

Analiza jakościowa i ilościowa wybranych jonów metali za pomocą woltamperometrii pulsowej różnicowej

Metoda: Woltamperometria pulsowa różnicowa

Cel ćwiczenia: Celem ćwiczenia jest jakościowe wykrycie wybranych jonów metali oraz ilościowe oznaczenie dwóch metali metodą krzywej kalibracyjnej za pomocą różnicowej woltamperometrii pulsowej.

Odczynniki

- Roztwory jonów metali (Cd^{2+} , Zn^{2+} , Pb^{2+} , Cu^{2+}) o stężeniu 3 mg/cm^3
- Elektrolit podstawowy (bufor amonowy);
- 0,1 M roztwór chlorku potasu
- azotan(V) potasu

Aparatura i sprzęt laboratoryjny

- Instrument AUTOLAB potencjostat/galwanostat
- Naczynko pomiarowe – 2 sztuki.
- Elektroda pracująca o stałej powierzchni „glassy carbon”.
- Elektroda referencyjna kalomelowa.
- Elektroda pomocnicza platynowa.
- Kolba miarowa 10 cm^3 – 7 szt.
- Pipety wielomiarowe o pojemności 5 cm^3 i 2 cm^3 .

Sposób wykonania:

1. Ilościowe oznaczenie wybranych jonów metali.

a) Sporządzić serię roztworów wzorcowych w kolbach o pojemności 10 cm^3 zgodnie z tabelą podaną poniżej:

Oznaczenia kolbek	Elektrolit podstawowy	Cd^{2+}	Zn^{2+}
A	5 cm^3	0.2 cm^3	1.2 cm^3
B	5 cm^3	0.4 cm^3	1.0 cm^3
C	5 cm^3	0.6 cm^3	0.8 cm^3
D	5 cm^3	0.8 cm^3	0.6 cm^3
E	5 cm^3	1.0 cm^3	0.4 cm^3
F	5 cm^3	1.2 cm^3	0.2 cm^3

Kolbki uzupełnić wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać. Roztwory w kolbach odpowietrzyć za pomocą argonu. Do badanej próbki (próbek) wydanej przez prowadzącego należy dodać 5 cm^3 elektrolitu podstawowego i uzupełnić wodą destylowaną do kreski.

b) Do naczynka pomiarowego dodać całą kolbkę (10 cm³) oznaczanego roztworu. Przygotować naczynko pomiarowe umieszczając w nim wybraną elektrodę pracującą („glassy carbon”), elektrodę odniesienia (kalomelowa) oraz elektrodę pomocniczą (platynowa). Elektrody w naczynku pomiarowym powinny być umieszczone stabilnie. Elektrody podłączyć zaciskami krokodylkowymi: elektrodę pracującą z czerwonym, elektrodę odniesienia z niebieskim, elektrodę pomocniczą z czarnym, a zielony zacisk podłączyć do uziemienia.

c) Uruchomić potencjostat/galwanostat AUTOLAB, następnie uruchomić komputer, a w folderze „Analiza Instrumentalna” na pulpicie utworzyć folder roboczy. Uruchomić aplikację NOVA, otworzyć zakładkę „Open library”, a w oknie „Library” pojawi się procedura „Analiza Instrumentalna” z utworzonym folderem na pulpicie. W oknie „Analiza Instrumentalna” po prawej stronie uruchomić procedurę „Differential pulse voltammetry”. Następnie kliknąć na ikonę „Differential pulse” pojawi się poniżej ikona „Export data”, po czym klikając na nią, pojawi się po prawej stronie okno „Properties”, gdzie należy wpisać nazwę próbki oraz wybrać ścieżkę do stworzonego folderu na pulpicie. Pomiar uruchamiamy klikając na ikonkę „Play” w prawym górnym rogu. Integracje pików wykonujemy po ukończeniu pomiaru, klikając na ikonkę „Mikroskop” i wyborem linii „Peak search”.

UWAGA !!! Po każdorazowym pomiarze odłączyć elektrodę pracującą od czerwonego zacisku i wyczyścić ją na bibule ścierniej umieszczonej na szalce Petriego, z dodatkiem tlenku glinu i odrobiną wody, wykonując kilkakrotnie ruchy w kształcie „ósemki”.

2. Jakościowa analiza wybranych jonów metali.

a) Sporządzić serię roztworów wzorcowych wybranych przez prowadzącego jonów metali dodając po 1 cm³ roztworu do kolby o pojemności 10 cm³, a następnie 5 cm³ elektrolitu wskazanego przez prowadzącego. Kolbki uzupełnić wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać. Roztwory w kolbach odpowietrzyć za pomocą argonu. Do badanej próbki (próbek) wydaną przez prowadzącego należy dodać 5 cm³ elektrolitu podstawowego, uzupełnić wodą destylowaną do kreski i odpowietrzyć. Następnie postępujemy **jak w punktach 1 b) i c)**.

Opracowanie wyników:

- 1.** Z zarejestrowanych krzywych woltamperometrycznych odczytać powierzchnie pików dla każdego z roztworów. Zestawić wyniki doświadczalne w tabeli.
- 2.** W części jakościowej na podstawie wykonanych roztworów wzorcowych, podać skład mieszaniny wydanej przez prowadzącego.
- 3.** W części ilościowej sporządzić wykres krzywej kalibracyjnej z zależności odczytanej powierzchni pików od stężenia substancji wzorcowych. Obliczyć równanie prostej, z której należy wyznaczyć ilości metali (w mg) wydanych przez prowadzącego

Literatura:

1. W. Szczepaniak „Metody instrumentalne w analizie chemicznej” PWN 1985-2005.
2. A. Cygański „Metody elektroanalizy” WNT 1991.
3. J. Minczewski, Z. Marczenko „Chemia Analityczna T3 Analiza Instrumentalna” PWN 1998.