

УДК 543.4:543.544

Определение микроконцентраций селена(IV) с применением трифенилметановых красителей

Королева О.В.

Для экспрессного определения микроконцентраций селена(IV) в некоторых природных водах предлагается использовать окислительно-восстановительную реакцию с участием иодида калия в кислой среде. Методика отличается низким пределом обнаружения и высокой избирательностью. Относительное стандартное отклонение результатов анализа не превышает 0,3

Ключевые слова: селен(IV), трифенилметановые красители, твердый сорбент, иммобилизация, экспрессный метод определения.

Введение

Распределение и баланс селена определяется естественными геофизическими и биологическими процессами в природе, а также антропогенными процессами, связанными с промышленной деятельностью человека. Антропогенные воздействия могут являться причиной некоторого перераспределения селена в окружающей среде[1]. Основным источником селена в промышленности может служить прежде всего выплавка и очистка меди, свинца цинка, урана, а также восстановление и очистка самого селена и сжигание ископаемых топлив. Поэтому некоторые проблемы, связанные с выбросами селена могут возникать в регионах, расположенных вблизи промышленных предприятий выбрасывающих селеносодержащие продукты. Так, например в районах, где перерабатываются медносульфидные руды концентрация селена в атмосферном воздухе составляет 0,15 - 6,5 мкг/м³, в пределах 0,5 -10 км от предприятия по переработке руды [2].

Загрязнение селеном воздуха может сказываться и на загрязнении открытых водоемов. Водотоки могут загрязняться также непосредственно за счет шахтных и промышленных стоков, содержащих селен. Сточные воды рудников и ряда предприятий цветной металлургии могут содержать селен в концентрациях 14-56 мкг/л.

Селен может попадать в воду и со станций очистки сточных вод. Неочищенные сточные воды содержат до 280 мкг/л селена, концентрация селена после первичной и вторичной очисток составляет 45-50 мкг/л [3]. Ирригация селенистых земель также может приводить к увеличению концентрации селена в дренажных водах[2].

В природных водах селен может находиться в степенях окисления — 2, 0, +4 и +6[3]. Преобладание той или иной формы селена зависит от степени минерализации вод, окислительно-восстановительного потенциала, pH, содержания железа, серы, органических веществ.

Селен обладает высокой биологической активностью. Интервал оптимальных концентраций для живых организмов очень узок, т.к. селен относится к кумулятивным ядам, а в больших количествах проявляет свойства канцерогена и тератогена. Концентрация селена, обладающего как биогенным, так и токсичными свойствами, в питьевых водах регламентируется на уровне 0,01мг/л[4].

Для контроля за содержанием селена(IV) в природных водах чаще всего используют высокочувствительные и селективные методы анализа, с пределом обнаружения мкг/л: кинетические спектрофотометрические, атомно-абсорбционную спектроскопию, высокоэффективную жидкостную хроматографию с

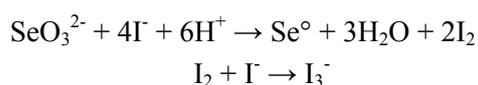
масс-спектрометрическим окончанием, инверсионную вольтамперометрию [5].

Кроме того, в повседневной практике очень востребованными являются простые, и экспрессные методы определения селена, которые были бы пригодны к использованию непосредственно на месте отбора пробы. Данная работа посвящена тест-определению Se(IV) с использованием индикаторных матриц изготовленных из вискозной ткани, с иммобилизованным на ней малахитовым зеленым (МЗ).

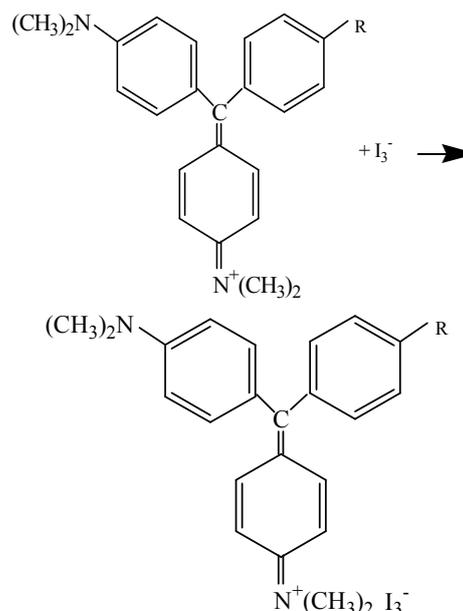
Экспериментальная часть

Селен встречается в окружающей среде в микроколичествах. При определении микроколичеств веществ начальной стадией является экстракционное концентрирование [5]. Наилучших результатов можно достичь, если измерять аналитический сигнал определяемого элемента непосредственно на поверхности сорбента, поэтому при определении содержания селена необходимо проводить экстракционное концентрирование. В этой связи наиболее целесообразно использовать тест-метод определения с использованием органических реагентов иммобилизованных на твердой матрице.

Для тест-определения селена в воде был использован косвенный метод, основанный на реакции восстановления селена иодидом калия. В результате выделяется свободный йод и образуется ионный ассоциат трийодида иона с реагентами трифенилметанового ряда (малахитовый зеленый и кристаллический фиолетовый) с КФ ($R = -N(CH_3)_2$) или МЗ ($R = -H$):



Для определения содержания селена (IV) в выбранных объектах к 20мл анализируемого раствора добавляли 10 капель 2М раствора соляной кислоты, 0,1г йодида калия и 10 капель 5%-ного раствора щавелевой кислоты.



Раствор перемешивали и пропускали через тест-устройство с закрепленной матрицей и со скоростью 2-3 капли в секунду. Разбирали устройство и на реакционную зону индикаторной матрицы наносили 1 каплю 2М HCl. Сравнивали полученную окраску со стандартной шкалой [4].

Для определения общего содержания селена к 30мл анализируемого раствора добавляли 0,3мл насыщенного раствора KCl, 6 капель концентрированной серной кислоты, накрывали стеклом и нагревали раствор в течение 20 минут при температуре 80°C. Затем охлаждали раствор до комнатной температуры, добавляли 10 капель 2М раствора гидроксида калия, 0,1г йодида калия и 10 капель 5%-ного раствора щавелевой кислоты. Раствор перемешивали и пропускали через тест-устройство с закрепленной матрицей и со скоростью 2-3 капли в секунду. Разбирали устройство и на реакционную зону индикаторной матрицы наносили 1 каплю 2М HCl. Сравнивали полученную окраску со стандартной шкалой. Определению мешают ионы железа.

Результаты и их обсуждение

В таблице 1 представлены результаты экспрессного тест-определения селена(IV) в во-

допроводной воде г. Муром, речной воде (р. Ока, г. Муром) и в родниковой воде.

Таблица 1. Результаты определения селена (IV) и общего селена в некоторых водах (n=5, P=0,95)

Проба	Найдено Se(IV), мг/л	Найдено общего Se, мг/л	Sr
Водопродоводная вода	0,002±0,001	0,004±0,001	0,2
Речная вода	0,03±0,005	0,04±0,01	0,3
Родниковая вода	0,003±0,001	0,004±0,002	0,15

В питьевой воде центрального водоснабжения г. Муром общая концентрация селена(IV и VI) составляет 0,004мг/л, что соответствует результатам анализа большинства минеральных вод Владимирской области. Полученные величины отвечают «фоновому» содержанию селена. В родниковой воде содержание селена находится в пределах 0,003-0,004мг/л. В речной воде содержание селена(IV и VI) составляет 0,03-0,04мг/л, что превышает ПДК Se в воде. Повышенное содержание селена в речной воде может быть связано со сбросом сточных вод городских предприятий

Выводы

Предложенная методика экспрессного тест-определения в воде отличается от общепринятых фотометрических способов доступ-

ностью, достаточной избирательностью и точностью, а также достаточно низким пределом обнаружения. Относительная погрешность анализа не превысила 0,3.

Литература

1. Шляпунова Е.В., Кирюшкина О.В., Сергеев Г.М. Экстакционно-фотометрическое редокс-определение Se(IV) в некоторых минеральных водах./Аналитика и контроль, 2006, Т.10, № 3-4
2. Москвин Л.Н. Фотометрическое определение микроконцентраций селена в водных средах/ Л.Н. Москвин, А.В. Булатов, Е.А. Руденко, Д.В. Новолоцкий, Г.И.Колдобский // Журнал аналитической химии, 2006, Т.61, №1
3. Гарифзянов А.Р. Аналитический контроль содержания селена в природных водах: обзор / А.Р. Гарифзянов, Г.К. Будников, В.Ф. Торопов, Д.Ф. Гайнудинова // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2001. Т.67№1, с.3-15
4. Амелин В.Г., Королева О.В. Модифицированные аналитическими реагентами ткани и бумаги для тест -определения селена(IV) и теллура(IV) // Журнал аналитической химии, 2009, том 64, №12, с. 1304-1308
5. Дедков Ю.М., Корсаков Н.Н., Мусатов А.М., Сычкова В.А.. Спектрофотометрическое определение селена(IV) в водах // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. №10. 2006. Том 72. с. 13-18

Статья поступила в редакцию 27 марта 2012 г.

For express definition of microconcentration of selenium (IV) in some natural waters it is offered to use oxidation-reduction reaction with participation iodida potassium in the sour environment. The technique differs a low limit of detection and sharp selectivity. The relative standard deviation of results of the analysis doesn't exceed 0,3.

Keywords: selenium (IV), trifenilmetan dyes, a firm sorbent, an immobilization, an express method of definition.

Королева Ольга Владимировна – ассистент кафедры «Техносферная безопасность» Муромского института (филиала) федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Владимирский государственный университет имени Александра Григорьевича и Николая Григорьевича Столетовых»