**Подготовка, оптимизация и использование золото-плёночных электродов для вольтамперометричсекого определения мышьяка**

***Дымова А.В., Мартынов Л.Ю.***

*Аспирант, 1 год обучения*

*МИРЭА – Российский технологический университет, институт тонких химических технологий имени М.В. Ломоносова, Москва, Россия*

*E-mail: dymova@mirea.ru*

Мышьяк — высокотоксичный элемент, представляющий опасность для живых организмов, ПДКв = 0.05 мг/л. Для количественного определения мышьяка используют различные методы анализа, в частности, инверсионную вольтамперометрию (ИВА). Данный метод позволяет различать разные формы мышьяка (As (III) и As (V)) и характеризуется низкой стоимостью, относительно простой пробоподготовкой и высокой чувствительностью (до 1 – 0.01 мкг/л). Для ИВА определения мышьяка часто используют индикаторные электроды на основе золота [1], среди которых по совокупности качеств особый интерес представляют золото-плёночные электроды (ЗПЭ), полученные осаждением тонкого слоя золота на подходящую подложку. Однако условия подготовки этих электродов могут существенно варьироваться, что препятствует получению воспроизводимых аналитических характеристик.

Цель данной работы — подбор оптимальных параметров изготовления золото-плёночных электродов, изучение их свойств и использование для анодного вольтамперометрического определения мышьяка.

Подготовка ЗПЭ осуществлялась путём электроосаждения золота на стеклоуглеродной подложке из раствора Au (III) при постоянном потенциале. Подбор условий нанесения плёнки проводился варьированием следующих параметров: время накопления золота (от 60 до 1200 сек.), потенциал накопления (от 0 до –600 мВ), концентрация исходного золотого раствора (от 0.25 до 4 мМ) и скорость вращения электрода (от 600 до 1500 об/мин). Толщина и структура плёнки контролировалась циклической вольтамперометрией в растворе серной кислоты, оптической и электронной микроскопией. Сделаны выводы о влиянии морфологии и толщины золотой плёнки на аналитический сигнал мышьяка. Установлены оптимальные параметры осаждения золотой плёнки: время накопления 300 с, потенциал накопления –300 мВ, скорость вращения 1000 об/мин, концентрация золотого раствора 1 мМ.

С использованием «оптимизированного» ЗПЭ были подобраны рабочие параметры ИВА определения мышьяка: фон — 1 М HNO3; потенциал накопления –250 мВ; время накопления 90 сек. Получены градуировочные зависимости высоты сигнала от концентрации мышьяка в водных растворах при различном времени накопления и проведена оценка метрологических характеристик ИВА определения мышьяка: линейный диапазон — от 10 до 200 мкг/л, R2 = 0.996, чувствительность 0.502 мкА/(мкг/л). Предел обнаружения мышьяка составил 1.4 мкг/л.

Полученный электрод применили для измерения мышьяка в атлантических креветках и модельных растворах водопроводной воды с добавкой мышьяка. Образцы креветок были подвергнуты кислотному разложению с последующим восстановлением мышьяка с помощью серной кислоты и гидразина сернокислого по стандартной методике. Количественное определение проводили методом двух стандартных добавок. Для сравнения использовали метод атомно-абсорбционной спектрометрии (ААС). Результат определения мышьяка методом ИВА в креветках составил 1.61 ± 0.12 мг/л, Sr = 0.06; методом ААС — 1.68 ± 0.07 мг/л, Sr = 0.04.

**Литература**

1. Shalvi, Gautam V., Verma K.L., et al. An overview of advanced approaches for detecting arsenic at trace levels // Environ. Nanotechnol. Monit. Manag. 2022. Vol. 18. article 100730.