

Корисна модель належить до експрес-способів аналізу за допомогою індикаторних систем на базі хромогенних сполук для виявлення наявності та концентрації фосфат-іонів у водах різного походження та складу.

У відомому рівні техніки застосовують різноманітні методи визначення фосфат-іонів у водних середовищах, зокрема фотометричні, титриметричні, іон-селективні електроди та методи іонної хроматографії. Проте більшість із них вимагає використання складного лабораторного обладнання, кваліфікованого персоналу та тривалого часу на підготовку зразків, що обмежує їх застосування в польових умовах або при оперативному контролі якості води.

Відомі способи [1], [2], [3], [4], [5], [6], [7], [8] визначення фосфат-іонів, які базуються на реєстрації різних типів аналітичного сигналу, зокрема електрохімічного, флуоресцентного або хемілюмінесцентного. Так, електрохімічні методи включають вольтамперометрію та використання модифікованих електродів, зокрема на основі графену. Флуоресцентне визначення реалізують із застосуванням квантових точок, комплексів іонів європію (Eu^{3+}) або G-квадруплексів ДНК. У хемілюмінесцентних системах аналітичний сигнал генерується, наприклад, у реакції комплексу MoP-СТАВ із люмінолом. Такі методи характеризуються високою чутливістю та точністю визначення наявності та концентрації фосфат-іонів у воді. Проте їх практичне застосування обмежене необхідністю використання складного лабораторного обладнання (флуоресцентних спектрофотометрів, потенціостатів, хемілюмінесцентних детекторів) та дотримання спеціалізованих умов аналізу. Це ускладнює їх використання в умовах обмеженого доступу до лабораторної інфраструктури, зокрема під час польових досліджень або оперативного моніторингу якості води.

Окремо у способі [3] описано спеціально синтезований органічний реагент для дігідрогенфосфат-іонів. Він демонструє високу селективність, проте його отримання потребує багатостадійного органічного синтезу, хроматографічного очищення та використання специфічних реагентів, що знижує придатність для масового чи польового застосування.

Одним із напрямів спрощення аналітичних процедур є використання індикаторних систем, які забезпечують візуальне виявлення цільових іонів за рахунок зміни забарвлення розчину з реагентами. Такі системи зазвичай містять хромогенні реагенти, здатні змінювати спектральні характеристики при взаємодії з певними аналітами або в присутності специфічних іонів.

У патентах [9], [10], [11], [12], [13] описано індикаторні системи, у яких аналітичним сигналом є зміна забарвлення розчину з реагентом. Для цього використовують реактиви на основі амонію молібдату, а також маскувальні речовини, відновники та розчини сильних кислот. Хоча способи з такими індикаторами забезпечують достатню чутливість, їх практичне застосування ускладнене використанням агресивних та хімічно нестабільних реагентів, що потребують спеціальних умов зберігання та безпечного поводження. Це суттєво обмежує можливість використання таких систем у польових умовах, де важлива простота, стабільність і безпечність реагентів.

Відомий спосіб [13], який вибраний за найближчий аналог, представляє собою визначення концентрації фосфат-іону у воді за допомогою експрес-тесту. Спосіб полягає в тому, що відбирають пробу води у ємність, наприклад пробірку, до якої додають спочатку реагент А, а потім реагент Б, вміст ємності перемішують шляхом струшування та очікування протягом 1-5 хв, після чого забарвлення одержаного розчину порівнюють з колірною шкалою. Реагент А готують шляхом змішування наступних подрібнених компонентів: кислотного реагенту (таким можуть бути сульфамінова, лимонна або гліколева кислота), молібдату (натрію, амонію або калію) та обважнювача (натрію хлорид, натрію сульфат або калію сульфат) в пропорції 7:1:2, відповідно; після чого отриману суміш просіюють крізь сито 80 меш і здійснюють вакуумне пакування суміші. Реагент Б готують шляхом змішування наступних подрібнених компонентів: кислотного реагенту (наприклад сульфамінова, лимонна або гліколева кислота), маскувального агента (як от калій-натрій тарtrat, лимонна кислота, щавлева кислота, винна кислота або ЕДТА), відновника (аскорбінова кислота, гідразину сульфат, станум (II) хлорид, 1-аміно-2-тетрафенол-4-сульфо кислота, п-амінофенол сульфат, гідрохінон, тіофеніламін, амоній-ферум сульфат-фруктоза, амоній-ферум сульфат-глюкоза, натрію піросульфід, метол, титан (III) хлорид, амоній-ферум сульфат, натрію сульфід, натрію бісульфід), обважнювача (натрію хлорид, натрію сульфат або калію сульфат) та прискорювача реакції (калій-антимоніт тарtrat або вісмуту нітрат) у пропорції 5:1:1:0,2:2. Аналітичним сигналом найближчого аналога є зміна забарвлення одержаного розчину внаслідок утворення жовтої фосфорно-молібденової сполуки, яка далі змінює забарвлення розчину внаслідок утворення молібденової сині. Інтенсивність цього забарвлення прямо пропорційно залежить від концентрації фосфат-іонів у досліджуваній пробі води. Визначення вмісту та концентрації фосфат-іонів здійснюють шляхом візуального порівняння кольору розчину з індикаторною монотонно-градієнтною шкалою синього кольору, що дозволяє оцінити концентрацію фосфат-іонів у пробі води за ступенем насиченості забарвлення.

Наведений метод є високоякісним внаслідок використання великої кількості різних реагентів. Тим більш, деякі із зазначених реагентів мають малий термін зберігання, як наприклад, гідразин сульфат, натрію піросульфід і аскорбінова кислота. Або також є агресивними та високотоксичними, як

от гідрозин сульфат, станум (II) хлорид, титан (III) хлорид та калій-антимоніт тартрат. Їх використання може спричинити токсичні ураження організму, гострі хімічні опіки шкіри та слизових оболонок, подразнення дихальних шляхів, ризик утворення отруйних парів (зокрема HCl), а також потенційну канцерогенну та мутагенну дію внаслідок тривалого контакту.

Альтернативою молібдатним індикаторним системам є індикаторні системи на основі цирконілу нітрату, які також забезпечують візуальне визначення фосфат-іонів шляхом зміни забарвлення хромогенного компонента. У таких системах цирконій виконує роль центрального метал-іону, який утворює забарвлений комплекс із хромогеном. У присутності фосфат-іонів відбувається конкурентне зв'язування цирконію з фосфатом, що призводить до руйнування початкового комплексу та зміни забарвлення розчину досліджуваної проби води з реагентом. Індикаторні системи цього типу можуть бути реалізовані у вигляді крапельних тестів, що дозволяє проводити експрес-аналіз без використання приладів. Зміну забарвлення порівнюють з кольоровою шкалою, що забезпечує напівкількісне або орієнтовно кількісне визначення концентрації фосфатів у пробах води різного походження.

В основу корисної моделі поставлено задачу створити такий спосіб визначення вмісту фосфат-іонів у зразках води, що буде забезпечувати простоту та здешевлення його практичного виконання в умовах відсутності доступу до електроенергії та лабораторії, що зробить його універсальним і придатним до використання в польових умовах.

Поставлену задачу вирішують тим, що у способі індикаторного визначення концентрації фосфат-іонів у воді, при якому відбирають пробу води, змішують її з реагентом А і реагентом Б у ємності шляхом струшування та очікування, після чого забарвлення одержаного розчину порівнюють з колірною шкалою, новим є те, що після відбирання проби води виконують її перевірку на рівень рН допустимого діапазону 6-7, після чого до проби води, у випадку перевищення рівня рН 7, додають реагент-коректор В, який є розчином хлоридної кислоти з концентрацією 0,01 моль/дм³, та, у випадку рівня рН нижче 6, додають реагент-коректор Г, який є розчином натрію гідроксиду з концентрацією 0,01 моль/дм³, для змішування з пробою води відміряють таку кількість крапель реагенту А, який є розчином цирконілу нітрату, щоб його концентрація у кінцевому розчині становила 0,0004 моль/дм³, та таку кількість крапель реагенту Б, який є розчином хромазуrolу S, щоб його концентрація у кінцевому розчині становила 0,0002 моль/дм³, змішування відбувається протягом щонайменше 10 хв, після чого порівняння забарвлення одержаного розчину виконують з колірною шкалою, яка має градієнт відтінків від фіолетового до жовтого.

У конкретному варіанті виконання способу, для змішування проби води з реагентами А та Б беруть ємність з поділкою 50 см³, за допомогою пластикової крапельниці, що йде в комплекті, відміряють 20 крапель реагенту А, який є розчином цирконілу нітрату з концентрацією 0,01 моль/дм³, та 20 крапель, відібраних іншою пластиковою крапельницею, реагенту Б, який є розчином хромазуrolу S з концентрацією 0,02 моль/дм³.

Таким чином, на відміну від зазначених аналогів у рівні техніки, які або потребують складного обладнання та специфічних умов для практичного виконання способів, або включають багатокомпонентні реагентні системи, запропонований спосіб з використанням індикаторної системи на основі хромогенної сполуки та цирконілу нітрату дозволяє здійснювати визначення фосфат-іонів у водах різного складу візуально за зміною забарвлення. Це забезпечує поєднання простоти, здешевлення та універсальності у використанні без необхідності спеціального обладнання чи реагентів.

Використання однокомпонентних реагентів (А, Б, В і Г) дає можливість збільшити терміни зберігання індикаторної системи, зменшити її вартість і токсичність, а також спростити виготовлення.

Додаткова перевірка досліджуваної проби води на рівень рН є важливим та необхідним для заявленого способу тому, що за різних рівнів рН фосфати можуть перебувати в різних формах і по різному вступати в реакцію з компонентами індикаторної системи.

Визначення наявності фосфат-іонів у пробі води ґрунтується на властивості хромогенного компонента реагенту Б, хромазуrolу S, утворювати з компонентом реагенту А, цирконілу-катионами, забарвлений комплекс як при контакті з фосфат-іонами руйнується зі зміною забарвлення розчину.

Спосіб виконують наступним чином.

У прозору безбарвну ємність з пластмаси або скла, яка має поділку 50 см³, послідовно додають 20 крапель реагенту А та 20 крапель реагенту Б. Після цього відбирають пробу води об'ємом не менше 50 см³ в іншу ємність, визначають її рН універсальним індикаторним папером і, якщо рН виходить за межі діапазону 6-7, проводять корегування рН до значення 6-7 за допомогою покращеного додавання реагентів В або Г. При такому корегуванні в ємність до відібраної проби води додають реагент-коректор В у випадку, якщо рН вищий за 7, та додають реагент-коректор Г - якщо рН нижчий за 6. Покращене додавання відповідного реагента-коректора відбувається до моменту нормалізації рівня рН проби води. Після регулювання рН пробу води додають в ємність з реагентами А і Б, доводячи об'єм рідини в ємності до поділки 50 см³, після чого ємність закривають кришкою та вміст перемішують струшуванням та очікуванням протягом щонайменше 10 хв. Аналітичним сигналом є

зміна кольору розчину досліджуваної проби води з реагентами, після чого порівнюють забарвлення отриманого розчину з кольоровою шкалою індикаторної системи шляхом розміщення ємності з досліджуваною пробю на білому фоні між двома забарвленими ділянками шкали.

Для оформлення протоколів вимірювань передбачено використання таблиці цифрових кодів кольорів, що співвідносяться з певними зонами індикаторної шкали та відповідають кольору суміші реагентів із пробю води. У таблиці 1 наведені відповідні цифрові коди кольорів.

Таблиця 1

№ з/п	Вміст фосфат-іонів в перерахунку на фосфор, мг/дм ³	Код кольору за колірною моделлю HEX	Код кольору за колірною моделлю RGB
1	<0,5	#755fae	rgb(117,95,174)
2	0,8	#875ea2	rgb(135,94,162)
3	1,0	#a46f9a	rgb(164,111,154)
4	2,0	#ca8c82	rgb(202,140,130)
5	3,0	#daa496	rgb(218,164,150)
6	5,0	#d0a78f	rgb(208,167,143)
7	10,0	#d6b693	rgb(214,184,147)
8	20,0	#c2a76e	rgb(194,167,110)
9	40,0	#d4b463	rgb(212,180,99)

Запропонований спосіб не забезпечує точного кількісного визначення фосфат-іонів, проте дає можливість встановити діапазон їх концентрацій, що є важливим на початковому етапі аналізу природних або штучних водойм і в окремих випадках є достатнім.

Для розміщення складових індикаторної системи використовують стандартні ємності, які масово виготовляє промисловість, що дозволяє знизити собівартість комплекту складових та спростити, за необхідності, їх заміну.

Відповідно до заявленого способу, було проведено експеримент, у якому дослідили зразки модельних вод різного складу на концентрацію фосфат-іонів за допомогою використаної у заявленому способі індикаторної системи та традиційним спектрофотометричним методом. Було встановлено, що відхилення значень, отриманих з використанням індикаторної системи, від значень, отриманих спектрофотометричним методом, не перевищує 10 %, що свідчить про достатній рівень точності визначення концентрації фосфат-іонів у пробах води з використанням заявленого способу.

Джерела інформації:

1. X. Liang et al., "Colorimetric method and electrochemical test paper combined phosphate detection method", CN115015239A, Sept. 06, 2022.
2. X. Li, X. Niu, and P. Liu, "Phosphate radical colorimetric detection method based on bimetal MOF nano oxidase", CN110987843A, Apr. 10, 2020.
3. K. Xu, K. Xue, K. Yao, J. Fu, and L. Yang, "Detection reagent for dihydrogen phosphate ions and preparation method and application thereof", CN106442450A, Feb. 22, 2017.
4. W. Guangli, J. Huanjun, D. Yuming, and Z. Xiaoying, "Quick and high-efficiency fluorescence detection method for phosphate ions", CN102495035A, June 13, 2012.
5. C. Zhang, Y. Cui, Q. Li, and H. Hu, "Laser-induced graphene electrode for phosphate ion detection and preparation method thereof", CN114942262A, Aug. 26, 2022.
6. Y. Han, X. Zhang, and L. Liao, "Quantitative detection method of phosphate ions and application thereof", CN111257291A, June 09, 2020.
7. L. Ying, Y. Dongxing, L. Quanlong, M. Jian, and L. Qingmei, "Chemical luminescence detection method for ultra-trace reactive phosphate in sea water", CN101477057A, July 08, 2009.
8. H. Yang, Y. Zhou, X. Zhang, L. Ma, Y. Xiao, and H. Fang, "Phosphate ion detection method", CN113406052A, Sept. 17, 2021.
9. G. Hongwen and J. Jiangyan, "Preparation method of water quality phosphate color comparison detection card and application method thereof", CN101813632A, Aug. 25, 2010.
10. Z. Sheng, D. Hu, and H. Zheng, "Phosphate detection reagent, detection kit and detection method", WO2025129388A1, June 26, 2025.
11. Z. Gao, H. Gao, and F. Jiao, "Rapid phosphate detection tablet", CN102879241A, Jan. 16, 2013.
12. F. Li, Q. Wu, J. Deng, and H. Qin, "Water quality phosphate rapid detection kit and detection method", CN106442511A, Feb. 22, 2017.
13. Z. Sheng, D. Hu, and H.-Y. Jung, "Phosphate radical detection reagent, detection kit and detection method", CN117907315A, Apr. 19, 2024.