



УКРАЇНА

(19) UA (11) 34006 (13) A

(51) 6 G01N30/00, G01N33/00, C01G11/00,
C02F1/00МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ
НА ВИНАХІДвидається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ АТОМНО-АБСОРБЦІЙНОГО ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ КАДМІЮ У ПРИРОДНИХ І СТІЧНИХ ВОДАХ

(21) 99052661

(22) 13.05.1999

(24) 15.02.2001

(33) UA

(46) 15.02.2001, Бюл. № 1, 2001 р.

(72) Воробйова Інна Павлівна, Скоп Людмила Володимирівна, Скляр Василь Іванович, Харіков Анатолій Мусійович

(73) Сумський державний науково-дослідний інститут мінеральних добрив і пігментів

(57) Спосіб атомно-абсорбційного визначення масової концентрації кадмію у природних та стічних водах за допомогою полум'яної атомізації, що **відрізняється** тим, що для концентрування визначуваного компонента використовують екстракцію його бутилацетатом, аналіз проводять у полум'яні ацетилен-повітря визначаючи величину оптичної щільності кадмію з органічної фази, а концентрацію його по калібрувальному графіку.

Винахід відноситься до методики атомно-абсорбційного визначення масової концентрації кадмію у природних і стічних водах із полум'яною атомізацією.

Оскільки кадмій відноситься до токсичних елементів, то вміст його у сировині, продукції, відходах виробництва і стічних водах чітко лімітований. Гранично допустима концентрація кадмію у природних водах – не більш $0,001 \text{ мг/дм}^3$. У зв'язку з цим виникає необхідність контролю за вмістом кадмію у природних і стічних водах виробництв, пов'язаних із застосуванням сировини, яка містить у собі кадмій.

Відомий атомно-абсорбційний метод прямого визначення кадмію з електротермічною атомізацією проби. Проте не всі лабораторії оснащені устаткуванням для електротермічної атомізації проб. У зв'язку з цим виникає необхідність визначення кадмію з застосуванням полум'яної атомізації зразків.

Відомий атомно-абсорбційний метод прямого визначення кадмію у природних і стічних водах без попереднього концентрування проби, проте чутливість такого методу невисока, не більш $0,005 \text{ мг/дм}^3$ [1].

Для підвищення чутливості визначення кадмію відомий ряд методів попереднього концентрування зразків.

Одним із методів попереднього концентрування зразків є випарювання проби в 100–1000 разів, проте в реальних умовах при випарюванні в 20–25 разів відбувається кристалізація солей, що утримуються у воді і робить подальше концентрування неможливим.

Крім того відомі методи концентрування з застосуванням органічних і неорганічних екстрагентів.

Одним із них є дитизоновий фотометричний метод визначення кадмію, заснований на утворенні у лужному середовищі забарвленого дитизонату кадмію, розчинного у органічних розчинниках. Спочатку екстрагують дитизонат кадмію з лужного розчину, відділяючи його від свинцю. Потім дитизонат кадмію руйнують $0,01 \text{ Н}$ розчином кислоти і, таким засобом переводять кадмій у водяний шар, відділяючи його від міді, нікелю, кобальту, срібла, ртуті й інших металів, дитизонати яких стійкі до кислот, і, тому залишаються у шарі органічного розчинника. Нарешті, удруге екстрагують кадмій у вигляді дитизонату з лужного середовища (при цьому він відокремлюється від останніх слідів цинку) і визначають кадмій з органічної фази фотометричним методом.

Відомий метод полум'яної атомно-абсорбційної спектроскопії після хелатирування АГДК і екстрагування МИБК [2].

Відбувається формування комплексу визначуваного металу з 1-пиролідиндитиокарбаматом амонію (АГДК) і екстракція при $\text{pH}=2,5$ метилизобутилкетонам (МИБК). Потім проводиться визначення кадмію в його органічній фазі полум'яною атомно-абсорбційною спектроскопією. Аспирують ряд органічних екстрактів калібрувальних розчинів. Будують графік залежності вмісту кадмію і величини абсорбції калібрувального розчину і по ньому визначають концентрацію кадмію. Проте, застосувані реактиви мало поширені і придбання їх в Україні є проблемою.

(19) UA (11) 34006 (13) A

У цьому ж стандарті ISO приведений метод визначення кадмію полум'яною атомно-абсорбційною спектрометрією після хелатирування (ГМА-ГМДК) і екстрагування (ДИПК-ксиленом). У даному методі передбачено формування комплексу між кадмієм і гексаметиленамонієм-гексаметилендитіокарбаматом (ГМК-ГМДК) і екстрагування диізопропилкетон-ксиленом у буферному середовищі при $\text{pH}=2-4$. Визначення кадмію проводять у його органічній фазі полум'яною атомно-абсорбційною спектрометрією. Проте застосування даного методу проблематично через дефіцитність реактивів.

У основу винаходу поставлена задача забезпечення визначення мікрокількості кадмію у природних і стічних водах атомно-абсорбційним методом із застосуванням полум'яної атомізації.

Для визначення кадмію, що міститься у рідкій фазі, пробу природної води безпосередньо після відбору підкисляють азотною кислотою до $\text{pH}=2$ (з метою консервування). Під час проведення аналізу додають лимонну кислоту і нейтралізують аміаком по фенолфталеїну. Потім додають розчин диетилдитіокарбамату натрію і проводять екстрагування у шар бутилацетату.

Визначення кадмію проводять з органічної фази в окисному полум'ї ацетилен-повітря. Вимірюють поглинання випромінювання атомами кадмію, що знаходяться в органічній фазі при довжині хвилі ($\lambda=228,8$ нм). Для атомізації застосовується одностільова горілка із довжиною щілини 10 см. Ширина щілини монохроматора 0,1 нм. Для компенсації неселективного поглинання використовують дейтерієву лампу.

Концентрацію кадмію визначають по калібрувальному графіку.

Перевірку правильності виконання визначення проводили на штучних сумішах, створених із дистильованої води і стандартного розчину кадмію концентрації $0,0001 \text{ г/см}^3$.

Приклад 1.

До 500 см підкисленої до HNO_3 до $\text{pH}=2$, проби природної води додають 10 см^3 20% -вого розчину лимонної кислоти і нейтралізують 25% -вим розчином аміаку по фенолфталеїну до слабо-рожевого забарвлення. Розчин переносять у ділительну лійку

місткістю 1 дм^3 , додають 10 см^3 розчину диетилдитіокарбамату натрію і 10 см^3 бутилацетату. Ділительну лійку струшують протягом 1 хвилини. Після поділу фаз нижній водяний шар відкидають, а органічний екстракт збирають у пробірку.

Аналіз проводять в окисному полум'яні ацетилен-повітря. Визначення кадмію проводять по величині оптичної щільності за допомогою калібрувального графіка. Чутливість визначення складає $0,2 \text{ мкг/дм}^3$. Помилка визначення складає $\pm 10-20\%$ відносних.

Приклад 2.

До 1000 см^3 , підкисленої до HNO_3 до $\text{pH}=2$, проби природної води додають 10 см^3 20% -вого розчину лимонної кислоти і нейтралізують 25% -вим розчином аміаку по фенолфталеїну до слабо-рожевого забарвлення. Розчин переносять у ділительну лійку місткістю 1 дм, додають 10 см^3 розчину диетилдитіокарбамату натрію і 10 см^3 бутилацетату. Ділительну лійку струшують протягом 1 хвилини. Після повного поділу фаз нижній водяний шар відкидають, а органічний екстракт збирають у пробірку.

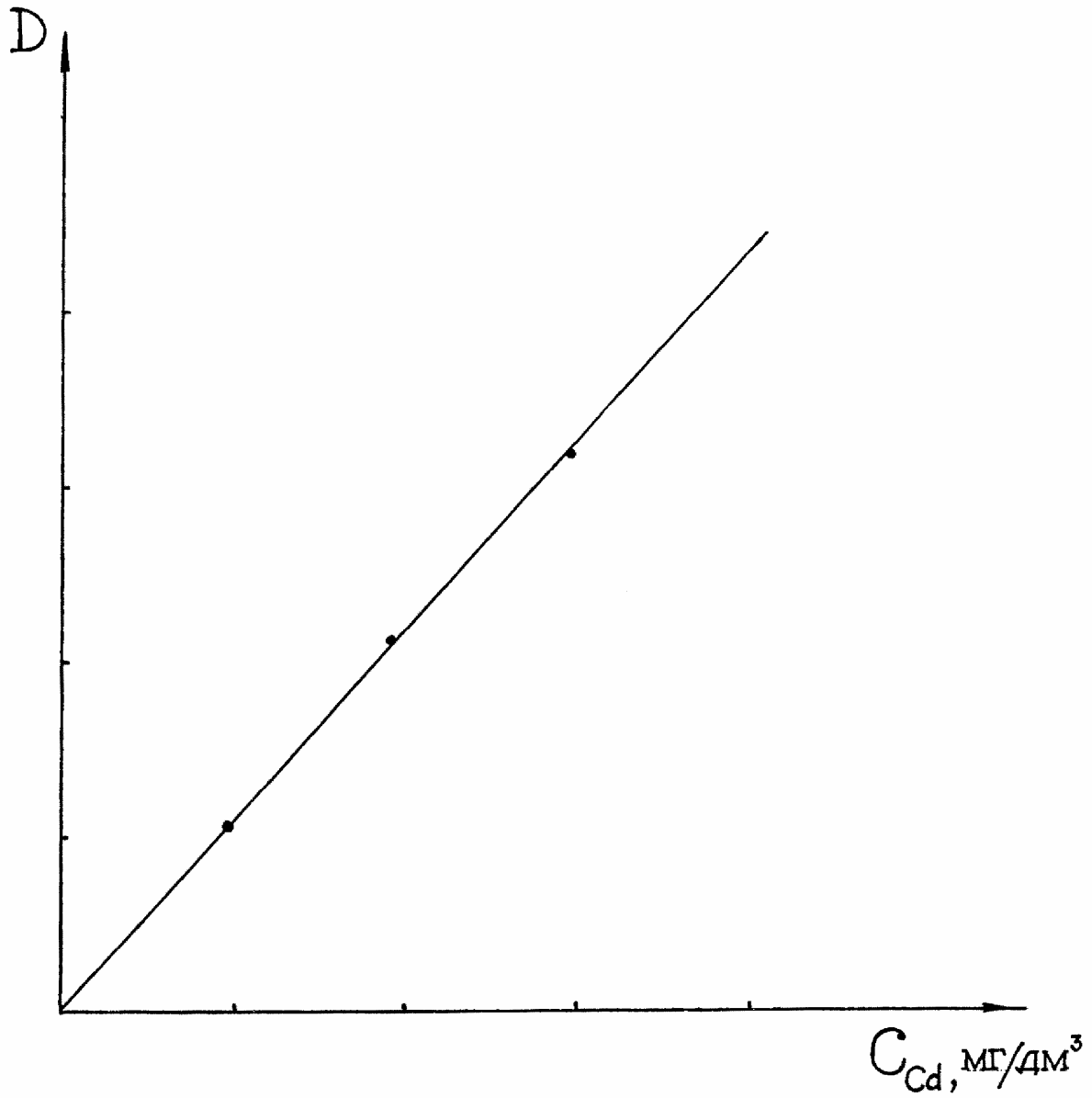
Аналіз проводять в окисному полум'яні ацетилен-повітря. Визначення кадмію проводять по величині оптичної щільності за допомогою калібрувального графіка, Чутливість визначення складає $0,1 \text{ мкг/дм}^3$. Помилка визначення складає $\pm 20-30\%$ відносних.

Калібрувальний графік для визначення масової концентрації кадмію у природних та стічних водах будують у координатах, де по осі абсцис відкладають величину масової концентрації кадмію у мг/дм^3 , а по осі ординат – відповідну величину оптичної щільності.

Калібрувальний графік для визначення масової концентрації кадмію має вигляд: (див. фіг.).

Джерела інформації:

1. Ю.Ю. Лур'є. Аналитическая химия промышленных сточных вод. – М.: Химия, 1984.
2. Стандарт ИСО 8288-86. Качество воды. Определение кобальта, никеля, меди, цинка, кадмия и свинца. 1987.
3. Н.С. Полуэктов. Методы анализа по фотометрии пламени. – М.: Химия, 1967.



Фіг.

ДП "Український інститут промислової власності" (Укрпатент)
 Україна, 01133, Київ-133, бульв. Лесі Українки, 26
 (044) 295-81-42, 295-61-97

Підписано до друку _____ 2001 р. Формат 60x84 1/8.
 Обсяг _____ обл.-вид. арк. Тираж 50 прим. Зам. _____

УкрІНТЕІ, 03680, Київ-39 МСП, вул. Горького, 180.
 (044) 268-25-22
