

УДК 543.13

МОДИФИЦИРОВАННЫЙ УГОЛЬНО-ПАСТОВЫЙ ЭЛЕКТРОД В ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ ВАНАДИЯ (V)

А.А Мусабеева, А.М. Шалдыбаева, М.У. Абилова

Казахский национальный университет им. аль-Фараби, г. Алматы, Казахстан
abilova.maria@kaznu.kz*Показана возможность использования вольтамперометрии ионитового угольно-пастового электрода (ИУПЭ) для определения ванадия (V) в кислых растворах в пределах концентраций $5 \cdot 10^{-3}$ - $5 \cdot 10^{-8}$ моль/дм³.*

Интенсивное развитие и широкое применение электроаналитических методов обусловлено высокими показателями точности, чувствительности, селективности и экспрессности. Эти методы позволяют успешно решать задачи аналитического контроля технологических процессов, окружающей среды, биологических и клинических объектов и многочисленных промышленных материалов /1/. Наиболее широкое распространение в электроаналитических методах получили электроды из углеродных материалов с различными модификаторами /2/.

В данной работе представлены результаты исследования вольт-амперометрического поведения ванадия (V) на угольно-пастовом электроде, модифицированном катионообменной смолой марки КУ-1. ИУПЭ готовили на основе смеси мелкодисперсного катионита КУ-1 с порошком графита и связующей жидкости α -бромнафталин. Вольтамперные кривые снимали при комнатной температуре на полярографе ПУ-1 с использованием трехэлектродной ячейки, электродом сравнения служил хлорсеребряный электрод, вспомогательным - графитовый. Адсорбцию ванадия (V) на ионитовый угольно-пастовый электрод (ИУПЭ) и снятие вольтамперограмм проводили в одном и том же исследуемом растворе. ИУПЭ помещали в раствор 9 М H₂SO₄, содержащий определенное количество ванадия (V), выдерживали без наложения тока некоторое определенное время, налагали потенциал +0,7 В (х.с.э.) и снимали вольтамперную кривую в катодном направлении с задержкой начального потенциала 60 сек. Характерные вольтамперограммы ванадия (V) на ИУПЭ на сернокислом фоне приведены на рис. 1.

Природа катодного пика, наблюдаемого на вольтамперограммах при потенциале +0,21 В (х.с.э.), обусловлена процессом электровосстановления адсорбированного катионитом КУ-1 ванадия (V) до ванадия (IV). При большой концентрации серной кислоты инертный аквакомплекс – ванадат (VO₂(H₂O)₄)⁺ переходит в лабильный сульфатный комплекс (VO₂SO₄)⁻, который восстанавливается легче, чем аквакомплекс:



Данные по изучению зависимости величины потенциала катодного пика от времени адсорбции на ИУПЭ, соотношения угля и катионита в пасте позволили определить их оптимальные характеристики: время адсорбции, равное 10 минутам и соотношение угля к катиониту, равное 1:4. При этих оптимальных условиях изучена зависимость величины катодного пика и потенциала от концентрации ванадия (V) в растворе на фоне 9М серной кислоты (рис.1, табл.1). Концентрация ванадия (V) в растворе варьировалась от $5 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-8}$ моль/дм³.

Установлено, что с увеличением концентрации ванадия (V) в растворе величина катодного тока растет, при этом потенциал практически не меняется.

При исследовании зависимости величины катодного пика и потенциала от концентрации ванадия (V) в растворе на фоне 7 М соляной кислоты, при тех же условиях эксперимента, что и на сернокислом фоне, были получены результаты, представленные на рис.2 и в табл.2.

Сравнительный анализ вольтамперограмм ванадия (V) на солянокислом и сернокислом фонах показывает, что величина катодного пика ванадия (V) на сернокислом фоне больше, чем на солянокислом. Таким образом, предпочтительнее вольтамперное определение ванадия (V) при малых концентрациях его в растворе проводить на сернокислом фоне.

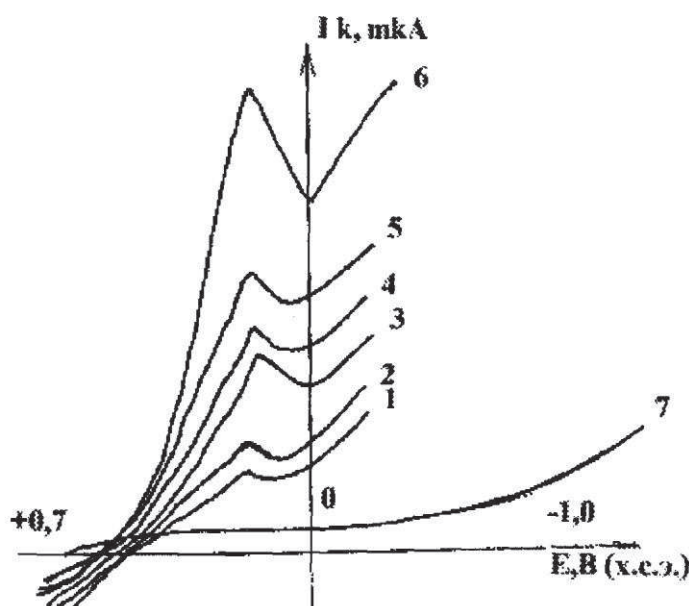


Рис.1 Вольтамперограммы V(V) на ИУПЭ. Фон - 9М H₂SO₄ (7), t = 10 мин, уголь:катионит КУ-1 = 1:4. Концентрация VO₂⁺: 1 – 5·10⁻⁸; 2 – 5·10⁻⁷; 3 – 5·10⁻⁶; 4 – 5·10⁻⁵; 5 – 5·10⁻⁴; 6 – 5·10⁻³ моль/дм³

Таблица 1 - Зависимость величины потенциала и катодного пика V(V) от концентрации его в растворе на фоне 9 М H₂SO₄

Концентрация V(V), моль/дм ³	I, мкА	E, В
5·10 ⁻⁸	7,2	0,20
5·10 ⁻⁷	9,6	0,20
5·10 ⁻⁶	20,8	0,21
5·10 ⁻⁵	24,0	0,21
5·10 ⁻⁴	31,2	0,20
5·10 ⁻³	51,2	0,21

Потенциал катодного пика ванадия (V) на солянокислом фоне равен +0,16 В, что меньше, чем потенциал пика восстановления ванадия (V) на сернокислом фоне, т.е. потенциал восстановления ванадия (V) по мере увеличения кислотности сдвигается в более положительную область, что, видимо, связано с возрастанием равновесного потенциала системы V(V)/V(IV).

Таблица 2 - Зависимость величины потенциала и катодного пика V(V) от концентрации его в растворе на фоне 7 М HCl

Концентрация V(V), моль/дм ³	I, мкА	E, В
5·10 ⁻⁸	12,0	0,15
5·10 ⁻⁷	14,4	0,15
5·10 ⁻⁶	21,6	0,15
5·10 ⁻⁵	24,4	0,16
5·10 ⁻⁴	28,0	0,16
5·10 ⁻³	33,6	0,16

Таким образом, проведенные исследования показали, что метод с ионитовым угольно-пастовым электродом может быть использован для вольтамперометрического определения малых количеств ванадия (V) как в серноокислых, так и солянокислых растворах.

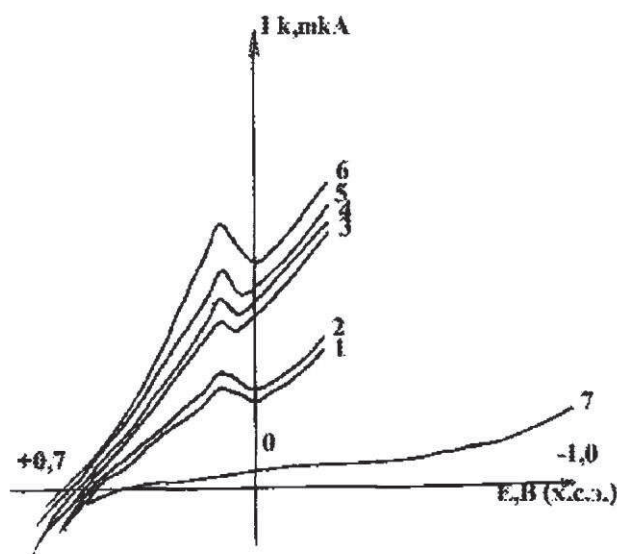


Рис.2

Вольтамперограммы V(V) на ИУПЭ. Фон - 7 М НСl (7), $t = 10$ мин, уголь:катионит КУ-1 = 1:4. Концентрация VO_2^+ : 1 - $5 \cdot 10^{-8}$; 2 - $5 \cdot 10^{-7}$; 3 - $5 \cdot 10^{-6}$; 4 - $5 \cdot 10^{-5}$; 5 - $5 \cdot 10^{-4}$; 6 - $5 \cdot 10^{-3}$ моль/дм³

Литература

1. Брайнина Х.З., Нейман Е.Я., Слепушкин В.В./Инверсионные электроаналитические методы.- М.:Химия, 1988. - С.51-65, 65-126.
2. Захаров В. А., Мусабекова А. А. /Вольтамперометрическое определение меди с помощью ионитового угольно-пастового электрода //Сб. работ по химии. - Алма-Ата: КазГУ, 1990. - Вып. 12 - Ч.1 - С. 122- 125.

ВАНАДИЙ (V) ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЯ СЫНДА МОДИФИЦИРЛЕНГЕН КӨМІРЛІ-ПАСТАЛЫ ЭЛЕКТРОДТЫ ҚОЛДАНУ

А.А. Мусабекова, А.М. Шалдыбаева, М.У. Абилова

Ванадийді (V) вольтамперометрлік әдіс арқылы ионитті көмірлі- пасталы электрод (ИКПЭ) көмегімен анықтау мүмкіндігі қарастырылып, оның $5 \cdot 10^{-3}$ - $5 \cdot 10^{-8}$ моль/дм³ концентрациясын анықтауға болатындығы көрсетілген.

MODIFIED IONITIC COAL-PASTE ELECTRODE IN VOLTAMPERMETRIA OF VANADIUM (V)

A.A. Musabekova, A.M. Shaldybayeva, M.U. Abilova

The possibility of employment voltampermetry ionitic coal-paste electrode (ICPE) is arrange on the model of reduction vanadium (V). We investigate ICPE can be used for the determination of vanadium (V) withing the concentration $5 \cdot 10^{-3}$ - $5 \cdot 10^{-8}$ mole.