

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ АЗОТА И СЕРЫ В ТВЁРДЫХ И ЖИДКИХ БИОЛОГИЧЕСКИХ ОБЪЕКТАХ МЕТОДОМ СЖИГАНИЯ

Б.П. Лузянин, А.Р. Грабеклис, В.В. Рисник, А.В. Скальный

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА: химические элементы, спектральный анализ, сжигание, волосы, ног-ти, плазма крови
KEYWORDS: chemical elements, spectral analysis, flash combustion, hair, nails, blood plasma

РЕЗЮМЕ: В настоящее время для проведения оценки содержания микроэлементов в биологических средах используются спектральные методы. В опубликованных работах отсутствуют какие-либо сведения по определению азота и серы. Нами для определения этих элементов предложено привлечь другой существующий инструментальный метод, основанный на сжигании образцов с каталитическим дожиганием продуктов горения. В проведенном исследовании показана возможность применения данного метода и приведены данные по анализу волос, ногтей и плазмы крови человека.

ABSTRACT: At present, spectral method are used for estimation of trace element concentrations in biological substances. However there are no published data on the nitrogen, sulphur content. For this purpose we have suggested another instrumental method based on sample combustion with catalytic after-burning of the combustion products. The study shows possible usage of the method and presents data on analysis of human hair, nail and blood plasma.

Введение

Биоэлементология объясняет важность постоянно качественного и количественного состава биоактивных элементов и их соединений, которые находятся в основе равновесия биологических и экологических систем биосферы (Скальный и др., 2004).

Химические элементы могут часто оказывать существенное влияние на те или иные органы и системы (Скальный, 2004). В результате недостатка или избытка одного или нескольких элементов может развиваться комплекс функциональных и/или органических нарушений.

Показано, что содержание микроэлементов в биологических средах отражает микроэлементный статус организма в целом и их пробах, и является интегральным показателем минерального обмена (Скальный, 2000).

Учитывая вышеизложенное, перед химиками-аналитиками часто стоят сложные аналитические задачи определения содержания тех или иных элементов в различных биологических средах. Для осуществления таких анализов в настоящее время в основном применяются методы атомно-абсорбционной спектроскопии (ААС), атомно-эмиссионной спектроскопии (ИСП-АЭС) и масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС). Анализу предшествует обязательная процедура подготовки

проб, для чего используется взаимодействие биосубстрата с азотной кислотой с контролем полноты перевода анализируемых элементов в раствор (Иванов и др., 2003). При анализе также необходима подготовка стандартов для проведения количественного анализа. Для определения матричных элементов, в первую очередь Na, Mg, Al, Si, P, K, Ca, Fe, Zn (до 10-12 элементов), используется метод ИСП-АЭС, а все остальные, за исключением H, C, O, F, Cl и благородных газов, анализируются более чувствительным методом ИСП-МС

При определении элементов этими методами в твердых и жидких биосубстратах (волосы, ногти, кровь и др.), наряду с перечнем определяемых элементов, эти объекты должны содержать и такие элементы, как N и S, которые отсутствуют в приводимом списке. Экспериментальные данные по содержанию азота и серы в биообъектах могли бы расширить наши представления о различных дисбалансах.

Оценка содержания азота и серы становится возможным при применении известного инструментального метода с использованием C, H, N, S - анализатора, который обычно используется в органической химии. Устройство основано на модификации классического метода Pregl и Dumas. Для этой цели анализируемый образец подвергается каталитическому сжиганию при температуре 900-1000°C в токе гелия. Производимое сжигание проводится с применением процесса «dynamic flash combustion» и гарантирует окисление 85-95% массы образца. Полнота сжигания достигается за счет последующего каталитического дожигания (Pella ets, 1973) и (Colombo, 1978). Процесс автоматизирован с использованием дозатора. Количественная оценка продуктов сжигания (N₂-CO₂-H₂O) проводится с помощью газовой хроматографии с применением детектора по теплопроводности.

Материалы и методы

В работе использовался прибор C, H, N, O, S – анализатор модель 1106 (фирма Carlo Erba Strumentazione). В подготовку проб для анализа входит лишь их взвешивание, которое производится с использованием микровесов (модель M5/SA, США), которые позволяли проводить взвешивание образцов с точностью 0,0001 мг в оловянные капсулы при твердых субстратах и в специальные оловянные цилиндрики для анализа жидких проб (плазма крови). Те и другие плотно и герметично закупоривались на специальном устройстве. Сорбент хроматографической колонки - Porapak QS, и ее длина составляла

2м. В термостате хроматографической колонки и детектора температура поддерживалась при 100°C. Температура реактора для сжигания соответствовала 978°C. Метод позволяет полностью избежать стадии пробоподготовки для анализа как твердых, так и жидких биологических образцов.

Результаты и их обсуждение

В таблице 1 приведены данные по содержанию в образцах плазмы крови азота и серы (при анализе плазмы крови содержание серы отмечалось в виде следовых количеств). Анализ твердых субстратов (волос и ногтей) фиксировал наличие в этих объектах не только азота, но значительного количества элемента S. В Таблице 2 и Таблице 3 приводятся данные анализа

волос и ногтей на содержание в них элемента N и S. Каждый образец анализировался трижды.

Заключение

Показано, что предложенный инструментальный метод для определения содержания азота и серы, основанный на сжигании с последующим каталитическим дожиганием образующихся продуктов, является надежным и экспрессным для проведения таких оценок в различных биологических объектах.

Авторы благодарят за участие в работе сотрудников ФГУП ВНИИХСЗР Автомонову М.И. и Скоропелову С.А.

Таблица 1. Определение содержания азота в образцах плазмы крови

Образец	Гнав, мг	(по калибровке) найдено азота в образце, мкг/г	Найдено азота в образце, мкг/г	Sc	$\bar{X} \pm \Delta X$
образец №2	2,563	15176	14804	326	14804±808
	2,107	14659			
	2,366	14575			
образец №3	2,633	12040	12319	432	12319±1073
	2,833	12100			
	2,77	12817			
образец №4	2,299	13612	12999	557	12999±1382
	2,333	12861			
	2,26	12525			

Таблица 2. Определение содержания азота и серы в ногтях

образцы, г	N мкг/г	Ncp мкг/г	Sc	$\bar{X} \pm \Delta X$	S мкг/г	Scp мкг/г	Sc	$\bar{X} \pm \Delta X$
0,0005	149800	144467	8303	144467 ± 20614	30400	28633	1662,3	28633 ± 4127
0,000515	134900				27100			
0,000541	148700				28400			
0,00058	145000	149133	3630	149133 ± 9011	25700	28500	2553,4	26833±6339
0,000592	150600				30700			
0,000586	151800				29100			

Таблица 3. Определение азота и серы в волосах

образцы, г	N мкг/г	Ncp мкг/г	Sc	$\bar{X} \pm \Delta X$	S мкг/г	Scp мкг/г	Sc	$\bar{X} \pm \Delta X$
0,000529	146800	141500	8329	141500 ± 20678	46500	45433	2854	45433 ± 7085
0,000523	145800				47600			
0,000579	131900				42200			
0,000517	144300	140833	3553	140833 ± 8821	47600	45233	2454	45233 ± 6093
0,00055	141000				45400			
0,00053	137200				42700			

Литература.

- Скальный А.В., Рудаков И.А. 2004. Биоэлементы в медицине. М. издательский дом «Оникс 21 век» Мир, 272 с.
- Скальный А.В. 2004. Химические элементы в физиологии человека и экологии человека. М.Мир. 216 с.
- Скальный А.В. 2000. Диагностика и профилактика микроэлементозов с учетом результатов медико-экологической экспертизы // В книге: В.Г.Маймулов, С.В.Нагорный, А.В.Шабров. Основы системного анализа в эколого-гигиенических исследованиях. СПб.: ГМА им. И.И.Мечникова. 175 с.
- Иванов С.И., Подунова Л.Г., Скачков В.Б., Тутельян В.А., Скальный А.В., Демидов В.А., Скальная М.Г., Серебрянский Е.П., Грабеклис А.Р., Кузнецов В.В. Определение химических элементов в биологических средах и препаратах методами атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой и масс-спектрометрией: Методические указания (МУК 4.1.1482-03, МУК 4.1.1483-03). – М.: Федеральный Центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2003. – 56 с.
- Pella E, Colombo B. 1973. // Mikrochimica Acta (Wien). P.697-719.
- Colombo B. 1978. // Mikrochimica Acta. P.271-286.
-

