

Определения ионов тяжелых металлов в технологических средах методом инверсионной вольтамперометрии

Студентки 9 гр. 3 к. ф-та ХТиТ Олехнович А.И., Фалалеева А.В.

Научный руководитель – Болвако А.К.

Белорусский государственный технологический университет
г. Минск

Для определения микроколичеств ионов тяжелых металлов (ИТМ) и ряда других соединений в природных и сточных водах, в технологических средах, при контроле качества пищевой продукции широкое распространение получил метод инверсионной вольтамперометрии (ИВА). Метод ИВА характеризуется низкими (до 10^{-10} моль/дм³) пределами обнаружения, достаточно высокой селективностью и хорошими метрологическими характеристиками. Легкость компьютеризации и невысокая стоимость оборудования делает ИВА весьма перспективным методом для аналитических определений ИТМ по сравнению с другими методами.

Цель работы – оптимизация режимов определения ИТМ (цинка, свинца, кадмия и меди) при совместном присутствии методом переменноточковой квадратноволновой ИВА. Определение ИТМ осуществлялось методом добавок с использованием полярографа ПУ-1 с электрохимическим датчиком ЕМ-04, аналого-цифрового преобразователя и комплекта программного обеспечения Unichrom. Использовался рабочий электрод из стеклоуглерода, вспомогательный электрод – стеклоуглеродный стаканчик, электрод сравнения – хлорсеребряный. Для приготовления рабочих растворов использовались реактивы квалификации «х.ч.» и «ч.д.а.» и дистиллированная вода. Температура – комнатная. Для формирования ртутно-графитового электрода *in situ*, создания кислой среды и подавления миграционного тока использовался фоновый раствор на основе KCl, HCl и Hg(NO₃)₂.

Каждое измерение состояло из четырех стадий: накопления, успокоения, регистрации аналитического сигнала и регенерации электрода с использованием анодной линейной развертки потенциала. Каждое измерение включало 3 последовательных цикла. Для расчетов использовались значения высоты пика и площади под вольтамперной кривой, полученные как средний результат из трех параллельных измерений.

На вольтамперных кривых, получаемых на стадии регистрации, в области потенциалов минус (0,5±1) В (х.с.э.) происходит активное растворение металлов из их амальгам, и регистрируется пики, площадь (или высота) которых прямо пропорциональна концентрации металла в амальгаме, и соответственно, в анализируемом растворе. При более положительных потенциалах протекает окисление ртути и очистка индикаторного электрода.

С целью определения рабочего диапазона концентраций, при которых выполняется линейная зависимость величины пика тока (площади под пиком) от концентрации и допустимости использования метода добавок для анализа, были получены градуировочные

зависимости при различной концентрации определяемых элементов в пробе. Установлено, что в условиях опыта с достаточно высокой точностью указанные зависимости линеаризуются в широком диапазоне концентраций – $(0,1 \div 7) \cdot 10^{-6}$ М, что позволяет осуществлять непосредственное определение микроконцентраций ИТМ. Оценена статистическая значимость

коэффициентов регрессионных уравнений и погрешности определения концентраций с использованием полученных градуировочных графиков.

На основании анализа регрессионной модели, описывающей влияние параметров проведения измерения на величину относительной погрешности определения, установлены оптимальные условия проведения анализа, позволяющие свести к минимуму погрешность определения. Оценен бюджет неопределенности исследованного метода анализа, указаны составляющие бюджета неопределенности. Разработанные режимы определения могут быть использованы для анализа технологических растворов, водопроводных и сточных вод на содержание ИТМ.