ИЗУЧЕНИЕ ВОЗМОЖНОСТИ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ ТВЕРДОГО КОМПОЗИТНОГО ЭЛЕКТРОДА ДЛЯ ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАДМИЯ В РАСТВОРАХ

Г.А. Бурилова

Научный руководитель: доцент кафедры аналитической химии, к.х.н. С.В. Шумар Национальный исследовательский Томский государственный университет, Россия, г. Томск, пр. Ленина, 36, 634050

E-mail: galina.burilova@mail.ru

POTENTIOMETRIC DETERMINATION OF CADMIUM WITH A SOLID COMPOSITE ELECTRODE

G.A. Burilova

Scientific Supervisor: Docent of Department of Analytical Chemistry, S.V. Shumar National Research Tomsk State University, Russia, Tomsk, Lenina Avenue, 36, 634050

E-mail: Galina.burilova@mail.ru

Abstract. The article presents the results of a study the possibility of potentiometric titration of the solution containing Cd (II) by the solution of sodium diethylditheocarbamate (DDTC-Na) using carbon composite electrode(CCE). The conditions for potentiometric determination of Cd (II) (working concentration range, pH, supporting electrolyte, working concentration range, frequency ultrasound). The titration curves were processed by the linearization method. This method is based on the transformation of the titration curve into a line of multiphase regression, whose parameters determine the equivalence point with high accuracy.

Введение. Контроль, за содержанием кадмия в различных объектах окружающей среды возложен на физические и физико-химические методы анализа. Электрохимические методы анализа выгодно отличаются низкой стоимостью оборудования и высокой точностью анализа. Разработка способов анализа химических веществ с использованием новых сенсоров, расширение концентрационного диапазона определяемых концентраций, увеличение чувствительности и точности – актуальная задача потенциометрического анализа. Цель работы: изучить возможность использования твердого композитного углеродсодержащего электрода для определения ионов кадмия (II)методом потенциометрического титрования. Полифункциональные свойства твердого композитного электрода(ССЕ) углеродсодержащего позволяют использовать его различных методах электрохимического анализа (кулонометрия, вольтамперометрия, потенциометрия и др.). Данный сенсор имеет длительное время жизни без обновления поверхности, низкую стоимость, обладает возможностью объемной и поверхностной модификацией как проводящей, так и изолирующей фазы [1]. Ранее была установлена принципиальная возможность его использования для потенциометрического определения некоторых тяжелых металлов [2].

Материалы и методы исследования. Потенциометрическое титрование проводилось на рН метре/ионометре ИТАН (Томьаналит г.Томск). Кривые потенциометрического титрования обрабатывали с помощью метода фрагментарной линеаризации Б.М. Марьянова, который позволяет с высокой точностью определять точку эквивалентности и другие физико-химические параметры системы. Данный

способ позволяет выбирать любые участки на кривых титрования для нахождения точки эквивалентности, даже в случае отсутствия выраженных скачков потенциала. Метод разработан на кафедре аналитической химии ТГУ, вычислительный алгоритм реализован программой DIFTTITR [3]. В качестве титранта для проведения осадительного потенциометрического титрования использовали диэтилдитиокарбамат натрия. В слабокислых, нейтральных и щелочных средах образуется Cd(DDTC)₂ малорастворимый комплекс белого цвета.

В качестве фоновых электролитов применяли растворы: нитрата калия, тартрата калия-натрия, ацетатный, фосфатный и аммиачные буферные растворы. Модельные растворы Cd(II) $1.9 \times 10^{-3} \div 4.75 \times 10^{-5}$ М готовили методом последовательного разбавления исходного стандартного раствора. Электродом сравнения служил насыщенный хлорид-серебряный электрод. В качестве индикаторного электрода исследовано поведение ССЕ.

Результаты и обсуждения. На рис.1 представлены кривые потенциометрического титрования модельных растворов кадмия(II) при различных значениях кислотности среды. Титрование в присутствии буферных растворов позволяет предотвратить побочные реакции гидролиза ионов кадмия(II), стабилизировать потенциал индикаторного электрода в сильно разбавленных растворах.

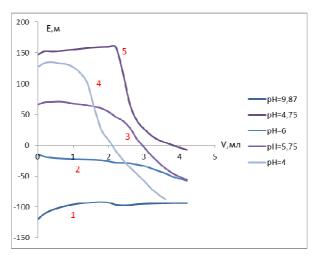


Рис. 1. Зависимость ЭДС электрохимической ячейки от концентрации ионов Cd (II) $1,9 \times 10^{-3} M$ Cd(II) при титровании 0,024 M раствором ДДТКNа, c использованием различных фоновых электролитов: 1-аммиачный буферный раствор(pH=9,87), 2-фосфатный буферный раствор(pH=6), 3-тартратный буферный раствор(pH=5,75), 4-без фона(pH=4),5-ацетатный буферный раствор(pH=4,75)

Наибольшие скачки потенциала в точке эквивалентности, и наибольшая чувствительность, обнаружены при проведении титрования в слабокислых и нейтральных средах. В сильно кислых средах pH<3 титрование кадмия (II) затруднено, вследствие разложения DDTC-Na. С увеличением кислотности среды высота скачка потенциала уменьшается, вероятно, это связано с образованием прочных аммиачных комплексов кадмия. В ходе проведенного эксперимента был установлен диапазон рабочих концентраций $1\times10^{-3}\div5\times10^{-5}M$. Погрешность потенциометрического определения кадмия(II) увеличивается с разбавлением раствора и не превышает 5,6% в указанном диапазоне концентраций, Sr колеблется в пределах от 0,001 до 0,037. В сильно разбавленных растворах увеличение погрешности определения связано с уменьшением чувствительности электрода, что приводит к уменьшению скачка

потенциала в области точки эквивалентности. Для оптимизации процесса титрования, увеличения скорости реакции, снижения адсорбции и как следствие улучшения аналитических характеристик электрода, было исследовано влияния ультразвука на электродные характеристики сенсора. На рис.2 представлены кривые титрования раствора Cd (II) с воздействием ультразвука и без него. Скачек потенциала на кривой титрования увеличивается после воздействия ультразвука, что приводит к увеличению точности определения и чувствительности.

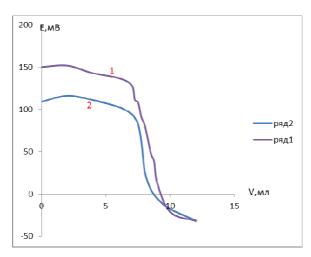


Рис. 2. Зависимость ЭДС электрохимической ячейки от концентрации ионов Cd (II) $4,75 \times 10^{-5} M$ при титровании раствором DDTC-Na с концентрацией $1,1 \times 10^{-4} M:1$ - при воздействии ультразвука; 2- без воздействия ультразвука

В результате проведенного эксперимента обнаружено, что УЗ влияет на активацию поверхности электрода.

Выводы. В ходе работы изучили возможность использования твердого композитного углеродсодержащего электрода для определения ионов кадмия (II) методом потенциометрического титрования, определены оптимальные условия определения кадмия(II) потенциометрическим титрованием с *DDTC-Na*. Использование ультразвукового воздействия приводит к увеличению скачка потенциала в точке эквивалентности, к изменению структуры осадка, увеличению скорости реакции, снижению адсорбции и очистке поверхности электрода и интенсификации процесса титрования в целом.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- 1. Носкова Г.Н. Твердые углеродсодержащие композитные электроды для определения элементов вольтамперометрическими методами: Автореф. Диссертация на соискание научной степени. Доктор химических наук Томск, 2012. 12 с.
- 2. Кузьминаская Е.А., Шумар С.В. Потенциометрическое определение некоторых тяжелых металлов с использование твёрдых композитных электродов.//Актуальные проблемы гуманитарных и естественных наук. 2015.
- 3. Марьянов Б.М. Метод линеаризации в инструментальной титриметрии. Томск: Изд-во. Том.ун-та, 2001. 158 с.