

## **Polarografické a voltametrické stanovení stopových množství olova, kadmia a mědi pomocí počítačem řízené elektrochemické instrumentace**

S teoretickými základy moderních polarografických a voltametrických metod jsou posluchači seznámeni během přednášky „Elektrochemické metody“.

**Aparatura:** Počítačem řízený Eko-Tribo Polarograf se softwarem PolarPro verze 2.0 (Polarosensors, Praha). Pracováno bude vždy v tříelektrodovém zapojení s nasycenou argenticchloridovou referenční elektrodou a platinovou drátkovou pomocnou elektrodou. Jako pracovní elektroda bude použita klasická rtuťová kapková elektroda v případě stanovení kadmia pomocí diferenční pulsní polarografie a visící rtuťová kapková elektroda UM $\mu$ E (Polarosensors, Praha) v případě stanovení olova, kadmia a mědi pomocí diferenční pulsní anodické rozpouštěcí voltametrie na visící rtuťové kapkové elektrodě

### **Ovládací program**

**Popis programu:** Polar je program pro měření a vyhodnocení koncentrace látek ve vzorcích analyzovaných na EkoTribo Polarografu. Program ve verzi PRO umožňuje též návrh a úpravu metod měření. Tento uživatelsky přívětivý program pracuje v operačním prostředí Windows a jeho ovládání je názorné a jednoduché. Zvládnutí tohoto programu usnadňuje snadno dostupná rozsáhlá nápověda.

**Požadavky programu:** Eko-Tribo Polarograf: stojánek + převodníková karta Polaro 4 (vše Polarosensors Praha)

Windows 3.1 CE nebo Windows 95, volné 2 MB na disku, myš.

Minimální doporučená sestava: procesor 486, RAM paměť 8 MB.

**Omezení programu:** maximální počet křivek v jednom souboru – 24; maximální počet vyhodnocovaných látek v jednom souboru - 8

## Stanovení kadmia diferenční pulsní polarografií na klasické rtuťové kapkové elektrodě metodou kalibrační křivky

### **Pracovní postup:**

Konstrukce kalibrační závislosti: Připraví se sada roztoků  $\text{Cd}^{2+}$  ( $c = 0, 2 \cdot 10^{-7}, 4 \cdot 10^{-7}, 6 \cdot 10^{-7}, 8 \cdot 10^{-7}$  a  $10 \cdot 10^{-7}$  mol/l ) v 0,01M HCl a proměří se jejich diferenční pulsní polarogram při dále uvedených parametrech:

### **Metoda: DP polarografie**

Potenciál		Parametry metody	
počáteční $E_{in}$	-300 mV	doba bublání	300 s
konečný $E_{fin}$	-900 mV	počet měření	3
rychlost	4 mV/s	výška pulsu	- 50 mV
		šířka pulsu	80 ms

**Vlastní stanovení:** 5,00 ml vzorku I, který obsahuje kademnaté ionty v koncentračním rozmezí odpovídajícím výše uvedené kalibrační závislosti, se v odměrné baňce na 10 ml doplní po značku 0,02M HCl. Vzniklý roztok se převede do elektrolytické nádoby a proměří se jeho diferenční pulsní polarogram při výše uvedených parametrech.

**Vyhodnocení** se provede pomocí podprogramu „HODNOCENÍ“, který je součástí používaného programu Polar Pro, verze 2.0.

**Upozornění:** Do jednoho souboru lze uložit maximálně 24 křivek

**Stanovení olova, kadmia a mědi pomocí diferenční pulsní anodické rozpouštěcí  
voltametrie na visící rtuťové kapkové elektrodě metodou standardního  
přídavku**

**Pracovní postup:**

50,00 ml vzorku II, který obsahuje stanovované prvky v rozmezí  $(1-10) \cdot 10^{-8}$  mol/l, se převede do 100 ml odměrné baňky, přidá se 0,5 ml koncentrované  $\text{HNO}_3$  (suprapur) a 1,0 ml octanu sodného (1 mol/l) a doplní se deionizovanou vodou na 100 ml. 10 ml takto připraveného roztoku se poté převede do elektrolytické nádoby a provede se měření při dále uvedených parametrech:

**Metoda: DPASV (DP stripping - HMDE)**

Potenciál	Parametry metody		
počáteční $E_{in}$	-900 mV	doba bublání	600 s
konečný $E_{fin}$	150 mV	počet měření	3
rychlost	20 mV/s	potenciál akumulace	-900 mV
	doba akumulace	120 s	
	klidová doba	15 s	
	výška pulsu ]	50 mV	
	šířka pulsu ]	80 ms	
Potenciál píku:	-600 mV	Cd	
(vs. Ag/AgCl)	-400 mV	Pb	
	+10 mV	Cu	

**Vlastní stanovení** se provede metodou standardního přídavku následovně: 50,00 ml vorku II se převede do 100 ml odměrné baňky, přidá se 0,5 ml koncentrované  $\text{HNO}_3$  (suprapur) a 1,0 ml octanu sodného (1 mol/l), přidá se po  $50 \mu\text{l}$   $5 \cdot 10^{-5}$  mol/l roztoku každého ze stanovovaných iontů a doplní se deionizovanou vodou na 100 ml. 10ml takto připraveného roztoku se poté převede do elektrolytické nádoby za výše

uvedených podmínek se opět provede vlastní záznam DPASV křivky. Koncentrace stanovovaných iontů se poté vypočte z poměru výšek pík před a po standardním přídávku, pokud se nárůst píku po standardním přídávku bude pohybovat v rozmezí 50-150 % původní výšky píku. V opačném případě je nutno modifikovat velikost standardního přídávku jednotlivých iontů tak, aby výše uvedené kritérium bylo splněno. Vyhodnocení se provede pomocí podprogramu „Hodnocení“, který je součástí používaného programu Polar Pro, verze 2.0.