

сорбционных свойствах. Однако остаточная сорбционная емкость отработанного катализатора позволяет его использовать для очистки сточных вод от ионов тяжелых металлов. Так как регенерация отработанного катализатора после использования в качестве сорбента затруднена вследствие значительной потери массы в результате растворения алюминия, то его целесообразно использовать для ограничения подвижности тяжелых металлов в почве и осадках сточных вод.

#### Список использованных источников

1. Доронин, В. П. Химический дизайн катализаторов крекинга / В. П. Доронин, Т. П. Сорокина // Рос. хим. ж. – 2007. – Т. LI, № 4. – С.23 – 28.
2. Брек, Д. Цеолитовые молекулярные сита / Д. Брек. – Москва: Мир, 1976. – 782 с.
3. Пигузова, Л. И. Высококремнеземные цеолиты и их применение в нефтепереработке и нефтехимии / Л. И. Пигузова. – Москва : Химия, 1974. – 176 с.
4. Мановян, А. К. Технология переработки природных энергоносителей / А. К. Мановян. – Москва : Колос, 2004. – 456 с.
5. Поконова, Ю. В. Технология многоцелевой утилизации отработанных цеолитов нефтепереработки / Ю. В. Поконова, М. С. Олейник // Санкт-Петербургский гос. техн. унив. – 2007. – Т. 84, № 6. – С.309–316.
6. Козловская, И. Ю. Свойства отработанного катализатора каталитического крекинга и возможности его применения для сорбционной очистки сточных вод / И. Ю. Козловская, В. Н. Марцуль // Труды БГТУ. Сер. III Химия и технология неорган. в-в. – 2010. – Вып. XVIII. – С.127–130.
7. Комаров, В. С. Синтез пористых материалов на основе отработанных цеолитсодержащих адсорбентов и катализаторов / В. С. Комаров [и др.] // Весці Акадэміі навук Беларусі. – 2004. – № 4. – С.10–14.
8. Лурье, Ю. Ю. Химический анализ производственных сточных вод / Ю. Ю. Лурье, А. И. Рыбникова. – Москва: Химия, 1974. – 336 с.
9. Шарло, Г. Методы аналитической химии. Количественный анализ неорганических соединений / Г. Шарло. – Москва : Химия, 1965. – 976 с.

Статья поступила в редакцию 19.10.2010 г.

#### SUMMARY

In this paper, we studied the properties of the source and spent zeolite catalyst cracking of petroleum hydrocarbons. A comparative analysis showed that in the process of cracking a change in the structure and elemental composition of the catalyst. Determined sorption capacity of the catalyst of copper ions and iron, surface area and the source of spent catalyst. The findings suggest that the possibility of using spent catalyst for binding, limiting the mobility of heavy metals in soil and sewage sludge.

УДК 543.253

### ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ В СИНТЕТИЧЕСКИХ МОЮЩИХ СРЕДСТВАХ

*Н.П. Матвейко*

Рассмотрены результаты исследований совместного определения *Zn*, *Cd*, *Pb*, *Cu* в синтетических моющих средствах методом инверсионной вольтамперометрии с применением анализатора вольтамперометрического марки ТА-4 и ртутного пленочного индикаторного электрода.

Содержание тяжелых металлов (*Pb*, *Cd*, *Cu* и *Zn*) во многих видах продукции нормируется техническими нормативными правовыми актами (ТНПА) и

контролируется [1,2]. Что касается синтетических моющих средств (СМС), то содержание *Pb*, *Cd*, *Cu* и *Zn* не регламентируется ТНПА и, как правило, не контролируется. Однако широкое применение СМС связано с образованием больших объемов сточных вод, которые, особенно в бытовых условиях, не подвергаются очистке, хотя и содержат ряд вредных веществ, в том числе и тяжелые металлы. Попадая в почву и водоемы, сточные воды, образующиеся в результате применения СМС, загрязняют их вредными веществами и тяжелыми металлами. В этой связи представляет интерес изучить содержание тяжелых металлов в синтетических моющих средствах.

В настоящей работе проведены исследования по определению цинка, кадмия, свинца и меди в СМС наиболее экспрессным и точным методом – инверсионной вольтамперометрией [4,5].

Для определения *Zn*, *Cd*, *Pb*, *Cu* отобраны пробы массой 0,1 г восьми широко применяемых наименований СМС, которые условно обозначены номерами, т.к. исследования проводились в неаккредитованной лаборатории БГЭУ. Каждую пробу растворяли в 10 см<sup>3</sup> бидистиллята. Затем проводили подготовку пробы согласно [5]. С этой целью раствор СМС выпаривали при температуре 150°C. После этого остаток растворяли в 3–3,5 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты и снова выпаривали при температуре 180°C, а затем прокаливали при температуре 450°C в течение 30 минут. Образовавшийся осадок растворяли в концентрированной азотной кислоте и приливали 1,5–2 см<sup>3</sup> 30% раствора пероксида водорода. Раствор выпаривали при температуре 180°C, образовавшийся осадок прокаливали при температуре 450°C в течение 30 минут. Операцию растворения осадка в концентрированной азотной кислоте с пероксидом водорода, последующее выпаривание и прокаливание повторяли до образования остатка серого цвета. Остаток растворяли в муравьиной кислоте и разбавляли бидистиллятом до 10 см<sup>3</sup>.

Определение тяжелых металлов проводили методом добавок на анализаторе вольтамперометрическом марки ТА–4 в двухэлектродной электрохимической ячейке. В качестве индикаторного использовали ртутный пленочный электрод, а в качестве электрода сравнения и вспомогательного электрода – хлорсеребряный электрод. Для каждого вида СМС проведено по четыре определения *Zn*, *Cd*, *Pb*, *Cu*. Результаты обработаны методом математической статистики: рассчитаны средние значения ( $\bar{x}$ ), дисперсия ( $V$ ), относительные стандартные отклонения ( $S_r$ ) и интервальные значения при доверительной вероятности 0,95 ( $\pm \Delta x$ ) [6].

Определение тяжелых металлов методом инверсионной вольтамперометрии требует выбора состава фонового электролита, потенциала и продолжительности всех стадий анализа, а также скорости развертки потенциала при регистрации вольтамперной кривой. Комплексными исследованиями модельных растворов, содержащих по 10 мкг/л *Zn*, *Cd*, *Pb* и *Cu*, было установлено, что инверсионно-вольтамперометрическое определение *Zn*, *Cd*, *Pb* и *Cu* с помощью анализатора марки ТА-4 и ртутного пленочного индикаторного электрода целесообразно проводить на фоне электролита, содержащем 0,4 моль/дм<sup>3</sup> муравьиной кислоты при следующих условиях: электрохимическая очистка индикаторного электрода при потенциале –1100 мВ в течение 20 с, накопление металлов на поверхности индикаторного электрода при потенциале –1400 мВ в течение 10–30 с (в зависимости от концентрации металлов в растворе), успокоение раствора при потенциале –1200 мВ в течение 10 с, развертка потенциала со скоростью 90 мВ/с.

Все исследования СМС на содержание *Zn*, *Cd*, *Pb* и *Cu* выполнены с использованием выбранных условий.

На рисунке для наглядности представлены вольтамперные кривые фона, пробы и пробы с добавкой для СМС № 4. Видно, что на вольтамперной кривой раствора фона в интервале потенциалов от –1200 мВ до +100 мВ отсутствуют какие-либо максимумы тока окисления (кривая 1). Это свидетельствует о чистоте фонового электролита, а именно об отсутствии в нем цинка, кадмия, свинца и меди,

поскольку в условиях регистрации вольтамперной кривой возможно анодное растворение ранее сконцентрированных на индикаторном электроде только этих металлов.

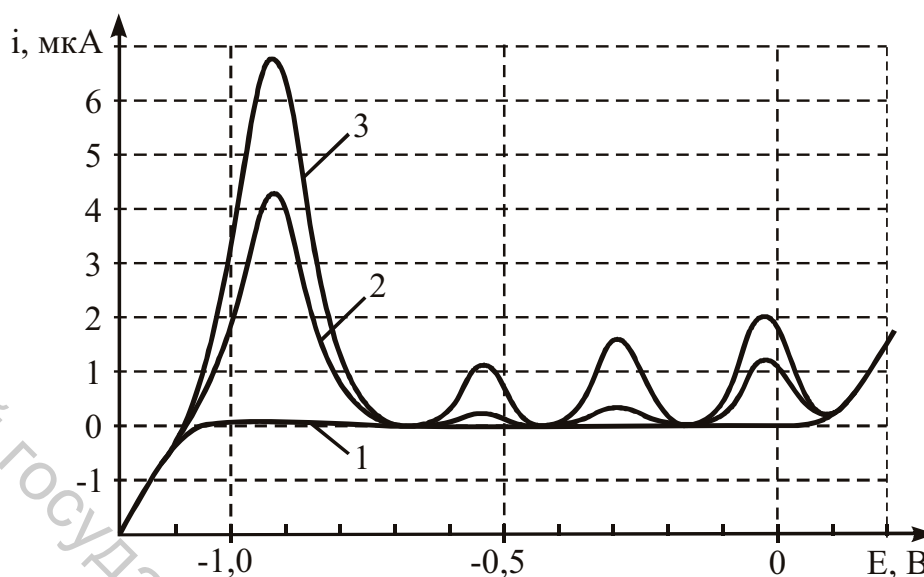


Рисунок – Вольтамперные анодные кривые раствора пробы СМС № 4 на фоне 0,4 моль/дм<sup>3</sup> муравьиной кислоты: 1 – кривая фона, 2 – кривая раствора пробы, 3 – кривая раствора пробы с добавкой. Температура 25<sup>0</sup>С

На вольтамперной кривой раствора пробы СМС № 4 (кривая 2) имеется четыре максимума тока окисления предварительно сконцентрированных на индикаторном электроде металлов при потенциалах (мВ): – 910; – 550; – 300; – 40, которые соответствуют **Zn, Cd, Pb, Cu**. Причем максимумы тока окисления кадмия и свинца значительно ниже, чем цинка и меди. Это указывает на то, что в растворе пробы СМС 4 содержание кадмия и свинца меньше, чем цинка и меди.

Введение в раствор пробы добавки стандартного раствора, содержащего **Zn, Cd, Pb, Cu**, максимумы тока окисления всех определяемых металлов возрастают пропорционально увеличению их концентрации (кривая 3).

Аналогичные вольтамперные кривые получены нами и для других семи отобранных для исследования образцов СМС.

По разности вольтамперных кривых, зарегистрированных в растворе пробы с добавкой, в растворе пробы и растворе фонового электролита с использованием специальной компьютерной программы было рассчитано содержание металлов во всех видах СМС. Все результаты сведены в таблицу.

Таблица – Содержание тяжелых металлов в различных видах СМС (мг/кг)

Номер СМС	Содержание металлов, мг/кг							
	Zn, ±Δx	S <sub>r</sub>	Cd, ±Δx	S <sub>r</sub>	Pb, ±Δx	S <sub>r</sub>	Cu, ±Δx	S <sub>r</sub>
1	176±0,06	0,02	–		0,294±0,003	0,7	2,74±0,02	0,50
2	33,9±0,04	0,07	–		0,379±0,004	0,6	5,98±0,02	0,20
3	129±0,04	0,02	–		0,317±0,003	0,6	1,78±0,02	0,70
4	72,4±0,06	0,05	0,021±0,003	7,5	0,212±0,003	0,8	10,32±0,03	0,17
5	15,9±0,04	0,15	–		0,476±0,004	0,5	7,13±0,02	0,15
6	14,5±0,04	0,16	0,081±0,004	3,4	0,381±0,004	0,6	14,72±0,04	0,16
7	29,7±0,05	0,11	–		0,217±0,003	0,8	4,83±0,02	0,30
8	24,4±0,05	0,12	–		–		8,41±0,02	0,15

Видно, что в СМС № 8 не содержится ни кадмий, ни свинец. Не обнаружен кадмий также в СМС № 1, № 2, № 3, № 5, № 7. В двух видах СМС № 4 и № 6 присутствуют все изученные металлы (*Zn, Cd, Pb, Cu*). Наибольшее количество *Cd* содержится в СМС № 6 (0,081 мг/кг).

Во всех исследованных видах СМС содержится цинк и медь. Наибольшее количество цинка наблюдается в СМС № 1 (176 мг/кг), а наименьшее – в СМС № 6 (14,5). Достаточно большое количество цинка характерно также для СМС № 3 (129 мг/кг). Незначительное количество цинка обнаружено в СМС № 5 (15,9 мг/кг).

Содержание меди в изученных видах СМС несколько меньше, чем цинка, причем наибольшее количество меди обнаружено в СМС № 6 (14,72 мг/кг). В СМС № 3 определено всего 1,78 мг/кг меди, то есть наименьшее количество.

Что касается свинца, то его содержание в СМС невелико и практически одинаково для всех изученных видов СМС (0,212 – 0,476 мг/кг).

По результатам исследований можно сделать следующие выводы.

1. Совместное определение *Zn, Cd, Pb, Cu* в СМС на ртутном пленочном электроде с применением анализатора ТА–4 целесообразно проводить на фоне 0,4 М раствора муравьиной кислоты при потенциале концентрирования – 1400 мВ и скорости развертки потенциала 90 мВ/с.

2. Методом инверсионной вольтамперометрии определено содержание *Zn, Cd, Pb, Cu* в восьми видах СМС и установлено, что применение СМС может привести к загрязнению окружающей среды тяжелыми металлами.

#### Список использованных источников

1. СанПиН № 63 Республики Беларусь. Гигиенические требования к качеству и безопасности продовольственного сырья и пищевых продуктов. – Введ. 09.06.2009. – Минск : Министерство здравоохранения Республики Беларусь, 2009. – 216 с.
2. СанПиН 13-3 Республики Беларусь. Предельно допустимые количества химических веществ, выделяющихся из материалов, контактирующих с пищевыми продуктами. – Введ. 19.09.2001. – Минск : Министерство здравоохранения Республики Беларусь, 2001. – 35 с.
3. Электроаналитические методы в контроле окружающей среды / Р. Кальвода [и др.]. – Москва : Мир, 1990. – 235 с.
4. Будников, Г. К. Основы современного электрохимического анализа / Г. К. Будников, В. Н. Майстренко, М. Р. Вяселев. – Москва: Мир, 2003. – 320 с.
5. Носкова, Г. Н. Минерализация пищевых продуктов. Методическое пособие по подготовке проб для определения содержания токсичных элементов. Практическое руководство / Г. Н. Носкова, А. В. Заичко, Е. Е. Иванова. – Томск : Изд-во ТПУ, 2007. – 30 с.
6. Дерффель, К. Статистика в аналитической химии / К. Дерффель. – Москва : Мир, 1994. – 146 с.

Статья поступила в редакцию 01.06.2010 г.

#### SUMMARY

The method of stripping voltammetry to determine the content of zinc, cadmium, lead and copper in synthetic detergents.