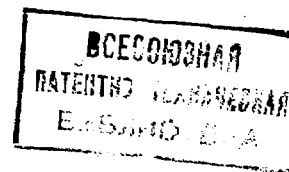




ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ  
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ  
ПРИ ГИИТ СССР

# ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ



(21) 4322385/31-25

(22) 02.11.87

(46) 23.06.89. Бюл. № 23

(71) Московский научно-исследовательский институт гигиены им. Ф.Ф.Эрисмана и МГУ им. М.В.Ломоносова

(72) А.И.Каменев, И.П.Витер и Е.Ф.Горшкова

(53) 543.253(088,8)

(56) Океанология, 1983, вып. 3, т. 23, с. 501.

Sinko I. et al. - J. Electroanal. Chem., 1970, v. 25, p. 299.

(54) СПОСОБ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИОНОВ ЦИНКА, КАДМИЯ, СВИНЦА И МЕДИ В ВОДАХ

(57) Изобретение относится к промышленно-санитарной химии, а именно к контролю природных (речных и озерных) и сточных вод. Цель изобретения - повышение точности и экспрессности анализа. Цель достигается тем, что определение цинка, кадмия, свинца и меди осуществляют на стеклоуглеродном электроде на фоне 0,01-0,025 М раствора фосфорной кислоты, содержащей до  $7 \cdot 10^{-6}$  М соли ртути. Анодное растворение ведут со скоростью развертки потенциала, равной 3-5 В/с. 1 ил., 4 табл.

Изобретение относится к области промышленно-санитарной химии, а именно к контролю природных (речных и озерных) и сточных вод.

Цель изобретения - увеличение точности и экспрессности анализа.

На чертеже представлены вольтамперограммы модельного раствора (а), содержащего  $2,2 \cdot 10^{-7}$  М Zn (II), Cd (II), Pb (II) и Cu (II), природной воды при времени накопления 60 с (б) и природной воды при времени накопления 200 с (в).

Способ осуществляется следующим образом.

В мерную колбу вместимостью 25 мл помещают 0,25 мл 1 М  $H_3PO_4$ ; 0,2 мл 0,001 М раствора нитрата ртути и доливают до метки пробой воды. Приготовленную таким образом пробу помещают в электролитическую ячейку, в

качестве электролизера используют кварцевый стаканчик или чашку, вспомогательным электродом служит платиновая пластинка  $0,5 \times 1$  см<sup>2</sup> или платиновая проволока, опускают в нее рабочий стеклоуглеродный электрод и электрод сравнения (хлорсеребряный). Проводят электроконцентрирование без деаэрации раствора при -1,3 В при перемешивании на стеклоуглеродном электроде (ртутно-стеклоуглеродный электрод формируется непосредственно в процессе электролиза одновременно с осаждением исследуемых металлов) в течение 100-200 с и регистрируют в вольтамперограмму в интервале -1,3 (+0,17)В со скоростью 4 В/с без деаэрации раствора. Потенциалы окисления равны, В: цинка 1,02; кадмия 0,62; свинца 0,49 и меди 0,08. Определяемые содержания при времени

накопления 100-200 с в пробах природной воды составляют для Zn (II)  $1,5 \cdot 10^{-8}$  М (0,001 мг/л); для Cd (II)  $1 \cdot 10^{-8}$  М (0,001 мг/л); для Pb (II)  $5 \cdot 10^{-9}$  М (0,001 мг/л) и для Cu (II)  $2 \cdot 10^{-8}$  М (0,001 мг/л). Относительная ошибка определения не превышает 3-4%.

Способ позволяет определить цинк, кадмий, свинец и медь в природных (озерных, речных) и питьевых водах, а также в некоторых сточных водах, если показатель БПК менее 20 мг/л.

Результаты определения цинка, свинца, меди и кадмия в модельном растворе и в водах с использованием предлагаемого способа приведены в табл. 1 и 2 соответственно. Результаты зависимости величины аналитического сигнала цинка, кадмия, свинца и меди от концентрации фосфорной кислоты и ионов ртути (в модельном растворе) при  $t_3=100$  с и потенциале электролиза  $E_3 = -1,3$  В приведены в табл. 3 и 4 соответственно.

Способ прост в исполнении. Способ позволяет одновременно определить цинк, кадмий, свинец и медь, не используя инертный газ для деаэрации, тем самым упрощается конструкция электрохимической ячейки. Определение

осуществляется практически без применения металлической ртути. Значительно снижаются затраты времени на проведение определения (время, затрачиваемое на определение четырех элементов, составляет до 40 мин в зависимости от продолжительности электролиза). Способ характеризуется высокими метрологическими характеристиками и может широко использоваться для контроля природных (речных, озерных) и питьевых, а также некоторых сточных вод (БПК менее 20 мг/л). Нижний предел определяемых концентраций составляет 1 мкг/л.

#### Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

Способ вольтамперометрического определения ионов цинка, кадмия, свинца и меди в водах, включающий добавление в анализируемый раствор электролита соли ртути, накопление на стеклоуглеродном электроде и анодное растворение, отличающийся тем, что, с целью увеличения точности и экспрессности анализа, в пробу воды вводят 0,01-0,025 М фосфорной кислоты и до 7-10 М раствора соли ртути, а анодное растворение ведут со скоростью развертки потенциала 3-5 В/с.

Т а б л и ц а 1

Исследуемая вода	Определяемый ион	Введено, мкг/л	Найдено, мкг/л (n=5)	Относительное стандартное отклонение
Модельный раствор	Цинк (II)	1,50	1,43	0,031
	Кадмий (II)	2,58	2,47	0,010
	Свинец (II)	4,55	4,97	0,032
	Медь (II)	1,46	1,27	0,032

П р и м е ч а н и е: Аналогичные результаты получены при введении алкилбензолсульфонатов 0,01-0,4 мг/л

Т а б л и ц а 2

Исследуемая вода	Определяемый ион	Найдено, мг/л (n=5)	Относительное стандартное отклонение
Природная	Цинк (II)	0,020	0,020
	Кадмий (II)	0,001	0,030
	Свинец (II)	0,002	0,032
	Медь (II)	0,015	0,024
Питьевая	Цинк (II)	0,020	0,010
	Кадмий (II)	Не обн.	-
	Свинец (II)	0,002	0,038
	Медь (II)	0,030	0,032
Сточная (пром- сток ма- шинострои- тельного производст- ва)	Цинк (II)	0,019	0,020
	Кадмий (II)	0,031	0,022
	Свинец (II)	0,038	0,033
	Медь (II)	0,116	0,031

Т а б л и ц а 3

Образец	Высота пика, мм				Концентрация фосфорной кислоты, М
	Zn (II)	Cd (II)	Pb (II)	Cu (II)	
Модельный раствор*		Сигналов нет			0
	25	23	18	24	0,005
	28	28	20	32	0,010
	31	32	21	40	0,020
	32	28	23	38	0,025
	32	28	23	38	0,040
Озерная вода	30	5	7	7	0,005
	40	6	9	21	0,010**
	38	6	8	18	0,015
	38	6	9	18	0,020
	38	7	9	18	0,025
	37	5	9	18	0,030
	37	4	8	16	0,040

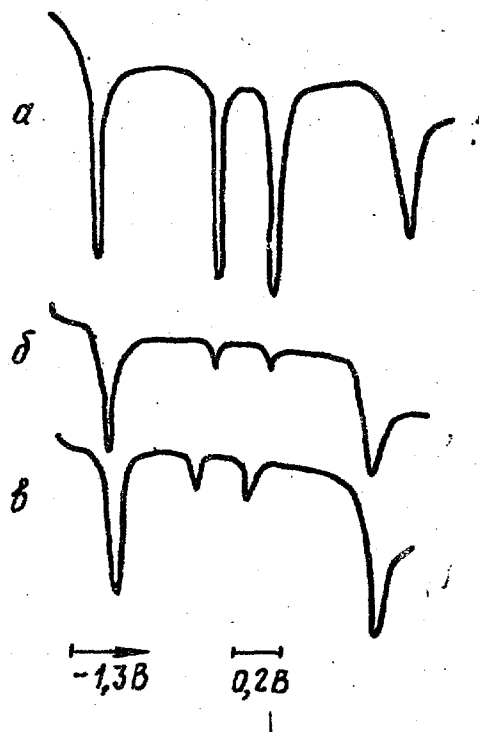
\* Аналогичные результаты получены при введении алкилбензолсульфонатов 0,01-0,4 мг/о.

\*\* Аналогичные результаты получены после 15 мин продувания раствора током аргона.

Т а б л и ц а 4

Высота пика, мм				Концентрация ионов ртути (II), М
Zn (II)	Cd (II)	Pb (II)	Cu (II)	
7	5	5	5	$1,9 \cdot 10^{-7}$
7	6	8	4	$3,8 \cdot 10^{-7}$
23	7	12	7	$7,6 \cdot 10^{-7}$
28	12	16	9	$1,1 \cdot 10^{-6}$
40	18	19	10	$3,8 \cdot 10^{-6}$
42	22	24	11	$6,4 \cdot 10^{-6}$
43	23	25	11	$7,6 \cdot 10^{-6}$
43	23	22	11	$1,1 \cdot 10^{-5}$
43	22	21	11	$3,8 \cdot 10^{-5}$

П р и м е ч а н и е: Аналогичные результаты получены при введении алкилбензолсульфонатов 0,01-0,4 мг/л.



Составитель Т. Николаева

Редактор Н. Бобкова

Техред М. Ходанич

Корректор Т. Малец

Заказ 3557/46

Тираж 789

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР  
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-издательский комбинат "Патент", г. Ужгород, ул. Гагарина, 101