

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТОКСИЧНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ МЕТОДОМ ИНВЕРСИОННОЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ

Н.П. Матвейко

Рассмотрены результаты исследований совместного определения Zn, Cd, Pb, Cu методом инверсионной вольтамперометрии в фоновом электролите, содержащем H_3PO_4 и KNO_3 . Определены состав фонового электролита и условия проведения анализа, позволяющие получать результаты с относительной погрешностью, не превышающей 12%.

Одним из важнейших показателей безопасности продукции является содержание токсичных элементов. Среди наиболее распространенных и значимых токсичных элементов следует назвать Pb, Cd, Cu и Zn. Содержание указанных металлов в обязательном порядке нормируется техническими нормативными правовыми актами (ТНПА) и контролируется в любой пищевой и многих видах промышленной продукции [1, 2].

Для определения Pb, Cd, Cu и Zn применяют либо метод атомно-абсорбционной спектроскопии, либо метод инверсионной вольтамперометрии [3-5]. Метод инверсионной вольтамперометрии имеет ряд преимуществ перед методом атомно-абсорбционной спектроскопии. Прежде всего, это на порядок более низкая стоимость оборудования. Существенно меньшие затраты времени на проведение анализа. Более низкая стоимость, простота выполнения анализа, возможность одновременного определения нескольких элементов в одной пробе [4, 5].

Для определения содержания в продукции Zn, Cd, Pb, Cu методом инверсионной вольтамперометрии применяют вольтамперометрические комплексы марки АВА – 2 (АВА – 3) и ТА – 4, которые серийно производятся НПО «Люмэкс» (г. Санкт-Петербург) и НПП «Томьаналит» (г. Томск) соответственно. Аттестованные методики одновременного определения Zn, Cd, Pb, Cu в одной пробе с помощью анализаторов ТА – 4 и АВА – 3 основаны на использовании водных растворов фоновых электролитов, содержащих уксусную или хлороводородную кислоту [6, 7]. Низкие значения рН таких электролитов затрудняют электрохимическое концентрирование цинка из-за протекания конкурирующего процесса выделения водорода. Это не позволяет получать воспроизводимые и надежные результаты анализа и часто приводит к существенному увеличению относительной погрешности определения Zn (около 50%). Использование нейтральных или щелочных растворов фонового электролита невозможно, поскольку электрохимическое накопление металлов в таких условиях не происходит. В этой связи поиск необходимых составов фоновых электролитов и разработка на их основе методик одновременного определения Zn, Cd, Pb, Cu являются актуальными и представляют научный интерес.

Все исследования проводили с применением анализатора вольтамперометрического марки АВА – 2, сопряженного с компьютером и оснащенного углеситалловым индикаторным электродом. В качестве электрода сравнения применяли хлоридсеребряный полуэлемент, вспомогательного – платиновую проволоку. Растворы электролитов готовили на бидистилляте из реактивов марки «ХЧ». Анализ растворов во всех исследованиях проводили методом добавок.

Определение тяжелых металлов методом инверсионной вольтамперометрии требует оптимизации качественного и количественного состава фонового электролита, потенциала и продолжительности накопления определяемого металла, скорости развертки потенциала при регистрации вольтамперной кривой.

Исследования, выполненные нами ранее, показали, что совместное определение Zn и Cd целесообразно проводить с использованием фонового

электролита, содержащего ортофосфорную кислоту и нитрат калия. Поэтому в настоящей работе с целью выбора состава электролита были исследованы водные растворы, содержащие указанные выше вещества в различных соотношениях. При выборе фонового электролита были использованы стандартные образцы растворов, содержащие по 27 мкг/дм³ каждого из определяемых элементов. Для всех составов фоновых электролитов были зарегистрированы вольтамперные кривые фона, пробы и пробы с добавкой при потенциалах накопления (минус) 1270, 1280, 1290, 1300, 1310, 1320, 1350, 1360, 1400 мВ. Установлено, что наилучшие результаты получены в фоновом электролите, содержащем 0,0005 моль/дм³ H₃PO₄ и 0,05 моль/дм³ KNO₃, при потенциале концентрирования минус 1350 мВ. В электролитах, содержащих H₃PO₄ более 0,0005 моль/дм³, концентрирование Zn не происходит и его определение невозможно. В электролитах, содержащих H₃PO₄ менее 0,0005 моль/дм³ и KNO₃ менее 0,05 моль/дм³, относительная погрешность определения металлов достаточно велика и составляет 50 и более % (для Zn). При потенциалах положительнее минус 1280 мВ концентрирование Zn не происходит, а при потенциалах – отрицательнее минус 1350 наблюдаются значительные искажения вольтамперных кривых и совместное определение Zn, Cd, Pb, Cu становится невозможным. Использование электролитов, содержащих нитрат калия в количествах, превышающих 0,05 моль/дм³, не целесообразно, поскольку приводит лишь к дополнительному расходу соли.

На рисунке 1 в качестве примера приведены вольтамперные кривые. Видно, что на вольтамперных кривых, четко проявляются четыре максимума тока при потенциалах (мВ) -920, -650, -470, -140, которые указывают на анодное растворение предварительно концентрированных на индикаторном электроде Zn, Pb, Cd, Cu соответственно.

Также определены оптимальные интервалы времени концентрирования металлов и интервалы концентраций металлов, которые можно определить разработанной методикой. Установлено, что совместное определение Zn, Pb, Cd, Cu возможно в интервале концентраций $3 \pm 0,2 \div 120 \pm 0,5$ мкг/дм³.

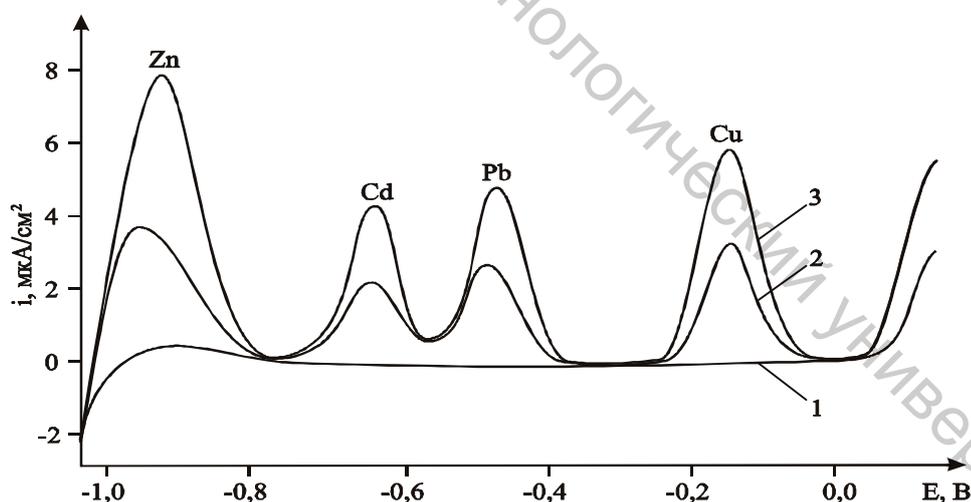


Рисунок 1- Вольтамперные кривые, зарегистрированные в электролите, содержащем 0,0005 моль/дм³ H₃PO₄ и 0,05 моль/дм³ KNO₃ на углеситалловом индикаторном электроде при скорости развертки потенциала 400 мВ/с: 1 – кривая фона; 2 – кривая пробы; 3 – кривая пробы с добавкой

Расчет основных погрешностей анализа с применением разработанной методики выполнен методом «введено-найдено» [8] (см. таблицу).

Таблица Результаты анализа стандартных растворов

Элемент	Введено x , мкг/дм ³	Найдено x_i , мкг/дм ³	Стандартное отклонение S	Доверительный интервал, мкг/дм ³	Введено x , мкг/дм ³	Найдено x_i , мкг/дм ³	Стандартное отклонение S	Доверительный интервал, мкг/дм ³
Zn	13,30	12,45	0,62	$\pm 0,77$	26,67	27,15	0,52	$\pm 0,65$
		13,76				26,94		
		12,95				27,42		
		14,23				27,34		
Cd	13,30	13,89	0,57	$\pm 0,71$	26,67	25,63	0,57	$\pm 0,72$
		14,12				26,81		
		12,99				26,39		
		13,86				25,99		
Pb	13,30	13,84	0,49	$\pm 0,61$	26,67	27,32	0,55	$\pm 0,69$
		12,91				26,61		
		12,73				27,13		
		13,13				26,90		
Cu	13,30	12,88	0,44	$\pm 0,54$	26,67	26,41	0,54	$\pm 0,67$
		13,57				26,98		
		13,93				27,11		
		13,16				27,32		

Видно, что во всех растворах найденное количество Zn, Pb, Cd, Cu близко к введённому количеству. При этом разработанная методика имеет высокую точность и воспроизводимость результатов анализа.

Апробацию методики проводили на образцах талой воды, полученной из снега различных участков автомагистрали Минск-Брест. Исследовано 200 образцов талой воды. Установлено, что чем дальше от автомагистрали был взят образец талой воды, тем меньше содержание в нем Zn, Pb и Cu. На расстоянии более 350 метров от автомагистрали определяются лишь следовые количества этих металлов. При этом во всех образцах Cd отсутствует, а содержание Zn, Pb и Cu не превышало допустимых норм. Результаты анализа талой воды переданы в РУП «БелдорНИИ» г. Минск.

По результатам исследований можно сделать следующие выводы.

1. Совместное определение Zn, Cd, Pb, Cu методом инверсионной вольтамперометрии можно проводить в фоновом электролите, содержащем 0,0005 моль/дм³ H₃PO₄ и 0,05 моль/дм³ KNO₃ при потенциале концентрирования -1350 мВ и скорости развертки потенциала 400 мВ/с.

2. Разработанная методика позволяет определять Zn, Cd, Pb, Cu при совместном присутствии в интервале концентраций от 3 до 120 мкг/дм³ с относительной погрешностью, не превышающей 12% и стандартным отклонением не более 0,62.

Список использованных источников

1. СанПиН 11-63 Республики Беларусь. О качестве и безопасности продовольственного сырья и пищевой продукции для жизни и здоровья человека. – Введ. 29.04.1998. – Минск : Министерство здравоохранения Республики Беларусь, 1998. – 219 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. ГОСТ 30178-98. Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения токсичных элементов. – Введ. 01.07.1998. – Москва : Издательство стандартов, 1998. – 16 с.
4. Электроаналитические методы в контроле окружающей среды / Р. Кальвода [и др.]. – Москва : Мир, 1990. – 235 с.
5. Будников, Г. К. Основы современного электрохимического анализа / Г. К. Будников, В. Н. Майстренко, М. Р. Вяселев. – Москва : Мир, 2003. – 320 с.
6. СТБ 1313-2002. Методика определения содержания токсичных элементов цинка, кадмия, свинца и меди методом инверсионной вольтамперометрии на анализаторах типа ТА. – Введ. 01.01.2003. – Минск : Госстандарт, 2002.– 17 с.
7. Измерение массовой концентрации химических веществ методами инверсионной вольтамперометрии. Сборник методических указаний МУК 4.1.1500–4.1.1516–03– М.: Минздрав России, 2003. – 234 с.
8. Дерффель, К. Статистика в аналитической химии / К. Дерффель. – Москва : Мир, 1994. – 146 с.

SUMMARY

The technique of joint definition of zinc, cadmium, lead and copper by a method of stripping voltammetry with use of the background electrolit containing phosphoric acid and nitrate of potash is offered.

УДК 677.074

МЕТОДИКА ИЗГОТОВЛЕНИЯ МОДЕЛЬНЫХ ОБРАЗЦОВ ТКАНЕЙ ДЛЯ ОЦЕНКИ КАЧЕСТВА БЫТОВЫХ УСЛУГ ПРАЧЕЧНЫХ

Л.Н. Шеверина, И.А. Петюль

В современном мире человек предъявляет достаточно высокие требования к качеству потребляемой продукции и услуг. Бытовые услуги прачечных, которые востребованы не только организациями, но и частными лицами, подлежат обязательной сертификации на соответствие требованиям СТБ 289-2003 «Услуги бытовые. Изделия, обработанные в прачечных. Общие технические условия» [1].

В соответствии со стандартом, устанавливающим требования к изделиям, обработанным в прачечных, основным показателем, используемым при оценке качества услуг, является моющая способность стирального раствора, которая характеризуется коэффициентом отстирывания. Этот показатель определяется методом стирки модельных образцов, в качестве которых рекомендуется использовать готовые искусственно загрязнённые ткани типа ЭМПА. Они представляют собой ткани различного сырьевого состава, на которые нанесены определенные виды загрязнителей, имитирующих естественное загрязнение (например, уличную грязь, какао, кровь, вино, соус и т.п.). Для проведения испытаний аккредитованной лаборатории необходимо иметь в наличии достаточно широкий ассортимент искусственно загрязненных тканей типа ЭМПА, так как согласно ТКП 5.3.16—2006 модельные образцы должны соответствовать видам загрязнителей, характерным для изделий, принимаемых в стирку и быть того же сырьевого состава, что и изделия [2].

Искусственно загрязнённые ткани производятся несколькими научно-исследовательскими институтами в Швейцарии, Чехии (ткани типа ЭМПА), Германии (ткани типа WFK) и в некоторых других странах дальнего зарубежья.