

ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

УДК 543.253

ИНВЕРСИОННОЕ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕДИ (II) И СВИНЦА (II) С ПРИМЕНЕНИЕМ УГЛЕСИТАЛЛОВОГО ЭЛЕКТРОДА

© 2011 Н. А. Никитина, Е. Г. Растворова, А. П. Бойченко

Предложены условия индивидуального инверсионно-вольтамперометрического определения меди (II) и совместного определения меди (II) и свинца (II) на углеситалловом электроде в водах: время и потенциал процессов очистки и накопления, скорость развёртки потенциала, концентрация ртути (II). Диапазоны линейности в случае совместного определения металлов составили: для меди (II) $(2.0-16) \times 10^{-7}$ моль/л, для свинца (II) – $(2.0-32) \times 10^{-7}$ моль/л; в случае индивидуального определения меди (II) линейность наблюдалась в диапазоне $(5.0-60) \times 10^{-9}$ моль/л. Значения пределов определения составили 7.5×10^{-7} , 26×10^{-7} , 13×10^{-9} моль/л для совместного определения меди (II) и свинца (II) и индивидуального определения меди (II) соответственно. Оценена селективность и правильность определений.

Ключевые слова: инверсионная вольтамперометрия, углеситалловый электрод, медь (II), свинец (II), очистка, накопление.

Введение

Необходимость оценки уровня загрязнения ионами металлов окружающей среды, источников водоснабжения и водопользования, атмосферного воздуха и воздуха рабочей зоны, почв, пищевых продуктов и продовольственного сырья, биологических и медицинских объектов привела к появлению большого числа методик, в которых используются практически все известные методы химического анализа. Однако лишь некоторые из них могут официально использоваться в лабораториях контроля качества и утверждены государственными стандартами. Недавно в Украине были введены в действие Государственные санитарные нормы и правила «Гигиенические требования к воде питьевой, предназначенной для потребления человеком» [1]. Эти нормы и правила, в частности, регулируют содержание металлов в водопроводной, колодезной и фасованной воде, а также указывают допускаемые методики их определения. Например, определение меди можно проводить в соответствии с ГОСТ 4388-72 [2] колориметрическим или фотометрическим методами, или в соответствии с РД 52.24.81-89 [3] атомно-абсорбционным методом с атомизацией в пламени. Свинец же можно определять в водах только по ГОСТ 18293-72 [4] колориметрическим или полярографическим методами. Очевидно, что рекомендованные методики на сегодняшний день имеют ряд недостатков, связанных с длительностью проведения единичного анализа в случае колориметрических методов и высокой токсичностью ртути, которая в значительных количествах используется в полярографическом методе. Необходимо отметить, что на территории Российской Федерации уже действует ГОСТ Р 52180-2003 [5] регламентирующий определение висмута, меди, кадмия, марганца, мышьяка, ртути, свинца, сурьмы, цинка методом инверсионной вольтамперометрии. Выбор инверсионной вольтамперометрии как альтернативного метода для анализа вод связан с возможностью выполнения многокомпонентного анализа, чувствительной и селективной оценки ионного состава пробы; экспрессностью и высокой степенью автоматизации, отсутствием открытой поверхности металлической ртути, используемой в качестве рабочего электрода. Недостатком ГОСТ Р 52180-2003, как нам кажется, является строгое регламентирование марок индикаторных электродов, которые производятся одним производителем. Альтернативой может стать использование более распространенных углеситалловых электродов для определения ряда металлов.

Целью данной работы стало исследование возможностей инверсионной вольтамперометрии с углеситалловым электродом для раздельного и совместного определения свинца и меди в водах.

Экспериментальная часть

Реактивы, материалы и оборудование. В данной работе были использованы следующие реактивы, материалы и оборудование: свинца (II) нитрат (х.ч.); ртути (II) нитрат (х.ч.); меди (II) нитрат (х.ч.); хлорная кислота; натрия гидроксид; динатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты (х.ч.), кислота азотная конц. (х.ч.). Для приготовления всех растворов использовали бидистиллированную воду.

Растворы меди (II), свинца (II) и ртути (II) стандартизовали комплексонометрически [6]. Раствор хлорной кислоты стандартизовали титриметрически с использованием раствора натрия гидроксида.

Измерения проводили на анализаторе вольтамперометрическом «ЭКОТЕСТ-ВА» ТУ 4215-005-52722949-03 укомплектованном магнитной мешалкой с использованием трехэлектродной ячейки, состоящей из углесталлового электрода (индикаторный электрод); хлоридсеребряного электрода ЭВЛ-1МЗ (электрод сравнения), платинового электрода ЗИП ГОМЕЛЬ ЭПВ-1 (вспомогательный электрод). Регистрация сигнала проводилась при помощи персонального компьютера с использованием программного обеспечения Экотест ВА ООО «ЭКОНИКС-ЭКСПЕРТ» (версия от 29.06.2009). Атомном-абсорбционные измерения проводили на приборе ААС С-115-М1 в пламени пропан-бутан-воздух.

Определение ионов меди и свинца методом инверсионной вольтамперометрии. Ниже приведены условия определения меди (II) и свинца (II) методом инверсионной вольтамперометрии с углесталловым электродом, оптимизированные в работе.

Совместное определение меди (II) и свинца (II).

Градуировочные растворы с концентрациями меди (II) в диапазоне $(2.0-16) \times 10^{-7}$ моль/л и свинца (II) в диапазоне $(2.0-32) \times 10^{-7}$ моль/л готовились из исходных растворов металлов путём последовательного разбавления. Каждый градуировочный раствор содержал $1.0 \cdot 10^{-4}$ моль/л ртути (II) и 0.10 моль/л HClO_4 . Фоновый раствор содержал $1.0 \cdot 10^{-4}$ моль/л ртути (II) и 0.10 моль/л HClO_4 .

Пробоподготовка образцов воды заключалась в концентрировании путем упаривания и введении HClO_4 и Hg (II) для создания концентраций, соответствующих фоновому и градуировочным растворам.

Индивидуальное определение низких концентраций меди (II)

Для индивидуального определения ионов меди (II) в диапазоне $(5.0-60) \times 10^{-9}$ моль/л фоновый, градуировочный и исследуемый раствор содержали $1.0 \cdot 10^{-5}$ моль/л ртути (II) и 0.10 моль/л HClO_4 . Градуировочные растворы готовились из исходного раствора меди (II) путём последовательного разбавления.

Использовались следующие параметры совместного определения металлов: диапазон измеряемого тока составлял 200 мкА/20 мкА; потенциал очистки электрода 200 мВ, время очистки 120 с; потенциал накопления -1200 мВ, время накопления 400 с; скорость развертки потенциала 50 мВ/с, начало развертки -1200 мВ, конец развертки потенциала 200 мВ. При индивидуальном определении меди (II) скорость развертки потенциала составляла 200 мВ/с, остальные параметры совпадали с параметрами совместного определения металлов.

Результаты и обсуждение

Инверсионное вольтамперометрическое определение металлов состоит из стадии очистки индикаторного электрода, последующем накоплении (концентрировании) металла на поверхности электрода с образованием амальгамы при потенциале ниже потенциала восстановления, развертки потенциала с определенной скоростью до значений, значительно превышающих потенциал восстановления. Для оптимизации условий определения металлов необходимо выбрать время очистки электрода, время накопления и скорость развертки потенциала. Значения потенциалов накопления и очистки чаще всего выбираются *априори* на основании данных о рабочем диапазоне индикаторного электрода и потенциал восстановления определяемых металлов. В качестве валидационных характеристик нами определены: диапазоны линейности совместного и индивидуального определения металлов, пределы определения и обнаружения, селективность, правильность и сходимости.

Выбор времени очистки электрода и времени накопления металлов. Для выбора времени очистки при определении Pb (II) использовался раствор с концентрацией $8 \cdot 10^{-7}$ моль/л, Cu (II) – $3 \cdot 10^{-7}$ моль/л, а при выборе времени накопления растворы с концентрацией $8 \cdot 10^{-7}$ моль/л.

При выборе времени очистки время накопления в случае определения свинца (II) составляло 400 с, а при определении меди (II) – 300 с. При выборе времени накопления при определении свинца (II) время очистки составляло 90 с, а при определении меди (II) – 120 с. Другие условия соответствовали, приведенным в экспериментальной части. Время очистки варьировали в диапазоне от 30 до 150 с, время накопления в диапазоне от 100 с до 500 с. Шаг изменения составлял 30 с и 100 с соответственно. Для каждого значения времени очистки или накопления проводили не менее трёх измерений в течение одного дня и рассчитывали стандартное отклонение площадей полученных пиков. Выбор времени накопления и очистки проводили в разные дни. Результаты проведенных исследований представлены в табл. 1.

Таблица 1. Результаты выбора времени очистки и накопления при определении свинца (II) и меди (II) методом инверсионной вольтамперометрии.

	Pb (II)				Cu (II)			
	Очистка							
Время, с	30	60	90	120	90	120	150	
Площадь пика	277	241	298	303	154	139	135	
	278	256	290	306	116	144	139	
	314	288	291	298	124	138	141	
$S_r\%$	8.0	9.1	1.4	1.3	15	2.6	2.3	
	Накопление							
Время, с	200	300	400	500	100	200	300	400
Площадь пика	29	135	259	354	144	398	604	749
	28	139	260	351	122	385	605	751
	34	135	257	353	187	403	604	749
$S_r\%$	11	1.3	0.56	0.44	22	2.3	0.11	0.18

При определении времени очистки оптимальным значением для совместного определения двух металлов выбрали 120 с. При таком значении не наблюдалось систематического роста площади пика при повторном измерении, что говорит о полной очистке поверхности электрода. Кроме того значения относительного стандартного отклонения для этого времени очистки электрода близки к минимальным (табл. 1). Значение времени накопления равное 400 с, которое обеспечивает достаточную экспрессность и низкое значение относительного стандартного отклонения площади пика, использовалось во всех последующих исследованиях (табл. 1).

Влияние скорости развертки потенциала на определение меди (II). Повысить чувствительность определений, а именно увеличить высоту пика растворения, можно варьируя значение потенциала накопления; продолжительность накопления; скорость потока вещества из объёма раствора к электроду; площадь активной поверхности электрода [7]:

$$I_n = kn^2 F S c_r \nu l,$$

где I_n – максимальный ток окисления, накопленный в виде амальгамы металла, S – площадь поверхности электрода, ν – скорость развертки потенциала поляризации электрода, c_r – концентрация металла в ртутной плёнке, l – толщина ртутной пленки, k – константа, n – число электронов, участвующих в электродной реакции, F – постоянная Фарадея.

При использовании одного индикаторного электрода увеличить максимальный ток окисления можно только за счет увеличения скорости развертки потенциала. При этом должно наблюдаться снижение пределов определения и изменение диапазона линейности градуировочного графика. При увеличении скорости развертки потенциала площадь пика свинца практически не изменялась, а пик меди сливался с пиком ртути (рис. 1). Снижение содержания ртути в растворах привело к сужению пиков, что дало возможность снизить предел определения меди (II) при использовании высоты пика в качестве аналитического сигнала (рис. 2). Оказалось, однако, что увеличение скорости развертки потенциала не приводит к увеличению сигнала свинца (II).

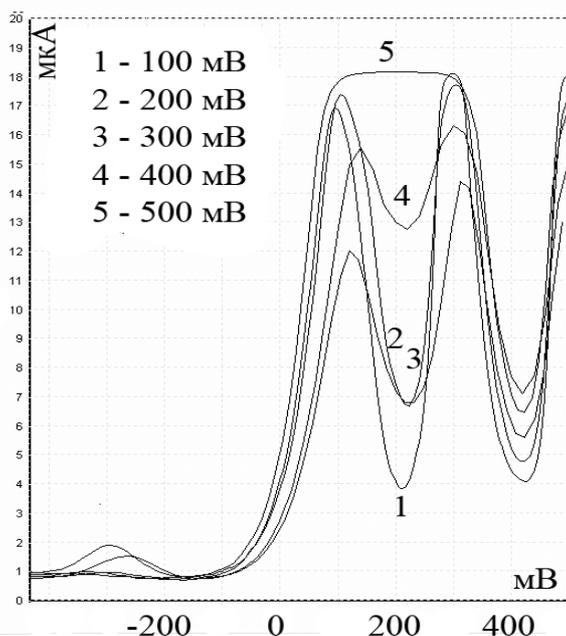


Рис. 1. Вольтамперограмма определения меди (II) в зависимости от скорости развёртки потенциала поляризации электрода; $c(\text{Hg(II)}) = 1 \cdot 10^{-4}$ моль/л

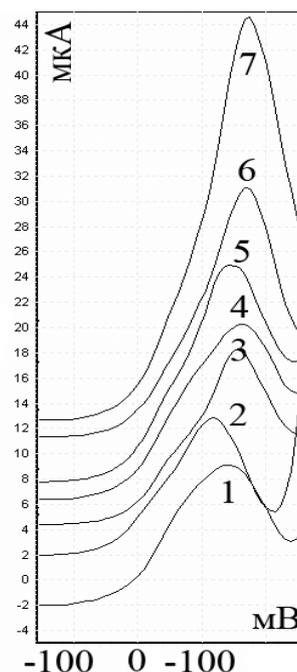


Рис. 2. Зависимость высот пиков меди (II) от концентрации, моль/л (скорость развёртки потенциала поляризации электрода 200мВ/с; $c(\text{Hg(II)}) = 1 \cdot 10^{-5}$ моль/л)
1 – фон; 2 – $0.5 \cdot 10^{-8}$; 3 – $0.75 \cdot 10^{-8}$; 4 – $1.0 \cdot 10^{-8}$; 5 – $2.0 \cdot 10^{-8}$; 6 – $4.0 \cdot 10^{-8}$; 7 – $6.0 \cdot 10^{-8}$.

Диапазон линейности. Для определения диапазона линейности использовали зависимости площадей пиков меди (II) и свинца (II) на вольтамперограммах от концентрации ионов металлов при их совместном присутствии в растворе. Для меди (II) линейность градуировочной зависимости наблюдалась в диапазоне $(2.0-16) \cdot 10^{-7}$ моль/л, а для свинца (II) в диапазоне $(2.0-32) \cdot 10^{-7}$ моль/л. Параметры градуировочных зависимостей для меди (II) и свинца (II) представлены в табл. 2.

Таблица 2. Параметры градуировочных зависимостей $S = a + b \cdot c$ (условия определения представлены в экспериментальной части)

Ион	a	b	R^2	n
Cu (II)*	60 ± 6	$(3.4 \pm 0.5) \cdot 10^8$	0.98	5
Pb (II)*	-56 ± 8	$(1.9 \pm 0.2) \cdot 10^8$	0.990	5
Cu (II)**	-0.5 ± 0.4	$(2.3 \pm 0.1) \cdot 10^8$	0.996	6

* совместное определение Cu (II) и Pb (II) с использованием площади пика как аналитического сигнала;

** индивидуальное определение Cu (II) с использованием высоты пика как аналитического сигнала.

При индивидуальном определении Cu (II) нижняя граница диапазона линейности при использовании высоты пика в качестве аналитического сигнала сместилась в область более низких концентраций и составила $5.0 \cdot 10^{-9}$ моль/л, при этом верхняя граница составила $60 \cdot 10^{-9}$ моль/л.

Предел определения и обнаружения. Предел обнаружения (C_D) и предел определения (C_Q) с использованием линейной градуировочной зависимости вычисляли по следующим формулам (табл. 3):

$$C_D = \frac{2s_0}{b}; \quad C_Q = \frac{10s_0}{b}$$

где b – градуировочный параметр (чувствительность), s_0 – остаточное стандартное отклонение.

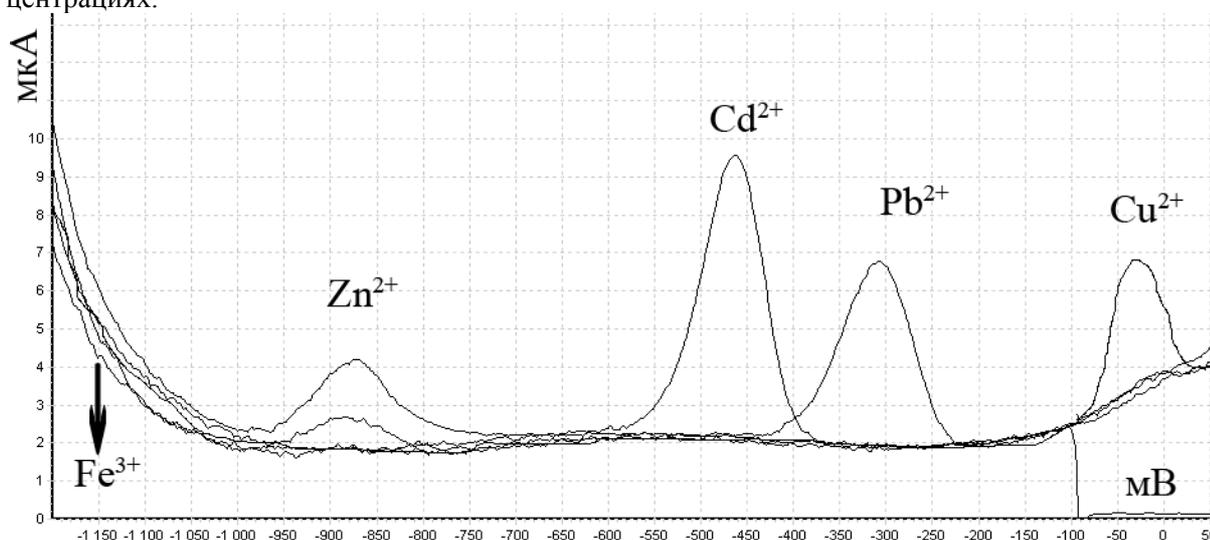
Таблица 3. Пределы определения и обнаружения Cu (II) и Pb (II) при их совместном и индивидуальном определении.

Ион	C_D , моль/л	C_Q , моль/л
Cu (II)*	1.5×10^{-7}	7.5×10^{-7}
Pb (II)*	5.3×10^{-7}	26×10^{-7}
Cu (II)**	2.7×10^{-9}	13×10^{-9}

* совместное определение Cu (II) и Pb (II) с использованием площади пика как аналитического сигнала;

** индивидуальное определение Cu (II) с использованием высоты пика как аналитического сигнала.

Селективность определения меди (II) и свинца (II). Для оценки селективности определений были получены вольтамперограммы растворов, содержащих железо (III), цинк (II), кадмий (II), свинец (II) и медь (II) с концентрацией $5 \cdot 10^{-7}$ моль/л. Как видно из рис. 3, определению ионов свинца (II) и меди (II) не мешают другие исследованные ионы при сопоставимых концентрациях.


Рис. 3. Вольтамперограммы растворов железа (III), цинка (II), кадмия (II), свинца (II) и меди (II) с концентрацией $5 \cdot 10^{-7}$ моль/л.

Проверка правильности определения. Проверку правильности определений свинца (II) и меди (II) осуществляли, сопоставляя результаты анализа предварительно упаренной в 15 раз водопроводной воды методами инверсионной вольтамперометрии с углеситалловым электродом и атомно-абсорбционной спектроскопии. Представленные в табл. 5 результаты указывают на отсутствие систематических погрешностей при определении свинца (II) и меди (II) методом инверсионной вольтамперометрии.

Таблица 3. Результаты определения ионов Pb (II) и Cu (II) в водопроводной воде

Ион	Инверсионная вольтамперометрия, мкг/л	Атомно-абсорбционный анализ, мкг/л
Pb (II)	0.212 ± 0.009	0.204 ± 0.006
Cu (II)	0.119 ± 0.004	0.117 ± 0.005

Сопоставление с литературными аналогами. В последнее время в литературе все чаще стали появляться работы по вольтамперометрическому определению тяжёлых металлов. При этом авторами используются различные типы электродов и условия проведения определений. В табл. 4 приведены характеристики определения меди (II) и свинца (II), полученные разными авторами, а также аналогичные характеристики методики, предложенной в нашей работе.

Таблица 4. Условия совместного определения тяжёлых металлов методом инверсионной вольтамперометрии.

Ион металла	Индикаторный электрод	Время накопления / скорость развертки	Фон	C_D , мкг/л	Источник
Pb Cu	Углеродный электрод, модифицированный фармазаном	120 с	безртутный электрод	0.5 0.5	[8]
Pb Cu	Углеродный электрод, модифицированный монтмориллонитом Са	300с	0.1 моль/л HCl, безртутный электрод	300 750	[9]
Pb	Углеродный электрод	240 с / 200 мВ/с	ацетатный буфер с pH 5.3 $2.4 \cdot 10^{-6}$ моль/л Bi^{3+}	1030	[10]
Cu	Углеситалловый электрод	60 с / 100 мВ/с	0.1 моль/л HCl насыщенный NH_4Cl $1.5 \cdot 10^{-5}$ моль/л Hg^{2+}	4.48	[11]
Pb Cu	Ртутный капаящий электрод	600 с / 50 мВ/с	размер капли 0.52 мм ²	23.0 3.0	[12]
Pb Cu	Углеситалловый электрод	400 с / 50 мВ/с	моль/л $HClO_4$, $1 \cdot 10^{-4}$ моль/л Hg^{2+}	110 9.5	наши данные
Cu		400 с / 200 мВ/с	моль/л $HClO_4$, $1 \cdot 10^{-5}$ моль/л Hg^{2+}	0.17	

Из данных табл. 4 видно, что значение предела определения меди (II), определенное нами, на порядок ниже, чем при использовании аналогичного электрода в работе [11]. Это объясняется различием времен накопления и скоростей развертки потенциала. Замена в фоновом растворе катионов ртути (II) на катионы висмута (III) не позволила авторам работы [10] добиться низкого значения предела определения свинца (II). Применение же более экологичных безртутных электродов в инверсионной вольтамперометрии [8, 9] в некоторых случаях также не обеспечивает улучшения метрологических характеристик.

Благодарности

Авторы выражают благодарность д.х.н. Зайцеву Николаю Конкордиевичу за предоставление оборудования для инверсионной вольтамперометрии «Экотест ВА», а также д.х.н. Юрченко Олегу Ивановичу и Титовой Надежде Петровне за проведение атомно-абсорбционных измерений.

Литература

1. Гігієнічні вимоги до води питної, призначеної для споживання людиною : ДСанПіН 2.2.4-171-10. – [Чинний від 2010-07-01] / <http://zakon.rada.gov.ua/cgi-bin/laws/main.cgi>
2. Вода питьевая. Методы определения массовой концентрации меди : ГОСТ 4388-72. – [Введен 1972-10-09]. – М. : Издательство стандартов, 1986. – 9 с.
3. Методические указания по определению массовой концентрации цинка, меди, марганца, железа в природных водах атомно-абсорбционным методом с атомизацией пробы в пламени : РД 52.24.81-89.
4. Вода питьевая. Методы определения содержания свинца, цинка, серебра : ГОСТ 18293-72. – [Введен 1972-12-25]. – М. : Издательство стандартов, 1976. – 19 с.
5. Вода питьевая. Методы определения элементов методом инверсионной вольтамперометрии : ГОСТ Р 52180-2003. – [Введен 2005-01-01]. – М. : Издательство стандартов, 2004. – 20 с.

6. Уимланд Ф., Янсен А., Тириг Д., Вюнш Г. Комплексные соединения в аналитической химии / [Уимланд Ф., Янсен А., Тириг Д., Вюнш Г.]. – М.: Мир, 1975. – 536 с.
7. Мунтяну Г.Г. Изучение электроаналитических особенностей тонкоплёночного ртутно-углеродного электрода субнанометровой толщины в инверсионной анодной вольтамперометрии с линейной высокоскоростной развёрткой потенциала на примере определения Zn (II), Cd (II), Pb (II) // Журн. аналит. химии. – 2004. – Т. 59, № 8. – С. 851 – 858.
8. Безртутный электрод для определения амальгамообразующих элементов методом ИВ / Х. З. Брайна, Н.Ю. Стожко, Л.В. Алёшина, Г.Н. Липунова // Журн. аналит. химии. – 2003. – Т. 58, № 10. – С. 1078-1088.
9. Amr M. Beltagi. Simultaneous determination of Cd (II), Pb(II), Cu(II) and Hg (II) by square-wave anodic stripping voltammetry at a montmorillonite-calcium modified carbon paste electrode / Amr M. Beltagi, Enass M. Ghoneim, Mohamed M. Ghoneim // International Journal of Environmental analytical Chemistry. – 2011. – Vol. 91, No. 1. – P. 17-32.
10. Wei Wei Zhu. Anodic stripping voltammetry determination of Pb (II) and Cd (II) at a Bismuth/Poly (aniline) Film Electrode / Wei Wei Zhu, Nian Bing Li, Hong Qun Luo // Analytical Letters. – 2006. – № 39. – P. 2273-2284.
11. Каменев А.И. Инверсионно-вольтамперометрическое определение меди и висмута на ртутно-плёночном углесталловом электроде / А.И. Каменев, Р. Катенаире, А.А. Ищенко // Вестн. МГУ. Сер. 2. 2004. – Т. 45, № 4. – С. 255-257.
12. Paulo J.S. Simultaneous determination of trace amounts of zinc, lead and copper in rum by anodic stripping voltammetry / J.S. Paulo, R. Stradiotto Nelson // Talanta. – 1997. – № 44. – P. 185-188.

References

1. Gigienichni vimogi do vodi pitnoi, priznachenoj dlya spojivannya lyudinoyu : DSanPiN 2.2.4-171-10. - [CHinniy vid 2010-07-01] / <http://zakon.rada.gov.ua/cgi-bin/laws/main.cgi> [in Ukrainian]
2. Voda pit'evaya. Metody' opredeleniya massovoy koncentracii medi : GOST 4388-72. - [Vveden 1972-10-09]. - M. : Izdatel'stvo standartov, 1986. - 9 s. [in Russian]
3. Metodicheskie ukazaniya po opredeleniyu massovoy koncentracii cinka, med, marganca, jeleza v prirodny'h vodah atomno-absorbcionny'm metodom s atomizaciey probe' v plo-meni : RD 52.24.81-89. [in Russian]
4. Voda pit'evaya. Metody' opredeleniya soderjaniya svinca, cinka, serebra : GOST 18293-72. - [Vveden 1972-12-25]. - M. : Izdatel'stvo standartov, 1976. - 19 s. [in Russian]
5. Voda pit'evaya. Metody' opredeleniya e'lementov metodom inversionnoy vol'amperometrii : GOST R 52180-2003. - [Vveden 2005-01-01]. - M. : Izdatel'stvo standartov, 2004. - 20 s. [in Russian]
6. Uimland F., YAnsen A., Tirig D., Vyunsh G. Kompleksny'e soedineniya v analiticheskoy himii / [Uimland F., YAnsen A., Tirig D., Vyunsh G.]. - M.: Mir, 1975. - 536 s. [in Russian]
7. Muntyanu G.G. Izuchenie elektroanaliticheskikh osobennostey tonkoplenochnogo rtutno-uglerodnogo elektroda subnanometrovoy tolschiny' v inversionnoy anodnoy vol'tamperometrii s lineynoy vy'sokoskorostnoy razve'rtkoy potenciala na primere opredeleniya Zn (II), Cd (II), Pb (II) // Journ. analit. himii. - 2004. - T. 59, № 8. - S. 851 - 858. [in Russian]
8. Bezrtutny'y e'lektrod dlya opredeleniya amal'gamoobrazuyusch'ih e'lementov metodom IV / H. Z. Braynina, N.YU. Stojko, L.V. Ale'shina, G.N. Lipunova // Journ. analit. himii. - 2003. - T. 58, № 10. - S. 1078-1088. [in Russian]
9. Amr M. Beltagi. Simultaneous determination of Cd (II), Pb(II), Cu(II) and Hg (II) by square-wave anodic stripping voltammetry at a montmorillonite-calcium modified carbon paste electrode / Amr M. Beltagi, Enass M. Ghoneim, Mohamed M. Ghoneim // International Journal of Environmental analytical Chemistry. – 2011. – Vol. 91, No. 1. – P. 17-32.

10. Wei Wei Zhu. Anodic stripping voltammetry determination of Pb (II) and Cd (II) at a Bismuth/Poly (aniline) Film Electrode / Wei Wei Zhu, Nian Bing Li, Hong Qun Luo // Analytical Letters. – 2006. – № 39. – P. 2273-2284.
11. Kamenev A.I. Inversionno-voltamperometriche opredelenie medi i vismuta na rtutno-plem'nochnom uglesitallovom e`lektrode / A.I. Kamenev, R. Katenaire, A.A. Isch'enko // Vestn. MGU. Ser. 2. 2004. - T. 45, № 4. - S. 255-257. [in Russian]
12. Paulo J.S. Simultaneous determination of trace amounts of zinc, lead and copper in rum by anodic stripping voltammetry / J.S. Paulo, R. Stradiotto Nelson // Talanta. – 1997. – № 44. – P. 185-188.

Поступила в редакцию 22 мая 2011 г.

Н. О. Нікітіна, К. Г. Растворова, О. П. Бойченко. Інверсійне вольтамперометричне визначення купруму (II) та плюмбуму (II) з використанням вуглеситалового електрода.

Запропоновано умови індивідуального інверсійно-вольтамперометричного визначення Купруму (II) та сумісного визначення Купруму (II) та Плюмбуму (II) на вуглеситаловому електроді у водах: час та потенціал процесів очищення та накопичення, швидкість розгортки потенціалу, концентрація Гідраргіуму (II). Діапазони лінійності у випадку сумісного визначення металів склали: для Купруму (II) $(2.0-16) \times 10^{-7}$ моль/л, для Плюмбуму (II) – $(2.0-32) \times 10^{-7}$ моль/л; у випадку індивідуального визначення Купруму (II) лінійність спостерігається в діапазоні $(5.0-60) \times 10^{-9}$ моль/л. Значення меж визначення склали: 7.5×10^{-7} , 26×10^{-7} , 13×10^{-9} моль/л для сумісного визначення Купруму (II) та Плюмбуму (II) та індивідуального визначення Купруму (II) відповідно. Оцінено селективність та правильність визначень.

Ключові слова: інверсійна вольтамперометрія, вуглеситаловий електрод, Купрум (II), Плюмбум (II), очищення, накопичення.

N. A. Nikitina, E. G. Rastvorova, A. P. Boichenko. Stripping voltammetric determination of copper (II) and lead (II) with the use of the uglesital electrode.

The optimal conditions for individual and simultaneous determination of copper (II) and lead (II) by anodic stripping voltammetry with uglesital electrode are proposed: time and voltage of processes of electrode cleaning and metals accumulation, sweep rate, concentration of mercury (II) in solution. The linearity range in the case of simultaneous determination of metals are $(2.0-16) \times 10^{-7}$ mol/L for copper (II) and $(2.0-32) \times 10^{-7}$ mol/L for lead (II); the linearity range for individual determination of copper (II) is $(5.0-60) \times 10^{-9}$ mol/L. The limits of quantification are 7.5×10^{-7} , 26×10^{-7} , 13×10^{-9} mol/L for simultaneous determination of copper (II) and lead (II) and individual determination of copper (II) correspondingly. The selectivity and trueness of determination was estimated.

Key words: stripping voltammetry, uglesital electrode, deposition, cleaning.

Kharkov University Bulletin. 2011. № 976. Chemical Series. Issue 20(43).