

Определение ионов токсичных металлов в водах на ртутно-углеситалловом электроде методами инверсионной вольтамперометрии

Мишукова Елена Вячеславовна, Ромашов Андрей Андреевич

аспирант, студент

Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия

E-mail: lmidworld@mail.ru

Инверсионная вольтамперометрия (ИВ) является высокочувствительным методом определения токсичных металлов в объектах окружающей среды. Существует несколько анодных вариантов ИВ: с линейной, дифференциально-импульсной, квадратно-волновой и синусоидальной развертками потенциала. Следует отметить, что поскольку эти варианты, как правило, реализуются программно, то все развертки потенциала, как немодулированные, так и модулированные переменными напряжениями, являются ступенчатыми. В литературе наиболее часто используют стационарные ртутные электроды. Считают, что указанные электроды позволяют получить более воспроизводимые данные, хотя для этих электродов соотношение площади поверхности и объема менее благоприятно, чем для пленочных ртутных электродов с подложками из серебра и углеродных материалов (РПЭ, РГЭ). Это, вероятно, обусловлено с недостаточно воспроизводимыми условиями формирования пленочных электродов. В связи с этим становится актуальным исследование различных вариантов ИВ на этих электродах. В большинстве работ применяют ИВ с линейной и дифференциально-импульсной развертками. Упоминают квадратно-волновой и синусоидальный режимы. Однако детального и сопоставительного анализа полученных результатов в рамках одного исследования не проводилось. Целью данной работы явилось изучение различных вариантов ИВ, их сопоставление и выбор оптимальных условий эксперимента при определении ионов свинца, кадмия и меди в водах.

Исследование проводили на компьютеризованном комплексе ХАН-2 с трехэлектродной ячейкой. Аналитический цикл состоял из стадий регенерации поверхности электрода ($E_{\text{рег}}$, $t_{\text{рег}}$), электроконцентрирования (E_3 , t_3) микропримесей на его поверхности при вращении, успокоения исследуемого раствора (E_y , t_y) и регистрации кривой растворения электрохимического концентрата. Предварительно формировали РГЭ ($d=3$ мм, подложка углеситалл) на фоне 0,07 М раствора NH_4Cl (рН 3), содержащего $1 \cdot 10^{-5}$ М ртути (II): $t_{\text{рег}} = 5$ с, $E_{\text{рег}} = 500$ мВ, $t_3 = 5$ с, $E_3 = -850$ мВ, $t_y = 5$ с, $E_y = -1200$ (I), -1400 (II), -1600 (III) мВ, развертка напряжения от $E_n = E_y$ до $E_k = E_{\text{рег}}$, скорость (v) 300 мВ/с. Каждый цикл повторяли три раза. Наблюдаемые на вольтамперных кривых аналитические сигналы (АС) в форме пиков характеризуются параметрами: потенциалом и током пика E_n и I_n , полушириной σ и ее левой и правой компонентами σ_l σ_r .

Предварительные исследования проводили на модельном растворе ионов кадмия, свинца и меди (20, 20, 5 мкг/л соответственно). Изучали параметры стадий вольтамперометрического цикла при линейной развертке потенциала. Дальнейшую работу проводили при следующих условиях: $E_{\text{рег}} = 50$ мВ, $t_{\text{рег}} = 10$ с, $E_3 = -1150$ мВ, $t_3 = 30$ с, $t_y = 10$ с, $E_y = -950$ мВ, развертка потенциала от $E_n = E_y$ до $E_k = 50$ мВ. Эти же условия использовали для других разверток. В случае дифференциально-импульсной и квадратно-волновой ИВ установлены диапазоны частот (f 10 - 50 Гц), v (50 - 200 мВ/с), длительностей импульса ($t_{\text{им}}$ 5 - 25 мс), времен задержки (t_3 11 - 2 мс), амплитуд (ΔE 10 - 90 мВ), а для синусоидальной ИВ: f (10 - 50 Гц), v (50 - 200 мВ/с), ΔE (10 - 90 мВ) и фазового угла (0 - 360°). Полученные данные были использованы при выборе оптимальных условий определения содержания ионов свинца, кадмия и меди в водах методом добавок для указанных вариантов ИВ. Относительное стандартное отклонение результатов измерений $S_r \leq 0,15$. В согласии с теорией для анализа перспективны модулированные развертки.