

ПРОИЗВОДСТВЕННАЯ ЛАБОРАТОРИЯ

Незаменимый рабочий инструмент для заведующих лабораториями и специалистов лабораторного рынка

Подписной индекс **94625**



МЕДЛАЙН™
ЛАБОРАТОРНАЯ МЕБЕЛЬ

#3(24), июнь 2009 г.

ВНИМАНИЕ!

Издательский дом "Инфолайн"
представляет
4-й ежегодный

КАТАЛОГ

поставщиков и производителей

ЛАБОРАТОРНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ • ПОСУДА И ПРИНАДЛЕЖНОСТИ • ЛАБОРАТОРНАЯ МЕБЕЛЬ • ХИМРЕАКТИВЫ

ИНФОЛАЙН

2009 г.

КАТАЛОГ

**"ПОСТАВЩИКИ И ПРОИЗВОДИТЕЛИ
ЛАБОРАТОРНОГО ОБОРУДОВАНИЯ,
ЛАБОРАТОРНОЙ МЕБЕЛИ,
ХИМИЧЕСКИХ РЕАКТИВОВ,
ПОСУДЫ И ПРИНАДЛЕЖНОСТЕЙ"**

Формат А5.

Тираж 5000 экземпляров

**Каталог будет распространяться по
собственной базе данных производственных
предприятий Украины и на выставках**

**Подписчики журнала
«ПРОИЗВОДСТВЕННАЯ ЛАБОРАТОРИЯ»
получат каталог БЕСПЛАТНО**

Т/ф (056) 371-72-78

e-mail: office-infoline@ukr.net

www.infoline.in.ua

**ВЫХОД
В ОКТЯБРЕ!**

Особенности определения тяжелых металлов в водных экосистемах методом инверсионной хронопотенциометрии

СУРОВЦЕВ И. В.,

канд. техн. наук,
Международный научно-учебный
центр информационных
технологий и систем НАН и МОН
Украины (МНУЦ)

БУРОВ А. В.,

главный инженер-электроник
МНУЦ

ГОНЧАР С. А.,

младший научный сотрудник МНУЦ

ГАЛИМОВА В. М.,

научный сотрудник, Национальный
университет биоресурсов
и природопользования Украины

Оценка состояния водных ресурсов поверхностных и подземных вод в условиях постоянно действующих источников загрязнения их тяжелыми металлами (ТМ) – проблема чрезвычайно сложная и актуальная, а ее решение способствует разработке комплекса мероприятий по улучшению качества питьевой воды и водных экосистем.

С точки зрения того, что вода естественных источников является электролитом, для определения ее качества наиболее перспективно использование электрохимических методов анализа. Эти методы характеризуются высокой чувствительностью, избирательностью, способностью фиксировать широкий спектр химических элементов в различных матрицах. Один из них – метод инверсионной хронопотенциометрии (ИХП), который широко используется в практике лабораторных измерений в Украине. Принцип метода ИХП состоит в измерении времени растворения (инверсии) ионов металла с поверхности измерительного электрода, который был предварительно сконцентрирован на нем при электролизе. При постоянных условиях концентрирования и электролитического растворения анализируемого элемента время инверсии прямо пропорционально его концентрации в анализируемой пробе.

При реализации метода ИХП используют двухэлектродную электрохимическую ячейку, которая состоит из электролизера (химического стаканчика с пробой и перемешивающим элементом), расположенного на магнитной мешалке, измерительного

электрода и электрода сравнения. На электродах формируется необходимый потенциал, который воздействует на соответствующий ТМ в исследуемой пробе.

По полученным значениям потенциалов инверсии строится кривая растворимости или хронопотенциограмма инверсии. В случае, когда в растворе присутствуют ионы нескольких металлов, сначала в раствор переходит более электроотрицательный металл, а затем более электроположительный. Например, если из исследуемого раствора на измерительном электроде сконцентрированы цинк, кадмий, свинец и медь, то при измерении времени инверсии первым ионизируется цинк, а дальше кадмий, затем свинец и медь.

Для определения значений времени инверсии используют не саму хронопотенциограмму, а дифференциальную хронопотенциограмму. Фактически, это интенсивность инверсии во времени каждого интервала потенциала, где каждый пик отвечает одному химическому элементу, а точки минимума указывают на то, что закончилась инверсия одного элемента и началась инверсия следующего элемента. Значение максимума пика и диапазона измерения – качественная характеристика анализируемого элемента. Количественная характеристика – время инверсии отдельного элемента, который определяется как площадь кривой интенсивности в диапазоне его измерения.

При измерении концентрации ТМ используют метод добавки незначительного объема стандартного раствора ионов металла с известным значением массы (до 5 добавок). Значение массы добавки зависит от выбранных параметров концентрирования и результатов измерения времени инверсии анализируемой пробы.

Процесс определения концентрации тяжелого металла выполняется в следующей последовательности:

- измерение времени инверсии в фоновом растворе;
- измерение времени инверсии в анализируемой пробе;
- внесение с помощью микродозатора в электролизер массы добавки металла и повторное измерение времени инверсии в пробе с добавкой;
- вычисление значения массо-

вой концентрации металла в анализируемой пробе на основании результатов двух предыдущих измерений, с учетом фона и заданных параметров пробы.

Во время измерения времени инверсии для каждого металла используются свои электрохимические параметры концентрирования и электролитического растворения, при этом происходит следующее:

- регенерация измерительного электрода при перемешивании пробы (очистка электрода от остатков накопленных на нем ионов);
- электрохимическое концентрирование (накопление) ионов металла на измерительном электроде при перемешивании пробы;
- отключение перемешивания и успокоение раствора до начала инверсии (30 секунд);
- измерение потенциала и времени инверсии металла при заданном сопротивлении цепи.

Лучшие образцы анализаторов, в которых реализован вышеописанный метод, позволяют определить в жидкой пробе концентрацию тяжелых металлов: свинца, меди, кадмия и цинка в диапазоне от 0,001 мкг/мл до 1,0 мкг/мл.

В качестве измерительного электрода для измерения этих ТМ используют твердотельный электрод, амальгамированный ртутью, а в качестве электрода сравнения – хлорсеребряный электрод, заполненный раствором 2М HCl.

Для измерения концентрации Pb и Cu используют фоновый раствор 2М HCl, а для Zn и Cd – 1М аммиачный буфер (2М HCl + 4М NH₄OH, в соотношении 1:1).

Поскольку метод ИХП имеет высокую чувствительность и применяется для измерения низких концентраций ТМ, порядка 0,0005 мкг/мл, то используются химические реактивы особой степени чистоты (марка О.С.Ч.) и бидистиллированная вода.

В случае, если содержание металла в электролизере выше верхней границы диапазона определения, такую пробу разбавляют фоновым раствором до необходимого уровня концентрации. Как правило, определение концентрации ТМ в пробе выполняют для каждого металла отдельно. Это вызвано использованием разных фоновых

Таблица 1. Электрохимические параметры измерения ТМ в водных экосистемах

Наименование параметра		Значения параметров			
		Zn	Cd	Pb	Cu
Регенерация:	Время, с	60	120	120	60
	Потенциал, мВ	+20	+20	+20	+20
Концентрирование:	Время, с	90	210	210	90
	Потенциал, мВ	-1500	-1000	-900	-400
Инверсия:	Потенциал, мВ	-750	-600	-280	-100

растворов и разным уровнем их ПДК в водных объектах.

Отбор проб воды для анализа выполняется в соответствии с нормативной документацией (ДСТУ [1-4]). Подготовка проб воды для анализа выполняется согласно приведенной ниже методике.

При подготовке проб воды для анализа готовят исследуемые и контрольные растворы. Исследуемые растворы готовят таким образом: питьевую или природную воду фильтруют через фильтр „белая” или „синяя полоса”. Полученный фильтрат в количестве 100 мл испаряют в термостойком химическом стакане до объема 5–8 мл и охлаждают.

Для дальнейшей минерализации органических веществ, которые находятся в растворенном состоянии в воде, прибавляют 2 мл азотной кислоты (HNO_3 , плотностью 1,40 г/мл) и 2 мл пероксида водорода (H_2O_2 , 30 %). Смесь оставляют на 15 минут, а потом испаряют досуха. После охлаждения сухой остаток в стакане растворяют в 15–20 мл 2М HCl и количественно переносят в мерную колбу на 25 мл (минерализат). Раствор доводят до метки раствором 2М HCl .

Для определения массовой концентрации свинца и меди 10 мл минерализата переносят в сухой электролизер и измеряют массовую концентрацию свинца, а потом в этом же электролизере определяют медь.

Для определения массовой концентрации цинка и кадмия в отдельный электролизер переносят 5 мл минерализата и прибавляют 5 мл 4М раствора NH_4OH . Сначала измеряют массовую концентрацию кадмия, а потом в этом же электролизере – цинк.

Контрольные растворы готовят по методике приготовления исследуемых растворов для каждой серии анализов и для каждой новой партии реактивов. Для этого в отдельный электролизер вносят контрольный раствор и проводят измерение ТМ в соответствии с

тем же регламентом, что и исследуемые растворы.

Массовую концентрацию металла определяют по уравнению

$$C = k \cdot m \cdot \frac{t_n - t_{\phi}}{t_d - t_n} \quad (1)$$

где C – концентрация металла, г/л; k – коэффициент нормирования, 1/л; m – масса добавки, г; t_n – время инверсии пробы; t_{ϕ} – время инверсии фоновой раствора; t_d – время инверсии пробы с добавкой.

Коэффициент нормирования [7] находят по уравнению

$$k = \frac{V_m}{V_0 \cdot V_n} \quad (2)$$

где V_m – общий объем минерализата, л; V_0 – объем минерализата, взятый для анализа металла, л; V_n – объем пробы водного объекта, л.

Электрохимические параметры концентрирования и электролитического растворения, необходимые для определения концентрации ТМ в водных экосистемах, приведены в табл. 1.

Возможности разработанной методики были апробированы на примерах исследования образцов воды естественных источников одного из районов г. Киева с помощью Анализатора тяжелых металлов М-ХА1000-5, в котором реализован метод ИХП. Резуль-

таты этих исследований и значения ПДК на содержание ТМ приведены в табл. 2.

Из анализа приведенных результатов видно, что содержание ионов ТМ в исследуемых водах находится в пределах, значительно ниже, чем ПДК, а чувствительность разработанной методики на порядок выше ПДК. ■

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. ДСТУ ISO 5667-8:2007. Якість води. Відбирання проб. Частина 8. Настанови щодо відбирання проб вологих опадів.
2. ДСТУ ISO 5667-10:2005. Якість води. Відбір проб. Частина 10. Настанови щодо відбирання проб стічних вод.
3. ДСТУ ISO 5667-11:2005. Якість води. Відбирання проб. Частина 11. Настанови щодо відбирання проб підземних вод.
4. ДСТУ ISO 5667-14:2005. Якість води. Відбирання проб. Частина 14. Настанови щодо забезпечення якості відбирання та оброблення проб природних вод.
5. ДСанПІН України. Вода питна. Гігієнічні вимоги до якості води централізованого господарсько-питного водопостачання. – Наказ МОЗ України від 23.12.96 № 383.
6. Фомин Г. С. Вода. Контроль химической, бактериальной и радиационной безопасности по международным стандартам. Энциклопедический справочник. 2-е изд. перераб. и доп. – М.: Протектор, 1995 – 624 с.
7. Карнаухов О. І., Полумбрик О. М., Безніс А.Т., Суровцев І.В. Інверсійно-хронопотенціометричне визначення важких металів в об'єктах навколишнього середовища // Науково-методична розробка. – К.: УГУПТ, 1997. – 88 с.

Таблица 2. Результаты измерения концентрации тяжелых металлов в образцах воды Голосеевского района г. Киева

Местонахождение объекта	Концентрация, мг/л			
	Zn	Cd	Pb	Cu
Бювет, ул. Героев Оборона, 10	0,0359	0,000091	0,000156	0,00356
Бювет, Голосеевская площадь	0,0496	0,000109	0,000213	0,00445
Значения ПДК [5]	-	-	0,01	1,0
Вода, озеро «Дидоровка»	0,0758	0,000621	0,000890	0,05560
Вода, озеро «Голосеевское»	0,0697	0,000947	0,001450	0,04510
Значения ПДК [6]	3,0	0,003	0,01	1,0
Нижний предел измерения концентрации ТМ на анализаторе М-ХА1000-5, объем пробы 100 мл	0,0005	0,0005	0,00025	0,00025