

Атомно-абсорбционное определение проводили на спектрофотометре «Сатурн», с пламенным способом атомизации. Светопоглощение измеряли при 248,3 нм для железа, 324,0 нм - для меди, 232,0 нм - для никеля. Концентрацию элемента определяли методом калибровочного графика, линейная зависимость аналитического сигнала от концентрации определяемого металла соблюдалась до 5 мг/л.

Результаты определения тяжелых металлов фотометрическим и атомно-абсорбционными методами сопоставимы. Содержание меди и железа в проанализируемых пробах не превышало ПДК (ПДК_{Cu}=5 мг/дм³, ПДК_{Fe}=5 мг/дм³). При определении никеля в одной пробе зафиксировано превышение ПДК в 3,5 раза (ПДК_{Ni}=1,4 мг/дм³).

Следует отметить преимущества атомно-абсорбционного метода, так как он характеризуется низкой относительной ошибкой определения (S_r не более 1,5 %), не требует сложной пробоподготовки, является экспрессным. Таким образом, атомно-абсорбционный метод можно рекомендовать для экспрессной оценки содержания тяжелых металлов в сточных водах в заводских лабораториях.

КОНСТРУИРОВАНИЕ И АТТЕСТАЦИЯ НОВЫХ ИОНОСЕЛЕКТИВНЫХ ЭЛЕКТРОДОВ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ

Юровская Н.Л., Астафьева Ю.Д., Наймушина Т.Б., Подкорытов А.Л.

Уральский федеральный университет
620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19

В работе в качестве электродноактивных веществ мембран ионо-селективных электродов были выбраны сложноокисидные материалы на основе ниобатов некоторых двухвалентных металлов. Продолжено изучение смешанных ниобатов стронция-кадмия на основе $Sr_{4-x}Cd_xNb_2O_9$ ($x=0,1; 0,3; 0,5; 0,7$) и исследованы новые фазы состава: $Sr_{5,8}Ni_{0,2}Nb_2O_{11}$, $Zn_3Nb_2O_8$, $(Sr_{0,9}Zn_{0,1})_2Nb_2O_7$, $ZnNb_2O_6$, $Sr_{1,75}Zn_{0,25}Nb_{10}O_{27}$. Были изготовлены пленочные электроды с твердым контактом. В качестве инертной матрицы использовали – поливинилхлорид, полистирол, полиметилметакрилат.

Для электродов на основе $Sr_{4-x}Cd_xNb_2O_9$ ($x=0,1; 0,3; 0,5; 0,7$) изучена воспроизводимость основных электрохимических характеристик. С помощью некоторых ИСЭ на основе кадмийсодержащих составов ниобатов показана возможность определения кадмия в реальных промышленных объектах.

Для электродов на основе $(\text{Sr}_{0,9}\text{Zn}_{0,1})_2\text{Nb}_2\text{O}_7$, ZnNb_2O_6 , $\text{Sr}_{1,75}\text{Zn}_{0,25}\text{Nb}_{10}\text{O}_{27}$ изучены основные электрохимические характеристики: рабочая область pH, область линейности и крутизна электродной функции, время отклика и коэффициенты селективности. Рабочая область pH колеблется от 3,5 до 5,5. Область линейности достигает трех порядков. Крутизна электродной функции для некоторых электродов близка к теоретической. Определены коэффициенты потенциометрической селективности по отношению к следующим ионам: K^+ , Na^+ , NH_4^+ , Sr^{2+} , Cd^{2+} , Cu^{2+} , Ni^{2+} , Pb^{2+} .

Для электродов на основе $\text{Sr}_{5,8}\text{Ni}_{0,2}\text{Nb}_2\text{O}_{11}$ также изучены основные электрохимические характеристики. Рабочая область pH составляет 3-5. Область линейности от 10^{-4} до 10^{-1} . Крутизна электродной функции чуть больше теоретической. Также определены коэффициенты потенциометрической селективности по отношению к K^+ , Na^+ , NH_4^+ , Sr^{2+} , Cd^{2+} , Cu^{2+} , Zn^{2+} .

Некоторые цинк- и никельселективные электроды испытаны в качестве индикаторных при титриметрическом определении Ni^{2+} и Zn^{2+} в модельных водных растворах с потенциометрической индикацией к.т.т. В качестве титрантов использовали гексацианоферрат(II) калия и оксалат натрия. Некоторые результаты представлены в таблице.

Результаты определения Zn^{2+} в растворе методом потенциометрического титрования с использованием в качестве титранта $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$

ЭАВ (полимерная матрица)	Введено, ммоль	Найдено, ммоль	Погрешность, %
ZnNb_2O_6 (ПММА)	0,297	0,305	2,3
$\text{Sr}_{1,75}\text{Zn}_{0,25}\text{Nb}_{10}\text{O}_{27}$ (ПММА)		0,315	6,1
$\text{Sr}_{1,75}\text{Zn}_{0,25}\text{Nb}_{10}\text{O}_{27}$ (ПВХ)		0,290	2,4

Для некоторых кадмийселективных электродов получены положительные результаты анализа, правильность которых подтверждена данными независимых методов – атомно-абсорбционной спектроскопии (Sollar 6M, Thermo Electron) и атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой (ICAP 6500 Duo, Thermo Electron).