

К. И. Габдулина, С. А. Бахтеев, Р. А. Юсупов

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ Cd(II) В ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЙ ВОДЕ МЕТОДОМ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО АНАЛИЗА

Ключевые слова: вода, кадмий, рентгенофлуоресцентный анализ.

Предложена методика определения концентрации Cd(II) на приборе S2 PICOFOX.

Keywords: water, cadmium, X-ray fluorescence analysis.

It has been suggested the technique for determining the concentration of Cd (II) on the device S2 PICOFOX.

Введение

Технологические воды предприятий, содержащие кадмий, разнообразны по концентрации (0,001 до 10 г/л), по состоянию кадмия (в ионной форме, в виде солей, в форме осадков, в восстановленной форме в виде металла), а также по содержанию примесей (галогениды, желатин и другие органические соединения) [1]. Также исследования по оптимизации синтеза тонких пленок оксидов и халькогенидов металлов [2 - 4] требуют наличия экспрессных и экономичных методик измерения концентраций ионов металлов в водных растворах в широком диапазоне концентраций. Вследствие этого необходимо подобрать метод анализа, позволяющий получать достоверный результат независимо от различий в матрицах объектов анализа. Нами предложен метод рентгенофлуоресцентного анализа в тонких слоях исследуемых образцов, который является универсальным, экономичным и экспрессным.

Эксперимент

Для проведения эксперимента были использованы следующие оборудование и реактивы: Cd(NO₃)₂·4H₂O (чда); NaCl (хч); автоматические микропипетки 0,5-10 мл, 0,5-10 мкл и 25-250 мкл; Весы аналитические марки OHAUS Adventurer Pro AV264; рентгенофлуоресцентный спектрометр марки S2 PICOFOX.

По навескам реактивов Cd(NO₃)₂·4H₂O и NaCl были приготовлены рабочие растворы соответственно Cd и Cl. Далее готовились градуировочные растворы Cd. Для этого в мерную колбу 25,0 мл переносились аликвоты рабочих растворов Cd и Cl, остальное доводилось до метки дистиллированной водой. При этом аликвота рабочего раствора Cd варьировались, тогда как Cl оставалась постоянной. Таким образом, Cl выступал в качестве репера.

Капли градуировочных растворов наносились на прободержатели для рентгенофлуоресцентного анализа, после чего высушивались теплым воздушным потоком, как описано в работе [5]. Высушенные капли анализировались на приборе S2 PICOFOX при следующих режимах: напряжение 50 кВ; ток 600 мкА; анод трубки-молибден; время съемки - 200 сек.

Обсуждение

На рис.1 представлена градуировочная зависимость отношения сигналов I_{Cd}/I_{Cl} от концентрации Cd. Выбор в пользу использования в качестве репера Cl был сделан ввиду того, что его линии на спектре находятся недалеко от линий Cd. При этом их линии в то же время находятся на достаточном расстоянии друг от друга, чтобы пики не накладывались друг на друга, а также взаимное влияние Cl и Cd практически отсутствует.

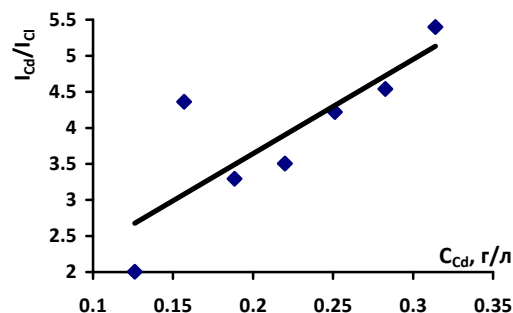


Рис. 1 - Градуировочный график зависимости отношения сигналов I_{Cd}/I_{Cl} от концентрации Cd

Как видно на рис.1, данный выбор оправдан, поскольку имеет место хорошая линейность зависимости. Также это подтверждается результатами метрологической проработки на программном продукте СТ5, разработанном проф. Юсуповым Р.А. Однако как видно на рисунке имеется один промах, что связан с ошибкой эксперимента, поэтому на рис.2 представлен градуировочный график с отброшенной точкой.

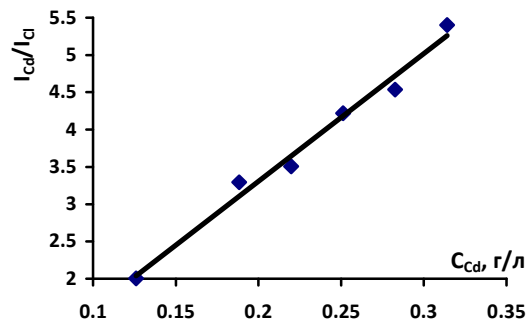


Рис. 2 - Градуировочный график зависимости отношения сигналов I_{Cd}/I_{Cl} от концентрации Cd с учетом отброса промаха

Заключение

Полученные градуировочные кривые, имеющие хорошую линейность, подтверждают оправданность данной методики и использование в качестве репера хлора при определении концентраций кадмия.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации в рамках федеральной целевой программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2007 – 2013 годы» по госконтракту 16.552.11.7060.

Литература

1. Боровков, Г.А. Отбор и подготовка проб при автоматическом вольтамперметрическом анализе технологических растворов и промышленных сточных

вод / Г.А. Боровков // Изв. высш. учеб. заведений. – 2004. - №S1. - С. 77-84.

2. Юсупов Р.А., Бахтеев С.А. Расчет областей выделения твердых фаз в системах ион металла – вода – комплексообразующий агент // Журн. физ. химии. - 2009. -Т.83. -№12.- С.2395-2397.

3. Юсупов Р.А., Бахтеев С.А., Смердова С.Г. Расчет областей существования осадков в системах ион металла – H_2O – комплексообразующий агент с учетом растворимости интермедиатов // Журн. физ. химии.- 2010. -Т.84. -№7.- С.1391-1393.

4. Юсупов, Р.А. Глубокий ионный обмен в металлосульфидных имплантатах / Р.А. Юсупов, О.В.Михайлов. – Казань: ФЭН. – 2004. – 220 с.

5. Юсупов Р.А., Бахтеев С.А., Гатиятуллин И.Р. Методика выполнения измерений концентрации серебра в технологических водах предприятий // Вестник Казанского технологического университета. - 2011.- №19. С.306-308.

© К. И. Габдулина – студ. КНИТУ; С. А. Бахтеев - канд. хим. наук, асс. каф. аналитической химии, сертификации и менеджмента качества КНИТУ, said-bah@yandex.ru; Р. А. Юсупов – д-р хим. наук, проф. той же кафедры, yusupovraf@yandex.ru.