

Stanovení těžkých kovů (Pb, Cd) v rostlinném extraktu anodickou rozpouštěcí voltametrií

Úkol: Stanovte obsah Pb^{2+} , Cd^{2+} v rostlinném extraktu anodickou rozpouštěcí voltametrií. Naměřte a sestrojte kalibrační závislost pro Pb^{2+} , Cd^{2+} v rozsahu $1 \cdot 10^{-6} \text{ mol.l}^{-1}$ až $1 \cdot 10^{-5} \text{ mol.l}^{-1}$.

Teorie:

Princip klasické voltametrie je založen na sledování proudu, který prochází elektrodami v závislosti na vloženém potenciálu. Tato nejcitlivější elektrochemická metoda využívá elektrolytické nahromadění stanovované látky na povrchu elektrody a její následné anodické rozpouštění. Při rozpouštění se mění potenciál elektrody lineárně s časem směrem k pozitivnějším hodnotám a zaznamenává se proudový pík. Rozpouštěcí voltametrické metody se běžně používají ke stanovení stopových množství těžkých kovů v půdách, vodách, biologickém materiálu apod.

Těžké kovy jsou stopové chemické prvky, které se kumulují v potravinovém řetězci a vyznačují se různou mírou toxicity a odlišným působením na živé organismy.

Přístroje:

elektrochemická sestava PGSTAT101, voltametrický tříelektrodový systém s pracovní elektrodou ze skelného uhlíku, referenční argenticchloridovou elektrodou a pomocnou platinovou elektrodou

PC jednotka s řídicím softwarem Nova 2.1

centrifuga Eppendorf 5430

zdroj dusíku

Materiál a pomůcky:

automatické pipety, Büchnerova nálevka, Erlenmeyerova baňka, kádinka, odměrná baňka, třecí miska, váženka, zkumavky eppendorf

octanový pufr, pH 4 (0,2M kyselina octová a 0,2M hydroxid sodný)

0,5M kyselina dusičná, $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$, standardní roztok Pb^{2+} , Cd^{2+} ($1 \cdot 10^{-6} \text{ mol.l}^{-1}$)

mořský písek

Pracovní postup:

1/ Příprava rostlinného extraktu

- 1 g lyofilizovaného rostlinného materiálu v 5 ml octanového pufru třete s mořským pískem po dobu 10 min
- homogenát filtrujte s použitím Büchnerovy nálevky
- filtrát centrifugujte po dobu 20 min při 10 000 rpm
- supernatant okyselte 0,5M HNO₃ a použijte ke stanovení Pb²⁺, Cd²⁺

2/ Stanovení obsahu Pb²⁺, Cd²⁺ v rostlinném extraktu rozpouštěcí voltametrií

- do polarografické nádobky napipetujte 10 ml octanového pufru (slepý vzorek)
- z octanového pufru probubláním dusíkem po dobu 5 min odstraňte kyslík
- nastavte parametry měření pro voltametrickou metodu (akumulační potenciál od -800 mV do -100 mV, akumulační čas 60 s, výška pulsu 50 mV, šířka pulsu 80 ms)
- zaznamenejte rozpouštěcí voltamogram pro slepý pokus, měření opakujte 3x
- ze standardních roztoků probubláním dusíkem po dobu 5 min odstraňte kyslík
- pro kalibrační závislost připravte standardní roztok Pb²⁺, Cd²⁺ v rozsahu 1.10⁻⁶ mol.l⁻¹ až 1.10⁻⁵ mol.l⁻¹, měření opakujte 3x
- zaznamenejte rozpouštěcí voltamogramy pro standardní roztoky Pb²⁺, Cd²⁺
- do čisté polarografické nádobky napipetujte rostlinný extrakt
- z extraktu probubláním dusíkem po dobu 5 min odstraňte kyslík
- zaznamenejte rozpouštěcí voltamogram pro rostlinný extrakt, měření opakujte 3x

Vyhodnocení:

vyhodnoťte naměřené voltamogramy pro standardní roztoky Pb²⁺, Cd²⁺;

sestrojte kalibrační přímky pro Pb²⁺, Cd²⁺;

metodou kalibrační přímky vyhodnoťte obsah Pb²⁺, Cd²⁺ v rostlinném extraktu.

Literatura:

1. Barek, J., Opekar, F., Štulík, K.: Elektroanalytická chemie, Praha 2005
2. www.chemicke-listy.cz/docs/full/1997_01_38-47.pdf