

АНАЛИЗ ПРИРОДНЫХ И МИНЕРАЛЬНЫХ ВОД МЕТОДОМ ИНВЕРСИОННОЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ

Крот П.Н., Кутубаева К.Р.,
Научный руководитель доцент Щеглова Н.В.
Сибирский федеральный университет

Современный уровень развития технологии, биологии, медицины, охраны окружающей среды и других областей науки и техники выдвигает задачу определения малых количеств веществ во все более сложных объектах; поэтому требования, предъявляемые к методам анализа следовых количеств веществ, постоянно повышаются. Наряду с другими методами при анализе следовых количеств широко применяются электрохимические инверсионные методы, поскольку для очень многих элементов при относительно простом аппаратном оформлении они приводят к хорошо воспроизводимым и правильным результатам.

В последние годы число публикаций, посвященных инверсионным методам, неуклонно растет. В опубликованных до сих пор обзорных работах и книгах по электрохимическому инверсионному анализу основное внимание уделялось работам с классическим ртутным электродом. Представляет определенный интерес рассмотреть возможность использования ртутных пленочных электродов.

Данная работа посвящена определению содержания тяжелых металлов поверхностных вод реки Енисей и минеральных вод (Ханкуль, Нарзан, Ессентуки, Аква Минерале) методом инверсионной вольтамперометрии.

Инверсионная вольтамперометрия – современный высокочувствительный и экспрессный метод определения неорганических, органических веществ, пригодный для анализа геохимических, фармацевтических и многих других объектов. С помощью метода инверсионной вольтамперометрии чаще всего решают проблему определения следов тяжелых металлов в водах и биологических материалах. Так, например, вольтамперометрические методики одновременного определения Cu, Cd и Pb, а также Zn и Pb или Tl в питьевой воде включены в ряд российских и международных стандартов.

Метод инверсионной вольтамперометрии обладает рядом преимуществ:

- Относительно простое аппаратное оформление и их сравнительная дешевизна;
- Легкость компьютеризации и автоматизации аналитических определений;
- Возможность одновременного определения нескольких компонентов в широком линейном диапазоне концентраций и определение различных сосуществующих форм элементов;
- Низкие пределы обнаружения, достигающие для некоторых элементов (Cd, Bi, Tl, Pb, Sb, Ni) и органических веществ уровня 10^{-9} - 10^{-10} М;
- Высокая селективность инверсионных электрохимических методов анализа и хорошие метрологические характеристики методик на их основе;
- Отсутствие сложной пробоподготовки;
- Высокая чувствительность.

В работе использовали компьютеризированный анализатор ТА-4 ООО «НПП ТОМЬАНАЛИТ» с использованием ртутно-пленочных электродов и концентрированной муравьиной кислоты в качестве фонового электролита.

Выбор ртутно-пленочных электродов обусловлен выгодными электрохимическими свойствами и, особенно, широкой катодной областью рабочих потенциалов. Ртутный электрод вследствие высокого перенапряжения разряда ионов

водорода можно использовать в области высоких отрицательных потенциалов. При использовании таких электродов можно снизить предел обнаружения, так как у таких электродов отношение активной поверхности к объему ртути значительно возрастает (толщина пленки часто соответствует лишь нескольким молекулярным слоям). Кроме того, увеличивается разрешающая способность, так как диффузия металла в фазе электрода весьма ограничена и пики растворения получаются значительно более узкими.

Перед началом работы необходимо подготовить электроды:

Хлорсеребряный электрод применяют в качестве электрода сравнения и вспомогательного электрода. Представляет собой спираль из серебряной проволоки, покрытой AgCl , помещенную в корпус с полупроницаемой пробкой, который заполнен одномолярным раствором KCl . Конец серебряной проволоки имеет токовыводящий контакт для подключения к анализатору.

Перед работой серебряную спираль выкрутить против часовой стрелки из корпуса электрода. Корпус заполнить с помощью шприца одномолярным раствором хлорида калия (при заполнении иглу шприца опускать до дна корпуса), вкрутить по часовой стрелке серебряную спираль в корпус.

Ртутно – пленочный электрод представляет собой полимерный стержень с запрессованной серебряной проволокой диаметром 1,8 мм, длиной 7-8 мм.

Перед этим рабочую поверхность электрода (серебряную проволоку) опустить на 1-2 секунды в концентрированную азотную кислоту (при встряхивании). Хорошо промыть электрод дистиллированной водой и заамальгамировать.

1. Перед анализом каждой пробы необходимо проводить отмывку стаканчиков и электродов.

Отмывку электрохимических ячеек проводят 4-5 раз по 60 секунд, меняя дистиллированную воду в стаканчиках.

2. Далее в стаканчики вносят 10-12 мл дистиллированной воды и добавляют 0,2 мл концентрированной муравьиной кислоты. Стаканчики с полученным фоновым раствором и электроды устанавливают в анализатор и начинают регистрацию вольтамперограмм фона.

3. В каждый кварцевый стаканчик добавляют по 0,2 мл анализируемого раствора. Проводят регистрацию вольтамперограмм пробы. После регистрации исключают, если необходимо, невоспроизводимые вольтамперограммы. Количество воспроизводимых вольтамперограмм в каждом окне должно быть не менее двух. В противном случае регистрацию повторяют.

4. Вносят в каждую ячейку по 1,0 см³ аттестованной смеси цинка (кадмия) концентрации 1 мг/дм³ и запускают регистрацию вольтамперограмм пробы с добавкой. Получают 2-3 воспроизводимые вольтамперограммы. Обработывают их.

Расчет результата анализа проводится в автоматическом режиме. Для этого выполнить команду «Расчет». Получить значения концентраций тяжелых металлов в исходной пробе.

Полученные результаты приведены в Таблице 1.

Таблица 1 – Содержание тяжелых металлов методом ИВА

Объект исследования	Содержание тяжелых металлов, мг/дм ³			
	Zn ²⁺	Cd ²⁺	Pb ²⁺	Cu ²⁺
Поверхностные воды р. Енисей в черте г. Красноярск	0,016000	0,000260	0,000540	0,003000
Минеральная вода «Ханкуль»	0	0,000006	0	0,003200
Минеральная вода «Ессентуки»	0,000160	0,000150	0,001500	0,005000
Минеральная вода «Нарзан»	0,000650	0,000260	0,001500	0,001500
Минеральная вода «Аква Минерале»	0,000057	0,000350	0	0

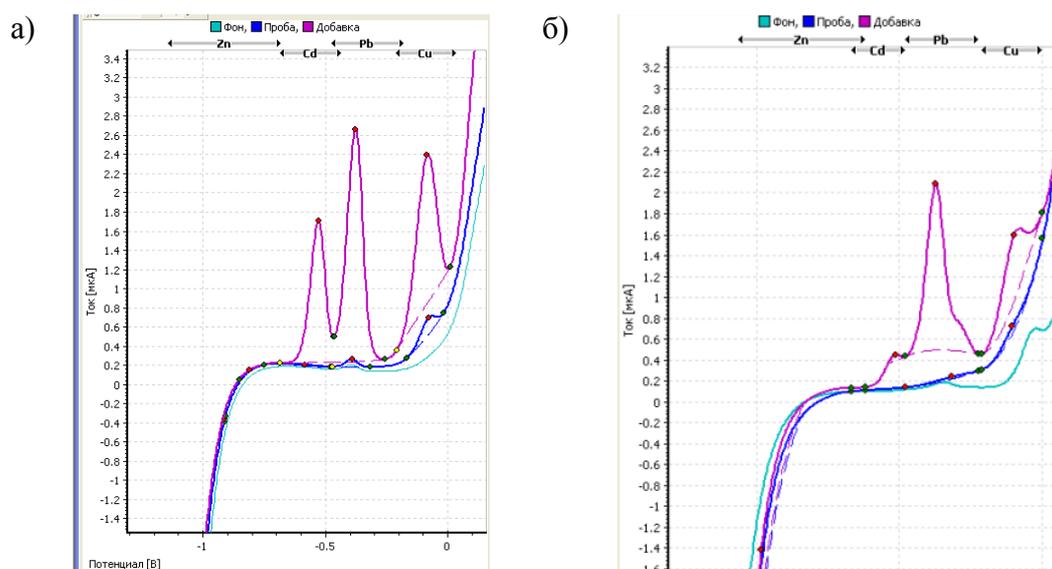
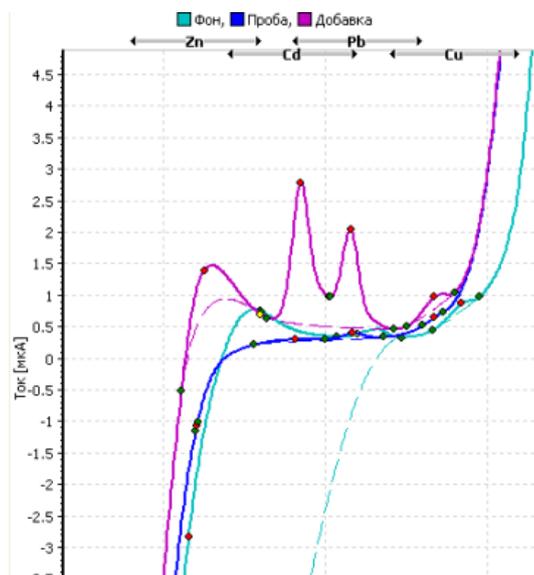


Рисунок 1 – Вольтамперограмма определения тяжелых металлов методом добавок на фоне муравьиной кислоты в поверхностных водах реки Енисей в черте г. Красноярска (а) и в минеральной воде Ханкуль (б)

а)



б)

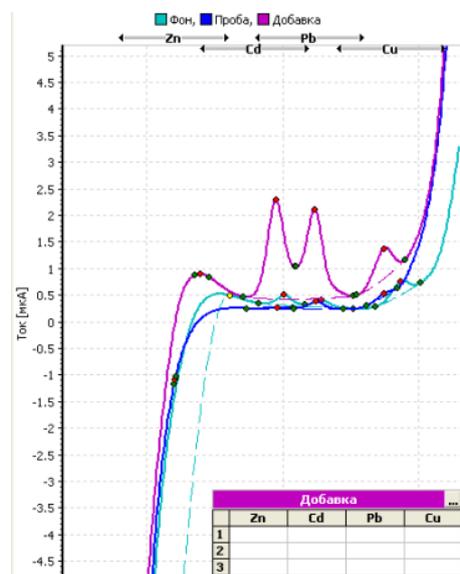


Рисунок 2 - Вольтамперограмма определения тяжелых металлов методом добавок на фоне муравьиной кислоты в минеральных водах Эссентуки (а) и Нарзан (б)

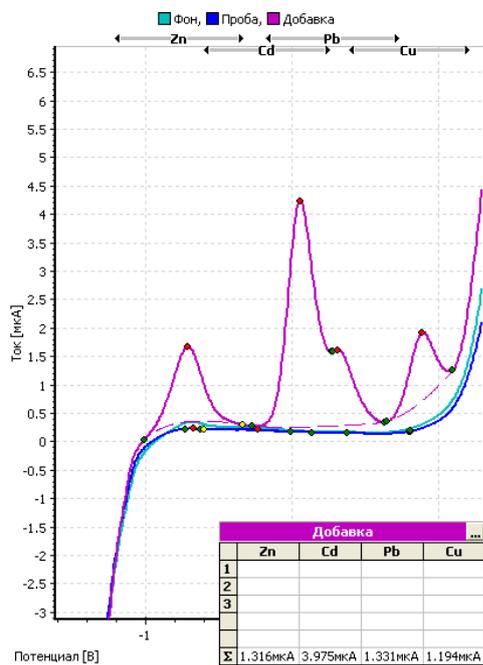


Рисунок 3 - Вольтамперограмма определения тяжелых металлов методом добавок на фоне муравьиной кислоты в минеральной воде Аква Минерале

На основании проведенного исследования установлено, что содержание тяжелых металлов (ионов меди, цинка, кадмия и свинца) в различных пробах минеральных и поверхностных вод не превышает ПДК.