

**ИССЛЕДОВАНИЕ ВОЗМОЖНОСТИ СОВМЕСТНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ
ТОКСИЧНЫХ МЕТАЛЛОВ НА КОМПЬЮТЕРИЗИРОВАННОЙ
ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКОЙ СИСТЕМЕ
В ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ**

Сурова Н. А., кандидат химических наук, доцент

Роль вольтамперометрических методов и особенно инверсионной вольтамперометрии (ИВА) на твердых электродах резко возросла в связи с острой необходимостью контроля объектов окружающей среды, биологических материалов, пищевых продуктов. При анализе этих объектов к методам аналитического контроля предъявляют требования повышенного уровня: обеспечение низких границ определяемых содержаний токсичных элементов, многоэлементность анализа, необходимость не только определения общего содержания токсичных элементов, но и получения качественной и количественной информации о физико-химических формах существования (включая степень окисления) контролируемых элементов, возможность автоматизации непрерывного контроля (мониторинг) и дистанционного управления процедурой анализа [1, 2].

Самой большой группой объектов окружающей среды, для контроля которой целесообразно применять ИВА, являются природные и сточные воды и почвы, которые содержат огромное количество токсичных элементов в различных формах: свободных и комплексных ионах с различными лигандами (неорганическими и органическими). Методы ИВА обеспечивают отличие связанных форм от свободных ионов.

Особенно ИВА удобна для оценки содержания наиболее часто встречающихся токсичных элементов таких как Cu, Pb, Cd, Zn, Hg, Co, Ni, а также Fe, избыток которого в воде также недопустим, и др.

В настоящее время стало актуальным проведение мониторинговых мероприятий экологических объектов на содержание ионов металлов. В области охраны окружающей среды, связанной со множеством одновременно действующих точек контроля, важно предусмотреть возможность конструирования достаточно простых приборов с использованием современной компьютерной техники.

Вольтамперометрическая компьютеризированная система, разработанная и опробованная в КБ "Домен" при Симферопольском госуниверситете, отвечает всем требованиям, предъявляемым к анализатору и методу при мониторинговых мероприятиях по контролю за окружающей средой: компактна, проста в эксплуатации, позволяет значительно уменьшить время анализа (до 3 мин при полярографии на ртутном каплющем электроде и до 10 мин при проведении инверсионного анализа), позволяет управлять автоматически всеми режимами работы, обеспечивает низкий предел обнаружения элементов (порядка 10^{-10} моль/дм³ и значительно уменьшает погрешность определения

$S_r < 0,10$, а также позволяет создать банк данных по мониторинговым исследованиям. Система обеспечивает графическое изображение и обсчет вольтамперных кривых, а также рассчитывает содержание определяемого компонента в растворе и может работать с двумя типами электродов: ртутный капельный и твердые.

В методе ИВА токсичные ртутные электроды могут быть заменены на твердые электроды, сделанные из графита, стеклографита, углеситалла, импрегнированного графита, благородных металлов и др. Успешное применение углеродных материалов обусловлено их высокой химической и электрохимической устойчивостью, широкой рабочей областью потенциалов, доступностью материалов [1].

Ранее [3] на компьютеризированной вольтамперметрической системе была исследована возможность определения пяти загрязняющих компонентов, содержащихся в пробе экологического объекта – это свинца, кадмия, меди, железа и цинка на фоне ацетата натрия методом ИВА.

Как показали литературные данные, ионы Hg(I) и Hg(II) восстанавливаются на ртутном капельном электроде во всех электролитах, в которых эти ионы не образуют труднорастворимых соединений. И при разрядке ионов ртути наблюдаются полярографические кривые, форма которых не соответствует уравнению катодной волны [4]. Процесс восстановления ионов ртути протекает обратимо в диффузионном режиме. Четкие волны ионов ртути могут быть получены на фонах азотной, хлорной, уксусной кислот, растворов солей этих кислот, при восстановлении ртути из комплексных ионов, образованных неорганическими и органическими лигандами (HgI_4^{2-} , HgS_2^{2-}) [5]. Для полярографического определения ртути часто применяют иодидный электролит. Известно, что ртуть трудно выделяется на поверхности индифферентных электродов. Это облегчается процессом соэлектрокристаллизации с кадмием или медью [6].

Представляло интерес исследовать возможность одновременного определения ртути в пробах объектов окружающей среды, содержащих и другие токсичные компоненты, такие как Cd, Pb, Fe, Cu и Zn.

Исследование проводили на компьютеризированной вольтамперметрической установке на графитовом рабочем электроде. Использовали хлорсеребряный электрод сравнения и вспомогательный – платиновый. Для работы использовали реактивы квалификации ос.ч и х.ч. Определение элементов проводили на ацетатном фоне в режиме переменноточковой полярографии с наложением прямоугольной развертки потенциала. Электролиз раствора проводили при потенциале $E = -1,4$ В в течение 3 мин, включив одновременно секундомер и мешалку. Спустя 15-20 с после отключения перемешивания включали развертку потенциала и регистрировали вольтамперную анодную кривую. При потенциале $E = 0,2$ В отключали развертку и включали перемешивание на 5-10 с. Определение проводили методом добавок.

Было найдено, что на фоне, содержащем ацетат ионы, которые являются хорошими лигандами

для ряда металлов при образовании комплексных соединений, проявлялись только пики ионов Cu, Cd, Pb, Fe и Zn, а вольтамперная кривая ртути не наблюдается. После добавления в электрохимическую ячейку раствора едкого натра и доведения pH до 10, стал проявляться пик ртути при потенциале $E = -0,52$ В. Полученные результаты представлены в таблице 1.

В присутствии ионов кадмия осаждение ртути на графитовом электроде незатруднено, однако, если в растворе нет ионов кадмия (или меди), то их необходимо добавить.

Как уже отмечалось [3], при одновременном присутствии в растворе ионов железа и свинца необходимо добавить 0,05 г сульфида натрия для устранения мешающего влияния тяжелых металлов, что позволяет также определять железо в смеси с указанными выше элементами.

Было найдено, что зависимость высоты анодного пика от концентрации носит линейный характер для свинца, кадмия, цинка и ртути в интервалах концентраций (10^{-5} - 10^{-10}) моль/дм³, а для меди и железа - (10^{-5} - 10^{-9}) моль/дм³. Относительная погрешность определения ниже, чем $S_x = 0,1$ (измерения проводили для 5 стандартных растворов указанных концентраций).

Таблица 1

**Экспериментальные данные инверсионной
вольтамперометрии на ацетатном фоне**

Элемент	Потенциал пика при pH=5, E, В	Концентрация элемента, C, моль/дм ³	S_r n=5, H=0,95	Потенциал пика при pH=10, E, В
Pb	-0,40	10^{-5} - 10^{-10}	0,05-0,08	-
Cd	-0,60	10^{-5} - 10^{-10}	0,05-0,08	-0,66
Cu	0,05	10^{-5} - 10^{-9}	0,05-0,08	-
Zn	-1,40	10^{-5} - 10^{-10}	0,05-0,08	-
Fe	-0,39	10^{-5} - 10^{-9}	0,07-0,09	-
Hg	-	10^{-5} - 10^{-10}	0,05-0,09	-0,52

Таким образом, были найдены условия для совместного определения из одной аликвоты шести компонентов (кадмия, свинца, меди, цинка, железа и ртути) в пробах экологических объектов методом инверсионной вольтамперометрии на графитовом электроде при использовании компьютеризированной вольтамперометрической системы.

Применение методики многокомпонентного анализа и компьютеризированной вольтамперометрической системы позволяет значительно ускорить анализ экологических объектов и получить банк данных при мониторинговых исследованиях.

Литература.

1. Браинина Х. З., Нейман Е. Я., Слепушкин В. В. Инверсионные электроаналитические методы. - М.: Химия, 1988. - 239 с.
2. Электрохимические методы в контроле окружающей среды. - М.: Химия, 1990. - 238 с.
3. Сурова Н. А. Использование вольтамперометрической компьютеризированной системы для анализа экологических объектов // Ученые записки Симферопольского государственного университета. Математика, физика, химия. - 1997. - N 4 (43). - С. 112-119.
4. Гейровский Я., Кута Я. Основы полярографии. - М.: Мир, 1965. - 295 с.
5. Гладышев В. П., Левицкая С. А., Филиппова Л. М. Аналитическая химия ртути. - М.: Наука, 1974. - 236 с.
6. Ройзенблат Е. М., Веретина Г. И. О чувствительности определения ртути методом инверсионной вольтамперометрии на графитовом электроде // Журн. аналит. химии. - 1974. - Т. 29, № 12. - С. 2376-2380.