

## Определение методом инверсионной вольтамперометрии As(III) и As(V) на углеродсодержащих композитных электродах в присутствии ионов железа в растворе

<sup>1</sup>Носкова Г.Н., <sup>2</sup>Захарова Э.А., <sup>2</sup>Колпакова Н.А.

<sup>1</sup>ООО «НПП «Томьаналит», 634021 г.Томск, пр.Фрунзе, 240а, стр 14, gnoskova@mail.ru

<sup>2</sup>Национальный исследовательский Томский политехнический университет, 634050, Россия, г.Томск, пр.Ленина, 30

Для определения As (III) методом инверсионной вольтамперометрии (ИВ) используют различные электродные материалы - платину, золото, а также углеродсодержащие, модифицированные различными металлами (Pt, Au, Ag, Ir, Cu). Наибольшее распространение получили золотые и золотом покрытые углеродные электроды, так как в отличие от платины, они обладают большим перенапряжением выделения водорода и большей обратимостью электродного процесса при определении мышьяка (III) методом инверсионной вольтамперометрии (ИВ). В последние 10 лет возрос интерес к определению As(V), так как растворы As(V) более устойчивы на воздухе и определение мышьяка по аналитическому сигналу As(V) упрощает процедуру подготовки пробы к измерениям. Обзор литературы по ИВ-определению As(V) во всем мире выявил около десяти работ. При всем разнообразии условий анализа общим в этих исследованиях является: а) применение золотых микроэлектродов или их ансамблей; б) проведение предварительного концентрирования до As(0) при достаточно отрицательных потенциалах рабочих электродов (менее -1,5 В); в) использование интенсивного перемешивания - вибрация, вращение электродов для усиления массопереноса и устранения пузырьков выделяющегося водорода; г) высокие концентрации кислот в качестве фонов. Достигнуты низкие пределы обнаружения для определения As(V) 0,07 мкг/л, однако остается проблема использования дешевых, доступных и надежных рабочих электродов.

В работе предложен новый сенсор – углеродсодержащий электрод, модифицированный железом «in situ», для определения общего мышьяка в форме As(V) или As(III) методом ИВ. Основу сенсора представляет собой разработанный авторами электрод на основе твердого композита: 30 % технического углерода в полиэтилене высокого давления (ТКЭ). Модифицирование железом проводят путем введения ионов железа (III) или (II) в анализируемый слабокислый раствор и совместного электроосаждения железа и мышьяка на поверхность такого электрода.

Рассмотрены различные гипотезы влияния ионов железа при электроконцентрировании мышьяка и атомов железа в сплаве с мышьяком при электрорастворении осадка. Наиболее вероятная роль железа заключается в одновременном с мышьяком электровыделении на поверхности углеродного электрода с образованием сплава, содержащего как твердые растворы, так и интерметаллические соединения железо-мышьяк.

При анодном растворении концентрата на вольтамперограмме наблюдается несколько пиков селективного электроокисления железа из твердого раствора и интерметаллических соединений и пик при (0,12±0,07) В, зависящий от концентрации мышьяка и отвечающий переходу As(0) → As(III), как и на других твердых электродах.

Изучены факторы, влияющие на анодный пик мышьяка. Выбраны оптимальные условия определения As(V), а также As(III) в растворах в присутствии растворенного кислорода методом ИВ: фоновый электролит: 0,005 М HCl с добавкой (0,5 -1) мг/л Fe(III) при определении As(V) и (1,0 - 1,5) мг/л Fe(III) при определении As(III);  $E_{\text{конц.}} = -2,3$  В; выдерживание электрода при потенциале -0,10 В в течение 3-5 с перед разверткой потенциала; линейное изменение потенциала от -0,2 до +0,4 В при  $V = 120$

мВ/с. В выбранных условиях пределы обнаружения (по 3- $\sigma$  критерию) составляют для As(III) 0,16 мкг/л; для As(V) - 0,8 мкг/л. Предложенный метод не позволяет различать формы As(III) и As(V) в растворе, но позволяет определять общий мышьяк по любой из его форм. Аналитик может выбирать способ перевода мышьяка в одну из форм, исходя из целей анализа.