

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). Obrát 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:

Anodickou stripping voltametrií na Hg-elektrodě stanovit obsah kadmia v máku metodou standardního přídatku. Srovnávací metodou bude AAS.

Princip metody:

Organické složky máku se rozloží „suchou“ mineralizací při kontrolovaném teplotním režimu. Po převedení popela do roztoku se provede stanovení kadmia anodickou rozpouštěcí voltametrií a atomovou absorpční spektrometrií.

Přístroje, chemikálie a pomůcky:

EKO-TRIBO polarograf, sušárna, muflová pec, vaříč, dusík z tlakové láhve, polarografické nádoby, zásobní roztok 0,01M Cd(NO₃)₂, koncentrované kyseliny – HCl, HNO₃, HClO₄, redestilovaná voda, pipety, mikropipety, odměrná baňka, porcelánové kelímky, vzorek máku.

Mineralizace máku:

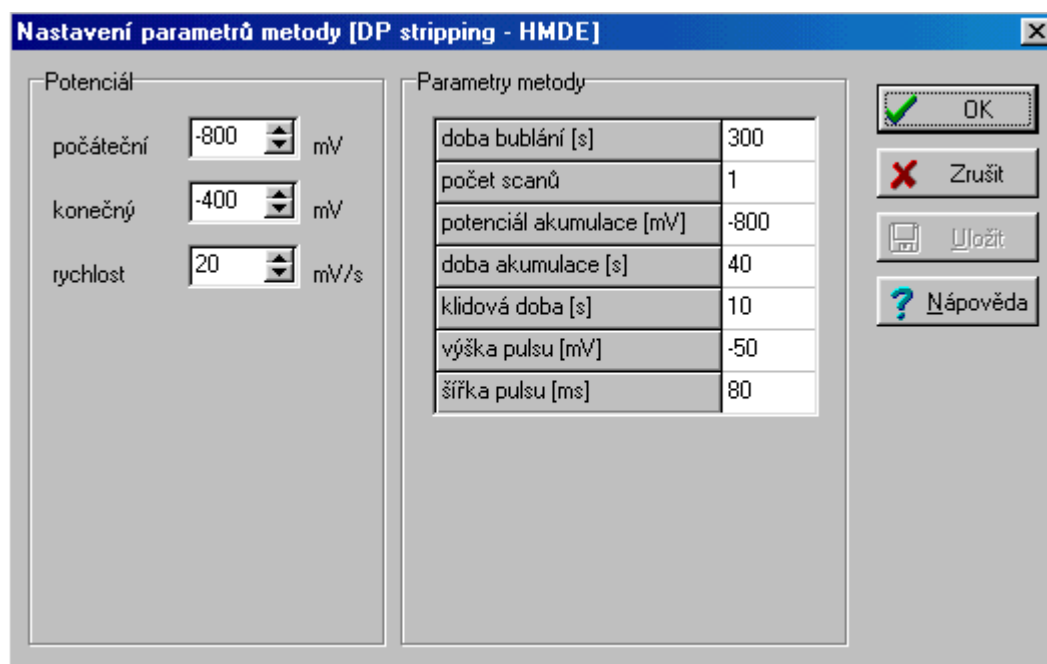
Do porcelánového kelímku, který byl přes noc naplněn zředěnou kyselinou dusičnou (1:5), omyt vodou a redestilovanou vodou, vysušen a v peci vyžíhán 2 hod. při 600 °C, navážíme 1-2 g máku. Kelímek se vzorkem vložíme do sušárny a pozvolna zvyšujeme teplotu tak, aby během 3 hodin dosáhla hodnoty 200 °C. Poté kelímek vložíme do muflové pece vyhřáté na teplotu 200 °C a zvyšujeme teplotu do 450 °C rychlostí asi 80 °C za hodinu. Při 450 °C necháme přes noc (popel je šedobílý).

Kelímek s popelem necháme v exsikátoru vychladnout (pozor! - popel je velmi jemný, snadno vylétává) a opatrně přikapáváme 0,5 ml konc. HNO₃ a 0,1 ml konc. HCl. Kyseliny odkouříme na vaříči (nebo v otevřené sušárně) při 70-80°C, po té přidáme 0,5 ml konc. HClO₄ a znovu odkouříme. Kelímek s odparkem vložíme do pece a zvyšujeme teplotu po dobu jedné hodiny na 450 °C. Po 30 minutách na této teplotě vzorek vyjmeme (popel je bílý až mírně nažloutlý), přidáme 0,05 ml konc.HNO₃ a 0,05 ml konc. HCl a ve třech podílech redestilovanou vodu (1 + 1 + 10 ml). Celkový objem tedy bude 12,1 ml.

Stanovení kadmia:

Do polarografické nádoby se odpipetuje 10 ml vzorku (po mineralizaci) a probublává inertním plynem po dobu 5 – 10 minut. Pro stanovení užijeme počítačem řízený EKO-TRIBO polarograf v pracovním režimu **DP-stripping – HDME**. V okně *parametry měření* nastavíme hodnoty podle obrázku 2. Stanovení se provádí metodou standardního přídatku. Vyhodnocení je součástí softwarového vybavení přístroje. Výsledek přepočítejte na µg.kg⁻¹. Souběžně proveďte stanovení kadmia (olova) metodou AAS a porovnejte výsledky!

Pozn.: Mineralizaci máku proveďte paralelně ve 4 kelímcích. Dva vzorky použijte pro ASV, další dva pro AAS.



Obr. 1 – nastavení parametrů pro stanovení kadmia v máku.