam sekoja vienkāršo ierīču izmantošana krāsojuma salīdzināšanai un mērīšanai - komparatoru un kolorimetru. Pēdējā laikā tika radītās portatīvas ierīces- fotometri, reflektometri, luminometri u.c. [14].

Populāra kļūst vizuāli-kolometriskā metode. Pēc savas būtības tā ir vizuālā metode, bet šajā gadījumā krāsojumu novērtē arī ar aparātu - komparatoru vai kolorimetru. Piemēram, vienu vai vairākus reaģentus, kuri veido krāsu reakcijas ar nosakāmo vielu, ievada analizējamā šķīdumā. Rodas krāsojums, tā intensitāte ir atkarīga no komponenta koncentrācijas. Krāsojuma intensitāti salīdzina ar skalu [14].

## Eksprestesti dzelzs jonu identificēšanai

Eksprestestu izstrāde dzelzs (II, III) jonu noteikšanai dabas un dzeramā ūdens sastāvā ir svarīgs analītiskās ķīmijas uzdevums. Tas ir saistīts ar plašu dzelzs jonu izplatību apkārtējā vidē un to toksisko iedarbību uz cilvēka organismu lielās koncentrācijās [16].

Par indikator sistēmu dzelzs (II,III) noteikšanai bieži izmanto optiski caurspīdīgo polimetakrilāta matricu, kas ir modificēta ar reaģentiem - *o*-fenantrolīnu, dipiridilu, 2,4,6-tris(2-piridil)-s-triazīnu (TPTZ), kas tiek izmantoti dzelzs satura fotometriskai noteikšanai ūdens analīzē [16].

Reaģentu imobilizāciju polimetakrilātmatricā veic sorbējot to no 0,5 % ūdens šķīduma 5 minūtēs. Reaģenti pietiekami stipri saistās ar matricu, tādējādi pasargājot reaģenta vai analītiskās reakcijas produktu izskalošanu, izmantojot šo materiālu par indikatoru šķidrās vidēs.

Imobilizētie reaģenti saglabā savas analītiskās īpašības. Indikatoru *o*-fenantrolīna, 2,4,6-tris(2-piridil)-s-triazīna (TPTZ), 2,2'-dipiridila u.c un to kompleksu ar dzelzs joniem gaismas absorbcijas spektri uz



polimetakrilātmatricām ir līdzīgi šo kompleksu absorbcijas spektriem ūdens šķīdumos [16].

## 1.2. att. Eksprestesti dzelzs jonu identificēšanai

### ūdenī mazās koncentrācijas

Ir izstrādātas cietfāzes - spektrometriskā un vizuālā dzelzs (II, III) noteikšanas metodes standartšķīdumos un minerālūdeņos, izmantojot iepriekš minēto materiālu. Noteikšanas diapazons cietfāzes – spektrometriskai noteikšanai ir no 0,01 - 500 mg/L, vizuālai noteikšanai – ir līdz 0,01 mg/L [14].

Vairākas firmas sērijveidā ražo teststrēmeles dzelzs noteikšanai ūdenī, kuru jutība un noteikšanas precizitāte tuvojās fotometriskās metodes iespējām (1.2. tab.)

1.2. tabula

### Eksprestesti dzelzs jonu noteikšanai

Testa nosaukums	Reāģents	Nosakāmo koncentrāciju diapazons, mg/L
<i>Ida's Iron Check (ITS,ASV)</i>	<i>o</i> - fenantrolīns	0,01 – 0,3
<i>Iron Check(ITS,ASV)</i>	TPTZ	0,1 – 5,0
<i>Merckoquant (Merck, Vācija)</i>	2,2 - dipiridils	3 - 500

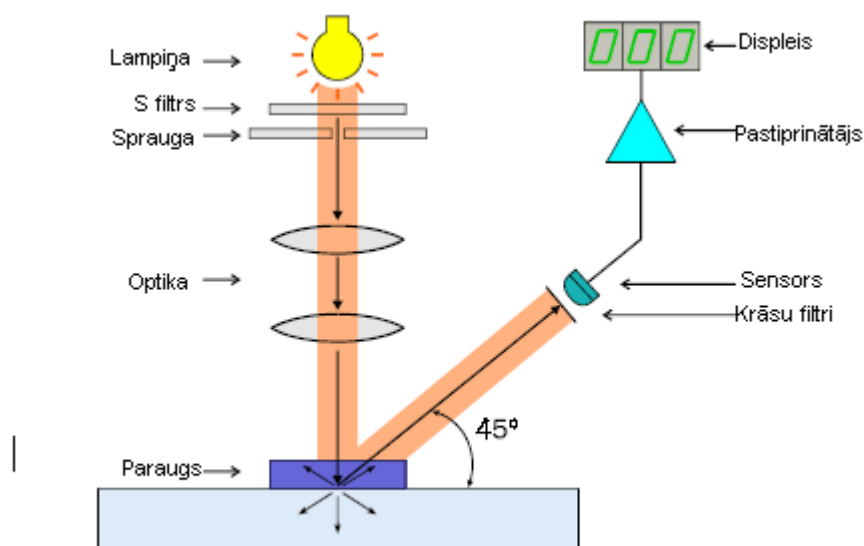
## 1.5. Densitometra darbības princips

Teststrēmeļu krāsojuma intensitāti kvantitatīvi izmērīt iespējams ar krāsu densitometra palīdzību. Densitometra darbības princips pamatojas uz gaismas daudzuma, kas atstarojas no virsmas, mērīšanu un atstarošanas koeficienta aprēķināšanas, kas savukārt ir atstarotās un krītošās gaismas attiecība. Gaismas tehnikas mērījumos pieņemts strādāt ar šīs attiecības logaritmu, kuru sauc par optisko blīvumu  $D$  (1.1.):

$$D = \lg(1/K), \text{ kur } K - \text{atstarošanas koeficients} \quad (1.1.)$$

Mērīšanas rezultātu atkārtojamība un precizitāte, galvenokārt, ir atkarīgas no izstarošanas avota stabilitātes. Piemēram gaismas diodēm (LED) nav pietiekama gaismas plūsmas un krāsas temperatūras stabilitāte, kas noved pie nepietiekošas rezultātu atkārtojamības. Firmas IHARA densitometros tiek izmantotas mazas halogēna lampas ar standarta krāsas temperatūru 2856°K, kas nodrošina rezultātu atkārtojamību  $\sqrt{0,01}$  D līmenī [17].

Izmērītie dati tiek pārveidoti CMYK formā, kuru bieži izmanto poligrāfijā [4], kur M – *magenta* (sarkana krāsa), C – *cyan* (zila krāsa), Y – *yellow* (dzeltena krāsa), K – *melns* (tumšums). To uztver densitometrā iebūvētie krāsu filtri: zilais (uztver Y), sarkanais (uztver C), zaļais (uztver M).



1.3.att. Densitometra uzbūve

## 2. EKSPERIMENTĀLĀ DAĻA

### 2.1. Izmantojamā aparatūra

- densitometrs IHARA R710



Densitometru var izmantot optiskā blīvuma vai optisko blīvumu starpības mērīšanai. Tas sastāv no halogēnās lampas (2856°K), grafiskā LCD displeja (128×64), Ni-Cad akumulatora. IHARA R710 (2.1. att.) ir iespējams pieslēgt tieši pie personālā datora vai pie IHARA PR95 printera [18].

2.1. att. IHARA densitometrs

Optiskā blīvuma diapazons – 0 - 2.5, atkārtojamība  $\pm 1.01$ , rezultātu precizitāte  $\pm 0.02\%$  [18].



- Reflektospektrofotometrs *AvaMouse*

*AvaMouse* – mazs skanējošais reflektospektrofotometrs-fotokolorimētis, kas tiek savienots ar personālo datoru ar

RS-232 vai USB interfeisu. Par starojuma avotu spektrofotometrā-fotokolorimetrā kalpo iebūvēta impulsa ksenonlampiņa (35 impulsi sekundē), kuras refleksi nokļūst uz optisko solu AvaBench-28 ar TAOC-103 fotodiodu detektoru. [19]

### 2.2.att.Spektrofotometrs *AvaMouse*

Spektrometru *AvaMouse* izmanto fotometrisko lielumu reflektometriskiem mērījumiem redzamās gaismas diapazonā. [19]

*AvaSoft-Color* programmatūra nodrošina fotometrijas pamatlielumu CIE/L\*,a\*,b\*, toņu novērtēšanu pēc krāsu skalām, kā arī pēc hromatiskiem lielumiem [20].

- Analitiskie svāri "Precisa - XB 220A"  $\pm 0,0001\text{g}$
- Spektrofotometrs Jenway 6300
- UV/VIS spektrometrs PerkinElmer Lambda 25

## 2.2. Reāģenti un trauki

- $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , t.a. (CHEM PUR, Polija)
- KCl, t.a. (STANCHEM, Polija)
- $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , t.a. (STANCHEM, Polija)
- $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , t.a. (STANCHEM, Polija)
- $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ , t.a. (Krievija)
- $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , t.a. (PENTA, Čehija)
- $\text{Zn}^{2+}$  standartšķīdums  $\gamma = 1000 \text{ mg/L} \pm 2 \text{ mg/L}$  (MERCK, Vācija)
- $\text{Cu}^{2+}$  standartšķīdums  $\gamma = 1000 \text{ mg/L} \pm 2 \text{ mg/L}$  (MERCK, Vācija)
- $\text{Pb}^{2+}$  standartšķīdums  $\gamma = 1000 \text{ mg/L} \pm 2 \text{ mg/L}$  (MERCK, Vācija)
- $\text{Co}^{2+}$  standartšķīdums  $\gamma = 1001 \text{ mg/L} \pm 2 \text{ mg/L}$  (MERCK, Vācija)
- $\text{Cr}^{2+}$  standartšķīdums  $\gamma = 1004 \text{ mg/L} \pm 5 \text{ mg/L}$  (MERCK, Vācija)
- TPTZ, t.a. (STANCHEM, Polija)
- Teststrēmeles "Iron Check" (reāģents - o- fenantrolīns) un "Iron Check" (reāģents - TPTZ)
- Mērkolbas 50 mL, 100 mL, 250 mL, 1000 mL (B precizitātes klase)
- Pipetes 1 mL ( $\pm 0,01\text{mL}$ ), 5 mL ( $\pm 0,05\text{mL}$ )
- Vārglāzes 50 mL, 100 mL
- Mērcilindri 25 mL, 100 mL

## 2.3. Šķīdumu pagatavošana

### Fe (II) standartšķīduma ( $\gamma = 0,1\text{g/L}$ ) pagatavošana

Uz analītiskiem svāriem nosver 1,2445g  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  un tos izšķīdina 250 mL mērkolbā. To atšķaida tā, lai iegūtu šķīdumu ar  $\gamma_{\text{Fe}^{2+}} = 10 \text{ mg/L}$  (atšķaida 1:10). 25 mL mērkolbā gatavo šķīdumu paraugus, kuros  $\text{Fe}^{2+}$  koncentrācija ir 0,1, 0,5 mg/L (sk. 2.1. tab.).

2.1. tabula

#### Dažādu koncentrāciju Fe (II) šķīdumu pagatavošana

N.p.k.	$\gamma_{\text{Fe}}, \text{mg/L}$	$V_{\text{Fe}}, \text{mL}$
1.	0,1	0,25
2.	0,5	1,25
3.	1,0	2,5
4.	5,0	12,5

200 mL mērkolbās gatavo šķīdumu sēriju kuros  $\text{Fe}^{2+}$  koncentrācija 0,01, 0,03, 0,06, 0,1 mg/L (sk. 2.2. tab.).

2.2. tabula

#### Dažādu koncentrāciju Fe (II) šķīdumu pagatavošana

N.p.k.	$\gamma_{\text{Fe}}, \text{mg/L}$	$V_{\text{Fe}}, \text{mL}$
1.	0,01	0,2
2.	0,03	0,6
3.	0,06	1,2
4.	0,1	2,0

### Jonu spēka ietekmes pētīšana uz optiskā blīvuma rādījumiem

Pagatavo šķīdumu sēriju, kuros  $\text{Fe}^{2+}$  koncentrācijas ir 0,1mg/L, 1 mg/L, atšķaidot attiecīgi  $\text{Fe}^{2+}$  šķīdumu ar  $\gamma_{\text{Fe}} = 10 \text{ mg/L}$  1:100 un 1:10. Tad 100 mL mērkolbās papildus pievieno KCl, lai iegūtu KCl koncentrācijas 0,1 mol/L (pievieno 0,7455 g KCl), 0,5 mol/L (pievieno 3,7271 g KCl) un 1,0 mol/L (pievieno 7,4551 g KCl) (sk. 2.3. tab.).

**Dažādu koncentrāciju KCl šķīdumu pagatavošana**

N.p.k.	$\gamma_{\text{Fe}}$ , mg/L	$V_{\text{Fe}}$ , mL	$c_{\text{KCl}}$ , mol/L
1.	0,1	1,0	0,1
2.	0,1	1,0	0,5
3.	0,1	1,0	1,0
4.	1,0	10,0	0,1
5.	1,0	10,0	0,5
6.	1,0	10,0	1,0

**Dažādu jonu ietekmes pētīšana uz optiskā blīvuma rādījumiem**

50 mL mērkolbās pagatavo šķīdumus, kas satur 0,1 un 1,0 mg/L  $\text{Fe}^{2+}$  un papildus 100 mg/L  $\text{Ca}^{2+}$  vai  $\text{Mg}^{2+}$ ; vai 10 mg/L  $\text{Al}^{3+}$ , vai  $\text{Mn}^{2+}$ , vai  $\text{Cr}^{3+}$ , vai  $\text{Co}^{2+}$ , vai  $\text{Zn}^{2+}$ , vai  $\text{Cu}^{2+}$ , vai  $\text{Pb}^{2+}$ .

**2.4. Testa metodoloģija**

“Ida’s Iron Check” (IIC): iegremdē vienu testa strēmelīti 30 mL analizējamā šķīduma uz 30 sekundēm, nepārtrauktām šurp-turp kustībām katru sekundi analizējamā šķīdumā, tad nokrata lieko ūdeni un pēc 30 sekundēm salīdzina krāsojuma intensitāti ar krāsu skalu un nolasa mērījumus ar densitometru. Noteikšanas diapazons B metodei ir: 0; 0,005; 0,01; 0,03; 0,06; 0,1; 0,3 ppm (mg/L).

“Iron Check”(Fe<sup>2+</sup>/Fe<sup>3+</sup>)(IC): Iegremdē vienu testa strēmelīti 20 mL analizējamā šķīduma uz 30 sekundēm, nepārtrauktām šurp-turp kustībām katru sekundi analizējamā šķīdumā, tad nokrata lieko ūdeni un pēc 2 minūtēm salīdzina krāsojuma intensitāti ar krāsu skalu un nolasa mērījumus ar densitometru. Noteikšanas diapazons ir: 0; 0,02; 0,05; 0,1; 0,2; 0,3; 0,5; 0,75; 1,0; 2,0; 5,0 ppm (mg/L).

Lai izmērītu teststrēmeles optisko blīvumu, uz līdzenas virsmas novieto strēmelīti, kurai uzliek densitometru tā, lai strēmele atrastos zem apaļa lodziņa, tad densitometru piespiež un aparāts izmēra krāsas optisko blīvumu, rādot rezultātus uz LCD displeja CMYK kodējumā, kur M – magneta (sarkana krāsa), C – cyan (zila krāsa), Y – yellow (dzeltēna krāsa), K – melns (tumšums).

Lai uzņemtu difūzās atstarošanas spektru, uz līdzenas virsmas noliek strēmelīti, pa virsu tai uzklāj caurspīdīgo celofāna gabaliņu un uzliek speciālu paliktnīti uz kuras noliek *Ava-Mouse* spektrofotometru tā, lai izgaismotu strēmelīti. Ieslēdz programmu, kas fiksē spektru.

## 2.5. Fotometriska dzelzs jonu noteikšana

### Kalibrēšanas grafika iegūšana ar 2,4,6-tripiridil-1,3,5-triazīnu (TPTZ)

100 mL mērkolbā ar Mora pipeti iemēra 5 mL iepriekš pagatavotā  $\text{Fe}^{2+}$  standartšķīduma ar  $\gamma_{\text{Fe}} = 0,1 \text{ mg/mL}$  un uzpilda ar destilēto ūdeni līdz atzīmei. Darbā izmanto šķīdumu ar  $\gamma_{\text{Fe}} = 0,005 \text{ mg/mL}$ . Tad 50 mL mērkolbā ar Mora pipeti pārnes 5 mL šī šķīduma un atšķaida ar destilēto ūdeni līdz atzīmei. Iegūst šķīdumu ar  $\gamma_{\text{Fe}^{2+}} = 0,0005 \text{ mg/mL}$ . No tā gatavo šķīdumu paraugus, kuros  $\text{Fe}^{2+}$  koncentrācija ir 0,01, 0,03, 0,06, 0,1, 0,3, 0,6, 0,8, 1,0 mg/L, atšķaidot attiecīgu tilpumu 50 mL mērkolbās (sk. 2.4. tab.). Mērkolbās pievieno 1 mL 10% hidroksilamīna hidrohlorīda šķīduma, 1 mL  $5 \cdot 10^{-3} \text{ mol/L}$  TPTZ šķīduma, 5 mL pH 5,0 acetāta buferšķīduma un papildina ar destilēto ūdeni līdz atzīmei.

Izmēra pagatavoto šķīdumu gaismas absorbciju ar spektrofotometru 5 cm kivetēs,  $\lambda = 596 \text{ nm}$ . Salīdzināšanas šķīdums ir līdzīgi pagatavots šķīdums, kas nesatur dzelzs (II) jonus.

2.4. tabula

#### Dzelzs (II)kompleksa ar TPTZ gaismas absorbcijas mērījumu dati

N.p.k.	$\gamma_{\text{Fe}^{2+}}, \text{mg/L}$	V, mL	$\Delta A$
1.	0,01	0,1	0,030
2.	0,03	0,3	0,104
3.	0,06	0,6	0,165
4.	0,1	1,0	0,222
5.	0,3	3,0	0,644
6.	0,6	6,0	1,166

7.	0,8	8,0	1,602
8.	1,0	10,0	1,950

## Fotometriska dzelzs (II) jonu noteikšana dabas ūdens paraugos ar TPTZ

100 mL mērkolbā iemēra 50 mL dabas ūdens parauga, pievieno 1 ml 10% hidroksilamīna, 1 mL TPTZ un 5 mL acetāta buferšķīdumu ar pH 5, tad kolbu uzpilda līdz atzīmei ar destilētu ūdeni, rūpīgi sajauc un ar spektrofotometru izmēra šķīduma gaismas absorbciju 5 cm kivetē,  $\lambda = 596$  nm. Kā salīdzināšanas šķīdumu izmanto līdzīgā veidā iegūto šķīdumu, kas nesatur dzelzs (II) jonus.

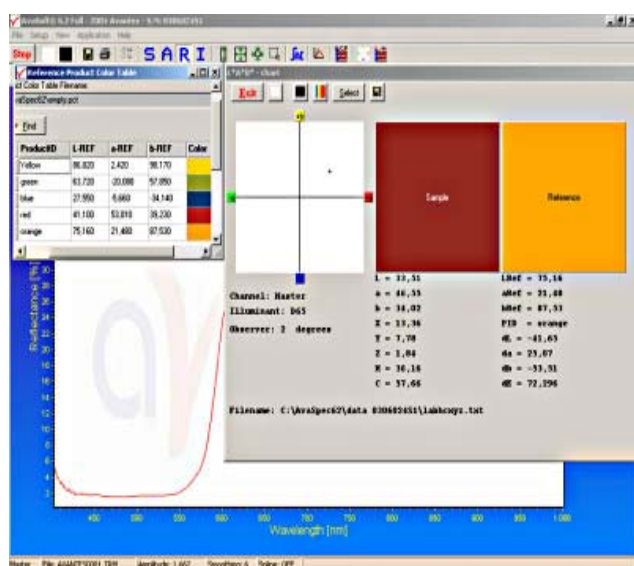
### 2.6. Datu apstrāde

Ar densitometru iegūtie mērījumi tiek apkopoti tabulās no kurām zīmē grafikus un diagrammas *Microsoft Office 2007* programmā *Microsoft Excel*.

Ar *AvaMouse* iegūto datu apstrādāšanai izmanto programmu *AvaSoft-Color*, kas ir speciāli izveidota krāsas parametru mērīšanai ar spektrometriskās sistēmas izmantošanu. *AvaSoft Color* var izmantot no materiāla atstaroto gaismu kolorimetriskiem mērījumiem, kā arī krāsas parametru mērījumiem, izmantojot spektrometrijas pamatprincipus un lielumus, ko ir noteikusi Starptautiskā apgaismošanas komisija:  $L^*a^*b$  gaismas parametrus, kā arī citus

bieži izmantojamus parametrus, tādus kā: tonis, intensitāte un X,Y,Z.

Šos parametrus var attēlot CIEAB diagrammā vai grafikā atkarībā no laika. Objekta krāsa var būt izteikta ar 1976  $L^*a^*b$ , kur  $L^*$  ir gaismas spilgtuma apraksts.  $a^*$  pozitīvā vērtība apraksta krāsas sarkanīgumu, negatīva – zaļumu. Tādā pašā veidā ar parametru  $b^*$  apraksta krāsas dzeltenīgumu vai zilumu (pozitīvs – dzeltenam, negatīvs-zilam).

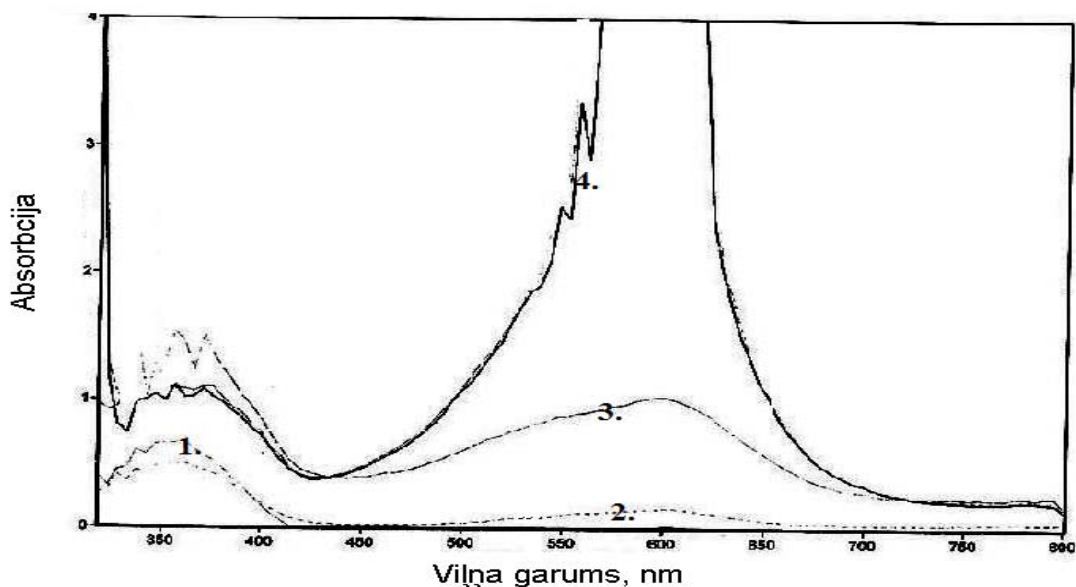


### 3. REZULTĀTI UN TO IZVĒRTĒJUMS

Eksprestestu kvantitatīvas noteikšanas pamatā ir krāsas intensitātes novērtēšana un tās salīdzināšana ar standarta skalu. Taču mūsu acs ir subjektīvs rezultāta vērtētājs, tādēļ var iegūt maldinošu rezultātu, tāpēc šī darba uzdevums ir pārbaudīt eksprestestu lietošanas iespējas ar instrumentālām metodēm. Šiem mērķiem tika izvēlēti divi aparāti – reflektospektrofotometrs *AvaMouse*, kurš mēra teststrēmeles difūzās atstarošanas un absorbcijas intensitātes un izvada rezultātu spektra veidā un densitometrs IHARA R710, kurš mēra testa strēmeles krāsas optisko blīvumu un izvada rezultātu CMYK formātā.

#### 3.1. "Iron Check" un "Ida's Iron Check" testu atstarotās gaismas spektru izpēte

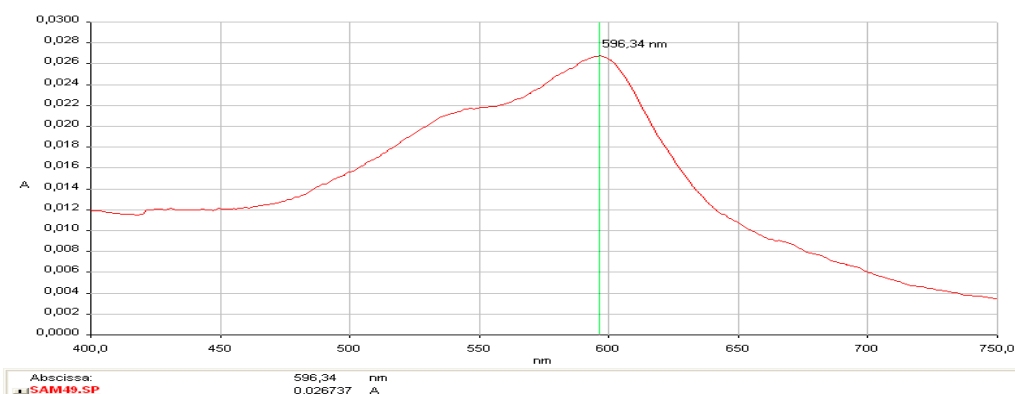
Pirmajā darba posmā tika pētīti gaismas absorbcijas spektri uz teststrēmēlēm pēc to reakcijas ar dažādu dzelzs (II) koncentrāciju šķīdumiem, ar portatīvu reflektospektrofotometru *AvaMouse*.



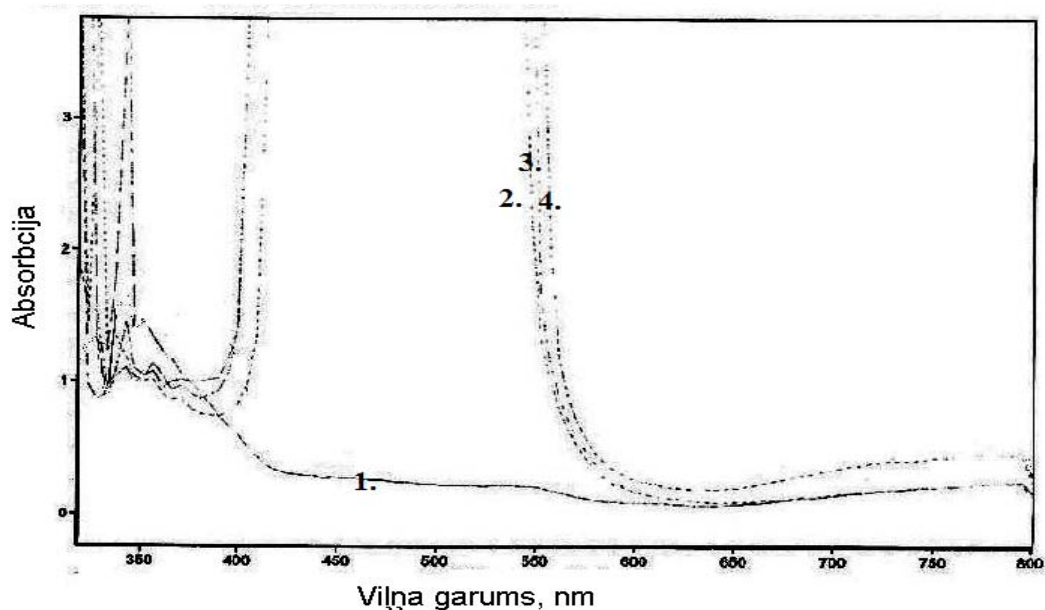
3.1.att. Teststrēmeļu gaismas absorbcijas spektri dzelzs (II) kompleksam ar TPTZ (kur (1)- destilēta ūdens absorbcija, (2)-  $\gamma_{\text{Fe}^{2+}} = 0,1 \text{ mg/L}$ , (3)-  $\gamma_{\text{Fe}^{2+}} = 0,5 \text{ mg/L}$ , (4)-  $\gamma_{\text{Fe}^{2+}} = 5,0 \text{ mg/L}$ )

3.1. attēlā var redzēt  $\text{Fe}^{2+}$ -TPTZ kompleksa absorbcijas spektrus. Spektrs Nr.1 rāda destilētā ūdens absorbciju. Diemžēl, grūti spriest par šo līniju, jo tā iziet ārpus *AvaMouse* spektrometra skalas. Spektrs Nr.2 ir iegūts, izmērot absorbciju strēmelei dzelzs (II) šķīdumā ar  $\gamma_{\text{Fe}^{2+}} = 0,1 \text{ mg/L}$ . Strēmele sāk nedaudz absorbēt gaismu spektra sarkanajā daļā. Spektrs Nr.3 ir iegūts dzelzs (II) šķīdumā ar  $\gamma_{\text{Fe}^{2+}} = 0,5 \text{ mg/L}$ . Strēmele ievērojami vairāk absorbē sarkano gaismu. Spektrs Nr.4 ir iegūts dzelzs (II) šķīdumā ar  $\gamma_{\text{Fe}^{2+}} = 5,0 \text{ mg/L}$ . Šis spektrs iziet ārpus skalas, bet var redzēt, ka absorbcijas maksimums ir ap 600 nm.

Pēc literatūras datiem dzelzs kompleksa ar TPTZ absorbcijas maksimums ir 596 nm [21]. Uzņemot  $[\text{Fe}(\text{TPTZ})_2]^{2+}$  absorbcijas spektru ar UV/VIS spektrometru PerkinElmer Lambda 25 tika noskaidrots, ka gaismas absorbcijas spektri  $[\text{Fe}(\text{TPTZ})_2]^{2+}$  kompleksam gan teststrēmelei, gan šķīdumam ir identiski.

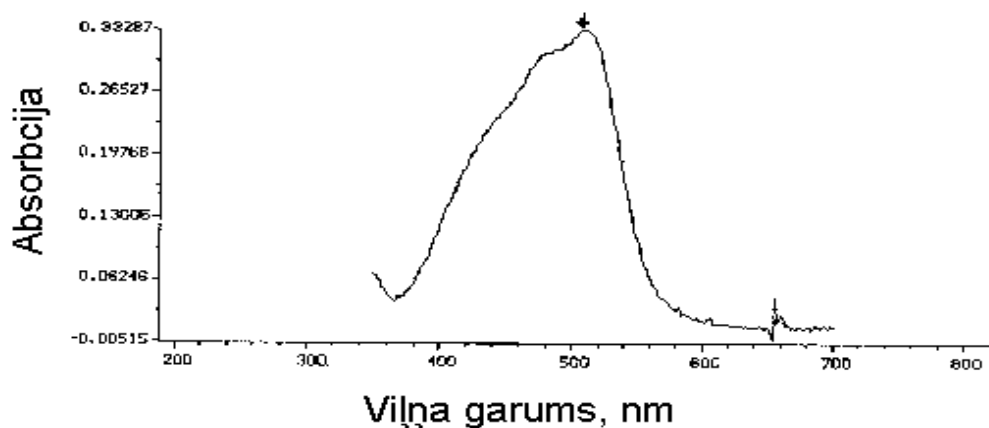


3.2. att. Gaismas absorbcijas spektrs dzelzs kompleksam ar TPTZ (b = 1cm)



3.3. att. Teststrēmeles gaismas absorbcijas spektri dzelzs kompleksam ar 1,10 – fenatrolīnu (kur (1)-  $\gamma_{\text{Fe}^{2+}} = 0,01 \text{ mg/L}$ , (2)-  $\gamma_{\text{Fe}^{2+}} = 0,06 \text{ mg/L}$ , (3)-  $\gamma_{\text{Fe}^{2+}} = 0,1 \text{ mg/L}$ , (4)-  $\gamma_{\text{Fe}^{2+}} = 0,3 \text{ mg/L}$ )

3.2. attēlā parādīti dzelzs (II) - 1,10-fenantrolīna kompleksa absorbcijas spektri. Spektrs Nr.1 rāda absorbciju pie  $\gamma_{\text{Fe}^{2+}} = 0,01 \text{ mg/L}$ . Diemžēl, grūti spriest par šo līniju, jo ta iziet ārpus *AvaMouse* spektrometra skalas. Spektri Nr.2., 3., 4., ir uzņemti attiecīgi dzelzs (II) jonu koncentrācijām 0,06 mg/L, 0,1 mg/L, 0,3 mg/L. Var novērot, ka visas strēmeles ļoti intensīvi absorbē zilās un zaļās spektra daļas gaismu.



3.4.att. Gaismas absorbcijas spektrs dzelzs kompleksam ar 1,10 – fenatrolīnu šķīdumā [23]

3.4. attēlā parādīts dzelzs jonu kompleksa ar *1,10*-fenantrolīnu absorbcijas spektrs (literatūras dati). Var secināt, ka testa strēmeles absorbcijas spektrs ir praktiski identisks absorbcijas spektram šķīdumā. Tātad imobilizētie reaģenti saglabā savas analītiskās īpašības.

Šī metode neder mūsu izvēlētajiem mērķiem, jo, diemžēl, lielāka daļa spektru pie vērtībām, ko dod testu standartskala, iziet ārpus *AvaMouse* reflektospektrofotometra skalas. Līdz ar to nevar noteikt arī absorbcijas maksimumu pie dotās koncentrācijas.

Otrajā darba posmā ar densitometru IHARA R710 tika izmērīti eksprestestu krāsu optiskie blīvumi pie dažādām dzelzs jonu koncentrācijām.

### **3.2. “Iron Check” un “Ida’s Iron Check” teststrēmeļu kalibrēšana mērījumiem ar densitometru IHARA R710**

Testu kalibrēšanai tika pagatavoti šķīdumi atbilstoši standartkrāsu skalai, ar dzelzs jonu koncentrācijām 0,01 mg/L, 0,03 mg/L, 0,06 mg/L, 0,1 mg/L, 0,5 mg/L, 1,0 mg/L, 5,0 mg/L.

Sākumā dzelzs jonu koncentrācijas šķīdumā tika salīdzinātas ar testu krāsu skalu. Iegūtie teststrēmeļu rādījumi atbilst standarta krāsu skalai pie attiecīgām koncentrācijām. Pagatavotiem šķīdumiem arī tika izmērīti optiskie blīvumi ar eksprestestiem *Iron Check* un *Ida’s Iron Chek* pie dažādām dzelzs (II) jonu koncentrācijām.

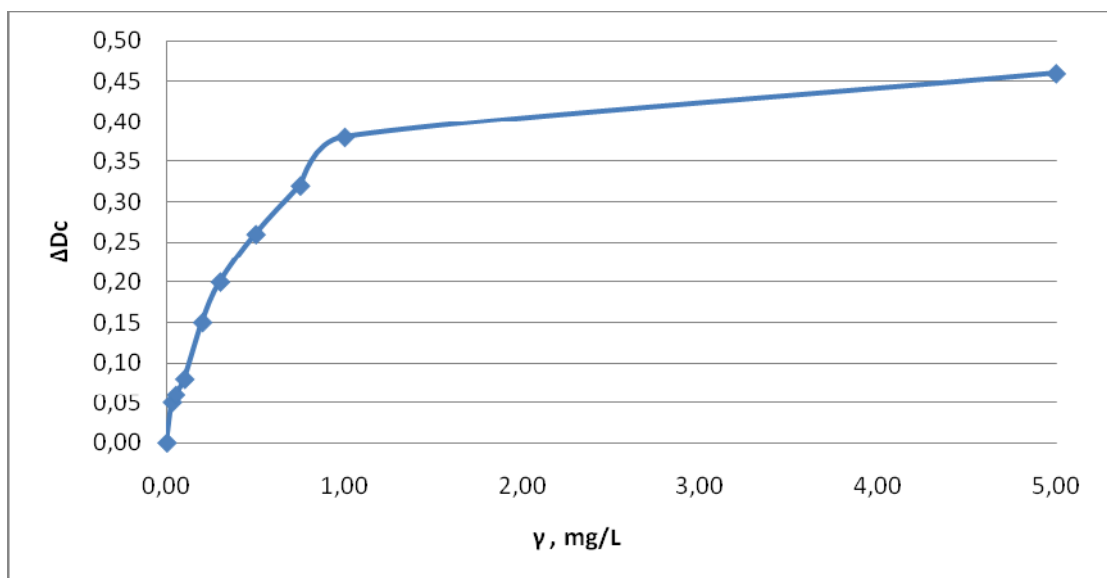
No eksperimentāli iegūtiem datiem ar *Microsoft Office* programmas *Microsoft Excel* programmu tika uzzīmētas divas kalibrēšanas līknes: *Iron Check* un *Ida’s Iron Check* testiem. Var novērot optiskā blīvuma atkarību no dzelzs jonu koncentrācijas šķīdumā. Kalibrēšanu veica ar nolūku kvantitatīvi noteikt dzelzs jonu saturu ūdenī.

Lai uzzīmētu kalibrēšanas grafikus eksprestestiem nepieciešams aprēķināt krāsas optisko blīvumu attiecīgai teststrēmelei pēc formulas (3.1):

$$\Delta D = D - D_0, \quad (3.1)$$

kur  $D$  – parauga teststrēmeles krāsas optiskais blīvums;

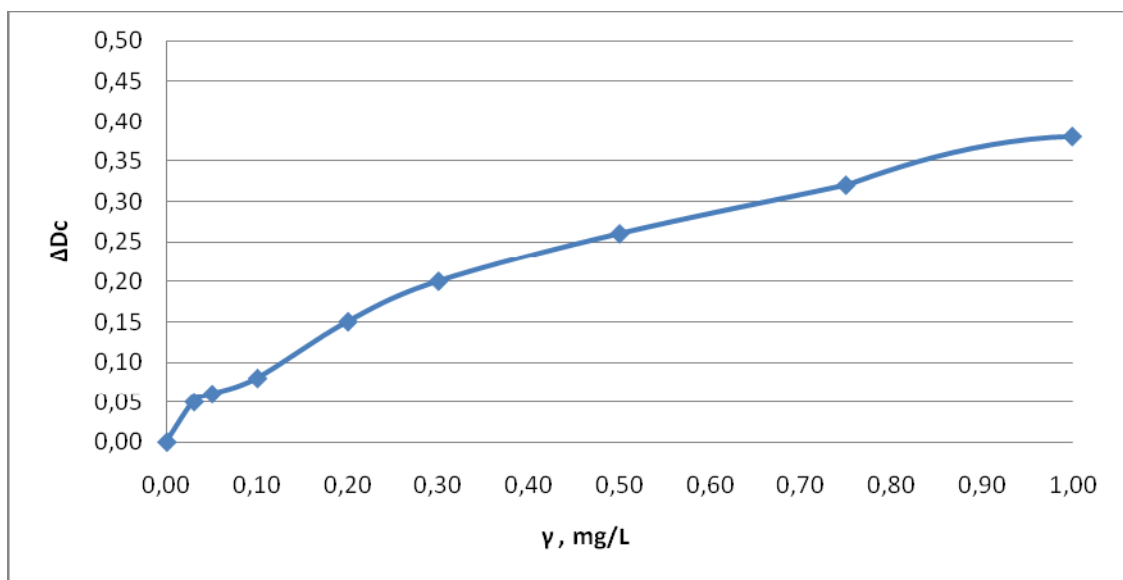
$D_0$  – destilēta ūdens teststrēmeles optiskais blīvums (reference)



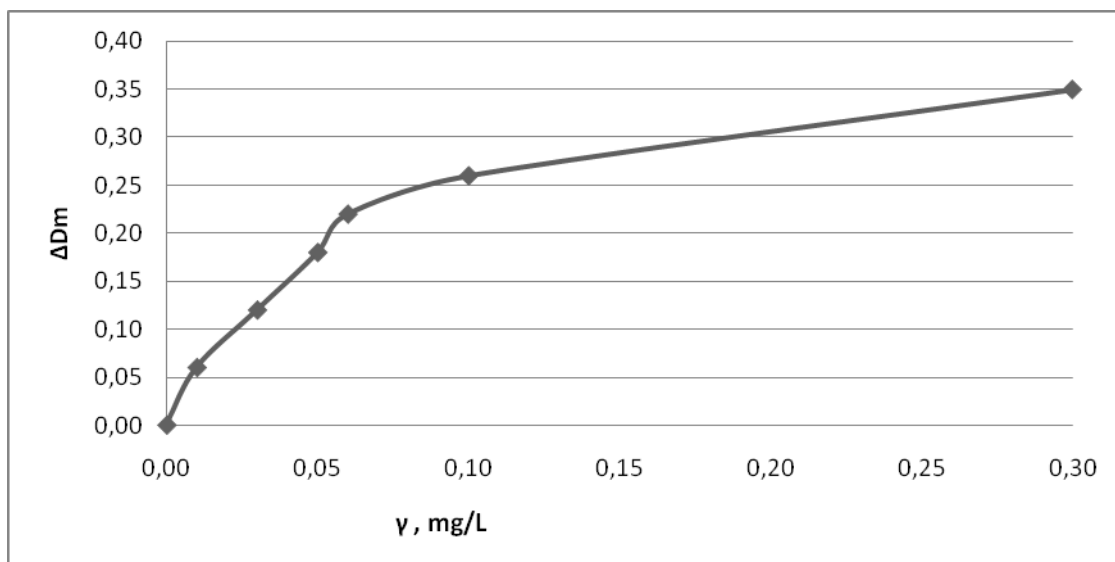
3.5.att. Kalibrēšanas līkne dzelzs jonu noteikšanai ar *Iron Check* testu koncentrāciju diapazonā 0 – 5,0 mg/L

Atstarotās gaismas optiskais blīvums *Iron Check* testam pieaug palielinoties  $Fe^{2+}$  koncentrācijai. Intervālā no 0 mg/L līdz 1mg/L notiek straujš optiskā blīvuma palielinājums, bet to pārsniedzot optiskā blīvuma palielināšanās kļūst neliela (3.5. att.).

Tā kā  $Fe^{2+}$  šķīduma optiskais blīvums strauji pieaug tikai intervālā 0 - 1,0 mg/L, tad lietderīgi ir izdalīt to jaunā grafikā, lai vieglāk varētu izvērtēt tālākos rezultātus (3.6. att.).



3.6.att. Kalibrēšanas līkne dzelzs jonu noteikšanai ar *Iron Check* testu koncentrāciju diapazonā 0 – 1,0 mg/L



**3.7. att. Kalibrēšanas likne dzelzs jonu noteikšanai ar *Ida's Iron Check* testu koncentrāciju diapazonā 0 – 1,0 mg/L**

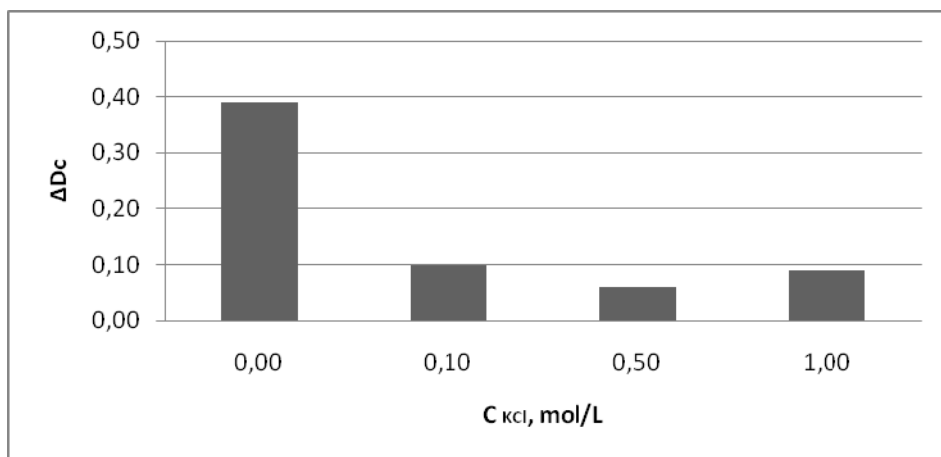
Optiskais blīvums *Ida's Iron Check* testam pieaug palielinoties  $Fe^{2+}$  koncentrācijai. Intervālā no 0 - 0,1mg/L ir ievērojams optiskā blīvuma palielinājums, bet pārsniedzot koncentrācijai 0,1 mg/L, optiskā blīvuma palielināšanās samazinās (3.7. att.).

Vizuāli eksprestestu krāsas maiņa atbilst krāsas skalai uz testu iepakojumiem.

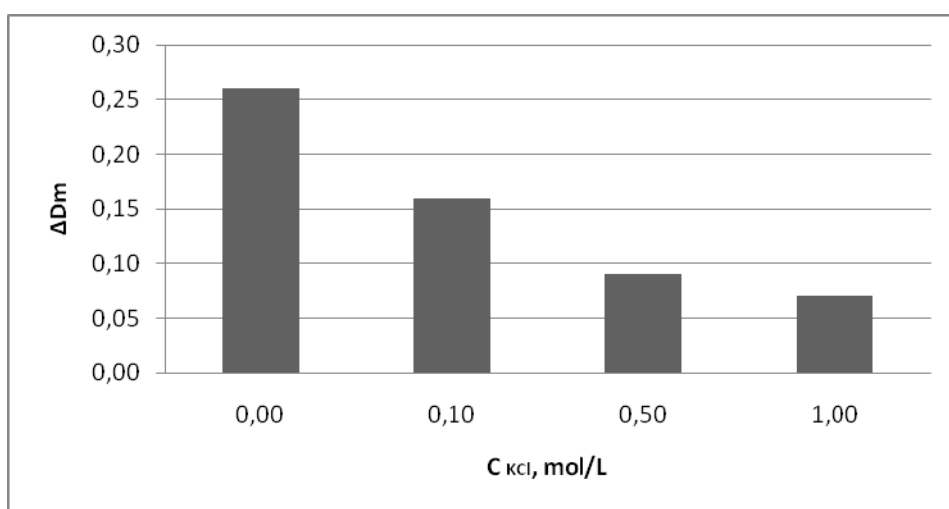
Kā varam novērot, Bugera–Lamberta–Bēra likums šajās kalibrēšanas līknēs neizpildās, jo veicot darbu tika mērīts difūzās atstarošanas optiskais blīvums. Tomēr optiskā blīvuma pieauguma tendence saglabājās.

**3.3. Jonu spēka ietekmes izpēte uz *Iron Check* testa un *Ida's Iron Check* teststrēmeļu radījumiem**

Lai izpētītu jona spēka ietekmi uz strēmeļu optisko blīvumu tika pagatavoti  $Fe^{2+}$  šķīdumi ar  $\gamma_{Fe^{2+}} = 0,1$  mg/L un 1,0 mg/L, kuriem pievienoja dažādu koncentrāciju KCl šķīdumus - 0,1 mol/L, 0,5 mol/L un 1,0 mol/L. Iegūtos šķīdumus analizējām ar eksprestestiem. Salīdzinot iegūto teststrēmeļu krāsas intensitāti ar standartkrāsu skalu tika novērots, ka teststrēmeļu krāsas intensitāte neatbilst testa skalai. Palielinoties šķīduma jonu spēkam, šī nesakritība kļuva ievērojamāka (3.8., 3.9.att.).



3.8.att. KCl ietekme uz *Iron Check* testa optiskā blīvuma rādījumiem ( $\gamma_{Fe^{2+}} = 1,0 \text{ mg/L}$ )



3.9.att. KCl ietekme uz *Ida's Iron Check* testa optiskā blīvuma rādījumiem ( $\gamma_{Fe^{2+}} = 0,1 \text{ mg/L}$ )

Var novērot, ka KCl ietekmē  $Fe^{2+}$  kompleksa veidošanos ar testu reaģentiem. Palielinoties šķīduma jonu spēkam, šī ietekme kļūst ievērojamāka. Tas ir saistīts ar to, ka palielinoties jonu spēkam, samazinās dzelzs aktivitātes koeficients, līdz ar ko samazinās arī kompleksveidošanās.

### 3.4. Dažādu jonu ietekmes izpēte uz *Iron Check* un *Ida's Iron Check* teststrēmeļu optiskā blīvuma rādījumiem

Lai izpētītu dažādu jonu ietekmi uz testa strēmeļu rādījumiem tika pagatavoti šķīdumi, kas satur  $10 \text{ mg/L}$   $Mg^{2+}$ ,  $Ca^{2+}$ ,  $Al^{3+}$ ,  $Mn^{2+}$ ,  $Cr^{3+}$ ,  $Co^{2+}$ ,  $Zn^{2+}$ ,  $Cu^{2+}$  un  $Pb^{2+}$  jonus, un

veikta šo šķīdumu reakcija ar dzelzs noteikšanas teststrēmelēm pēc iepriekš aprakstītajām metodēm. Iegūtie rezultāti apkopoti 3.1. tabulā.

3.1. tabula

**Dažādu jonu ietekme uz *Iron Check* un *Iron Check* testiem**

Pievienotais jons	Iron Check tests			Ida's Iron Check tests		
	Novērojumi		Mērījumi	Novērojumi		Mērījumi
	Šķīduma krāsa	Testa strēmeles krāsa	$\Delta Dc$	Šķīduma krāsa	Testa strēmeles krāsa	$\Delta Dm$
Mg <sup>2+</sup>	-	Balta	0,1	-	Balta	0,1
Ca <sup>2+</sup>	-	Balta	0,0	-	Balta	0,0
Al <sup>3+</sup>	-	Balta	0,1	-	Balta	0,0
Mn <sup>2+</sup>	-	Balta	0,4	-	Balta	0,3
Cr <sup>3+</sup>	-	Balta	0,0	-	Balta	0,1
Co <sup>2+</sup>	-	Balta	0,2	-	Balta	0,2
Zn <sup>2+</sup>	-	Balta	0,1	-	Balta	0,0
Cu <sup>2+</sup>	-	Balta	0,2	-	Balta	0,3
Pb <sup>2+</sup>	-	Balta	0,0	-	Balta	0,0

Var novērot, ka neviens no pievienotajiem joniem koncentrācijā 10 mg/L maz ietekmē teststrēmeļu rādījumus. No tā varam secināt, ka pievienotie joni koncentrācijā 10 mg/L neveido ar testu reaģentu zilās (*Iron Check*) vai sarkanās (*Ida's Iron Check*) krāsas kompleksu.

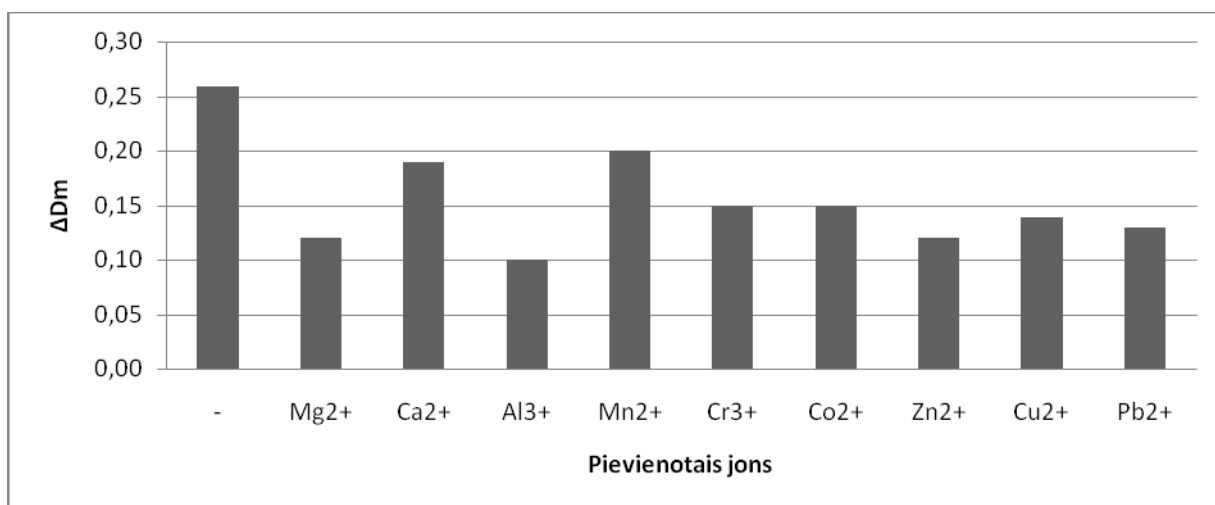
**3.5. Dažu blakus jonu ietekmes izpēte uz *Iron Check* un *Ida's Iron Check* teststrēmeļu rādījumiem**

Lai izpētītu dažu blakus jonu ietekmi uz teststrēmeļu rādījumiem, tika pagatavoti Fe<sup>2+</sup> šķīdumi ar  $\gamma_{Fe^{2+}} = 0,1$  mg/L un 1,0 mg/L, kuriem papildus pievienojām 100 mg/L Ca<sup>2+</sup> vai Mg<sup>2+</sup>, vai 10 mg/L Al<sup>3+</sup>, vai 10 mg/L Mn<sup>2+</sup>, vai Mn<sup>2+</sup>, vai Cr<sup>2+</sup>, vai Co<sup>2+</sup>, vai Zn<sup>2+</sup>, vai Pb<sup>2+</sup>. Minētie joni tika izvēlēti tādēļ, ka tie ir parasti sastopami dabas ūdeņos (Ca<sup>2+</sup>, Mg<sup>2+</sup>) vai rūpnieciskajos notekūdeņos (Al<sup>3+</sup>, Mn<sup>2+</sup>, Cr<sup>2+</sup>, Co<sup>2+</sup>, Zn<sup>2+</sup>, Pb<sup>2+</sup>).

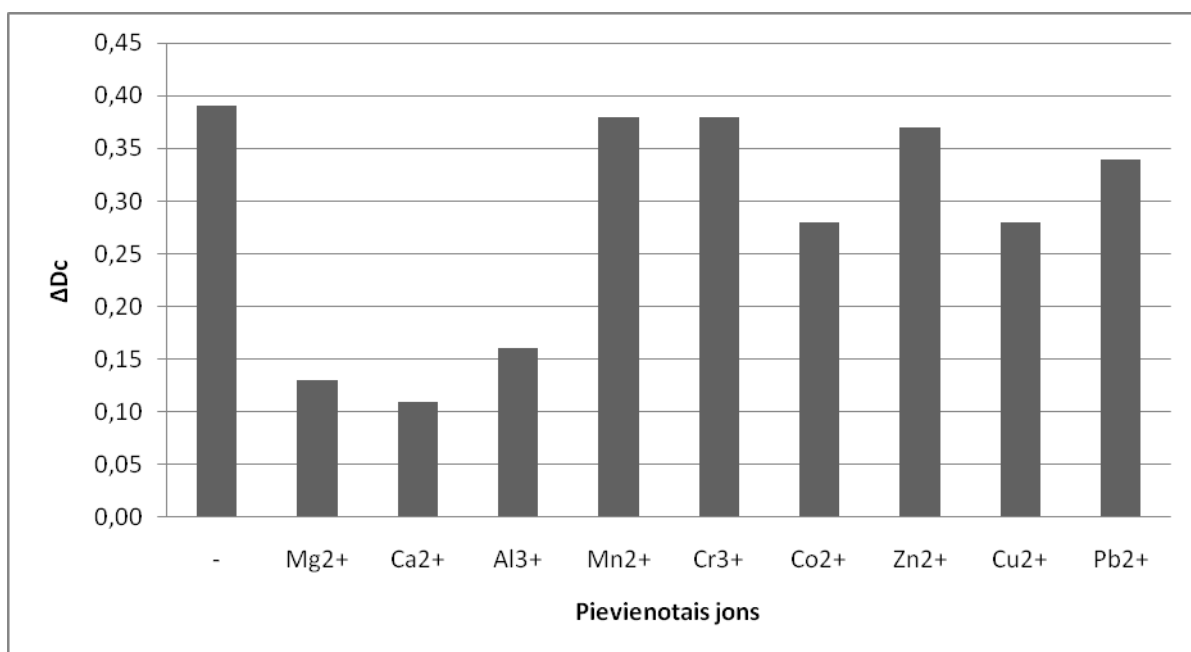
Iegūtos paraugus analizējām ar eksprestestiem. Salīdzinot teststrēmeles krāsojuma intensitāti ar standartkrāsu skalu tika novērots, ka daži joni ietekmē teststrēmeļu rādījumus.

*Ida's Iron Check* gadījumā teststrēmeles optiskā blīvuma rādījumi magnija un alumīnija jonu klātbūtnē uzrāda apmēram 0,03 mg/L Fe<sup>2+</sup>, kalcija un mangāna jonu klātbūtnē 0,06 mg/L (3.10. att.).

*Iron Check* gadījumā teststrēmeles optiskā blīvuma rādījumi magnija vai kalcija jonu klātbūtnē uzrāda apmēram 0,1 mg/L Fe<sup>2+</sup>, ar alumīnija joniem saturošu šķīdumu apstrādātā strēmele – intervālā no 0,1 mg/L līdz 0,5 mg/L, un tikai Mn<sup>2+</sup> neietekmēja eksprestesta rādījumus uzrādot apmēram 1,0 mg/l Fe<sup>2+</sup> (3.11. att.).



**3.10.att. Dažādu jonu ietekme uz *Ida's Iron Check* teststrēmeļu optiskā blīvuma rādījumiem ( $\gamma_{\text{Fe}^{2+}} = 0,1 \text{ mg/L}$ ,  $\gamma_{\text{Ca}^{2+}, \text{Mg}^{2+}} = 100 \text{ mg/L}$ ,  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\gamma_{\text{Mn}^{2+}, \text{Cr}^{2+}, \text{Co}^{2+}, \text{Zn}^{2+}, \text{Pb}^{2+}} = 10 \text{ mg/L}$ )**



3.11.att. Dažādu jonu ietekme uz *Iron Check* teststrēmeļu optiskā blīvuma rādījumiem ( $\gamma_{\text{Fe}^{2+}} = 1,0 \text{ mg/L}$ ,  $\gamma_{\text{Ca}^{2+}, \text{Mg}^{2+}} = 100 \text{ mg/L}$ ,  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\gamma_{\text{Mn}^{2+}, \text{Cr}^{2+}, \text{Co}^{2+}, \text{Zn}^{2+}, \text{Pb}^{2+}} = 10 \text{ mg/L}$ )

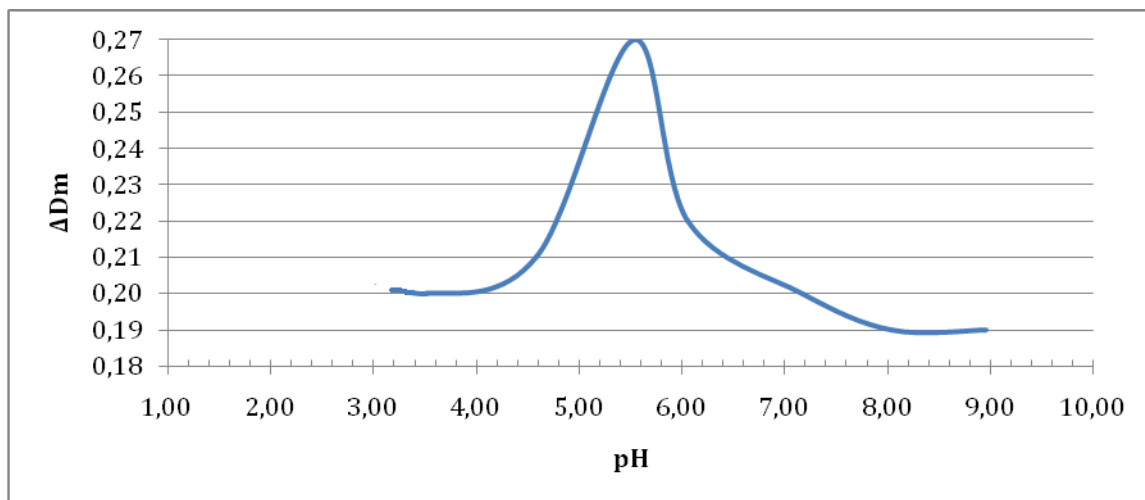
Var novērot, ka arī citi joni ietekmē dzelzs jonu kompleksveidošanās spēju ar 1,10-fenantrolīnu. Visvairāk kompleksveidošanos *Ida's Iron Check* gadījumā ietekmē magnija, alumīnija, cinka un svina joni, bet mangāna un kalcija joni ietekmē kompleksveidošanos vismazāk.

*Iron Check* teststrēmeļu optiskā blīvuma rādījumus arī ietekmē pievienotie joni. Vislielākā ietekme ir  $\text{Ca}^{2+}$  un  $\text{Mg}^{2+}$ , bet  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$  un  $\text{Cr}^{3+}$  šos rādījumus gandrīz neietekmē.  $\text{Al}^{3+}$  gadījumā analizējamais šķīdums nokrāsojas tumši zils, bet teststrēmele paliek gaiša. Tas varētu būt saistīts ar to, ka  $\text{Fe}^{2+}$  joni pēc kompleksa izveidošanās ar TPTZ ( $\text{Al}^{3+}$  var pat neietekmēt kompleksa veidošanos) paliek šķīdumā, jo  $\text{Al}^{3+}$  aizvieto šos kompleksus uz teststrēmeles, tāpēc arī šajā gadījumā testa strēmeles rezultāti ir maldinoši.

### 3.6. pH ietekmes izpēte uz *Iron Check* un *Ida's Iron Check* teststrēmeļu rādījumiem

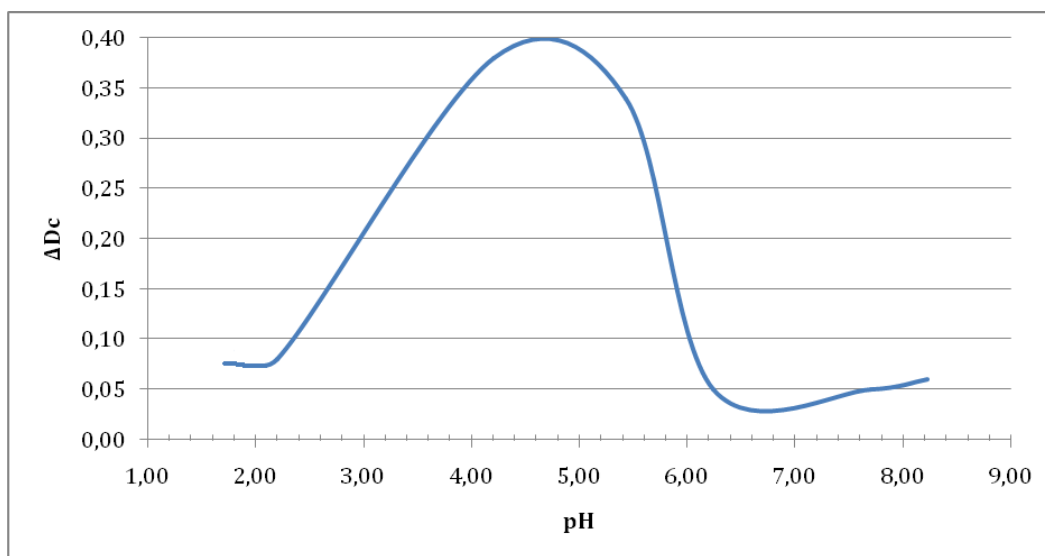
Lai izpētītu pH ietekmi uz teststrēmeļu rādījumiem dzelzs (II) šķīdumos ar koncentrācijām 0,1 mg/L un 1,0 mg/L, pagatavojām šķīdumus ar dažādām pH vērtībām. pH korekcijai pievienojām skābi vai bāzi. Iegūtās pH vērtības tika kontrolētas ar pH metru.

Salīdzinot teststrēmeļu krāsojuma intensitāti ar standartkrāsu skalu, tika noskaidrots, ka pH ietekmē kompleksa veidošanos un attiecīgi arī teststrēmeles krāsas intensitāti.



3.12. att. pH ietekme uz *Ida's Iron Check* teststrēmeļu optiskā blīvuma rādījumiem ( $\gamma_{Fe^{2+}} = 0,1 \text{ mg/L}$ )

Visaugstākais optiskais blīvums *Ida's Iron Check* testam ir pH intervālā 5-6. Zemās pH vērtībās optiskais blīvums strauji samazinās reaģenta protonēšanas dēļ. pH vērtībai pārsniedzot 6 optiskais blīvums strauji samazinās, tas varētu būt saistīts ar to, ka dzelzs jons izgulsnējas hidroksīda veidā. (3.12. att.).



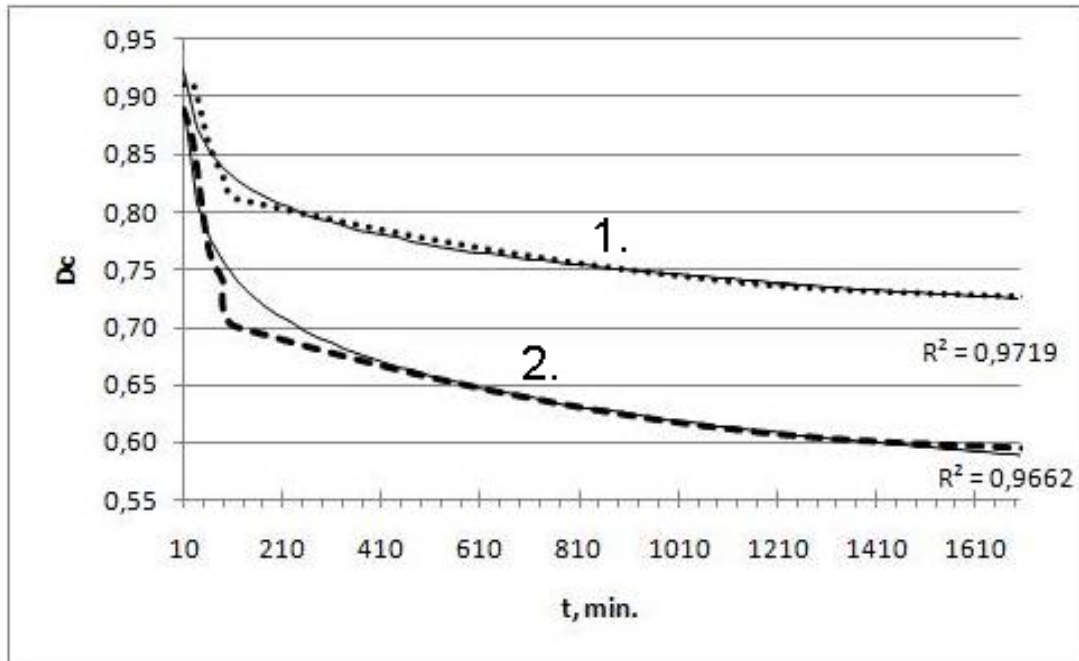
3.13.att. pH ietekme uz *Iron Check* teststrēmeļu optiskā blīvuma rādījumiem ( $\gamma_{Fe^{2+}} = 1,0 \text{ mg/L}$ )

Augstākais optiskais blīvums Iron Check testam ir intervālā 3 – 6. pH vērtībās, kas zemākas par 3 optiskais blīvums strauji samazinās, tas ir saistīts ar to, ka testa reaģents protonējas. Pārsniedzot pH 6, optiskais blīvums atkal sāk samazināties, tas ir saistīts ar to, ka dzelzs joni ar  $\text{OH}^-$  veido hidroksīdus. (3.13. att.).

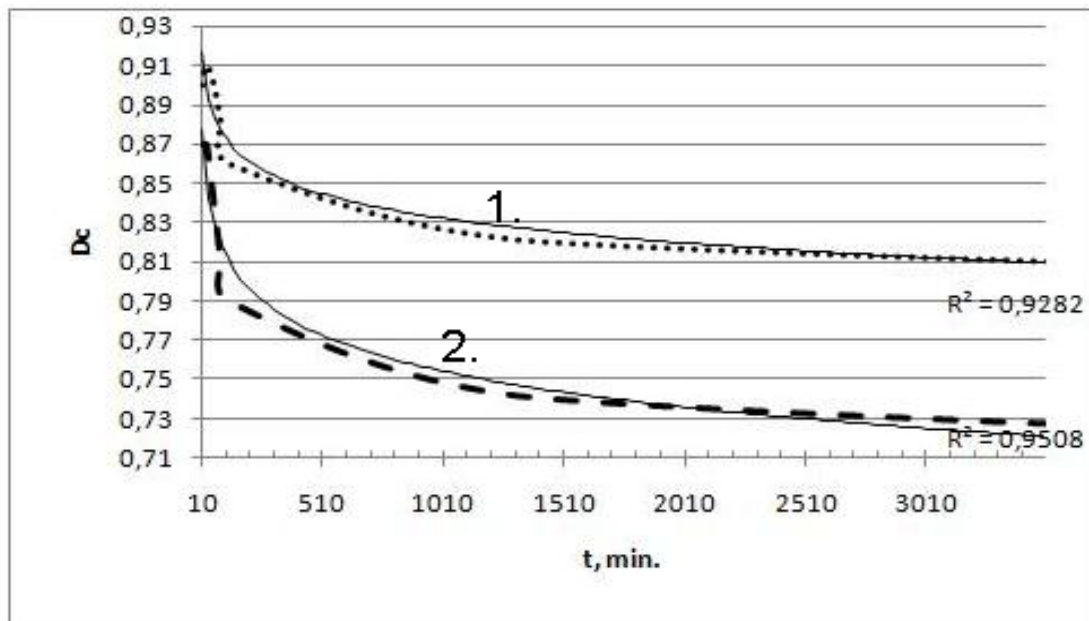
### **3.7. Parauga uzglabāšanas laika ietekmes izpēte uz *Iron Check* testa un *Ida's Iron Check* testu**

Veicot darbu tika pamanīts, ka parauga vecums ietekmē testa strēmeļu nolasījumus, t.i. pēc noteikta laika testa strēmele uzrāda mazāku dzelzs jonu koncentrāciju tādā pašā šķīdumā.

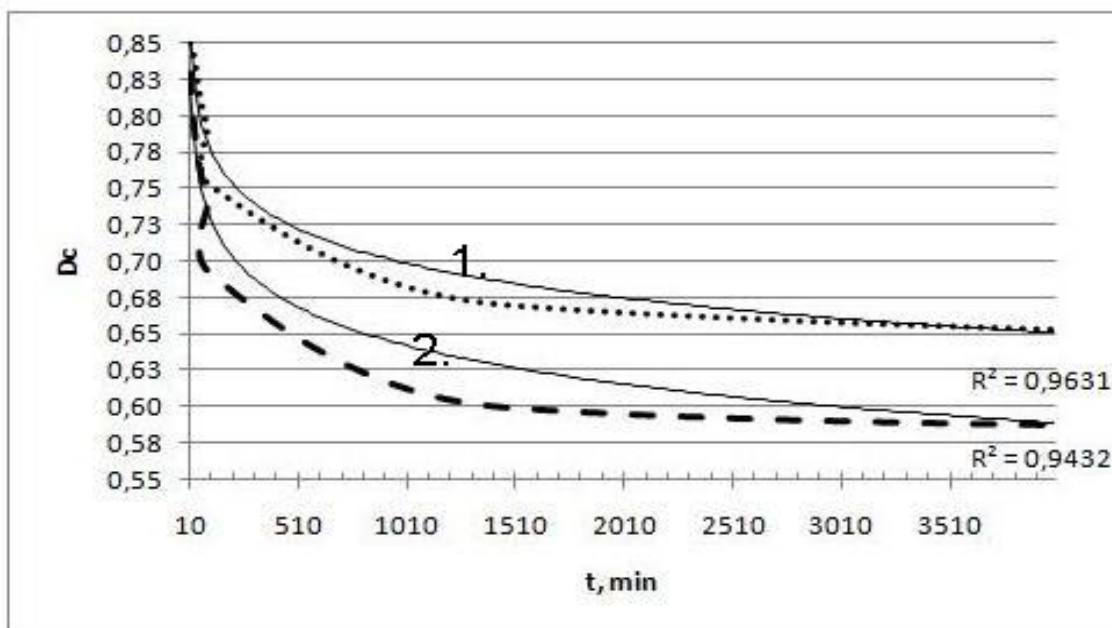
Lai izpētītu šo parādību tika pagatavoti divi šķīdumi: 0,1 mg/L  $\text{Fe}^{2+}$  un 1,0 mg/L  $\text{Fe}^{2+}$ , tie tika sadalīti 12 traukos. Četros traukos: divos, kas satur 0,1 mg/L  $\text{Fe}^{2+}$  un divos, kas satur 1,0 mg/L tika pievienots nedaudz skābes līdz skābai videi ( viens no katras koncentrācijas traukiem tika atstāts vaļējs, bet cits cieši aiztaisīts ciet); četros traukos: divos, kas satur 0,1 mg/L  $\text{Fe}^{2+}$  un divos, kas satur 1,0 mg/L tika pievienots nedaudz bāzes līdz bāziskai videi ( viens no katras koncentrācijas traukiem tika atstāts vaļējs, bet cits cieši aiztaisīts ciet); divus no četriem atlikušiem ar dažādām koncentrācijām arī aiztaisīja ciet. Tika atzīmēts šķīdumu pagatavošanas laiki, iegūti paraugi tika izanalizēti ar eksprestestiem pēc noteikta laika. Salīdzinot iegūtās strēmeles ar standartkrāsu skalu tika novērots, ka laiks, kas pagājis no šķīduma pagatavošanas brīža ietekmē testa strēmeļu rādījumus ( jo vairāk pagājušais laiks, jo mazāk dzelzs uzrāda testa strēmele tajā pašā paraugā).



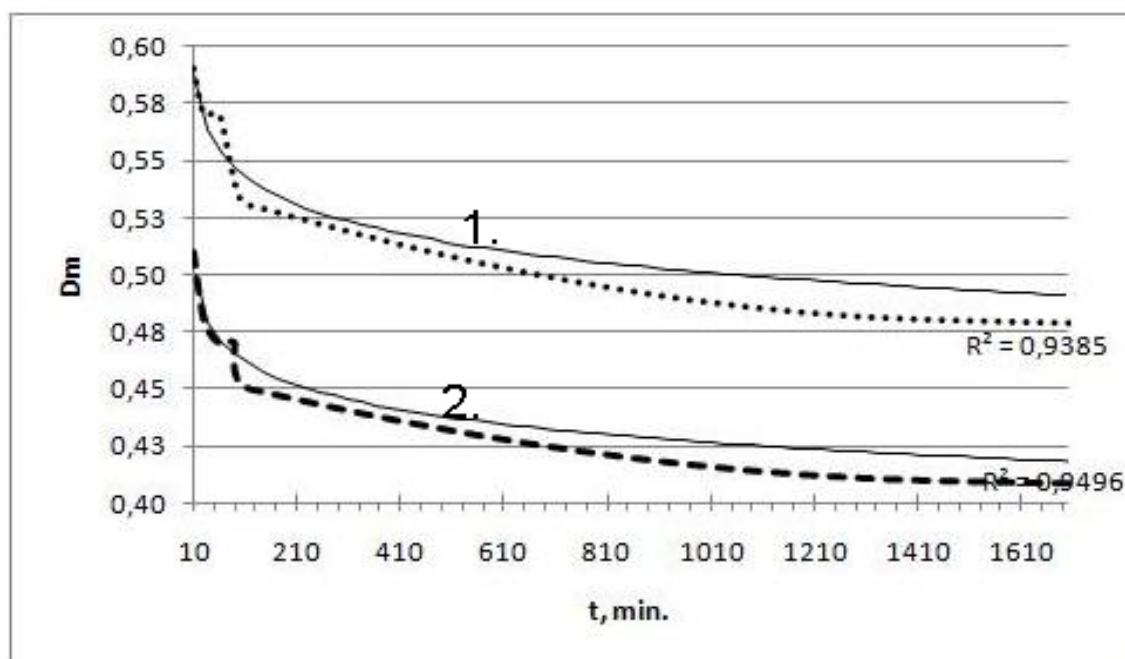
3.14.att. *Iron Check* teststrēmeļu optiskā blīvuma rādījumu izmaiņas laika periodā destilētā ūdenī ( $\gamma_{Fe^{2+}} = 1,0$  mg/L) (Nr.1 – aiztaisīts trauks, Nr.2 – vaļējs)



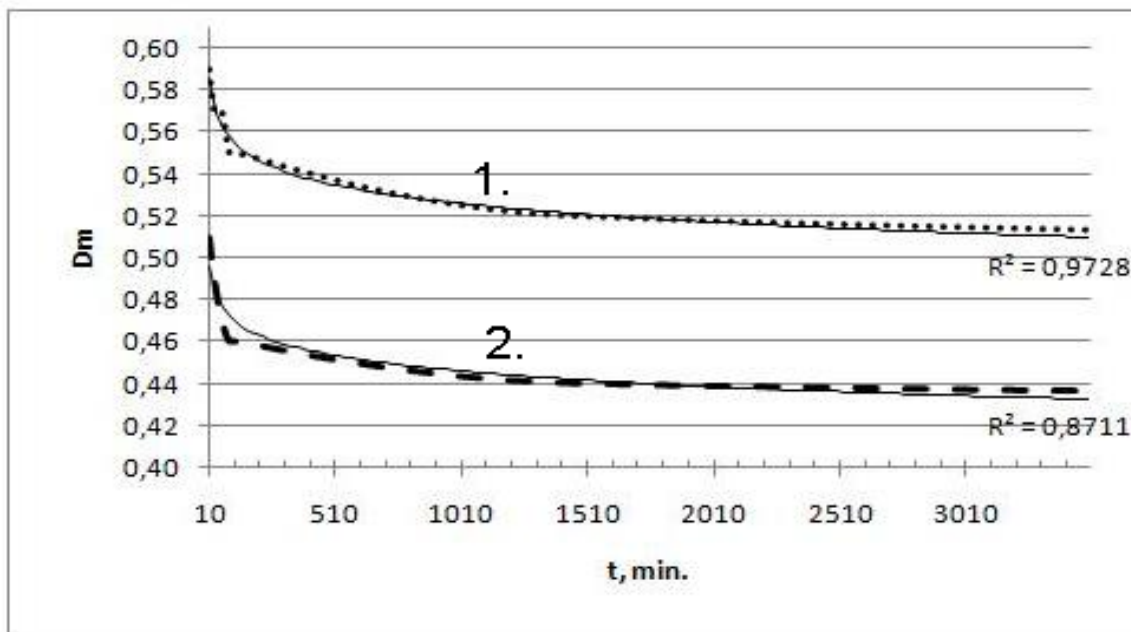
3.15.att. *Iron Check* teststrēmeļu optiskā blīvuma rādījumu izmaiņas laika periodā ( $\gamma_{Fe^{2+}} = 1,0$  mg/L) destilētā ūdenī ar skābes pievienošanu (Nr.1 – aiztaisīts trauks, Nr.2 – vaļējs)



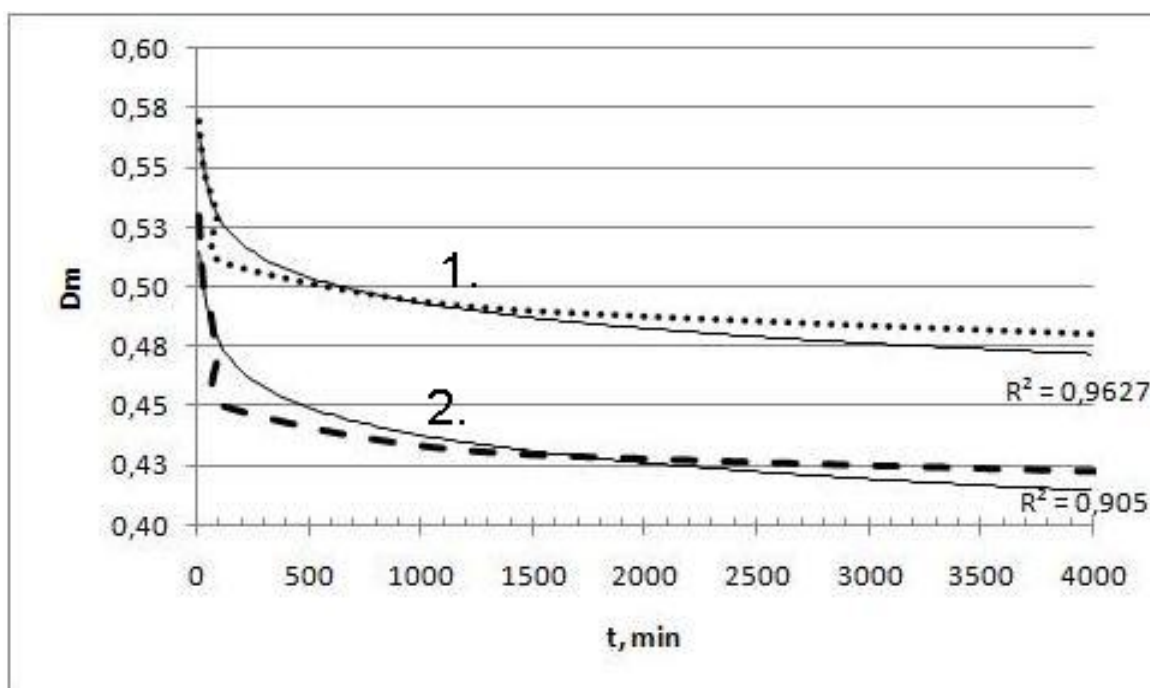
3.16.att. *Iron Check* teststrēmeļu optiskā blīvuma rādījumu izmaiņas laika periodā ( $\gamma_{Fe^{2+}} = 1,0$  mg/L), destilētā ūdenī ar bāzes pievienošanu (Nr.1 – aiztaisīts trauks, Nr.2 – vaļējs)



3.17.att. *Ida's Iron Check* teststrēmeļu optiskā blīvuma rādījumu izmaiņas destilētā ūdenī laika periodā ( $\gamma_{Fe^{2+}} = 0,1$  mg/L) (Nr.1 – aiztaisīts trauks, Nr.2 – vaļējs)



3.18.att. *Ida's Iron Check* teststrēmeļu optiskā blīvuma rādījumu izmaiņas laika periodā ( $\gamma_{Fe^{2+}} = 0,1$  mg/L) destilētā ūdenī ar skābes pievienošanu (Nr.1 – aiztaisīts trauks, Nr.2 – vaļējs)



3.19.att. *Ida's Iron Check* teststrēmeļu optiskā blīvuma rādījumu izmaiņas laika periodā ( $\gamma_{Fe^{2+}} = 0,1$  mg/L) destilētā ūdenī ar bāzes pievienošanu (Nr.1 – aiztaisīts trauks, Nr.2 – vaļējs)

Laiks ietekmē *Iron Check* testa un *Ida's Iron Check* testa spēju noteikt dzelzs savienojumu saturu paraugos, jo lielāks laiks ir pagājis kopš parauga pagatavošanas (paņemšanas), jo mazāk dzelzs uzrāda tests. Pirmo trīs stundu laikā notiek ļoti strauja testa

strēmeļu krāsas optiskā blīvuma samazināšanās un jau pēc pirmās diennakts šī izmaiņa kļūst neliela. Pēc iegūtiem datiem var spriest, ka vaļējā traukā notiek lielāka testa strēmeļu optiskā blīvuma samazināšanās. Tas varētu būt saistīts ar to, ka dzelzs viegli oksidējas ar gaisa skābekli un izgulsnējas uz trauka sienām dzelzs (III) hidroksīda veidā. Paraugos, kuros tika pievienota skābe, strēmeļu optiskais blīvums samazinās mazāk nekā tīrā destilētā ūdenī, tas varētu būt saistīts ar to, ka zemās pH vērtībās dzelzs lēnāk oksidējas ar gaisa skābekli, kā arī neveidojas hidroksokompleksi.

### **3.8. Dzelzs daudzuma noteikšana dabas ūdens paraugos ar *Iron Check* un *Ida's Iron Check* testiem**

Dzelzs savienojumu noteikšanai dabas ūdens paraugos ar *Iron Check* un *Ida's Iron Check* testu Daugavpils rajonā tika savākti četri ūdens paraugi (1. pielikums).

Pirmais paraugs tika paņemts no urbuma, kas atrodas naftas bāzes teritorijā *Ingrid-A*, otrais paraugs tika paņemts no urbuma Lauceses rajonā, trešais paraugs tika paņemts no ūdensvada Tiltos un ceturtais paraugs tika paņemts no ūdensvada Līksnas rajonā.

Paņemtie paraugi tika izanalizēti ar *Iron Check* testa strēmelēm un *Ida's Iron Check* testa strēmelēm.

**Paraugs Nr.1.:** *Iron Check* teststrēmeles vizuāli uzrāda dzelzs jonu koncentrāciju starp 0,5 mg/L un 0,75 mg/L, *Ida's Iron Check* teststrēmeles vizuāli uzrāda dzelzs jonu koncentrāciju ap 0,3 mg/L. Izmērot teststrēmeļu krāsas optisko blīvumu, densitometrs IHARA R710 uzrādīja  $\Delta D_c = 0,27$  *Iron Check* testam un  $\Delta D_m = 0,33$  *Ida's Iron Check* testam.

**Paraugs Nr.2.:** *Iron Check* teststrēmeles vizuāli uzrāda dzelzs jonu koncentrāciju starp 0,3 mg/L un 0,5 mg/L, bet *Ida's Iron Check* tests ap 0,3 mg/L. Izmērot teststrēmeļu krāsas optisko blīvumu, densitometrs IHARA R710 uzrāda  $\Delta D_c = 0,20$  *Iron Check* testam un  $\Delta D_m = 0,32$  *Ida's Iron Check* testam.

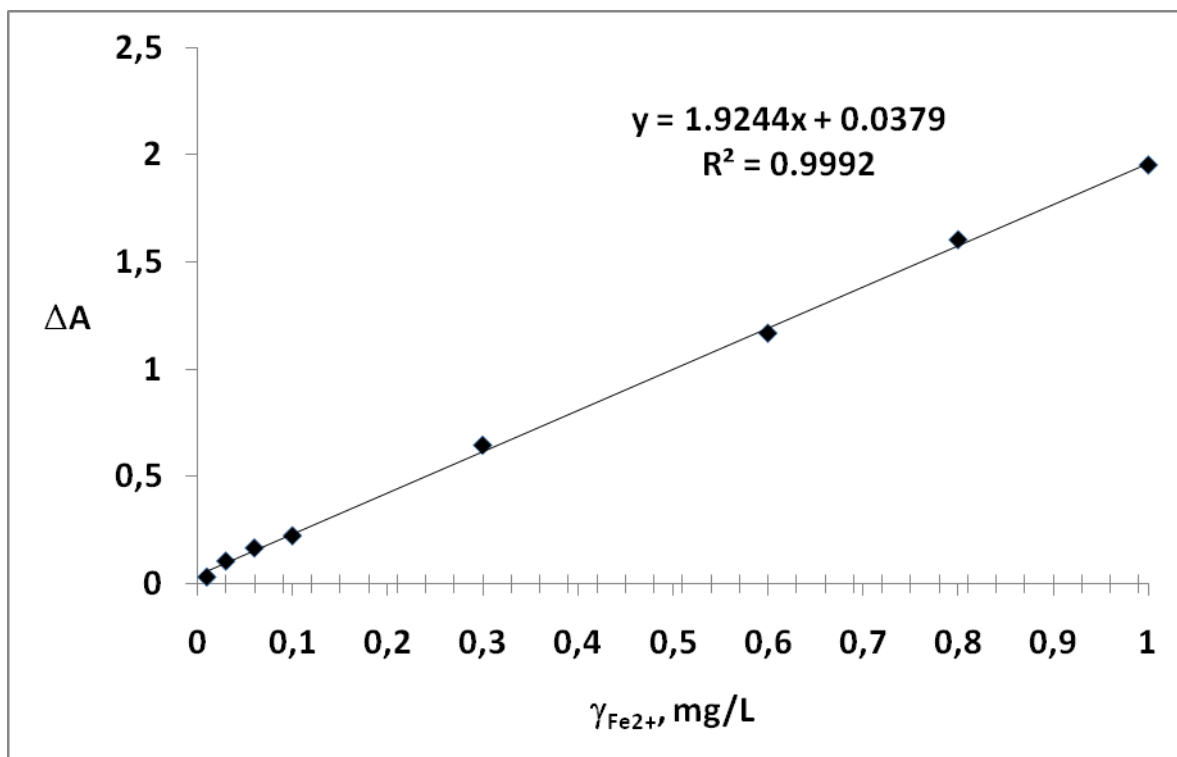
**Paraugs Nr.3.:** *Iron Check* teststrēmeles vizuāli uzrāda dzelzs jonu koncentrāciju ap 0,2 mg/L, bet *Ida's Iron Check* - starp 0,1 mg/L un 0,3 mg/L. Izmērot teststrēmeļu krāsas optisko blīvumu, densitometrs IHARA R710 uzrādīja  $\Delta D_c = 0,13$  *Iron Check* testam un  $\Delta D_m = 0,29$  *Ida's Iron Check* testam.

**Paraugs Nr.4:** *Iron Check* testa strēmeles vizuāli uzrāda dzelzs jonu koncentrāciju starp ap 0,2 mg/L, bet *Ida's Iron Check* tests starp 0,1 mg/L un 0,3 mg/L. Izmērot teststrēmeļu krāsas optisko blīvumu, densitometrs IHARA R710 uzrādīja  $\Delta D_c = 0,16$  *Iron Check* testam un  $\Delta D_m = 0,30$  *Ida's Iron Check* testam.

Lai noskaidrotu *Iron Check* testa un *Ida's Iron Check* testa radījumu pareizību nepieciešams salīdzināt ar eksperimentāli iegūtos datus ar datiem, kas ir iegūti ar klasisko kvantitatīvās noteikšanas metodi. Tā kā darba gaitā tika noskaidrots, ka imobilizētie reaģenti saglabā savas analītiskās īpašības un gaismas absorbcijas spektri teststrēmelei ir identiski gaismas absorbcijas spektriem šķīdumā par salīdzināšanas metodi tika izvēlēta fotometriska dzelzs noteikšana ar TPTZ.

Lai uzņemtu kalibrēšanas taisni dzelzs jonu fotometriskai noteikšanai ūdens paraugos, tika pagatavoti šķīdumi ar dzelzs (II) jonu saturu: 0,01 mg/L, 0,03 mg/L, 0,06 mg/L, 0,1 mg/L, 0,3 mg/L, 0,6 mg/L, 0,8 mg/L, 1,0 mg/L.

Iegūtiem šķīdumiem tika izmērīta absorbcija pie  $\lambda = 596$  nm, 5 cm ķīvetē.



3.20.att. Kalibrēšanas taisne Fe(II) jonu fotometriskai noteikšanai ar TPTZ ( $\lambda = 596$  nm,  $b = 5$  cm)

Iegūtas kalibrēšanas taisnes vienādojums ir:

$$A=1,9244\gamma + 0,0379 \quad (3.2.)$$

,kur A ir absorbcija, bet  $\gamma$  – dzelzs (II) jonu koncentrācija paraugā.

Ņēmot vērā to, ka darba gaitā paraugs tika atšķaidīts aprēķinos ir jāņem vērā parauga atšķaidījums. Šķīduma pagatavošanai izmantotās pipetes tilpums ir 50 mL un izmantotās kolbas tilpums ir 100mL, aprēķinoto ar vienādojumu (3.2.) x vērtību ir jāreizina ar kolbas nomonāla tilpuna attiecību pret pipettes nominālo tilpumu:

$$\gamma_{Fe^{2+}} = \gamma \cdot (V_k/V_p) \quad (3.3) \quad , \text{ kur}$$

$\gamma_{Fe^{2+}}$  - dzelzs (II) koncentrācija, mg/L;

$V_k$ . – izmantotās kolbas tilpums, mL;

$V_p$ . – izmantotās pipetes tilpums, mL.

Iegūtie dati dabas ūdens paraugos ir apkopoti 3.2. tabulā.

3.2. tabula

### Dzelzs (II) koncentrācija analizējamos paraugos

Parauga Nr.	A	$\gamma_{Fe}$ , mg/L
1.	0,602	0,59
2.	0,361	0,34
3.	0,221	0,19
4.	0,259	0,23

Kā varam novērot ar *Iron Check* testu iegūtie gan vizuālie, gan ar densitometru izmērītie dati ūdens paraugiem atbilst datiem, kas tika iegūti ar fotometrisko metodi.

Ne visi ar *Ida's Iron Check* testu iegūtie dati atbilst datiem, kas tika iegūti ar fotometrisko metodi, bet tas ir saistīts ar to, ka pirmā un otrā paraugā dzelzs jonu

koncentrācijas pārsniedza maksimālo dzelzs jonu koncentrāciju testa standarta skalā, līdz ar ko, pareiza dzelzs jonu koncentrācijas izvērtēšana kļuva neiespējama.

Tātad *Iron Check* testa mērīšanas intervāls ļauj to izmantot dažāda veida ūdens paraugu analīzei, bet *Ida's Iron Check* testa mērīšanas intervāls ļauj veikt mērījumus tikai dzeramajā ūdenī, kur parasti dzelzs savienojumu saturs nepārsniedz 0,3 mg/L

## SECINĀJUMI

1. Imobilizētie reaģenti saglabā savas analītiskās īpašības un gaismas absorbcijas spektri teststrēmelei ir identiski gaismas absorbcijas spektriem šķīdumā, tādēļ tos var izmantot dzelzs jonu identifikācijai.
2. Iegūta nelineāra sakarība starp dzelzs jonu koncentrāciju šķīdumā un teststrēmeļu krāsojuma optisko blīvumu.
3. Palielinot šķīduma jonu spēku, samazinās *Iron Check* testa un *Ida's Iron Check* rādījumi, kas saistīts ar jonu aktivitātes kritumu.
4. *Ida's Iron Check* testa rezultāti ir apšaubāmi magnija, vara, alumīnija, mangāna, cinka un svina jonu klātbūtnē. *Iron Check* testa rezultāti ir apšaubāmi magnija, kalcija un alumīnija jonu klātbūtnē.
5. *Ida's Iron Check* testam optimālais pH ir 5-6, bet *Iron Check* testam 3 - 6. Mazākās pH vērtībās notiek reaģenta potonēšana, bet austākās dzelzs joni izgulsnējas hidroksīdu veidā.
6. *Iron Check* testu iespējams lietot kvantitatīvai dzelzs savienojumu koncentrācijas noteikšanai ūdenī.
7. *Ida's Iron Check* testu iespējams lietot kvantitatīvai dzelzs savienojumu noteikšanai dzeramajā ūdenī, kur parasti dzelzs jonu saturs nepārsniedz 0,3 mg/L.

## LITERATŪRAS SARAKSTS

1. Железо в воде и его удаление [tiešsaite], центр водных технологий [pēdējā atsauce 07.04.2009], pieejams : <http://www.water.ru/bz/param.ferrum.shtml>
2. Dzelzs dzeramajā ūdenī [tiešsaite], Sabiedrības veselības aģentūra, [pēdējā atsauce 07.04.2009.], pieejams: [http://old.sva.lv/vfu/dokumenti/Dzelzs\\_inform\\_dok.doc](http://old.sva.lv/vfu/dokumenti/Dzelzs_inform_dok.doc)
3. Dzeramā ūdens nekaitīgums, drošums un veselīgums [tiešsaite], Latvijas Jaunatnes Sabiedrības veselības organizācija [ pēdējā atsauce 07.03.2009], pieejams: [www.ljsvo.times.lv/Dzeramais\\_udens.doc](http://www.ljsvo.times.lv/Dzeramais_udens.doc)
4. Dzeramā ūdens kvalitāte Latvijā 2007. [tiešsaite], Sabiedrības veselības aģentūra, dzeramā ūdens monitorings [pēdējā atsauce 07.04.2009], pieejams: <http://old.sva.lv/vfu/umdzumd2007/info2007.php>
5. **М. И. Булатов, И.П. Каклинский**, *Практическое руководство по фотометрическим методам анализа*, Ленинград: Химия, 1986., с. 355 – 356.
6. **Ю. Ю. Лурье**, *Аналитическая химия промышленных сточных вод*, Москва: Химия, 1984, 447 с.
7. Вестник московского университета [tiešsaite], {atsauce 2000 }, pieejams: [www.chem.msu.su/rus/vmgu/003/182.pdf](http://www.chem.msu.su/rus/vmgu/003/182.pdf)
8. What is the TPTZ – Fe antioxidant power [tiešsaite], Answers corporation, pieejams: [http://wiki.answers.com/Q/What\\_is\\_the\\_TPTZ\\_-Fe\\_Reaction\\_in\\_antioxidant\\_power](http://wiki.answers.com/Q/What_is_the_TPTZ_-Fe_Reaction_in_antioxidant_power)
9. Iron. TPTZ titration method [tiešsaite], Hach Company [pēdējā atsauce 21.02.2009], pieejams: [https://www.hach.com/fmmimghach?/CODE%3AEX\\_IRON15805%7C1](https://www.hach.com/fmmimghach?/CODE%3AEX_IRON15805%7C1)
10. **E. Jansons**, *Analītiskās ķīmijas teorētiskie pamati*, 2006., 307 lpp
11. **Булатов М. И., Калинкин И. П.**, *Практическое руководство по фотометрическим методам анализа*, Ленинград, 1986., с. 284.
12. **Пилипенко А. Т., Тананайко М. М.**, *Разнолигандные и разнометалльные комплексы и их применение в аналитической химии*, Ленинград: Химия, 1983., с.13.
13. **Бабко А. К., Пилипенко А. Т.**, *Фотометрический анализ*, Москва, 1968., с. 112-124.
14. **Золотов Ю. А., Иванова В. М., Амелин**, *Химические тест - методы анализа*, Москва, 2002, с. 301.
15. **Unger-Heumann M., Fresenius J.** *Anal. Chem.*, 1996., 354, 803 lpp.

16. **Акимова А.Г., Гавриленко Н.А., Мокроусов Г.М.**, *Определение железа (II,III) реагентами, иммобилизованными в поликристаллическую матрицу*, из: „Аналитика Сибири и дальнего востока 2004”, Томск, VII конференция.
17. Rāžošans – tehniskais žurnāls „Poligrāfija”.N 1., 2006.g.
18. **Степанова Р.Ф.**, *Использование компьютерной техники в практике количественного анализа. Потенциометрический и фотометрический метод*, Самара: Самарский Университет, 2003., с. 47-49.
19. Ava Mouse [tiešsaite], ООО ЛОКАМЕД [pēdējā atsauce 23.03.2009.], pieejams: <http://www.avantes.ru/spectrometer/avamouse.php>
20. AvaSoft [tiešsaite], ООО ЛОКАМЕД [pēdējā atsauce 23.03.2009.] ,pieejams: <http://www.avantes.ru/program/2.php>
21. Antioxidant activity and phenolic compounds in 32 selected herbs[tiešsaite], Department of Fruit and Vegetable Processing, Wroclaw Environmental and Life Science University [pēdējā atsauce 02.04.2009], pieejams: <http://www.aseanfood.info/Articles/11020388.pdf>
22. **М. Н. Менча**, Железобактерии в системах питьевого водоснабжения из подземных источников, *Водоснабжение и санитарная техника*, Nr.7, 2006, с. 25-32., pieejams internetā: <http://www.voda.na.by/index.files/79.htm>
23. Analysis of Ferrous Iron in a Vitamin Pill [tiešsaite], Chemistry @ Wellesley College, [pēdējā atsauce 07.04.2009], pieejams: <http://www.wellesley.edu/Chemistry/Chem105manual/Lab04/lab04.html>
24. Reflection densitometry [tiešsaite], Tobias Associales, inc., [pēdējā atsauce 07.03.2009], pieejams : <http://ourworld.compuserve.com/homepages/tobiasinc/TApages/bulletin3.htm>