

УДК 615.014

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ В ЭКСТРАКТЕ МЕТОДОМ ИНВЕРСИОННОЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ

Ибраев М.К.¹, Исабаева М.Б.¹, Голубев О.А.¹, Кириенко А.В.¹

¹Карагандинский государственный технический университет, Казахстан, Караганда, e-mail:
kstu@kstu.kz

Аннотация. Представлены результаты исследования углекислотного экстракта растения *Scabiosa ochroleuca*, семейства Dipsacaceae (ворсянковые) на присутствие тяжелых металлов (Zn, Cd, Pb, Cu). Определены Zn, Cd, Pb, Cu в CO₂-экстракте скабиозы бледно-желтой (*Scabiosa ochroleuca*) методом инверсионной вольтамперометрии. Изучение количественных и качественных показателей веществ, влияющих на химическую безопасность углекислотного экстракта из *Scabiosa ochroleuca*, ранее не проводилось. Результаты исследования показали, что содержание тяжелых металлов в углекислотном экстракте *S. ochroleuca* не превышает предел допустимых концентраций, что является важным критерием при разработке лекарственных средств. При исследовании на качество и безопасность объекта также применяют метод пламенной атомной абсорбции способом мокрой минерализации или сухого озоления согласно межгосударственному стандарту.

Ключевые слова: *Scabiosa ochroleuca*, инверсионная вольтамперометрия, определение тяжелых металлов, лекарственные средства, безопасность лекарственного сырья, углекислотный экстракт, анализ лекарственных средств.

DETERMINATION OF THE CONCENTRATION OF HEAVY METALS IN EXTRACT BY THE METHOD OF INVERSION

Ibraev M.K.¹, Isabaeva M.B.¹, Golubev O.A.¹, Kirienko A.V.¹

¹Karaganda State Technical University, Kazakhstan, Karaganda, e-mail: kstu@kstu.kz

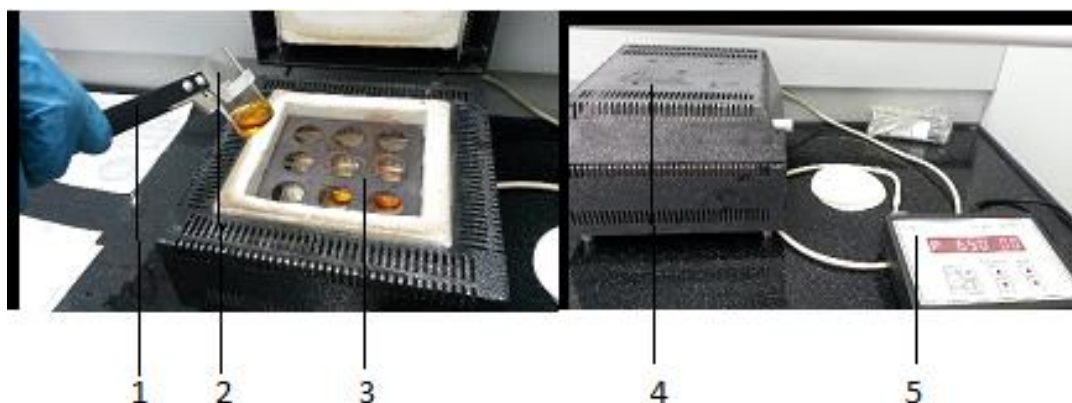
Abstract. The authors present the results of the study of carbon dioxide extract of plant of the family Dipsacaceae (the teasel family) on the presence of heavy metals (Zn, Cd, Pb, Cu) by the method of inversion voltammetry. The purpose of the study - determination of Zn, Cd, Pb, Cu in CO₂ extract of scabiosa pale yellow (*Scabiosa ochroleuca*). The study of the carbon dioxide extract from *Scabiosa ochroleuca* is carried out for the first time. The results of the study showed, that the content of heavy metals in the carbonic acid extract of *S. ochroleuca* does not exceed the limit of allowable concentrations, which is an important criterion in the development of medicines. When investigating the quality and safety of an object also apply the method of flame

atomic absorption (State industry standard 30178-96. Raw materials and food products, atomic absorption method for the determination of toxic elements), by the method of wet mineralization or dry ashing.

Keywords: *Scabiosa ochroleuca*, inversion voltammetry, determination of heavy metals, medicines, security lekarstvennogo raw materials, carbon dioxide extract, analysis of medicines.

Введение. Определение примесей тяжелых металлов (ГФ РК т.1, 2.4.27), важный этап в фармацевтической разработке лекарственного средства, определяющий оценку безопасности и качества. Методом инверсионной вольтамперометрии проводят количественное определение элементов, например, мышьяка [7], селена [1], серы в топливе [5], так же биологически активных веществ [8] и антиоксидантную активность [2] исследуемых индивидуальных соединений или суммы веществ. Метод позволяет исследовать как твердые [9], так и жидкие объекты [6]. Методы исследования. Объект исследования: углекислотный экстракт скабиозы бледно-желтой (*S. ochroleuca*). Сбору подверглись надземные части растения *S. ochroleuca* в Карагандинской области, в августе 2016 г., в фазу полного цветения, в окрестностях аула Керней, Бухаржырауского района [3]. Углекислотная экстракция была проведена в ТОО «Фитоаромат» на установке УУПЭ (5л), в соответствии со стандартом предприятия СТ 27658-1910- ТОО-02-2011 (Министерство по инвестициям и развитию Республики Казахстан «Экспортная продукция Казахстана» 2016, АО «Национальное агентство по экспорту и инвестициям «Kaznex invest» - С.108-109), из воздушно-сухого сырья измельченной надземной части исследуемых растений.

Материалы и методы. Исследование на присутствие тяжелых металлов проводили на базе Научноисследовательского института «Новые материалы» Карагандинского государственного технического университета. Содержание тяжелых металлов (цинк, кадмий, свинец, медь) определяли на комплексе вольтамперометрическом СТА-1, с установленными непосредственно в анализатор магнитными мешалками и лампой ультрафиолетового облучения. Пробы готовили методом «мокрого озоления», на комплексе пробоподготовки «Темосэкспресс» ТЭ – 1. На рисунке 1 представлен СО₂-экстракт на стадии выпаривания. В качестве рабочего электрода использовали ртутно-пленочный электрод, хлорсеребряный электрод в качестве вспомогательного. Измерение проводили в условиях ультрафиолетового облучения. Пробы перемешивались магнитными мешалками. Определение содержания тяжелых металлов проводили одновременно из одного раствора, методом добавок аттестованных смесей определяемых элементов (Zn, Cd, Pb, Cu), приготовленных из государственных стандартных образцов (ГСО).



- 1- Щипцы
- 2- Стаканчики кварцевые с CO₂ – экстрактом
- 3- Термокамера для пробоподготовки
- 4- Металлическая решетка,
- 5- Устройства управления УУ

Рис.1. Комплекс пробоподготовки «Темос-экспресс» ТЭ – 1.

Экспериментальная часть. Для исследования приготовили три пробы: две параллельные и одна резервная. Навеску CO₂ – экстракта скабиозы бледно-желтой в количестве 0.1 г, вносим в кварцевые стаканчики, приливаем по 2 мл концентрированной азотной кислоты и помещаем в термокамеру. Выпаривали при температуре 156-350 °С. По истечении 30 мин изымаем из термокамеры, слегка остудив, добавляем 30% - раствор перекиси водорода, помещаем кварцевые стаканчики с образцами в термокамеру, закрываем металлической крышкой и выдерживаем при температуре 650 °С до получения золы, без угольных включений. В результате получена зола белого цвета, представленная на рисунке 2, к которой приливаем 2 мл 6М HCl. и выпариваем до влажного осадка при температуре 150 - 200 °С.



Рис. 2. Зола углекислотного экстракта скабиозы бледно-желтой.

Непосредственно перед проведением анализа на вольтамперметрическом анализаторе, в кварцевые стаканчики наливаем 9.8 мл бидистиллированной воды, затем добавляем 0.2 мл раствора концентрированной муравьиной кислоты (фоновый раствор). Проводим регистрацию вольтамперограмм: 1- фонового раствора; 2. добавляем 0,5 мл пробы, 3. пробы с добавкой аттестованной смеси в объеме 0,04 мл (цинк, медь) и 0,02 мл (кадмий, свинец).

Результаты исследования. Вольтамперограммы *S. ochroleuca* представлены на рисунке 3,4.

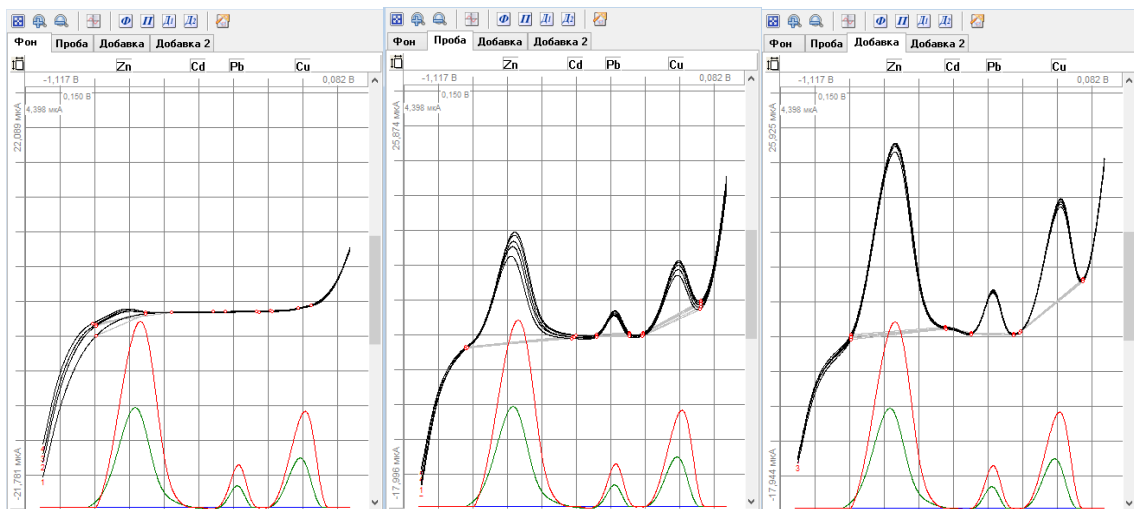


Рис.3. Вольтамперограмма *S. ochroleuca*. Ячейка №1.

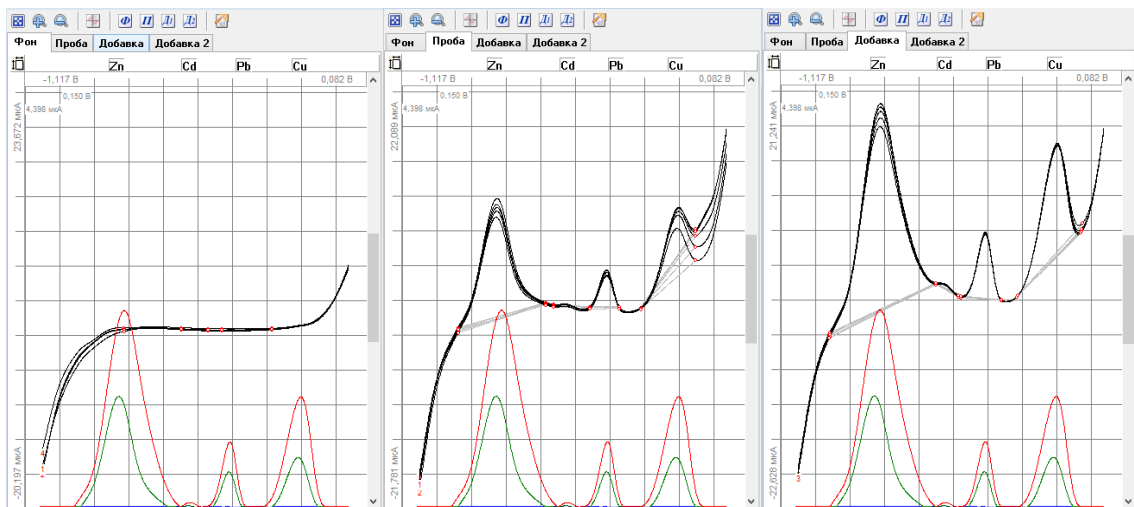


Рис. 4. Вольтамперограмма *S. ochroleuca*. Ячейка №2.

Расчет массовых концентраций производится программой автоматически по параметрам ячеек №1 и №2, по формуле [4].

Параметры условий измерения концентрации элементов представлены в таблице.

Параметры измерения концентраций элементов Zn , Cd , Pb , Cu в CO₂ - экстракте *Scabiosa ochroleuca*

РЕЗУЛЬТАТЫ АНАЛИЗА							
		Ячейка - 1		Ячейка - 2		Ячейка – 3	
Номер пробы		1		2		3	
Токи пиков		I (мкА)		I (мкА)		I (мкА)	
Проба	Zn	12,668		13,991		7,906	
	Cd	0,009		0,129		1,890	
	Pb	2,768		4,420		3,043	
	Cu	6,299		6,244		4,791	
Добавка	Zn	23,562		24,868		13,342	
	Cd	0,062		0,528		6,062	
	Pb	5,424		8,237		7,294	
	Cu	12,207		13,916		11,131	
Количество		(мг/ дм ³)	Объем (см ³)	(мг/ дм ³)	Объем (см ³)	(мг/ дм ³)	Объем (см ³)
Добавка	Zn	1	0,04	1	0,04	1	0,04
	Cd	1	0,02	1	0,02	1	0,02
	Pb	1	0,02	1	0,02	1	0,02
	Cu	1	0,04	1	0,04	1	0,04
V _{аликвоты} (см ³)		0,5		0,5		0,5	
V _{минерализата} (см ³)		0,1		0,1		0,1	
M _{навески} (Г)		0,1		0,1		0,1	
V _{пробы} (см ³)		0,1		0,1		0,1	
Концентрация мг/дм ³							
Zn		0,093030		0,102900		0,115800	
Cd		0,000331		0,000644		0,000906	
Pb		0,004167		0,004631		0,002743	
Cu		0,085280		0,065110		0,060450	
Контроль сходимости	Zn	0,097970 ± 0,024490 (мг/дм ³) P = 0,95					
	Cd	0,000488 ± 0,0000122 (мг/дм ³) P = 0,95					
	Pb	0,004399 ± 0,001100 (мг/дм ³) P = 0,95					
	Cu	0,062780 ± 0,015700 (мг/дм ³) P = 0,95					

Обсуждение результатов. В ГФ РК т.1, 2.4.8 описываются методы исследования на определение присутствия допустимых значений тяжелых металлов в объекте, путем сравнения интенсивности окраски испытуемого и стандартного раствора. Это вызывает затруднение при оценке интенсивности окраски, нет абсолютных значений. Методы ограничены и не позволяют определять все металлы, влияющие на качество и безопасность объекта. Метод инверсионной вольтамперометрии соответствует метрологическим требованиям. Химические помехи, влияющие на определение элементов, устраняются на этапе пробоподготовки. Простота в аппаратном оформлении, дешевизна метода дает преимущество перед остальными методами, такими как атомно-абсорбционная спектроскопия, высокоэффективная жидкостная хроматография, эмиссионная спектроскопия.

Вывод. Результаты исследования показали, что углекислотный экстракт *Scabiosa ochroleuca* - это качественное и безопасное лекарственное средство, которое можно в дальнейшем использовать при разработке лекарственных форм.

Список литературы

1. Антонова С. Г., Носкова Г. Н., Колпакова Н. А. Определение селена методом катодной инверсионной вольтамперометрии. Известия Томского политехнического университета, 2009. - Т.315. - №3. - С.23-27.
2. Дорожко Е.В., Короткова Е.И. Исследование антиоксидантных свойств биологически активных серосодержащих соединений вольт амперометрическим и спектрофотометрическим методами. Химико-фармацевтический журнал, 2010. –Т. 44 (10). – С. 53-56.
3. Жунусова М.А., Ишмуратова М.Ю., Абдуллабекова Р.М. К изучению анатомического строения листа скабиозы исетской // Материалы пятой международной научно-практической интернет-конференции «Лекарственное растениеводство: от опыта прошлого к современным технологиям», г. Полтава, 27-28 декабря 2016. - С.197-200.
4. Захарова Э.А. и др. Определение тяжелых металлов в лекарственных средствах Алмагель и Алмагель А методом анодной инверсионной вольтамперометрии // Химико-фармацевтический журнал, 2002, - Т. 36 (5). - С.52-54.
5. Матвейко Н. П., Брайкова А. М., Калиниченко А. С. Определение содержания серы в топливе методом инверсионной вольтамперометрии. Журнал Энергетика. Известия высших учебных заведений и энергетических объединений СНГ, 2011.- № 6. - С.56-62.

6. Субботина Н. С., Дмитрук С. Е., Бабешина Л. Г., Келус Н. В., Никифоров Л. А., Носкова Г. Н., Тартынова М. И. Исследование исходного сырья и экстрактов на содержание тяжелых металлов. Вестник НГУ. Серия: Биология, клиническая медицина, 2010. – Т. 8(3). – С.92-97.
7. Чупракова А. М., Боган В. И., Максимюк Н. Н., Асенова Б. К. Применение инверсионной вольтамперометрии при контроле содержания мышьяка в алкогольных напитках // Молодой ученый, 2014. — №15. — С. 45-48.
8. Шелеметьева О.В., Сизова Н.В., Слепченко Г.Б. Определение содержания витаминов и биологически активных веществ в растительных экстрактах различными методами. Химия растительного сырья, 2009. - №1. - С. 113–116.
9. 9Buialska N., Denisova N., Kupchik E. Problem of accumulation of heavy metals in medicinal plants. Canadian Scientific Journal, 2015.-№2. - P.13-19.