

Таким образом, выполненные исследования показали, что метод инверсионной вольтамперометрии позволяет определять содержание железа с высокой чувствительностью и точностью. Это свидетельствует о возможности применения разработанной методики для определения железа в винах и виноматериалах взамен стандартизированного метода фотоколориметрии.

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ 13195-73 Вина. Виноматериалы, коньяки и коньячные спирты. Соки плодово-ягодные спиртованные. Метод определения железа.
2. Зебрева А.И., Матакова Р.Н., Жалдыбаева Р.Б. Определение меди, цинка, свинца, марганца и железа в сточных водах методом инверсионной вольтамперометрии // Журн. аналит. химии. – 1983. – Т. 38. – Вып. 7. – С. 1325–1327.
3. Каплин А.А., Пичугина В.М., Филичкина О.Г. Инверсионно-вольтамперометрическое определение $n \cdot 10^{-4}$ – $n \cdot 10^{-5}\%$ примесей Cu, Pb, Cd, Fe, Bi, Te, Au в микронавесках кристаллов $ZnGeP_2$ // Зав. лаб. – 1988. – Т. 54. – №6. – С. 4–6.
4. Анисимова Л.С., Катюхин В.Е., Слипченко В.Ф., Каплин А.А. Анализ порошков и пленок фторидов на содержание микроколичеств никеля, кобальта и железа методом инверсионной вольтамперометрии // Журн. аналит. химии. – 1979. – Т. 34. – Вып. 9. – С. 1844–1846.
5. Маркова И.В., Широкова В.И. Инверсионная вольтамперометрия железа в щелочных растворах со стационарным ртутным электродом // Журн. аналит. химии. – 1982. – Т. 37. – В. 6. – С. 1080–1084.
6. ГОСТ 26929–94 Сырье и продукты пищевые. Подготовка проб. Минерализация для определения содержания токсичных элементов.
7. ГОСТ 13918–88 Советское шампанское. ТУ.

УДК 543.253

Н.П. Матвейко, доцент; А.М. Брайкова, аспирант

ВОЗМОЖНОСТИ КОСВЕННОГО ИНВЕРСИОННО - ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ХРОМА

The possibilities of determination of chromium by a method stripping voltammetry in the solutions, which contain mercury, copper, silver using carbon working electrode are explored.

Определение микроколичеств хрома методом инверсионной вольтамперометрии проводят после его предварительного концентрирования в виде различных химических соединений. Из литературных данных следует, что чаще всего хром концентрируют на индикаторном электроде в виде комплексных соединений с использованием органических лигандов [1, 2]. Однако такой способ концентрирования хрома вряд ли может получить широкое применение, т. к. необходимые для этого органические вещества малодоступны и дорогостоящи.

Известно, что одним из способов концентрирования определяемого вещества является процесс его окисления или восстановления, сопровождающийся последующей химической реакцией образования малорастворимого соединения на индикаторном электроде. Образовавшееся соединение затем электрохимически восстанавливают или

окисляют с одновременной регистрацией протекающего через электрод электрического тока [3]. Классическим примером концентрирования хрома на поверхности электрода в виде малорастворимого соединения является метод, основанный на образовании гидроксида хрома (III) [4]. Однако проведенные нами исследования показали, что такой способ концентрирования хрома при использовании углеситаллового индикаторного электрода характеризуется низкой воспроизводимостью результатов.

Хромат-ионы, как известно, могут образовывать малорастворимые соединения с ионами металлов (HgCrO_4 , Ag_2CrO_4 , CuCrO_4). Поэтому можно было предположить, что при добавлении в раствор, содержащий ионы ртути, серебра или меди, хромат-ионов концентрация металлов будет снижаться, а значит, по уменьшению содержания катионов металлов в растворе удастся определить концентрацию хромат-ионов.

Настоящая работа посвящена исследованию возможности косвенного определения содержания хрома в растворе по уменьшению концентрации ртути, меди или серебра.

Исследования проводили при температуре 25°C на анализаторе вольтамперометрическом марки АВА-2 в трехэлектродной ячейке с использованием углеситаллового индикаторного электрода, хлоридсеребряного электрода сравнения и платинового вспомогательного электрода. Перед выполнением исследований индикаторный электрод полировали алмазной пастой, промывали этиловым спиртом, водой и высушивали фильтровальной бумагой. В качестве фонового электролита использовали водный раствор, содержащий $0,1$ моль/л KNO_3 и $0,0001$ моль/л HNO_3 , который наиболее часто применяется при инверсионно-вольтамперометрическом определении ртути, меди и серебра. Исследования проводили при следующих условиях: регенерация электрода при потенциале $+500$ мВ в течение 30 с; накопление ртути при потенциале -1100 мВ в течение 60 с; успокоение раствора при потенциале -1100 мВ в течение 20 с; регистрация вольтамперной кривой от -1100 мВ до $+500$ мВ при скорости развертки 250 мВ/с.

На рис. 1 представлены полученные при различной концентрации хромат-ионов усредненные анодные вольтамперные кривые растворения ртути, накопленной из раствора, содержащего $66,4$ мкг/л ионов данного металла.

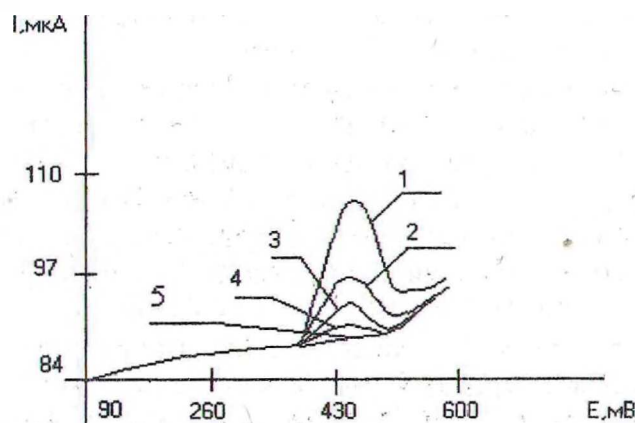


Рис. 1. Вольтамперные кривые, полученные при концентрации ртути в ячейке $66,4$ мкг/л. Концентрация хрома составила, мкг/л: 1 — 0; 2 — 1; 3 — 2; 4 — 3. 5 — вольтамперная кривая фонового электролита

Анализ рис.1 показывает, что в области потенциалов от +400 до +520 мВ на вольтамперной кривой для раствора, не содержащего хром, имеется четко выраженный максимум окисления ртути. При введении в раствор хромат-ионов этот максимум пропорционально уменьшается и практически полностью исчезает, когда концентрация хрома достигает 3 мкг/л.

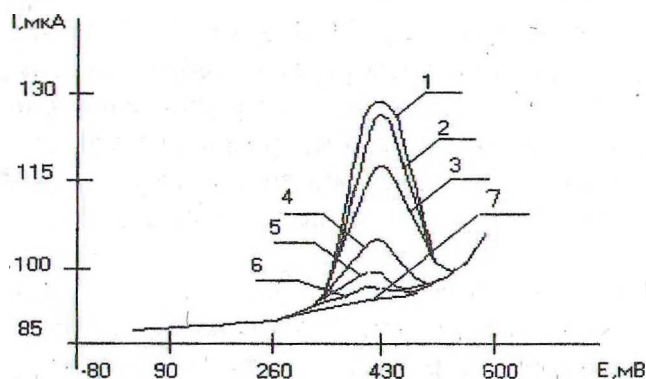


Рис. 2. Вольтамперные кривые, полученные при концентрации ртути в ячейке 99,6 мкг/л. Концентрация хрома составила, мкг/л: 1 – 5; 2 – 6; 3 – 7; 4 – 8; 5 – 9; 6 – 10. 7 – вольтамперная кривая фонового электролита

Увеличение содержания ртути в растворе, как показано на рис.2, приводит к тому, что снижение максимума тока ее окисления происходит лишь при концентрации хрома в растворе 5 и более мкг/л. При этом максимум тока окисления ртути полностью исчезает при концентрации хромат-ионов, равной 10 мкг/л

Необходимо отметить, что определение ртути невозможно, когда ее концентрация в растворе меньше 66 мкг/л при любом содержании хрома. При увеличении содержания ртути в растворе более 100 мкг/л интервал концентраций хрома, влияющих на ее накопление, расширяется и незначительно смещается в сторону больших значений. Так, при концентрации ртути в растворе 166,6 мкг/л ее накопление монотонно уменьшается с увеличением содержания хрома от 7 до 60 мкг/л.

Присутствие в растворе хромат-ионов оказывает влияние также на концентрирование других металлов. Исследования показали, что при концентрации серебра менее 30 мкг/л его накопление на индикаторном электроде невозможно при любом содержании в растворе хромат-ионов. При концентрации серебра 33,3 мкг/л его накопление пропорционально уменьшается с увеличением содержания хрома от 1 до 3 мкг/л и полностью прекращается при концентрации хрома 4 мкг/л. Увеличение содержания серебра приводит к тому, что влияние хромат-ионов на его накопление наблюдается при более высоких концентрациях хрома. Это наглядно демонстрируется данными рис. 3. Показано, что при концентрации серебра 83 мкг/л уменьшение максимума тока его окисления наблюдается в интервале концентраций хрома от 6 до 20 мкг/л. При концентрациях хрома более 20 мкг/л накопление серебра становится невозможным. Увеличение содержания серебра в растворе приводит к незначительному смещению влияющего на его накопление интервала концентраций хрома в область более высоких значений.

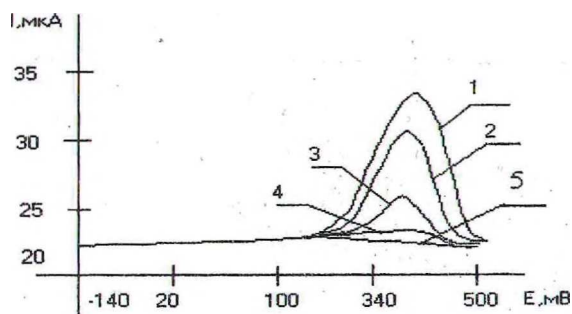


Рис. 3. Вольтамперные кривые, полученные при концентрации серебра в ячейке 83 мкг/л. Концентрация хрома составила, мкг/л: 1 – 0; 2 – 6; 3 – 13; 4 – 20. 5 – вольтамперная кривая фонового электролита

Несколько иное влияние оказывают хромат-ионы на накопление меди. Установлено, что при содержании меди менее 20 мкг/л ее накопление на электроде невозможно при любой концентрации хрома. С увеличением содержания меди появляется интервал концентраций хрома, в котором ее накопление монотонно снижается с ростом содержания хрома. При этом указанный интервал практически остается постоянным для любых концентраций меди в растворе, превышающих 30 мкг/л. Так, при содержании меди 166 мкг/л присутствие в растворе хромат-ионов снижает ее накопление в интервале концентраций хрома от 6 до 26 мкг/л. Это хорошо иллюстрируется данными рис. 4. Показано, что максимум тока растворения меди пропорционально уменьшается с ростом содержания хрома в растворе от 6 до 26 мкг/л. При содержании хрома более 26 мкг/л накопление меди становится невозможным. Такой же интервал концентраций хрома, влияющий на накопление меди, наблюдается как при более низких, так и при более высоких ее концентрациях. Например, при содержании меди в растворе 33 мкг/л этот интервал составляет 8–32 мкг/л; при содержании меди 149 мкг/л – 9–32, а при содержании меди 183 мкг/л – 9–33 мкг/л хрома.

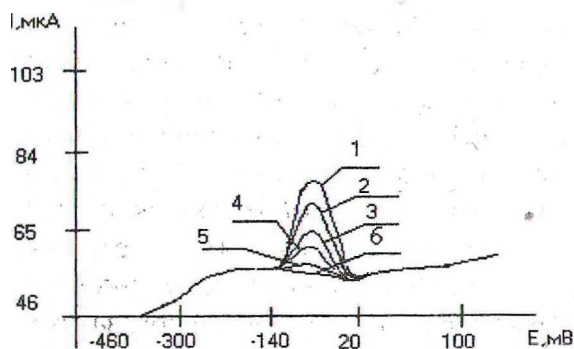


Рис. 4. Вольтамперные кривые, полученные при концентрации меди в ячейке 166 мкг/л. Концентрация хрома составила, мкг/л: 1 – 0; 2 – 6; 3 – 13; 4 – 20, 5 – 26. 6 – вольтамперная кривая фонового электролита

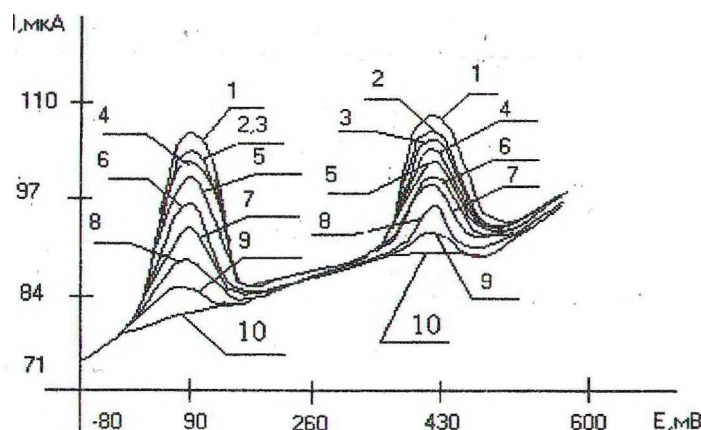


Рис. 5. Вольтамперные кривые, полученные при концентрации в ячейке ртути 66 мкг/л, меди – 66 мкг/л. Концентрация хрома составила, мкг/л: 1 – 0; 2 – 1; 3 – 2; 4 – 3; 5 – 4; 6 – 5; 7 – 6; 8 – 8; 9 – 10. 10 – вольтамперная кривая фонового электролита

Представляло интерес исследовать влияние хромат-ионов на совместное накопление ртути и меди, поскольку известно, что ртуть способствует накоплению меди, а медь, наоборот, накоплению ртути. На рис. 5 приведены усредненные вольтамперные кривые, полученные при концентрации ртути и меди в растворе 66 мкг/л и различном содержании хрома. Показано, что с увеличением содержания хрома в растворе от 0 до 10 мкг/л максимумы тока окисления и меди, и ртути пропорционально уменьшаются. При концентрации хрома более 10 мкг/л накопление обоих металлов на электроде становится невозможным. С увеличением содержания меди и ртути в растворе до 166 мкг/л их накопление уменьшается с увеличением концентрации хрома от 6 до 20 мкг/л и полностью прекращается при концентрации хрома, превышающей 20 мкг/л. С уменьшением содержания меди или (и) ртути в растворе влияние на процесс их накопления наблюдается уже при небольших концентрациях хрома. Так, при содержании меди и ртути 49 мкг/л накопление этих металлов полностью прекращается, когда концентрация хрома достигает 4 мкг/л. Другими словами, при совместном присутствии в растворе двух металлов хромат-ионы влияют на полноту накопления этих металлов аналогично тому, как это наблюдалось для каждого из них в отдельности.

Анализируя совокупность полученных результатов, можно отметить следующее. Независимо от природы определяемого металла его накопление на индикаторном электроде уменьшается при введении в раствор хромат-ионов. Во всех случаях с увеличением концентрации определяемого металла снижение его накопления наблюдается при более высоком содержании в растворе хромат-ионов, что невозможно объяснить образованием малорастворимых хроматов. По-видимому, хромат-ионы затрудняют катодное восстановление накапливаемых на электроде металлов за счет их химического окисления. Возможно также, что в присутствии хромат-ионов часть электрической энергии тратится на восстановление этих ионов, что и уменьшает концентрирование определяемого металла. Однако для окончательного ответа необходимы дополнительные специальные исследования.

Вместе с тем полученные данные позволяют высказать предположение о возможности косвенного определения хрома в растворе по уменьшению катодного концентрирования ртути или (и) меди и могут быть использованы при разработке простой методики определения микроколичеств хрома в различных объектах окружающей среды и продуктах питания.

ЛИТЕРАТУРА

1. Гинзбург В.Г., Салихджанова Р. М.-Ф. Вольтамперометрическое изучение системы хром (VI) – аммиачно-хлоридный раствор диметилглиоксима // Журн. аналит. химии. – 1987. – Вып. 4. – С.687–693.
2. Малахова Н.А., Чернышева А.В., Брайнина Х.З. Инверсионная вольтамперометрия хрома с дифенилкарбазидом // Журн. аналит. химии. – 1987. – Вып. 9. – С. 1636-1640.
3. Будников Г.К., Улахович Н.А., Медянцева Э.П. Основы электроаналитической химии. – Казань: Казанский ун-т, 1986.
4. Саенко В.М. Физические методы анализа металлов и сплавов. – Харьков: ХФТИ, 1976.

УДК 678.746.47:577.151.62

И.М. Курейчик, ассистент; З.Е. Егорова, доцент

ПОЛИФЕНОЛЫ В РАСТИТЕЛЬНОМ СЫРЬЕ

This work is dedicated to theoretical and practical research of the contents of polyphenols in the raw plant stuff and derived products. The work contains modern classification of polyphenol compounds and their characteristics. The experimental data represents the quantitative determination of some polyphenols (rutin, quercetin) in some herbs, spices and cereal crops.

Особенностью растительных организмов является их способность синтезировать и накапливать в тканях различные ароматические вещества, являющиеся производными фенола [1]. Фенольные соединения, которые содержат в ароматическом кольце более одной гидроксильной группы, называют полифенолами. Несмотря на огромное разнообразие этих природных полимеров, в основу классификации полифенолов положено количество ароматических колец, входящих в состав молекулы. Согласно Козенко С.И. [1], полифенолы можно разделить на три основные группы: с одним ароматическим кольцом, с двумя кольцами и полимерные (рисунок).

Полифенолы I группы обнаружены в листьях и коре фруктовых деревьев, листьях растений, чешуе луковиц, во всех плодах и овощах. Из полифенолов II группы наиболее распространены в растительном сырье флавоноиды. Встречающейся чаще всего формой III группы растительных полифенолов являются танины. Однако из множества полифенольных веществ наибольший научный и практический интерес представляют флавоноиды. В настоящее время идентифицировано более 4000 флавоноидных соединений, которые присутствуют во многих фруктах и овощах [2].

Флавоноиды растительных клеток имеют много общих свойств [3]. Одним из наиболее важных достоинств этих соединений является способность проявлять биологически активное действие на организм человека, сходное с действием витамина P: нормализовать проницаемость и эластичность стенок кровеносных сосудов, предупре-