

Определение сульфида и цианида с использованием Интегрированной Импульсной Амперометрии на сменном серебряном электроде

Andrea Heckenberg, Jun Cheng, Petr Jandik, Silvano Cavalli, and Franco Abballe, Dionex Corporation Caterina Giuriati, Ambiente SpA - ENI Group

Ввиду токсичности свободных сульфида и цианида, их определение становится все более важным. Жидкостная хроматография с амперометрическим детектированием на серебряном электроде предлагает превосходную чувствительность определения для этих целей. Разработка компанией Dionex сменных серебряных электродов открыла новую эру воспроизводимости и легкости использования в амперометрическом детектировании.

Жидкостная хроматография с постоянно-токовой амперометрией является чувствительным методом для разделения и детектирования сульфида и цианида. Однако, при определении сульфида и цианида в реальных образцах этим методом на серебряном электроде, его поверхность быстро загрязняется (1). Несмотря на то, что загрязненный электрод можно восстановить, процесс этот трудоемкий и времязатратный. В последнее время, как показано в опубликованном методе, применяется импульсная форма «волны» потенциала, которая предотвращает загрязнение электрода (1). В этой статье показано, что комбинация оптимальной формы волны с применением сменного серебряного электрода обеспечивает надежный, простой и стабильный метод для определения сульфида и цианида.

Экспериментальная часть

Оборудование: ионный хроматограф Dionex ICS-2500, состоящий из градиентного насоса GP50, с он-лайн дегазацией элюента, электрохимического детектора ED50A и автосамплера AS50. В качестве рабочего электрода использовался сменный серебряный рабочий электрод (disposable silver working electrode). Разделение осуществлялось на сильной анионо-обменной колонке (2 X 250 мм), емкостью 25 микро экв/колонку, на скорости 0.25 мл/мин. Управление прибором, сбор данных и их обработка осуществлялись с помощью ПО Dionex Chromeleon®.

Результаты

На рисунке 1 показано разделение сульфида (50 мкг/л) и цианида (50 мкг/л) на фоне хлорида (50 мг/л) с превосходным разрешением, по сравнению с существующими методиками, а также без мешающего влияния хлорида. Чтобы убедиться в отсутствии ко-элюции, проинжектирован раствор, содержащий хлорид (50 000 мкг/л) не содержащий сульфид и цианид.

При этих условиях хроматографирования, такие малые концентрации цианида и сульфида как 1 мкг/л могут быть обнаружены в реальных образцах со сложной матрицей, например, вытяжки из почвы или сточные воды.

Обсуждение

Данный метод продемонстрировал одновременное определение сульфида и цианида, используя анионо-обменную хроматографию с интегрированной импульсной амперометрией на сменном серебряном электроде. Сменный серебряный электрод может быть использован для этих целей с получением эквивалентных или лучших результатов по сравнению с полируемыми электродами, но при этом сменные электроды легче в использовании и повышают надежность метода.

Ссылки

- (1) C. Giuriati, S. Cavalli, A. Gorni, D. Badocco, and P.J. Pastore., *J. Chromatogr., A* **1023**, 105-112 (2004).

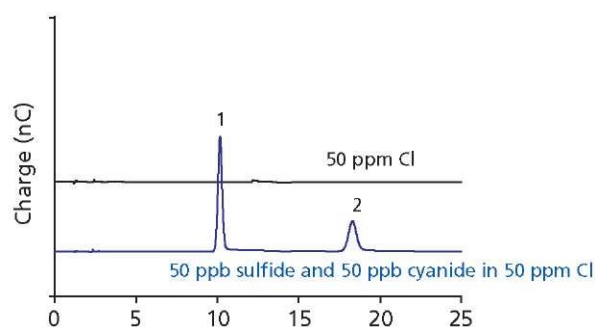


Рис 1: Разделение сульфида и цианида в присутствии хлорида, с использованием сменного серебряного электрода. Элюент: 75 mM NaOH/100 mM NaOAc; скорость потока: 0.25 мл/мин; объем инъекции: 10 мкл; детектирование: интегрированная импульсная амперометрия; сменный серебряный электрод с Ag/AgCl, KCl_(sat) референс электродом; пики: 1 = сульфид (50 мкг/л); 2 = цианид (50 мкг/л). Образцы содержат 50 000 мкг/л хлорид.

Dionex Corporation

1228 Titan Way, P.O. Box 3603, Sunnyvale, CA 94088-3603
tel. (408) 737-0700, fax (408) 730-9403

www.dionex.com