

Elektrohemijsko određivanje antimona na elektrodama sa poli(vinil alkohol)/glina kompozitom

SANJA R. MARINOVIĆ, Univerzitet u Beogradu,

Institut za hemiju, tehnologiju i metalurgiju,
Centar za katalizu i hemijsko inženjerstvo, Beograd

TIHANA M. MUDRINIĆ, Univerzitet u Beogradu,

Institut za hemiju, tehnologiju i metalurgiju,
Centar za katalizu i hemijsko inženjerstvo, Beograd

ALEKSANDRA D. MILUTINOVIĆ-NIKOLIĆ, Univerzitet u Beogradu,

Institut za hemiju, tehnologiju i metalurgiju,
Centar za katalizu i hemijsko inženjerstvo, Beograd

ZORICA D. MOJOVIĆ, Univerzitet u Beogradu,

Institut za hemiju, tehnologiju i metalurgiju,
Centar za katalizu i hemijsko inženjerstvo, Beograd

Originalni naučni rad

UDC: 669.753

66.018.9

DOI: 10.5937/tehnika1906771M

Sintetisani su kompoziti gline i poli(vinil alkohola) (PVA) sa masenim odnosima PVA/glina 10% i 20%. Kompoziti su naneti na površinu disk elektrode od staklastog ugljenika pomoću Nafiona. Tako modifikovane elektrode su korišćene za detekciju antimona. Poređenjem sa ponašanjem nemodifikovanih glina praćen je uticaj PVA na osetljivost elektroda za detekciju antimona. Dorpinos Nafiona je određen testiranjem elektrode koja je prekrivena samo Nafionom. Osetljivost modifikovane elektrode za detekciju antimona je povećana formiranjem poli(pirogalolnog) filma na površini elektrode. Elektroda je pokazala dobru reproduktivnost i limit detekcije od 0,2 μM . Prisustvo Cu(II) katjona u koncentracijama većim od 1 μM je značajno ometalo detekciju antimona na ispitivanoj elektrodi.

Ključne reči: antimon, PVA/glina, modifikovana elektroda; poli(pirogalol)

1. UVOD

Interesovanje za organsko-neorganske hibridne kompozite je značajno poraslo tokom prethodnih godina [1]. Gline se često koriste kao neorganska komponenta ovih kompozita [2, 3] zbog niske cene i dostupnosti, i već su ispitane za različite primene uključujući i modifikovane elektrode [2, 4].

Poli(vinil alkohol) (PVA) je hidrofilni polimer, rastvoran u vodi, veoma niske toksičnosti. Osim rasprostranjene industrijske primene, PVA je korišćen i za modifikaciju elektrodnih površina. Goš i Bard su primetili da pri uporebi glina/platina/PVA filmova prisu-

tvo PVA na površini elektrode olakšava prenos naelektrisanja [2].

Detekcija antimona je dobila na značaju zbog njegovog povećanog prisustva u životnoj sredini. U voćnim sokovima koji se pakuju u plastične posude od poli(etilen tereftalata) antimon je detektovan u koncentracijama koje su veće od dozvoljenih ($5 \mu\text{g l}^{-1}$) [4]. Stoga je precizna detekcija antimona u vodi i vodenim rastvorima od velikog značaja.

Prisustvo poli(pirogalola) na površini elektrode od staklastog ugljenika značajno poboljšava osetljivost elektrode za detekciju Sb(III) [5]. Cilj ovog rada je korak-po-korak ispitivanje poboljšanja osetljivosti elektrode na bazi glina dodatkom različitih polimera. Poli(vinil alkohol) je iskorišćen za modifikaciju polazne gline radi poboljšanja njena stabilnost i olakšao transfer elektrona.

Nafion je korišćen za imobilizaciju kompozita PVA/glina na površinu elektrode od staklastog ugljenika. Tako formirana elektroda je prevučena filmom

Adresa autora: Sanja Marinović, Univerzitet u Beogradu, Institut za hemiju, tehnologiju i metalurgiju, Centar za katalizu i hemijsko inženjerstvo, Beograd, Njegoševa 12

e-mail: sanja@nanosys.ihtm.bg.ac.rs

Rad primljen: 08.11.2019.

Rad prihvaćen: 05.12.2019.

poli(pirogalola) procesom elektropolimerizacije pirogalola.

2. EKSPERIMENTALNI DEO

2.1 Priprema i karakterizacija uzoraka

Početni materijal je bio monmorijonitska glina sa nalazišta Vajoming (Wyoming), SAD (The Source Clays Repository–The Clay Minerals Society). Korišćene su sledeće hemikalije: poli(vinil alkohol) (PVA) sa stepenom hidrolize 86,7–88,7 mol% i srednjom molarnom masom po masenoj zastupljenosti ($M_w \approx 67000$ (Fluka Chemie GmbH, Nemačka), pirogalol analitičke čistoće (99%) (Acros Organics, USA). Procedura pripreme i karakterizacije uzoraka je publikovana ranije [6]. Izvršena je jonska izmena katjona sirove gline natrijumovim jonima, tako što je glina nekoliko puta dispergovana u 1 M NaCl, mešana, filtrirana i ispirana do negativnog testa na Cl⁻ jone. Dobijen monokatjonski monmorijonit, osušen na 110°C i označen kao Na-W, korišćen je za sintezu monmorijonit-poli(vinil alkohol) kompozita sa 10% i 20% PVA. PVA rastvor je napravljen tako što je rastvoreno 5,0 g PVA u 100 ml destilovane vode. Na-W je dispergovan u destilovanoj vodi i dodata je odgovarajuća količina PVA rastvora, nakon čega je disperzija mešana 30 minuta na 80°C. Homogena disperzija je razlivena u silikonski kalup, osušena na 60°C i samlevena u prah. Dobijeni uzorci su označeni kao NaW–PVA (uzorak sa 10% PVA) i NaW–PVA2 (uzorak sa 20% PVA).

2.2 Elektrohemijsko merenje

Uzorci su dispergovani u 5 mas.% rastvoru Nafiona u smeši izopropil alkohola i vode. Kap suspenzije 20 g⁻¹L (10 μL) je postavljena na površinu disk elektrode od staklastog ugljenika (GCE), površine 0,0314 cm². Nakon isparavanja rastvarača na površini noseće elektrode ostajao je tanak uniformni film. Elektrode su označene kao GCE–Naf/NaW, GCE–Naf/NaW–PVA

i GCE–Naf/NaW–PVA2. GCE elektroda modifikovana samo slojem Nafiona označena je kao GCE–Naf.

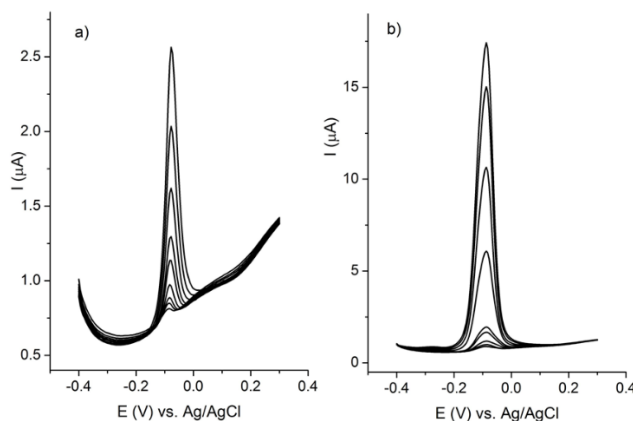
Elektrohemijska merenja su izvršena u tro-elektrodnoj ćeliji. Elektroda od staklastog ugljenika modifikovana kompozitnom prevlakom korišćena je kao radna elektroda. Referentna elektroda je bila Ag/AgCl elektroda u 3 M KCl, dok je platinska elektroda služila kao kontra elektroda. Za merenja je korišćen uređaj 757 VA Computrace Metrohm.

Antimon je akumulisan na površini elektrode iz rastvora 0,1 M H₂SO₄ koji je sadržao različite koncentracije Sb(III) u opsegu od 2,5 do 1000 μM. Nakon akumulacije u trajanju od 2 minuta iz rastvora koji je mešan, elektroda je isprana destilovanom vodom i osušena papirom. Preneta je u elektrohemijsku ćeliju sa 0,1 M HCl, koja je služila kao rastvor za detekciju. Redukcija akumulisanog Sb(III) je izvršena na –0,4 V u trajanju od 30 s. Konačno, određivanje antimona je izvršeno voltametrijom sa pravougaonim talasima potencijala (SWV – engl. square wave voltammetry) u opsegu potencijala od –0,4 do 0,3 V, pri amplitudi pulsa od 20 mV, koraku potencijala od 5 mV i frekvenciji od 10 Hz. Nakon svake detekcije potpuno uklanjanje akumulisanog antimona sa površine elektrode je vršeno polarizacijom elektrode na potencijalu 0,3 V u trajanju od 3 minuta. U eksperimentima u kojima se ispitivao uticaj poli(pirogalola), akumulaciji je prethodilo formiranje poli(pirogalola) iz 0,1 M H₂SO₄ rastvora koji je sadržao pirogalol. Poli(pirogalolni) (PP) film je formiran sukcesivnim cikliranjem potencijala elektrode. Nakon ispiranja i sušenja elektrode, sledila je akumulacija i detekcija Sb(III). Elektroda, dobijena na ovaj način je označena kao GCE–Naf/NaW–PVA–PP.

3. REZULTATI I DISKUSIJA

3.1 Uticaj Nafiona

Kompozitne elektrode korišćene u ovom radu su sadržale Nafion.



Slika 1 - SWV merenja Sb(III) u opsegu koncentracije 2,5 – 100 μM na a) GCE–Naf elektrodi i b) GCE–Naf/NaW elektrodi.

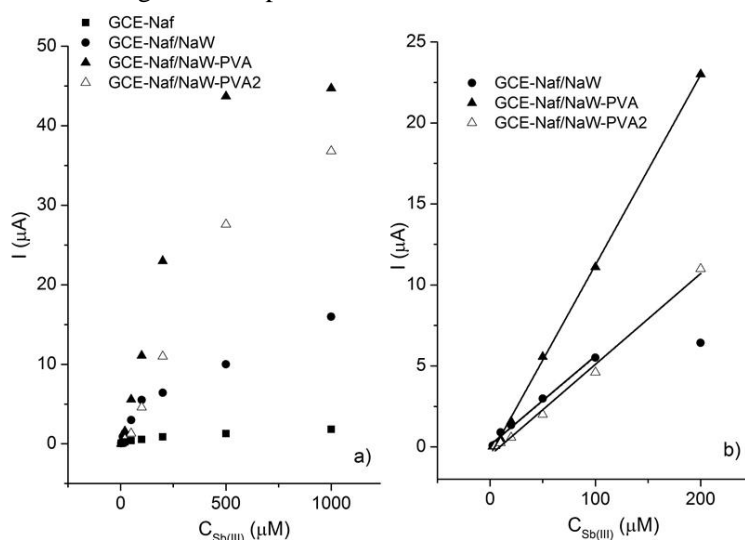
Kako bi se utvrdio doprinos pojedinih konstituenata kompozita na aktivnost elektrode, urađena su ispitivanja u kojim je GCE elektroda bila modifikovana samo slojem Nafiona (slika 1a).

Poznato je da prevlaka Nafiona na površini GCE poboljšava osetljivost elektrode za detekciju različitih supstanci [7]. Rezultati su upoređeni sa rezultatima dobijenim za GCE elektrodu modifikovanu sa NaW dispergovanim u Nafion (slika 1b). SWV merenja na obe elektrode su pokazala pik na potencijalu od -100 mV. Strujni odziv GCE–Naf/NaW elektrode je bio oko 6 puta veći od odziva GCE–Naf u istom opsegu koncentracija Sb(III).

Sposobnost glina da povećaju koncentraciju analita na površini elektrode putem mehanizma jonske izmene ili vezivanjem za specifične grupe na površini je već zabeležena u literaturi [8, 9].

3.2 Uticaj prisustva PVA na elektrohemijski odgovor kompozitnih elektroda

Elektrohemijska detekcija antimona je ispitana na GCE modifikovanim sa PVA/glina kompozitima



Slika 2 - a) Zavisnost strujnog pika od koncentracije Sb(III) katjona; b) Kalibraciona kriva

Uticaj prisustva PVA na elektrode koje sadrže glinu i ranije je zabeležen [3, 10]. PVA pomaže bubrenje čestica gline i pospešuje nasumično orijentisano i manje uređeno pakovanje čestica. Takođe, dovodi do smanjenja privlačnih sila između negativno naelektrisanih mesta na površini gline i katjona, i na taj način povećava mobilnost katjonskih vrsta. Pospesujućii efekat PVA na struju detekcije antimona je uočen kod PVA/glina kompozita koji je sadržao 10% PVA, dok je za GCE–Naf/NaW–PVA2 uočeno smanjenje struje.

Rendgenostruktorna analiza [6] je pokazala da je kod NaW-PVA došlo do interkalacije PVA u interlamelarni prostor monmorjonita, dok je kod NaW-PVA2, deo PVA interkalisan, dok je deo PVA ostao na površini čestica. Može se pretpostaviti da je u ovom

(GCE–Naf/NaW–PVA i GCE–Naf/NaW–PVA2) pod istim eksperimentalnim uslovima kao i GCE–Naf/NaW, izuzev što je koncentracioni opseg proširen do 1 mM. Dobijena zavisnost strujnog pika oksidacije antimona je predstavljena na slici 2a.

Ustanovljeno je da dodatak 10% PVA (GCE–Naf/NaW–PVA) dovodi do povećanja struje oksidacije antimona. Dobijena je linearna zavisnost struje od koncentracije Sb(III) u širem opsegu koncentracija nego u slučaju GCE–Naf/NaW.

Dalje povećanje količine PVA u kompozitu do 20% (GCE–Naf/NaW–PVA2) dovelo je do smanjenih vrednosti struja, iako je linearna zavisnost dobijena u istom opsegu koncentracija (slika 2b).

Linearna zavisnost je dobijena u opsegu koncentracija 2,5–100 μM za GCE–Naf/NaW sa nagibom od 0,055 $\mu A/\mu M$. Linearna zavisnost PVA/glina modifikovanih elektroda je dobijena u opsegu 2,5–200 μM sa nagibima od 0,118 $\mu A/\mu M$ i 0,056 $\mu A/\mu M$ za GCE–Naf/NaW–PVA odnosno GCE–Naf/NaW–PVA2.

slučaju došlo do inhibicije interakcije adsorpcionih mesta na površini čestica gline sa antimonom.

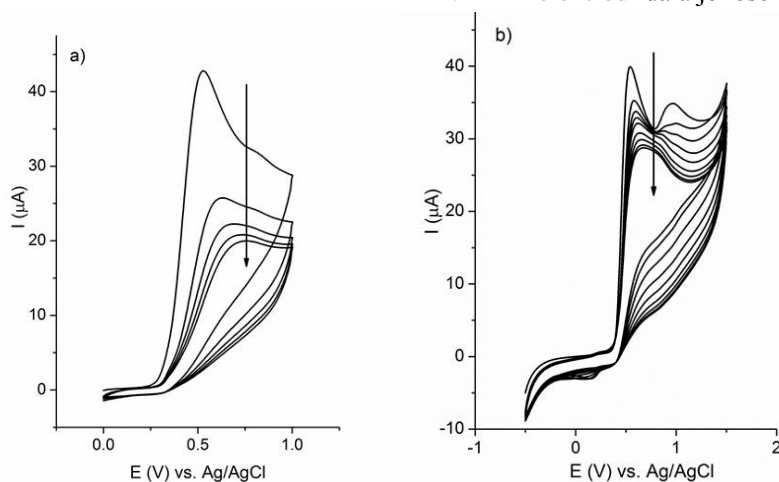
3.3 Uticaj poli(pirogalolnog) filma

Pošto je GCE–Naf/NaW–PVA elektroda pokazala najbolje performanse u detekciji antimona, dalja ispitivanja su vršena na ovoj kompozitnoj elektrodi. Pokazano je da prisustvo poli(pirogalolnog) filma na površini GCE poboljšava detekciju Sb(III) [5]. Stoga je na površini GCE–Naf/NaW–PVA formiran PP film elektropolimerizacijom kako bi se dobio bolji detekcioni limit.

Da bi se dobio optimalni PP film varirani su uslovi elektropolimerizacije. Ispitan je uticaj opsega potencijala, koncentracije pirogalola i broja ciklusa kojima

je vršena elektropolimerizacija na detekciju Sb(III) na modifikovanoj elektrodi. Cikliranje je vršeno u rastvoru 0,1 M H₂SO₄ u različitim oblastima potencijala. Cikliranje koje je vršeno u oblasti potencijala od 0 V

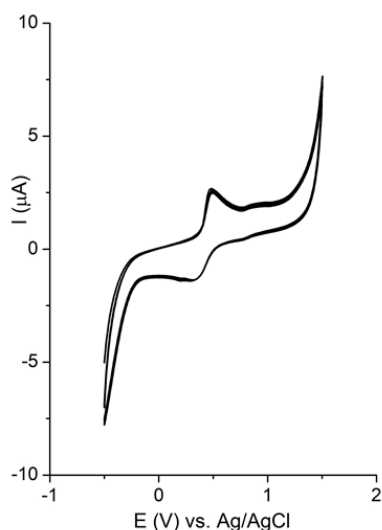
do 1,0 V i pri koncentraciji pirogalola od 10 mM dovelo je do brze deaktivacije elektrode usled formiranja pasivacionog filma na površini elektrode (slika 3a). Detekcija Sb(III) na ovako dobijenoj GCE–Naf/NaW–PVA–PP elektrodi dala je loše rezultate.



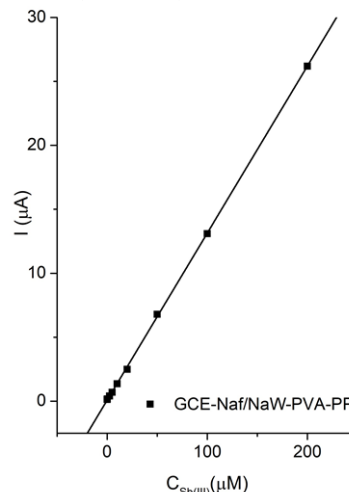
Slika 3 - Formiranje PP filma na površini GCE–Naf/NaW–PVA elektrode u 0,1 M H₂SO₄ rastvoru sa 10 mM pirogalola a) u opsegu potencijala od 0 do 1,0 V; b) u opsegu potencijala od –0,5 do 1,5 V. Strelica pokazuje smanjenje struje sa brojem ciklusa

Pasivizacija elektrode je bila manje izražena kada je elektropolimerizacija vršena u rastvoru pirogalola iste koncentracije ali u proširenoj oblasti potencijala od –0,5 V do 1,5 V (slika 3b). Povoljan uticaj katodnih potencijala na otpornost elektrode na pasivizaciju je već uočen u našim ranijim eksperimentima [11]. Naime, katodizacija Pt/zeolit elektrode pasivizirane polifenolnim filmom omogućavala je reaktivaciju elektrode. Pretpostavljeno je da je proces reaktivacije bio moguć usled hidrogenacije fenola ili radikala fenola na površini elektrode.

U daljim ispitivanjima je zadržan opseg polarizacije od –0,5 V do 1,5 V, dok je varirana koncentracija pirogalola u opsegu 1–10 mM. Najveća struja detekcije antimona je dobijena za koncentraciju pirogalola 2,5 mM. Ovi ciklovoltamogrami (slika 4) pokazuju zanemarljivu pasivizaciju elektrode. U sledećem koraku optimizacije kompozitne elektrode, variran je broj ciklusa kojim se vrši elektropolimerizacija. Struja detekcije antimona je rasla do desetog ciklusa, ostala konstantna od 10-og do 15-og ciklusa, da bi opadala za veći broj ciklusa (16 i više).



Slika 4 - Formiranje PP filma na površini GCE–Naf/NaW–PVA elektrode u 0,1 M H₂SO₄ rastvoru sa 2,5 mM pirogalola u opsegu potencijala od –0,5 do 1,5 V



Slika 5 - Kalibraciona kriva za Sb (III) detekciju na GCE–Naf/NaW–PVA–PP elektrodi pripremljenoj elektro-polimerizacijom 2,5 mM pirogalola u opsegu potencijala od –0,5 do 1,5; ciklirana 10 puta.

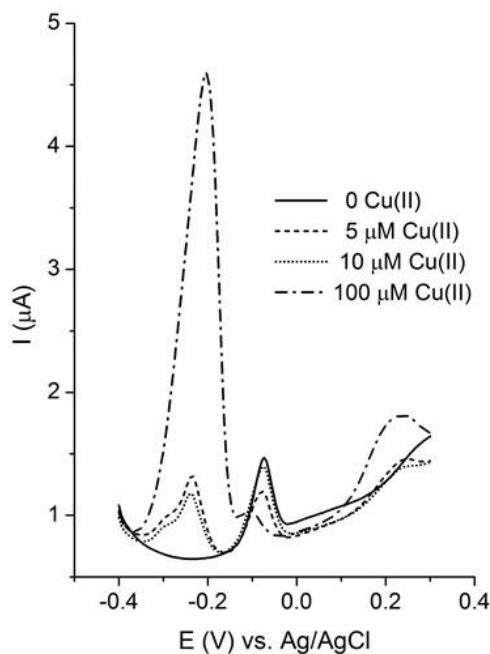
Stoga je modifikacija GCE–Naf/NaW–PVA elektrode poli(pirogalolom) vršena iz rastvora pirogalola koncentracije 2,5 mM, u oblasti potencijala od –0,5 V do 1,5 V, sa 10 ciklusa. GCE–Naf/NaW–PVA–PP dobijena na ovaj način testirana je u detekciji Sb(III).

Elektroda je pokazala linearnu zavisnost struje od koncentracije Sb(III) u oblasti koncentracija od 2,5–200 μM sa nagibom 0,130 $\mu\text{A}/\mu\text{M}$ (slika 5). Time je pokazano da dodatak PP filma na površinu GCE–Naf/NaW–PVA elektrode povećava osetljivost za detekciju Sb(III). Reprodutivnost merenja je proverena korišćenjem iste GCE–Naf/NaW–PVA–PP elektrode u koncentraciji 1 μM Sb(III). Relativna standardna devijacija (RSD) je bila 3,8% za pet uzastopnih merenja. Limit detekcije je određen na osnovu 3 sigma metoda i iznosio je 0,2 μM .

3.4 Interferencije drugih katjona u rastvoru antimona

Ispitan je uticaj mogućih interferencija na određivanje Sb(III). Zabeležena su SWV merenja u smešama rastvora koji su sadržali konstantnu koncentraciju Sb(III) od 2,5 μM i različite koncentracije ometajućih katjona. Interferencije nisu uočene za Al(III), Ni(II), Cr(III), Zn(II), Cd(II) do koncentracije od 10 μM svakog od pojedinačnih katjona.

Jedina interferencija je uočena kada je u rastvoru bio prisutan Cu(II). SWV merenja zabeležena u rastvoru koji je sadržao 2,5 μM Sb(III) i različite koncentracije Cu(II) (0, 5, 10 i 100 μM) prikazani su na slici 6.



Slika 6 - SWV merenja zabeležena na GCE–Naf/NaW–PVA–PP elektrodi u 0,1 M H₂SO₄ sa 2,5 μM Sb(III) i različitim koncentracijama Cu(II)

Pik detekcije Cu(II) se može videti na potencijalu od –0,25 V. Struja detekcije Sb(III) je umanjena u prisustvu katjona Cu(II) i to za 6, 35 i 82% za koncentracije Cu(II) od 5, 10 i 100 μM , redom. Osim toga, u prisustvu visokih koncentracija Cu(II) dolazi i do pomeranja pika Sb(III) ka negativnim vrednostima.

3.5 Određivanje Sb(III) u model rastvoru

Mogućnost analitičke primene ispitivane elektrode za određivanje koncentracije antimona je testirana u model rastvoru koji je sadržao 1 μM Cu(II), 10 μM Zn(II) i 10 μM Cd(II). Rezultati ispitivanja prikazani su u tabeli 1.

Tabela 1. Rezultati detekcije Sb(III) u model rastvoru pomoću GCE–Naf/NaW–PVA–PP elektrode

Sastav model rastvora	Sb(III) (μM)		Procena prinosa (%)
	dodato	detekt.	
1 μM Cu(II) 10 μM Zn(II) 10 μM Cd(II)	5	4,8	96
	10	10,2	103
	50	50,3	101

Detektovane vrednosti su u skladu sa nominalnim vrednostima. Prisustvo Cu(II) u koncentracijama do 1 μM nije uticalo na detekciju Sb(III). S obzirom da su koncentracije Cu(II) u vodi i flaširanim pićima do približno te vrednosti [12, 13], ispitana kompozitna elektroda može biti korišćena u praktične analitičke svrhe.

4. ZAKLJUČAK

Sintetisana su dva kompozita monmorijonita i poli(vinil alkohola) (PVA) sa različitim masenim odnosom PVA/glina od 10% i 20% i označeni su kao NaW–PVA i NaW–PVA2. Elektroda od staklastog ugljenika (GCE) je modifikovana suspenzijom uzoraka u Nafionu. Modifikovane elektrode su korišćene za analitičko određivanje koncentracije antimona. Odnos PVA/glina je uticao na performanse modifikovanih elektroda, tako što je uočeno poboljšanje elektrodne aktivnosti za elektrodu GCE–Naf/NaW–PVA u odnosu na elektrodu modifikovanu glinom koja nije tretirana sa PVA. Za elektrodu modifikovanu glinom sa većim sadržajem PVA uočeno je smanjenje strujnog odziva. Osetljivost elektrode GCE–Naf/NaW–PVA je dalje povećana formiranjem poli(pirogalolnog) filma na površini elektrode putem elektropolimerizacije (GCE–Naf/NaW–PVA–PP elektroda). Dokazana je reprodutivnost rada ove elektrode i utvrđen je limit detekcije od 0,2 μM . Prisustvo katjona Cu(II) u koncentracijama većim od 1 μM uticalo je na detekciju koncentracija Sb(III). Prisustvo Al(III), Ni(II), Cr(III), Zn(II) i Cd(II) u koncentracijama do 10

μM nije uticalo na sposobnost GCE–Naf/NaW–PVA–PP elektrode da detektuje Sb(III).

5. ZAHVALNICA

Ovaj rad je proistekao iz projekta III 45001 koji finansira Ministarstvo prosvete, nauke i tehnološkog razvoja Republike Srbije.

LITERATURA

- [1] Strawhecker K. E, Manias E. Structure and properties of poly(vinyl alcohol)/Na⁺ montmorillonite nanocomposites, *Chem. Mater.*, Vol. 12, pp. 2943–2949, 2000.
- [2] Ghosh P. K, Bard A. J. *Clay–modified electrodes*, J. Am. Chem. Soc., Vol. 105, pp. 5691–5693, 1983.
- [3] Mojović Z, Jović–Jovičić N, Milutinović–Nikolić A, Banković P, Abu Rabi–Stanković A, Jovanović D, *Phenol determination on HDTMA–bentonite–based electrodes*, J. Hazard. Mater. Vol. 194, pp. 178–184, 2011.
- [4] Council Directive 98/83/EC on the quality of water intended for human consumption, Official Journal of the European Communities L 330 (1998) 32–54.
- [5] Khoo S. B, Zhu J, *Poly(pyrogallol) film on glassy carbon electrode for selective preconcentration and stripping voltammetric determination of Sb(III)*, Anal. Chim. Acta, Vol. 373, pp. 15–27, 1998.
- [6] Marinović S, Mudrinić T, Jović–Jovičić N, Ajduković M, Milutinović–Nikolić A, Banković P, Mojović Z, *Non-toxic poly(vinyl alcohol)/clay composites as electrode material for detection of 4-chlorophenol and 4-nitrophenol*, J. Electroanal. Chem, Vol. 848, article 113280, 2019.
- [7] Yi H, Wu K, Hu S, Cui D, *Adsorption stripping voltammetry of phenol at Nafion–modified glassy carbon electrode in the presence of surfactants*, Talanta, Vol. 55, pp. 1205–1210, 2001.
- [8] Ngameni E, Tonlé I. K, Apohkeng J. T. R, Bouwé G. B, Jieumboué A. T, Walcarius A, *Permselective and preconcentration properties of a surfactant-intercalated clay modified electrode*, *Electroanalysis* Vol. 18, pp 2243–2250, 2006.
- [9] Tonle I. K, Ngameni E, Walcarius A, *Preconcentration and voltammetric analysis of mercury(II) at a carbon paste electrode modified with natural smectite-type clays grafted with organic chelating groups*, Sensor. Actuator. B, Vo. 110, pp. 195–203, 2005.
- [10] Carrado K. A, Thiyagarajan P, Elder, D. L, *Polyvinyl alcohol-clay complexes formed by direct synthesis*, Clay. Clay Miner. Vol. 44, pp. 506–514, 1996.
- [11] Mojović Z, Milutinović–Nikolić A, Mentus S, Jovanović D, *Electrochemical oxidation of phenol on metal-impregnated zeolite electrodes*, Chem. Eng. Technol., Vol. 32, pp. 738–744, 2009.
- [12] Özzeybek G, Erarpat S, Chormey D. S, Fırat M, Büyükpınar Ç, Turak F, Bakırdere S, *Sensitive determination of copper in water samples using dispersive liquid–liquid microextraction–slotted quartz tube–flame atomic absorption spectrometry*, Microchem. J, Vol.132, pp. 406–410, 2017.
- [13] Jedryczko D, Pohl P, Welna M, *Determination of the total cadmium, copper, lead and zinc concentrations and their labile species fraction in apple beverages by flow–through anodic stripping chronopotentiometry*, Food Chem., Vol. 225, pp. 220–229, 2017.

SUMMARY

ELECTROCHEMICAL DETECTION OF ANTIMONY ON ELECTRODES BASED ON POLY(VINYL ALCOHOL)/CLAY COMPOSITES

Composites of clay and poly(vinyl alcohol) (PVA) were synthesized using different PVA loadings (10 wt.% and 20 wt.%). Glassy carbon electrode (GCE) was modified with the obtained samples using Nafion. Modified electrodes were used for the analytical detection of antimony. The influence of PVA on electrode sensitivity toward antimony was determined by comparison with the behavior of GCE modified with pure clay. The contribution of Nafion was assessed by testing GCE covered only with Nafion. The sensitivity of PVA/clay modified GCE for antimony was further enhanced by formation of poly(pyrogallol) film on electrode surface by electropolymerization. Electrode showed good repeatability and detection limit of 0.2 μM . The presence of Cu(II) in concentrations higher than 1 μM in Sb(III) solution interfered with electrode response towards Sb(III).

Key words: antimony, PVA/clay, modified electrode; poly(pyrogallol)