

Электроконцентрирование селена(IV) на ртутно-пленочном электроде с использованием автоматической системы замены растворов без размыкания цепи

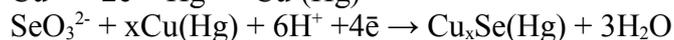
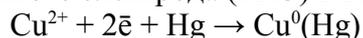
Шишмарев Дмитрий Сергеевич

Студент

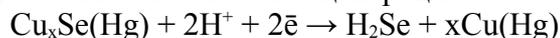
Московский государственный университет им. М. В. Ломоносова, Москва, Россия

E-mail: shishmarev@inbox.ru

Селен, будучи жизненно важным микроэлементом для человека и, в то же время, токсичным при относительно низких концентрациях, требует развития и использования высокочувствительных и экспрессных методов его определения в объектах окружающей среды. Одним из таких методов является катодная инверсионная вольтамперометрия. В этом методе селен электрохимически концентрируют на поверхности ртутно-пленочного электрода (РПЭ) в виде соединения с медью:



Электрохимическое восстановление полученного концентрата Cu_xSe сопровождается появлением на вольтамперограмме пика, высота которого функционально связана с концентрацией селена(IV) в анализируемом растворе:



Целью данной работы являлось сопоставление двух вариантов концентрирования селена(IV) на РПЭ (совместно с медью и при предварительном концентрировании меди на поверхности электрода) в свете возможности их применения для определения селена методом катодной инверсионной вольтамперометрии с использованием автоматической системы замены растворов без размыкания цепи.

Прежде всего, были определены оптимальные условия проведения эксперимента: потенциал электролиза в интервале от -200 до -500 мВ и время электролиза в диапазоне от 30 до 600 с. В подобранных оптимальных условиях ($E_{\text{эл}} = -350..-400$ мВ, $t_{\text{эл}} = 180..300$ с) для каждого варианта концентрирования селена были зарегистрированы вольтамперограммы растворов, содержащих различные концентрации селена в диапазоне от 2,5 до 250 мкг/л. На основании полученных данных (аналитическим сигналом является высота или площадь пика на вольтамперограмме) были построены градуировочные графики, при этом наблюдалось две области линейности градуировочных зависимостей: от 2,5 до 20 мкг/л и от 50 до 250 мкг/л для обоих вариантов концентрирования. Было обнаружено, что в обоих вариантах концентрирования селена потенциал пика достаточно хорошо воспроизводится и его высота, как и площадь, растут пропорционально концентрации селена. При последовательном концентрировании меди и селена на РПЭ достигался несколько более высокий коэффициент чувствительности ($S = 0,18$ у. е./мкг/л) и, соответственно, меньший предел обнаружения селена ($C_{\text{min}} = 1,7$ мкг/л), чем при совместном накоплении селена с медью ($S = 0,15$ у. е./мкг/л, $C_{\text{min}} = 2,0$ мкг/л).

Для исследования воспроизводимости параметров пика селена были зарегистрированы одна за другой пять вольтамперограмм в одних и тех же условиях при двух концентрациях селена: 20 и 50 мкг/л. Было найдено, что при обоих вариантах концентрирования величины S_T лежат в пределах от 0,02 до 0,05.

Выяснилось, что существенных различий в метрологических характеристиках методов не наблюдается. Оба варианта могут быть использованы для количественного определения селена(IV), однако, можно заметить, что вариант последовательного концентрирования меди и селена на РПЭ более удобен для практического использования, так как в данном случае отпадает необходимость вводить добавку меди в каждый анализируемый раствор, а также появляется возможность оптимизировать условия концентрирования селена (состав раствора, потенциал и время электролиза) независимо от условий концентрирования меди.