

УДК 543.061:547.551+311.21

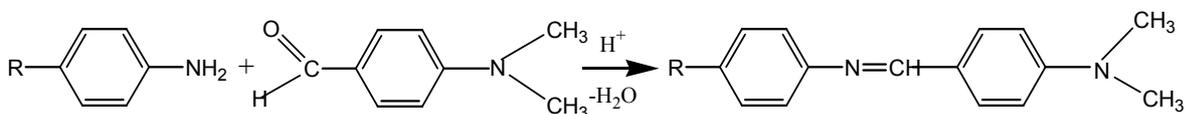
**ТЕСТ-ПЛЁНКИ ДЛЯ ОБНАРУЖЕНИЯ И ПОЛУКОЛИЧЕСТВЕННОГО
ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЕРВИЧНЫХ АРОМАТИЧЕСКИХ АМИНОВ**

© 2006 Л. П. Логинова, О. Ю. Нестеренко

Предложены новые тест-средства с иммобилизованными в фотографические плёнки ванилином и п-диметиламинобензальдегидом для обнаружения и фотометрического и визуального определения первичных ароматических аминов – новокаина и стрептоцида. Изучены условия получения тест-средств и проведения тест-испытаний. Определены границы области ненадёжной реакции, относительная ширина области ненадёжной реакции; получены оценки предела обнаружения (C_{min}) новокаина и стрептоцида и нижней границы диапазона определяемых концентраций (C_n) при определениях по цветовой шкале.

Первичные ароматические амины (ПАА), отличаясь большим разнообразием свойств, широко используются для синтеза красителей, пластмасс, кино- и фотоматериалов, лекарственных препаратов [1,2]. Функциональные группы первичных ароматических аминов содержатся в молекулах веществ, относящихся к самым распространенным лекарствами местноанестезирующего действия и сульфаниламидным препаратам.

Обнаружение (идентификация) ПАА является одним из этапов доказательства подлинности соответствующих фармацевтических препаратов. Задачи обнаружения и определения ПАА возникают также на этапе контроля смывных вод, которому уделяется значительное внимание на современных фармацевтических предприятиях [3]. Обнаружение ПАА чаще всего основано на реакции азосочетания с образованием азокрасителей [4-11]. Для этой реакции современные Фармакопеи [4,5] рекомендуют использовать вещества, относящиеся к классам опасных и высокоопасных: нитрит натрия (2 класс опасности) и β -нафтол (3 класс опасности) [12-14]. Второй тип цветной реакции на ПАА — взаимодействие ПАА с альдегидами [1,6-8, 15,16], например, с п-диметиламинобензальдегидом (п-ДМАБ) с образованием оснований Шиффа:



Известны также реакции обнаружения ПАА по запаху образующихся изонитрилов [17] или по выпадению осадка бромпроизводных [7].

В последние годы для обнаружения и идентификации различных веществ вместо традиционных реакций в растворах все чаще предлагают тест-средства, в которых, как правило, используются те же окрашивающие реагенты. Тест-обнаружению и определению ПАА посвящены работы [18-21]. Образование оснований Шиффа при взаимодействии ПАА с п-диметиламинокоричным альдегидом лежит в основе действия индикаторных трубок для определения ПАА в воздухе и капельной реакции на бумаге [20]. Для определения анилина в газовой смеси предложена индикаторная лента, содержащая п-диметиламинобензальдегид и бромфеноловый синий [21].

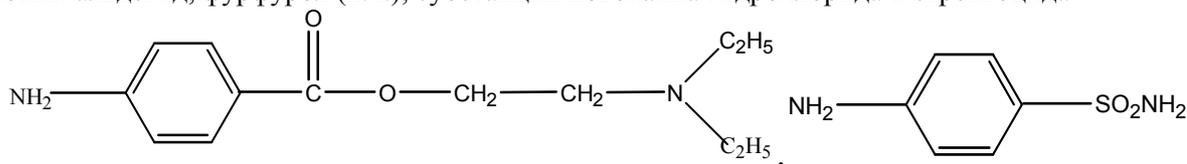
На реакции образования азокрасителей основано действие комбинированной индикаторной бумаги, отдельные участки которой содержат химически иммобилизованный 1-нафтиламин и нитрит натрия [18]. При разработке прозрачных тест-пленок для обнаружения и определения ПАА в качестве окрашивающего реагента использованы 4-хлор-5,7-динитробензофуразан и 7-хлор-4,6-динитробензофуросан, в качестве носителя испытаны нитроцеллюлоза, целлюлоза, триацетат целлюлозы, полистирол, сополимер этилена с винилацетатом [19]. Лучшие пленки, однородные по толщине и окраске, получены на основе нитроцеллюлозы. Преимущество прозрачных тест-пленок состоит в пригодности их для фотометрирования и, следовательно, количественного определения.

Представляет интерес поиск новых материалов для создания тест-средств для ПАА, пригодных для фотометрирования и экологически безопасных на стадии изготовления. В данной ра-

боте в качестве материала-носителя использована коммерческая фотографическая плёнка; об использовании коммерческих фотографических плёнок как среды для спектрофотометрических исследований сообщалось ранее [22-24]. В качестве реакции на ПАА выбрана реакция образования оснований Шиффа, поскольку в ней используются менее токсичные реагенты и данная реакция не связана с образованием малоустойчивых промежуточных продуктов как в случае получения азокрасителя [25].

Экспериментальная часть

Используемые реагенты: альдегиды — ванилин, п-ДМАБ, терефталевый альдегид, салициловый альдегид, фурфурол (х.ч.); субстанции новокаина гидрохлорида и стрептоцида



(фармацевтические препараты); додецилсульфат натрия (ДСН) (AppliChem, Германия, 97.0 % основного вещества), этиловый спирт (х.ч., объемная доля 96%), хлороводородная кислота, конц. (х.ч.).

Исходные растворы новокаина и стрептоцида готовили растворением точных навесок в растворе 2 моль/л HCl. Рабочие растворы ПАА получали, разбавляя исходные раствором 2 моль/л HCl. Все растворы новокаина готовили непосредственно в день исследований, чтобы исключить погрешности за счёт возможного гидролиза [17].

Растворы альдегидов (0.3 моль/л ванилина, 0.1 моль/л п-ДМАБ, 0.5 моль/л фурфурола, 0.2 моль/л салицилового альдегида, 0.05 моль/л терефталевого альдегида) готовили растворением точных навесок в этиловом спирте и доводили до метки дистиллированной водой (отношение объёмов этанол : вода 2:3). Все растворы готовились на дистиллированной воде.

В качестве носителя для получения тест-средств использовали фотографические плёнки “Микрат-300”, из которых предварительно удаляли соединения серебра. Для этого плёнку за-свечивали и помещали на 10 мин в раствор с массовыми концентрациями 88 г/л цитрата натрия $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 5.5 \text{H}_2\text{O}$, 6 г/л гексацианоферрата (III) калия. Проявленную плёнку выдерживали 10 мин в водном растворе 1.6 моль/л тиосульфата натрия, промывали 20 мин в дистиллированной воде и сушили на воздухе.

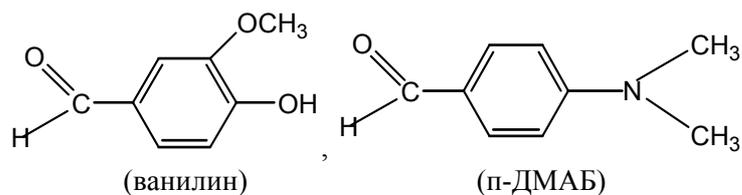
Спектры поглощения в видимой области регистрировали на фотометре КФК-3. При фотометрировании растворов раствор сравнения содержал все компоненты за исключением ПАА. При фотометрировании плёнок их помещали в держателе непосредственно в кюветное отделение прибора, образцом сравнения были плёнки, содержащие соответствующий альдегид.

Для потенциометрического определения pH использовали компенсационную схему (потенциометр Р 307, pH-метр милливольтметр pH-121 как нуль-инструмент, стеклянный электрод (ЭСЛ-63-07) и электрод сравнения (ЭВЛ-1М3.1)).

Результаты и их обсуждение

Для иммобилизации альдегидов в плёнки последние выдерживали 20 мин в водно-спиртовом растворе соответствующего реагента и сушили на воздухе. Объёмное отношение этанол : вода 2:3 оказалось наилучшим. При меньшем содержании спирта не достигалась нужная растворимость некоторых альдегидов, при большем — фотографические плёнки сильно деформировались.

Для выбора реагента, обеспечивающего наиболее отчётливый визуальный эффект, плёнки с иммобилизованными ванилином, п-ДМАБ, терефталевым и салициловым альдегидами, фурфуролом опускали в раствор 0.1 моль/л новокаина, содержащего 2 моль/л HCl. Оказалось, что в случае салицилового альдегида плёнки получались слабоокрашенными, с терефталевым альдегидом окраска не появлялась в течение суток. Плёнки, содержащие фурфурол, имели интенсивно жёлтую окраску ещё до контакта с раствором новокаина. Наилучшие результаты наблюдались для ванилина и п-ДМАБ, с которыми и проводились дальнейшие исследования.



При контакте с раствором новокаина пленка, содержащая ванилин приобретала лимонно-жёлтую окраску, плёнка, содержащая п-ДМАБ — ярко-жёлтую. Исходные плёнки иногда имели желтоватый оттенок, возможно, вследствие взаимодействия альдегида с концевыми аминогруппами аминокислот, составляющих цепочку желатина [26]. Этот оттенок исчезал при контакте плёнок с раствором 2 моль/л HCl, в среде которой проводили реакцию с ПАА. В менее кислых растворах ПАА пленки с ванилином не окрашиваются, а окраска пленок, содержащих п-ДМАБ, не устойчива и исчезает в течение 8-10 мин. После контакта с раствором ПАА, содержащим 2 моль/л HCl, окраска пленок не только не исчезала, а усиливалась во времени при высыхании пленки как в случае ванилина, так и в случае п-ДМАБ. В последнем случае высушенная пленка сохраняла окраску в течение всего периода наблюдений (около 6 мес.).

На рис. 1 представлены спектры поглощения продуктов взаимодействия альдегидов с ПАА в растворе (кривые 1, 3) и в плёнках (кривые 2, 4).

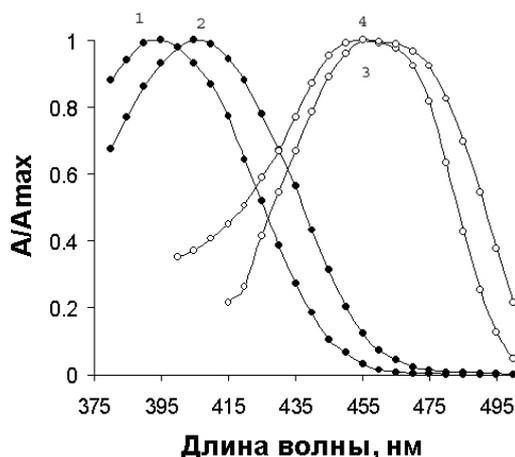


Рис. 1. Спектры поглощения продуктов взаимодействия альдегидов с новокаином в растворах и плёнках: 1 — раствор $2 \cdot 10^{-3}$ моль/л ванилина, $2 \cdot 10^{-3}$ моль/л новокаина; кювета 2 см; 2 — плёнка, содержащая ванилин, после контакта с раствором 0.01 моль/л новокаина; 3 — раствор $2 \cdot 10^{-3}$ моль/л п-ДМАБ, $2 \cdot 10^{-3}$ моль/л новокаина; кювета 1 см; 4 — плёнка, содержащая п-ДМАБ, после контакта с раствором $5 \cdot 10^{-3}$ моль/л новокаина.

Продукт взаимодействия п-ДМАБ с новокаином в плёнке имеет максимум поглощения при той же длине волны 455 нм, что и аналогичный продукт в водно-спиртовом растворе. В случае ванилина при переходе от водно-спиртового раствора к плёнке наблюдался батохромный сдвиг на 10 нм максимума поглощения продукта взаимодействия с новокаином от 395 нм до 405 нм.

Модифицирование плёнок в растворе ванилина (концентрация 0.3 моль/л) проводили в нейтральной среде. Растворы п-ДМАБ для получения концентрации 0.1 моль/л приходилось подкислять. Установлено, что в области pH от 1 до 6 аналитический эффект существенно не меняется, однако при pH меньше 3.5 желтеет как сам раствор п-ДМАБ, так и получаемая в нём плёнка. В дальнейшем плёнки обрабатывали раствором п-ДМАБ, содержащим уксусно-ацетатный буфер при pH 4.8 – 5.0. При этом, по-видимому, плёнкой сорбируется ионный ассоциат протонированной формы п-ДМАБ с анионом кислоты.

Оптимальные условия иммобилизации альдегидов в плёнки выбирали, ориентируясь на конечный аналитический эффект — интенсивность окраски плёнки после контакта с раствором новокаина. Так, оптимальное время модифицирования плёнок в растворе альдегида составляет 20 мин (рис. 2).

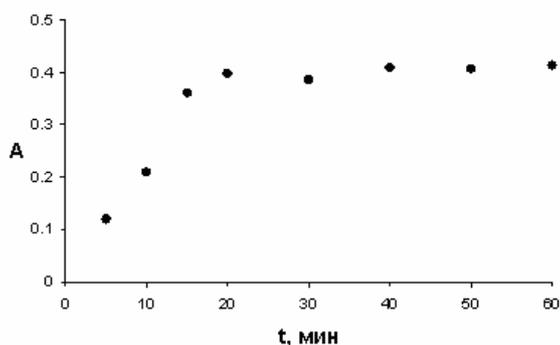


Рис. 2. Зависимость поглощения плёнок, содержащих продукты взаимодействия ванилина с новокаином, от времени выдерживания исходной пленки в растворе ванилина.

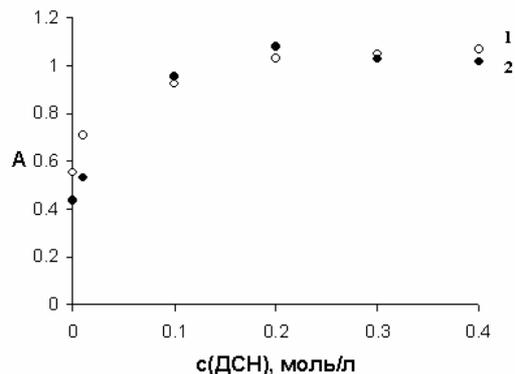


Рис. 3. Зависимость поглощения плёнок, содержащих продукты взаимодействия альдегидов с новокаином, от наличия ДСН при иммобилизации ванилина (1) или п-ДМАБ (2).

Введение анионного поверхностно-активного вещества – ДСН в растворы альдегидов при модифицировании пленок усиливают аналитический эффект, особенно в мицеллярной области концентраций ДСН (рис.3). Плёнки, полученные в присутствии 0.1 - 0.2 моль/л ДСН, отличались большей однородностью окраски при контакте с раствором новокаина, быстрее высыхали. При более высокой концентрации ДСН на плёнках после высушивания возникали неоднородности и механические дефекты.

Отметим, что модифицирование плёнок п-ДМАБ в присутствии ДСН в домицеллярной области концентраций (от $1 \cdot 10^{-6}$ до $1 \cdot 10^{-3}$ моль/л) приводило к невоспроизводимым результатам, судя по конечному аналитическому эффекту. В то же время воспроизводимость результатов, полученных с использованием мицеллярных растворов ДСН на стадии модификации плёнки, была вполне удовлетворительной. Это полностью согласуется с наблюдениями по влиянию ДСН на аналитический эффект реакции ПАА с п-диметиламинокоричным альдегидом в растворах, где стабильное поглощение продукта реакции наблюдалось лишь в мицеллярных растворах ДСН [20]. Отмечено, что в растворах с концентрацией ДСН ниже критической концентрации мицеллообразования выпадают осадки ассоциата, образованного катионной формой основания Шиффа (протонирование по аминогруппе альдегида) и мономерным анионом ДСН. Ассоциат солюбилизируется в мицеллярных растворах ДСН, что приводит к стабилизации оптического эффекта [20].

Можно предположить, что усиление аналитического эффекта, наблюдаемое для плёнок, также объясняется увеличением "солюбилизирующей способности" плёнок, когда иммобилизацию альдегидов проводят из мицеллярных растворов: при этом сорбция альдегидов плёнками усиливается (рис.3). В дальнейшем для иммобилизации альдегидов в плёнку использовали растворы ванилина или п-ДМАБ, содержащие 0.1 моль/л ДСН.

Для получения максимального эффекта достаточно выдерживать плёнку 10 сек в растворе новокаина (рис.4), и наблюдать окраску плёнки через 30 мин для ванилина и через 60 мин для п-ДМАБ (рис. 5).

В рабочие растворы анализируемых веществ добавляли ДСН до концентрации $1 \cdot 10^{-3}$ моль/л.

Изучены метрологические характеристики тест-обнаружения и определения новокаина с помощью плёнок, содержащих иммобилизованные ванилин или п-ДМАБ и стрептоцида с помощью плёнок, содержащих иммобилизованный ванилин. С использованием расчётного [27] и графического [28-31] методов установлен вид функций распределения, описывающий распределение экспериментальных частот обнаружения аналита в области ненадёжной реакции (ОНР) (таблицы 1 и 2). Зависимости, полученные графическим методом для системы ванилин – новокаин, представлены на рисунках 6-9.

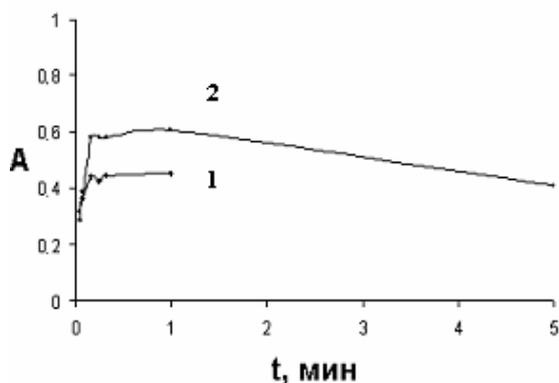


Рис. 4. Зависимость поглощения плёнок, содержащих продукты взаимодействия новокаина с ванилином (1) или п-ДМАБ (2), от времени выдерживания плёнки с иммобилизованным альдегидом в растворе новокаина.

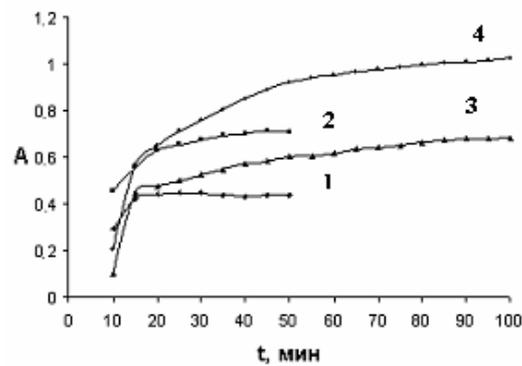


Рис. 5. Развитие окраски пленок после контакта с раствором новокаина. Ванилин (1, 2) и п-ДМАБ (3, 4) иммобилизованных в отсутствие (1, 3) или в присутствии 0.1 моль/л ДСН (2, 4).

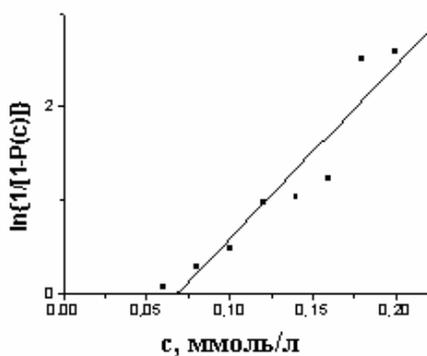


Рис. 6. Проверка соответствия частот обнаружения новокаина экспоненциальному распределению. $Y = (-1.3 \pm 0.3) + (18 \pm 2.4) \cdot X$, $R = 0.953$.

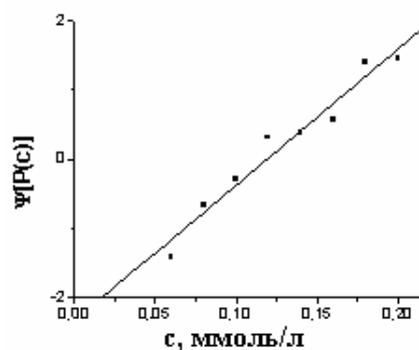


Рис. 7. Проверка соответствия частот обнаружения новокаина нормальному распределению. $Y = (-2.3 \pm 0.2) + (20 \pm 1.7) \cdot X$, $R = 0.978$.

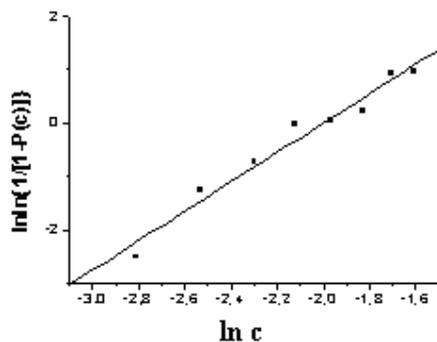


Рис. 8. Проверка соответствия частот обнаружения новокаина распределению Вейбулла. $Y = (5.5 \pm 0.4) + (2.8 \pm 0.2) \cdot X$, $R = 0.983$.

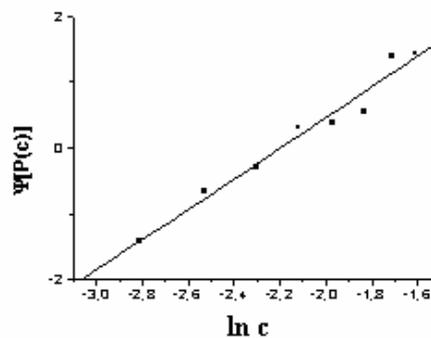


Рис. 9. Проверка соответствия частот обнаружения новокаина логнормальному распределению. $Y = (5.1 \pm 0.4) + (2.32 \pm 0.17) \cdot X$, $R = 0.984$.

Судя по значению критерия χ^2 (таблица 1), наиболее подходящей для описания экспериментального распределения оказалась функция Вейбулла, наименее подходящей — экспоненциальная зависимость. Следует отметить, что расчётные значения критерия Колмогорова-Смирнова (λ) превышают табличные лишь в случаях, когда значения критерия χ^2 также превышают теоретические. Данные графического метода также свидетельствуют о возможности описания экспериментальных данных функциями Вейбулла или логнормального распределения.

Значения пределов обнаружения аналита (c_{\min}), найденные расчётным и графическим методом [27-31], ширина области ненадёжной реакции, относительная ширина ОНР (r) [32], а также значения нижние границы диапазона определяемых содержаний приведены в таблице 2.

Таблица 1. Результаты описания эмпирического распределения частот обнаружения в ОНР известными функциями распределения ($\chi^2(\alpha=5\%)$: 12.6 (f=6), 14.01 (f=7); $\lambda(\alpha=5\%)$: 0.52 (f=6), 0.48 (f=7) [34])

Вид распределения	Характеристика	Общее число наблюдений (N)				
		Тест-система				
		Ванилин – новокаин (f=6)		п-ДМАБ – новокаин (f=7)		Ванилин – стрептоцид (f=6)
		50	100	45	95	45
Нормальное	$\chi^2_{\text{экс}}$	4.6	5.9	11.2	16.5	7.9
	$\lambda_{\text{экс}}$	0.4	0.3	0.4	0.3	0.3
	$c_{\text{min}}, 10^{-4}$ моль/л	2.1	2.1	2.0	2.0	4.6
Логнормальное	$\chi^2_{\text{экс}}$	5.8	4.0	42.2	60.1	20.9
	$\lambda_{\text{экс}}$	0.3	0.2	0.6	0.5	0.4
	$c_{\text{min}}, 10^{-4}$ моль/л	2.4	2.3	3.4	2.9	4.5
Вейбулла	$\chi^2_{\text{экс}}$	3.9	3.4	7.9	11.4	3.9
	$\lambda_{\text{экс}}$	0.3	0.2	0.3	0.2	0.2
	$c_{\text{min}}, 10^{-4}$ моль/л	2.1	2.2	1.7	1.6	4.0
Экспоненциальное	$\chi^2_{\text{экс}}$	12.1	7.2	37.0	57.6	38.1
	$\lambda_{\text{экс}}$	0.4	0.3	0.8	0.7	0.6
	$c_{\text{min}}, 10^{-4}$ моль/л	2.9	2.8	3.7	3.4	6.1

Таблица 2. Основные характеристики тест-систем: ванилин (п-ДМАБ) – новокаин, ванилин – стрептоцид

Характеристики тест-систем	Иммобилизованный реагент (анализируемое вещество)				
	Ванилин (новокаин)		п-ДМАБ (новокаин)		Ванилин (стрептоцид)
	расчёт. метод	граф. метод	расчёт. метод	граф. метод	расчёт. метод
Вид функции распределения	Вейбулла	Логнорм.	Вейбулла	Нормальное	Вейбулла
$c_{\text{min}}, 10^{-4}$ моль/л	2.2	2.2	1.6	1.7	4.0
$c_{\text{H}}, 10^{-4}$ моль/л	3.2	—	1.8	—	5.7
ОНР, 10^{-4} моль/л	0.6 – 2.4	—	0.1 – 1.7	—	0.6 – 4.5
r	3.0	—	16.0	—	6.5

Оценки c_{min} , полученные при использовании функций Вейбулла и логнормального распределения, незначимо отличаются друг от друга.

Судя по ширине ОНР, тест-система, содержащая иммобилизованный ванилин, является более устойчивой к влиянию случайных факторов, чем тест-система с п-ДМАБ: относительная ширина ОНР составляет соответственно 2.8 и 16.0, время анализа для системы с ванилином в два раза меньше, чем для п-ДМАБ. Однако, предел обнаружения несколько ниже у тест-системы с п-ДМАБ.

Более узкая ОНР в случае иммобилизованного ванилина отразилась на исследовании вида распределения: для этой системы уже при 50 наблюдениях все виды функций распределения подходили для описания экспериментального распределения частот обнаружения новокаина, оценки c_{min} незначимо отличались друг от друга. Полученные данные согласуются с выводами о том, что для систем с меньшей относительной шириной ОНР вид распределения частот обнаружения можно установить из меньшего числа наблюдений [32].

Диапазон концентраций, для которых возможны визуальные определения по цветовой шкале, соответствует области линейной зависимости поглощения плёнки от концентрации ПАА в растворе, рис.10-12.

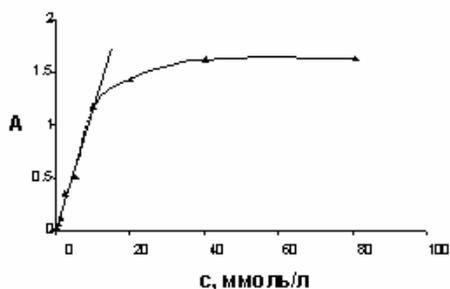


Рис. 10. Зависимость поглощения плёнок, содержащих продукты взаимодействия ванилина с новокаином, от концентрации новокаина в растворе.
 $A = (-0.01 \pm 0.03) + (0.0115 \pm 0.0005) \cdot C$, $R = 0.996$.

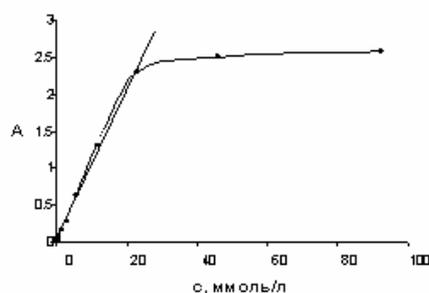


Рис. 11. Зависимость поглощения плёнок, содержащих продукты взаимодействия п-ДМАБ с новокаином, от концентрации новокаина в растворе.
 $A = (0.03 \pm 0.03) + (0.0101 \pm 0.0003) \cdot C$, $R = 0.998$.

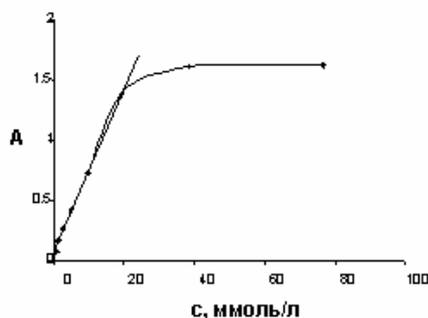


Рис.12. Зависимость поглощения плёнок, содержащих продукты взаимодействия ванилина со стрептоцидом, от концентрации стрептоцида в растворе. $A = (0.073 \pm 0.014) + (0.0068 \pm 0.0002) \cdot C$, $R = 0.998$.

Зависимость величины аналитического сигнала от концентрации аналита в растворе для системы ванилин – новокаин линейна в диапазоне концентраций новокаина ($3 \cdot 10^{-4}$ - $1 \cdot 10^{-2}$) моль/л; для системы п-ДМАБ – новокаин в диапазоне ($1.8 \cdot 10^{-4}$ - $2.3 \cdot 10^{-2}$) моль/л; для системы ванилин – стрептоцид в диапазоне ($6 \cdot 10^{-4}$ - $2 \cdot 10^{-2}$) моль/л.

Таким образом, тест-средства, полученные путём иммобилизации ванилина и п-ДМАБ в фотографические плёнки, можно использовать для обнаружения, фотометрического и визуального определения ПАА, в частности, для доказательства наличия ПАА в лекарственных препаратах; результаты тест-испытаний можно документировать.

Литература

1. Кнунянц И. Л. и др. Химическая энциклопедия. М.: Сов. энцикл., 1988. – Т. 1. 623с.
2. Черних В. П., Зименковський Б. С., Гриценко І. С. Органічна хімія. Вуглеводні та їх функціональні похідні. Харків: Основа, 1996. – Кн. 2. 480с.
3. Hernando M. D., Mezcuа M., Fernandez –Alba A. R., Barcelo D. // Talanta. 2006. V. 69. P. 334 – 342.
4. Державна Фармакопея України, 1-е вид. – Харків: ПІРЕГ, 2001. 556с.
5. United States Pharmacopoeia, 24th ed. – The United States Pharmacopoeial Convention Inc, Rockville MD, 2000. 2570p.
6. Коренман И. М. Методы определения органических соединений. М.: Химия, 1975. 359с.
7. Максютин Н.П., Каган Ф. Е., Кириченко Л. А. Методы анализа лекарств. Киев: Здоров'я, 1984. 222с.
8. Безуглий П. О., Українець І. В. Фармацевтична хімія. Харків: Золоті сторінки, 2002. 447с.
9. Мелентьева Г. А. Фармацевтическая химия. М.: Медицина, 1976. – Т. 1. 480с.
10. Жасмин Шах, М. Расул Жан, Мир Азман Хан // Журн. аналит. химии. 2005. Т. 60. №7. С. 711 – 714.

11. Духовная И. С., Казаринова Н. Ф. // Журн. аналит. химии. 1986. Т. 41. Вып. 6. С. 1419 – 1424.
12. Лазарев Н. В., Гадаскина И. Д. Вредные вещества в промышленности. Л.: Химия, 1976. – Т. II. 624с.
13. Лазарев Н. В., Гадаскина И. Д. Вредные вещества в промышленности. Л.: Химия, 1977. – Т. III. 608с.
14. Исаев Л. К. Контроль химических и биологических параметров окружающей среды. Санкт-Петербург: Крисмас+, 1998. 896с.
15. Доронин С. Ю., Чернова Р. К., Гусакова Н. Н. // Журн. аналит. химии. 2004. Т. 59. №4. С. 377 – 387.
16. Беляков А. А., Мельникова Л. В., Куренко Л. Т. // Заводск. лаборатория. 1987. Т. 53. № 4. С. 6 – 8.
17. Полюдек – Фабини Р., Бейрих Т. Органический анализ. Л.: Химия, 1981. 624с.
18. Амелин В. Г., Колодкин И. С. // Журн. аналит. химии. 2001 Т. 56. №2. С. 206 – 212.
19. Евгеньев М. И., Гармонов С. Ю., Евгеньева И. И. // Журн. аналит. химии. 2002 Т. 57. №2. С. 187 – 191.
20. Доронин С. Ю., Чернова Р. К., Гусакова Н. Н. // Журн. аналит. химии. 2005. Т. 60. №5. С. 471 – 478.
21. Стенцель И. И. // Заводск. лаборатория. 1985. Т. 51. № 2. С. 1 – 3.
22. Михайлов О. В., Половняк В. К. // Заводск. лаборатория. 1989. Т. 55. № 12. С. 34 – 38.
23. Михайлов О. В. // Коорд. химия. 2000. Т. 26. № 10. С. 750-762.
24. Birkedal-Hansen H. // Histochemie. 1973. V. 36. С. 73-87.
25. Золотов Ю. А., Иванов В. М., Амелин В. Г. Химические тест-методы анализа. М.: Едиториал УРСС, 2002. 304с.
26. Courts A. // Biochem. J. 1954. V. 58. № 1. P. 70 – 74.
27. Решетняк Е. А., Никитина Н. А., Холин Ю. В., Светлова Н. В., Островская В. М. // Вестн. ХНУ. 2003. Сер. хим. № 596. Вып. 10. С. 90 - 98.
28. Бугаевский А. А. Предел обнаружения в качественном анализе. Методические указания для студентов 3 курса дневного отделения и 4 курса вечернего отделения химического факультета. Харьков: ХГУ, 1985. 26с.
29. Бугаевский А. А., Кравченко М. С. // Журн. аналит. химии. 1983 Т. 38. Вып. 1. С. 17 – 21.
30. Бугаевский А. А., Круглов В. О., Кравченко М. С. // Заводск. лаборатория. 1976. Т. 42. № 1. С 68 – 70.
31. Кравченко М. С., Фумарова М. Ш., Хейфец Л. Я. // Журн. аналит. химии. 1986 Т. 41. Вып. 8. С. 1371 – 1375.
32. Решетняк Е. А., Никитина Н. А., Логинова Л. П., Островская В. М. // Журн. аналит. химии. 2005 Т. 60. №10. С. 1102 – 1109.
33. Кравченко М. С., Осыка В. Ф. Тестовые методы анализа вод. М., 1990. 120с.
34. Большев Л. Н., Смирнов Н. В. Таблицы математической статистики. М.: Наука, 1965. 464с.

Поступила в редакцию 12 марта 2006 г.

Kharkov University Bulletin. 2006. №731. Chemical Series. Issue 14(37). L. P. Loginova, O. Yu. Nesterenko. Test-films for detection and semi-quantitative determination of primary aromatic amines.

New test-tools with vanillin and p-dimethylaminobenzaldehyde immobilized in photographic films for identification and photometric and visual determination of primary aromatic amines, novocaine and streptocide, are suggested. The conditions of obtaining the test-tools and the testing are studied. The range of unreliable reaction and its relative width are evaluated; the detection limit (C_{min}) and determination limit (C_n) of novocaine and streptocide are estimated with the use of a colour scale.