

Využití moderních elektroanalytických metod v analýze kovů

Polarografie jako analytická metoda prošla bouřlivým vývojem, ale v šedesátých letech byla z analytických laboratoří vytlačena moderními optickými metodami (hlavně atomovou absorpční spektrometrií) jejichž citlivost je mnohonásobně vyšší ve srovnání se základní a dnes již klasickou d. c. polarografií (polarografie stejnosměrným proudem). Obrat v nazírání na úlohu elektrochemických metod v moderní analytické chemii přineslo až rozšíření nových polarografických metod vyvinutých v přímé souvislosti s prudkým rozvojem elektroniky a výpočetní techniky.

Dnes v praxi nejužívanější je *fast scan diferenční pulzní voltametrie* (FSDPV). Principu elektrochemického nahromadění látky na elektrodě a následného rozpouštění využívá *elektrochemická rozpouštěcí analýza* při analýze kovů v uspořádání *anodické stripping voltametrie* (ASV). Schopnosti některých (organických) látek adsorbovat se na povrch elektrody je využito při technice v literatuře označované jako *adsorptivní stripping voltametrie* (AdSV).

Polarografické a voltametrické metody nacházejí praktické využití v analýze anorganických i organických látek. V oblasti anorganické analýzy se užívají především pro stanovení kovů (Pb, Cd, Cu, My, Zn, Tl, Ga, Cr, Ni, Hg, Se, Te, As, V, Mo, U, aj.) a aniontů (NO_3^- , NO_2^- , I^- , CN^- , S^{2-}). V oblasti analýzy organických látek se voltametrie orientuje především na stanovení biologicky aktivních sloučenin (farmaka, pesticidy, hormony, vitamíny, a jiné látky elektrochemicky aktivní).

Úkol:

Voltametrické stanovení niklu a mědi v oceli

Princip metody:

Ocel se rozpustí v kyselinách. Nikl se stanoví adsorptivní stripping voltametrií (AdSV), měď anodickou stripping voltametrií (ASV). Při vysokém obsahu sledované složky lze využít metodu fast scan diferenční pulzní voltametrii (FSDPV).

Přístroje, chemikálie a pomůcky:

EKO-TRIBO polarograf, vaříč, dusík z tlakové láhve, polarografické nádoby, zásobní roztok 0,01M CuSO_4 , zásobní roztok 0,01M NiSO_4 , HCl (zřed. 1 : 1), HNO_3 (zřed. 1 : 1), 70% HClO_4 , triethanolamin, amoniakální pufr (0,1M – NH_4OH + 0,1M – NH_4Cl), diacetylglyoxim (DH_2),

uhličitano-vínanový pufr (0,8 M – K_2CO_3 , + 0,4 M – $NaKC_4H_4O_6$ + 0,2 M – HCl), redestilovaná voda, pipety, mikropipety, odměrné baňky, kádinky, vzorek oceli.

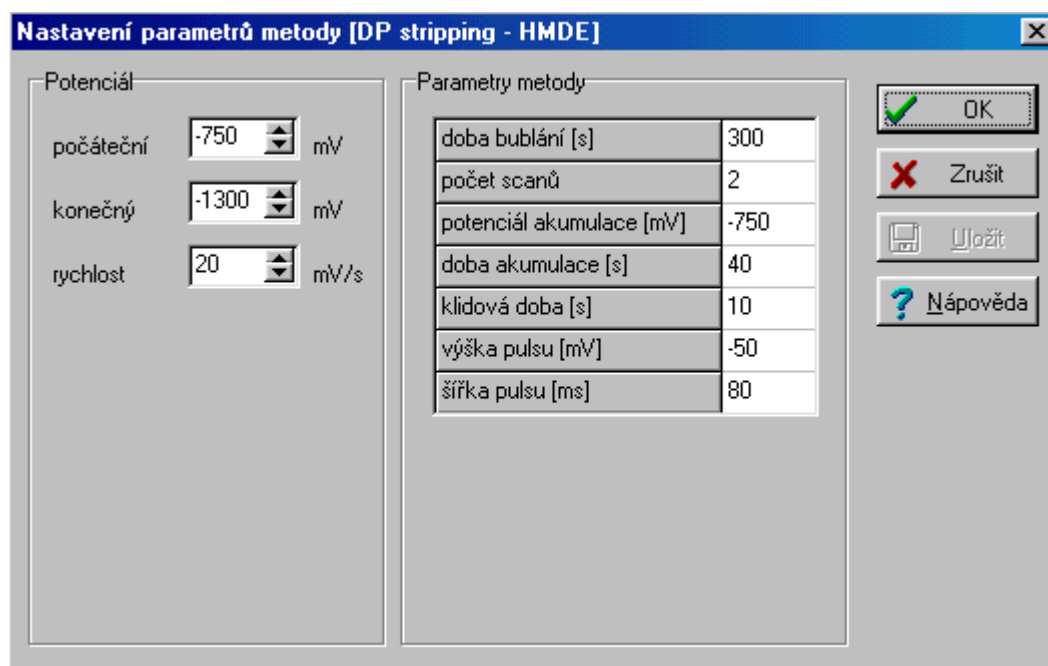
Převedení oceli do roztoku:

Asi 0,2 g oceli (přesně odvážené) se rozpustí ve 20-25 ml HCl (1:1) v kádince (250 ml) pod hodinovým sklem. Po rozpuštění se přidá 5 ml HNO_3 (1:1) a 2 ml $HClO_4$ (70%) na rozrušení karbidů a odpařuje se opatrně do sucha (nejlépe na vodní nebo pískové lázni). Odparek se rozpustí v 10 ml HCl (1:1); případná sraženina odfiltruje a roztok se doplní vodou v odměrné baňce na 50 ml.

Upozornění: Při odpařování použijte ochranný štít, popřípadě zavřete digestoř, „suchá“ kyselina chloristá je explozivní !!!

Stanovení niklu:

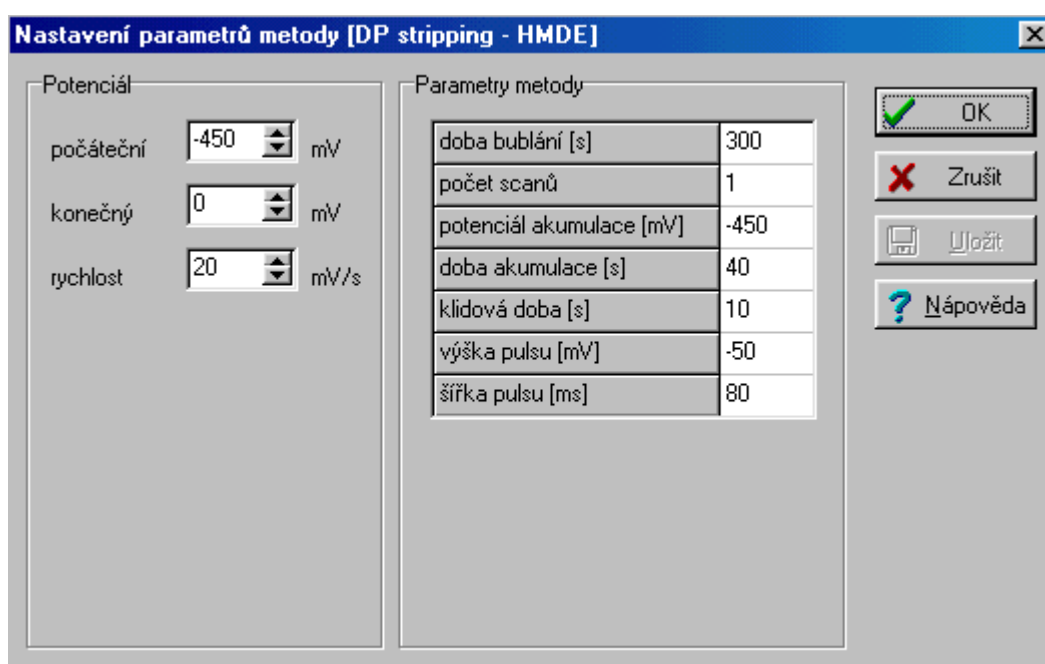
Do polarografické nádoby odpipetujeme asi 1,0 ml vzorku (max. 10 μg Ni), 0,5 ml triethanolaminu, 10 ml 0,1 molárního amoniakálního pufru, 0,2 ml 0,025% alkoholického roztoku DH_2 a doplníme vodou do objemu 20 ml. Takto připravený roztok probubláme 5-10 minut inertním plynem. Pro stanovení uijeme počítačem řízený EKO-TRIBO polarograf v pracovním režimu **DP-stripping** – **HDME**. V okně *parametry měření* nastavíme hodnoty podle obrázku 3. Stanovení se provádí metodou standardního přidavku. Vyhodnocení je součástí softwarového vybavení přístroje. Před vlastním měřením se zaznamená vlna "slepého" vzorku.



Obr. 1 - nastavení parametrů pro stanovení niklu v oceli.

Stanovení mědi:

Pro stanovení je vhodné prostředí uhličitano za přítomnosti vínanu sodno-draselného, který brání srážení některých kovů. Do polarografické nádoby odpipetujeme 1 ml vzorku, 10 ml uhličitano-vínanového pufru a doplníme do 20 ml vodou. Po důkladném probublání se provede měření v pracovním režimu **DP-stripping – HDME**. V okně *parametry měření* nastavíme hodnoty podle obrázku 4. Stanovení se provádí metodou standardního přídávku. Vyhodnocení je součástí softwarového vybavení přístroje.



Potenciál	
počáteční	-450 mV
konečný	0 mV
rychlost	20 mV/s

Parametry metody	
doba bublání [s]	300
počet scanů	1
potenciál akumulace [mV]	-450
doba akumulace [s]	40
klidová doba [s]	10
výška pulsu [mV]	-50
šířka pulsu [ms]	80

Obr.2- nastavení parametrů pro stanovení mědi v oceli.