

## МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОБАЛЬТА В ВИДЕ КОБАЛЬТА ТРЕХВАЛЕНТНОГО МЕТОДОМ ИНВЕРСИОННОЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ

**Актуальность.** Кобальт широко распространен как в составе материалов, применяемых в народном хозяйстве (сплавы металлов, лекарственные препараты и т. д.), так и в окружающей среде (почва, залежи руды и т. д.). В настоящее время для количественного определения кобальта используют такие методы, как спектрофотометрия, атомно-абсорбционная спектроскопия, инверсионная вольтамперометрия (ИВА) и некоторые другие[1]. Метод инверсионной вольтамперометрии является перспективным, благодаря своей экономичности и чувствительности. Методики определения кобальта методом ИВА существуют для определения  $\text{Co}$  в виде  $\text{Co}^{2+}$  [2-4]. Но также в природе существует  $\text{Co}$  в виде  $\text{Co}^{3+}$  который ранее не определялся методом ИВА.

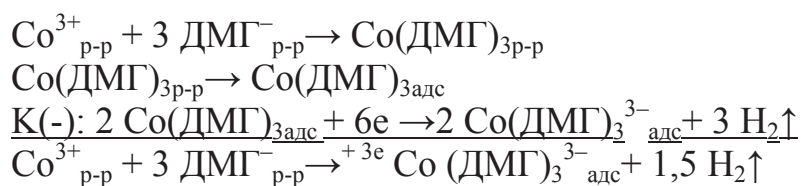
Область определения  $\text{Co}$  в виде  $\text{Co}^{3+}$  увеличивается на порядок, по сравнению с аттестованной методикой. При создании методики необходимо вычисление метрологических характеристик.

Поэтому **целью** данной работы стало определение метрологических характеристик, таких как повторяемость, правильность и точность методики, предел обнаружения. Данные параметры необходимы в проведении анализа, так как они необходимы для предоставления правильного результата анализа, даже если опыт был проведен в различных лабораториях.

**Объект исследования** – методика определения кобальта методом инверсионной вольтамперометрии в виде  $\text{Co}^{3+}$ .

**Предмет исследования** – метрологические характеристики методики определения  $\text{Co}^{3+}$ .

**Метод исследования** – кобальт определяли методом ИВА с дисковым вращающимся электродом на анализаторе «Экотест-ВА». Появление аналитического сигнала в виде пиков на вольтамперограмме обусловлено адсорбционным концентрированием диметилглиоксиматных комплексов (ДМГ) кобальта на поверхности рабочего электрода:



Аналитическим сигналом является пик тока катодного восстановления адсорбированных комплексов. Параметры измерений были взяты те, которые рекомендуются для определения кобальта в виде двухвалентного на данном приборе. Пример вольтамперограммы приведен на рисунке 1.

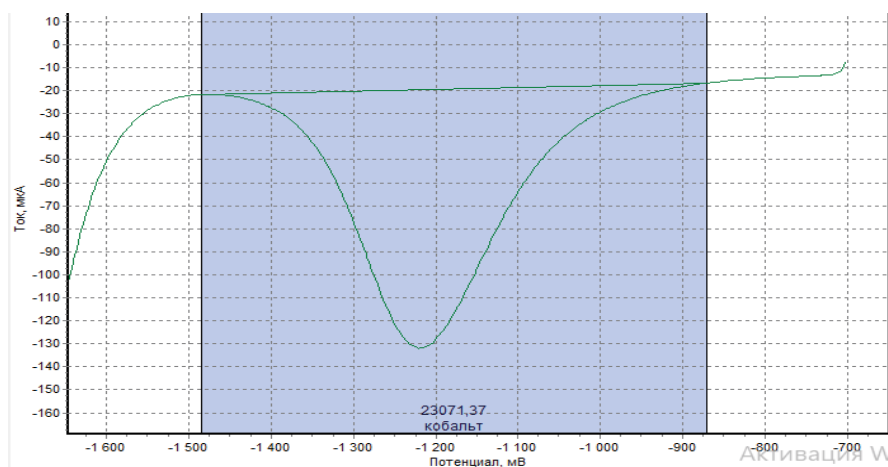


Рис. 1. Пример вольтамперограммы  $\text{Co}^{3+}$

В ГСО ионы находятся в виде  $\text{Co}^{2+}$ , поэтому  $\text{Co}^{2+}$  окисляли до  $\text{Co}^{3+}$  с помощью пероксида водорода:



***Метрологическая характеристика методики определения кобальта в виде  $\text{Co}^{3+}$***

Для линейной зависимости при времени накопления 60 секунд были рассчитаны такие параметры как повторяемость, правильность и точность методики, предел обнаружения [5].

Повторяемость составила 28,7%. Результаты оценки правильности методики приведены в таблице 1.

Таблица 1

Результаты оценки правильности методики методом «введено-  
найдено»  
( $n = 3$  и  $4$ ,  $P = 0,95$ )

С, мкг/дм <sup>3</sup>		С <sub>ср</sub> , мкг/дм <sup>3</sup>	σ	t <sub>эк</sub> с.	t теор.
введено	найдено				
0,08	0,099	0,086	0,01	1,1	3,2
	0,082				
	0,074				
	0,088				
0,40	0,393	0,397	0,02	1,9	3,2
	0,384				
	0,433				
	0,379				
2,40	2,480	2,500	0,07	3,7	4,3
	2,490				
	2,530				

Полученные экспериментальные коэффициенты Стьюдента при доверительной вероятности 0,95 в трех различных точках измеряемого интервала: 0,08; 0,40 и 2,40 мкг/дм<sup>3</sup> составляют 1,1; 1,9 и 3,7 соответственно. Значения полученных коэффициентов меньше, чем теоретических, что говорит о правильности получаемых результатов.

Предел обнаружения – 0,016 мкг/дм<sup>3</sup>. Точность определения составила 12,1%. Предел повторяемости – 28,7%. Нижний предел определения – 0,08 мкг/дм<sup>3</sup>. Верхним пределом определения можно считать значение концентрации 2,4 мкг/дм<sup>3</sup>, так как при превышении данной концентрации наблюдается «обрезание» пика и невозможность дальнейшего точного количественно определения без разбавления исследуемой пробы.

## ВЫВОДЫ

1. Исследована возможность и метрологические характеристики определения концентрации кобальта в растворе после его окисления до  $Co^{3+}$  в присутствии диметилглиоксима.

2. Установлено, что диапазон определяемых концентраций ионов  $Co^{3+}$  в растворах без разбавления 0,08–2,40 мкг/дм<sup>3</sup>. На результат, получаемый методом добавок, не влияет продолжительность накопления диметилглиоксиматных комплексов на рабочей поверхности электрода. Предел обнаружения – 0,016

мкг/дм<sup>3</sup>.

3. Методика, включающая стадию накопления равную 60 секундам, имеет показатель точности определения 12,1%, предел повторяемости – 28,7%.

4. Необходимо дальнейшее совершенствование методики с её последующей апробацией и применением для конкретных объектов анализа (лекарственные препараты, биологически активные добавки, пробы биоматериала для установки уровня содержания кобальта в живом организме и т. д.).

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Инжеватова О. В. Адсорбционная инверсионная вольтамперометрия кобальта и железа в анализе природных вод: Дис. канд. хим. наук. Екатеринбург, 2007. 124 с.

2. Сборник методик измерений концентрации ионов меди, кадмия, цинка, висмута, марганца и никеля методом вольтамперометрии на вольтамперометрическом анализаторе «Экотест-ВА». М.: ООО «Эконикс-Эксперт», 2004. 61 с.

3. Фокина А. И., Кулаков В. Н., Ашихмина Т. Я., Клековкина Е. А. Определение кобальта в растворе цианокобаламина методом инверсионной вольтамперометрии с дисковым вращающимся электродом // Бутлеровские сообщения. 2019. № 9. С. 71–74.

4. Named Al-Saidi M., Gahlan A. A., Farghaly O. A. Glassy Carbon Electrode Modified with Alizarin Red S as a Working Electrode for the Analysis of Cobalt in Water and Hair Using Adsorptive Stripping Voltammetry // International Journal of Electrochemical science. 2019. N 14. P. 111–120.

5. РМГ 61-2010 Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки. М.: Стандартинформ, 2013. 59 с.