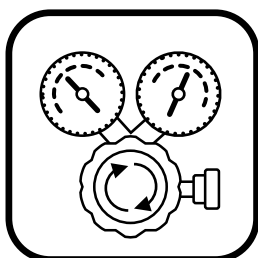


Oznaczanie stężenia metali ciężkich w roztworach metodą anodowej woltamperometrii strippingowej

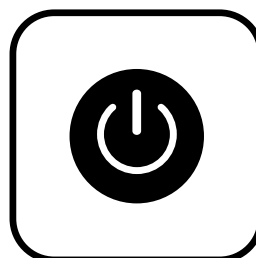
Aparatura	Szkło i sprzęt laboratoryjny	Odczynniki
• analizator elektrochemiczny EA9C (MTM ANKO) pracujący z elektrodą typu CGMDE i z oprogramowaniem EAGRAPH.	• naczynko woltamperometryczne, • pipeta miarowa 10 ml, • pompka pipetowa 10 ml, • element mieszający mieszadła elektromagnetycznego, • mikropipeta z automatyczną nastawą i wymiennymi końcówkami, • tryskawka, • kolba z wodą (na odpad rtęci).	• roztwór do badań z elektrolitem podstawowym (przygotowany według polecenia prowadzącego ćwiczenia), • wzorzec cynku, • woda destylowana.



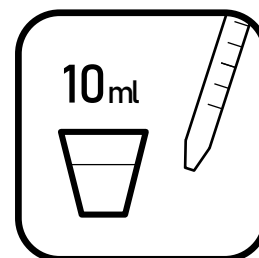
1. Zapoznać się z budową aparatury i akcesoriów do wykonania ćwiczenia.



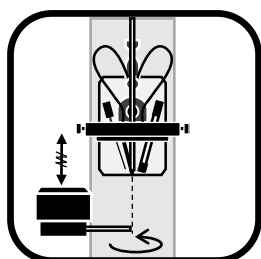
2. Otworzyć przepływ gazu obojętnego - argonu, ustawić odpowiednie ciśnienie na reduktorze.



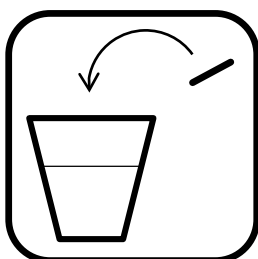
3. Uruchomić i przygotować analizator do pracy.



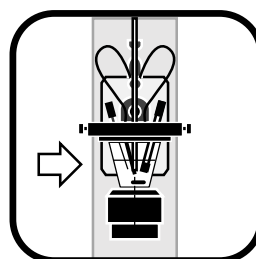
4. Do czystego i suchego naczynka pomiarowego odmierzyć pipetą 10 ml badanego roztworu.



5. Należy zdjąć znajdujące się na podstawce naczynko woltamperometryczne z wodą destylowaną. W tym celu należy jedną ręką trzymając naczynko, drugą ręką naciśkając delikatnie podstawkę odsunąć ją na bok. Naczynko z wodą należy odłożyć na bok, a w jego miejsce należy umieścić naczynko z roztworem do analizy.



6. Do naczynka z badanym roztworem należy wrzucić czysty i suchy element mieszający mieszadła magnetycznego.



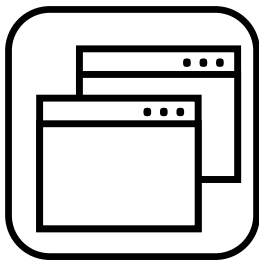
7. Naczynko umieścić na podstawce tak, aby zanurzone w nim były wszystkie elektrody oraz wężyk doprowadzający gaz obojętny. Odchylić podstawkę mieszadła elektromagnetycznego do pozycji wyjściowej.



8. Uruchomić opcję mieszania i odtleniania.

*Pomiar → Akcesoria → Odtlenianie: tak
Mieszanie: tak*

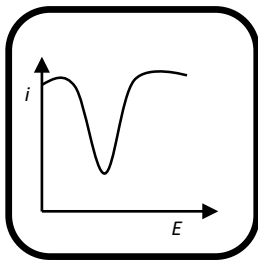
Przed wykonaniem pomiaru roztwór odtleniać przez 10 min.



9. Ustawić parametry pomiaru zgodnie z poniższą instrukcją*:

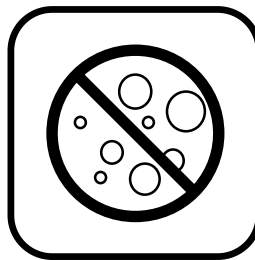
*Szybkość mieszadła: 50%
Pomiar → Parametry pomiaru - techniki impulsowe*
Po wybraniu opcji CGMDE, wprowadzić informacje:

*Liczba impulsów: 5
Otwarcie zaworu: 10 ms
Czas przerwy: 200 ms.*



10. Wykonać pomiar prądu i zarejestrować voltamperogram.

Krzywą zapisać. Nazwa zapisanej krzywej powinna jednoznacznie wskazywać na to, jakiej krzywej dotyczy (np. Zn0 = krzywa oznaczania cynku - roztwór badany, bez dodatku wzorca).



11. Wyłączyć odtlenianie przed wprowadzeniem dodatku wzorca.

*Pomiar → Akcesoria → Odtlenianie: nie
Mieszanie: tak*

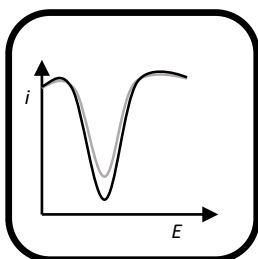


12. Do naczynka z badanym roztworem dodać z mikropipety 20 µl wzorca o znanym stężeniu. Końcówkę mikropipety wprowadzić przez otwór w teflonowej pokrywie naczynka voltamperometrycznego. Nastrzyk należy przeprowadzić bez zanurzania końcówki w roztworze, bez dotykania elektrod i ścianek naczynka.



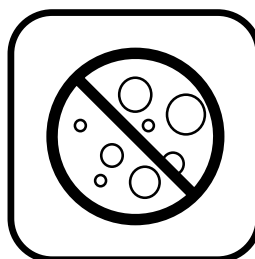
13. Uruchomić opcję mieszania i odtleniania na 3 min.

*Pomiar → Akcesoria → Odtlenianie: tak
Mieszanie: tak*



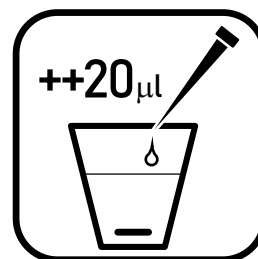
14. Wykonać pomiar i zarejestrować voltamperogram.

Wynik zapisać. Nazwa zapisanej krzywej powinna jednoznacznie wskazywać na to jakiej krzywej dotyczy (np. Zn20).



15. Wyłączyć odtlenianie przed wprowadzeniem dodatku wzorca.

*Pomiar → Akcesoria → Odtlenianie: tak
Mieszanie: tak*

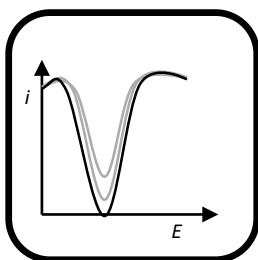


16. Do naczynka z badanym roztworem dodać z mikropipety drugi dodatek wzorca (20 µl).



17. Uruchomić opcję mieszania i odtleniania na 3 min.

*Pomiar → Akcesoria → Odtlenianie: nie
Mieszanie: tak*



18. Wykonać pomiar i zarejestrować voltamperogram.

Wynik zapisać. Nazwa zapisanej krzywej powinna jednoznacznie wskazywać na to jakiej krzywej dotyczy (np. Zn40).

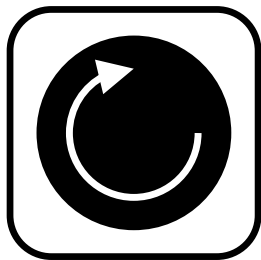


19. Po wykonaniu pomiarów, należy wczytać wszystkie krzywe i wyznaczyć krzywą kalibracji korzystając z programu komputerowego.

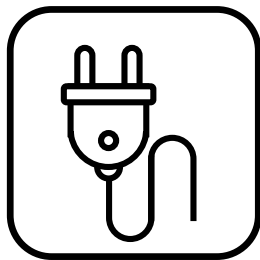
*Kalibracja → Nowa kalibracja
Kalibracja → Dane (zaznaczyć pik).*



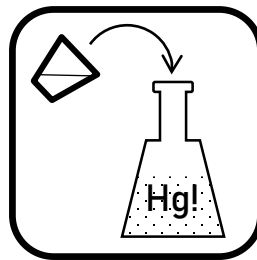
20. Obliczanie stężenia (wprowadzić wymagane dane tj. objętość próbki, stężenie i dodatek wzorca, uwzględnić rozcieńczanie próbki!) → OK → Kalibracja → Wynik oznaczenia.



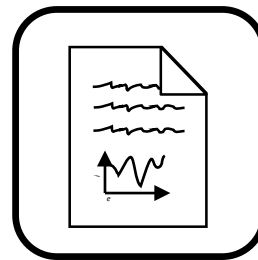
21. Wydrukować raport z aparatury/pobrać zapisane pliki źródłowe z danymi pomiarowymi.



22. Po skończonej pracy wyłączyć akcesoria i wyłączyć analizator. Zamknąć dopływ gazu z butli.



23. Następnie wyjąć naczynko (uważać by nie rozlać rtęci!) po czym kolejno przepłukać i zabezpieczyć elektrody, naczynko napelnione wodą destylowaną umieścić na podstawce. Zawartość naczynka pomiarowego wylać do zlewki z rtęcią. Naczynko przepłukać wodą destylowaną. Ewentualne kropelki rtęci zebrać drucikiem i przelać do zlewki z wodą.



24. Sporządzić raport według poleceń Prowadzącego.

Uwaga!
Należy sprawdzić czy w otoczeniu przyrządu, czy przypadkowo nie rozlano rtęci.

Objaśnienia symboli w oprogramowaniu EAGRAPH:

technika DP – technika pulsowa różnicowa (ang. *Differential Pulse*)

próbkiwanie podwójne – pomiar prądu przed pulsem i pod koniec jego trwania

mieszadło – czas pracy mieszadła przed rozpoczęciem II etapu pomiaru (rozpuszczanie)

E_p – potencjał początkowy, V

E_k – potencjał końcowy, V

E_s – przyrost potencjału, V

ΔE – wysokość impulsu, V

T_p – czas próbkowania dot. pomiaru prądu, s

T_w – czas oczekiwania - od chwili przyłożenia impulsu do rozpoczęcia pomiaru prądu, s

T_d – czas opóźnienia pomiaru, mierzony wyłącznie w pierwszym cyklu pomiarowym, s

Opracowanie merytoryczne i graficzne:

Karolina Kaczmarek

AGH Akademia Górniczo-Hutnicza im. St. Staszica w Krakowie

Instrukcja jest dostępna na licencji Uznanie autorstwa - Na tych samych warunkach 4.0. (CC BY-SA 4.0)



Kurs został opracowany w ramach Zintegrowanego Programu Rozwoju Akademii Górniczo-Hutniczej w Krakowie. Projekt współfinansowany ze środków Europejskiego Funduszu Społecznego w ramach Programu Operacyjnego Wiedza Edukacja Rozwój 2014-2020. Oś III Szkolnictwo wyższe dla gospodarki i rozwoju. Działanie 3.5 Kompleksowe programy szkół wyższych.