

ОПРЕДЕЛУВАЊЕ ТРАГИ ОД ПАЛАДИУМ СО АДСОРПЦИСКА STRIPPING ВОЛТАМЕТРИЈА

М.Георгиева^x, Б.Пихлар^{xx}

^xПриродно-математички факултет, Институт за хемија, Скопје

^{xx}Факултета за наравословје и технологија, Одделек за
хемија, Љубљана

Постојат повеќе метали за коишто тешко се постигнува адекватна осетливост со електроаналитичките методи особено, при определување ниски концентрации. Причина за тоа е формирањето нестабилни амалгами и иреверзибилноста на нивните електродни процеси во некомплексирани медиум. Некои автори 1-3 во медиум со познатиот хелатен лиганд-диметилглиоксим и адсорпциско предконцентрирање на диметилглиоксиматните комплекси на Ni(II) и Co(II) на површината на стационарна електрода постигнуваат битно зголемување на осетливоста при определување на овие метални јони со споменатите методи. Во оваа студија презентираме високо осетлив метод што се базира на адсорпциско предконцентрирање на паладиевиот јон во присуство на диметилглиоксим (DMG) на стационарна живина електрода.

Мерењата ги изведувавме со микропроцесорско контролиран поларограф (PAR 374) опремен со универзална стационарна живина електрода (M 303) како работна, сребро-сребро хлоридна - референтна и платинска жица како помошна електрода. Стандардни раствори: PdCl₂ во HCl(1+1), DMG (0,1M) во 96% етанол. Основен електролит: ацетатен пуфер (pH 3,6). Сите хемикалии беа со чистота p.a. или sp.p., а водата беше дополнително дејонизирана во Milli-Q систем. Начинот на подготвување на примероците за анализа зависи од видот на матрицата на испитуваниот примерок^{2,4}. Така, за повеќе биолошки и референтни материјали ја применуваме брзата, комплетна и погодна постапка на мокро спалување². Волтамограмите се регистрираат со брзина на промена на потенцијалот 8 mV/s, а концентрацијата на паладиумот во испитуваните примероци е

определувана со методот на стандардни додатоци (сл.1).

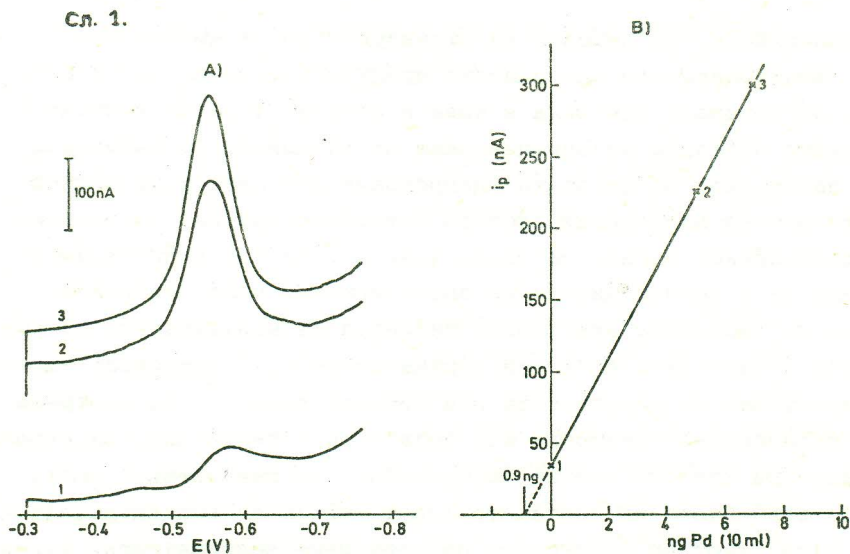
Контролираното адсорпциско предконцентрирање на $\text{Pd}(\text{DMG})_2$ на електродната површина е прва и основна фаза на волтаметриската постапка за определување на паладиум. Со редукција на паладиумот од неговата адсорбирана состојба како $\text{Pd}(\text{DMG})_2$ при промена на потенцијалот во катоден смер, се забележува адсорпцискиот сигнал на одсив чија што висина е пропорционална на концентрацијата на адсорбираниот хелат на површината на работната електрода. Висината на волтаметрискиот врв (пик) е зависна и од други параметри што допринесуваат за зголемување на осетливоста при определувањето². Со употреба на стационарна електрода што дозволува оптимизација на сите параметри што влијаат на адсорпцијата на паладииевиот хелат и на зависноста на волтаметрискиот сигнал од концентрацијата на паладиумот во растворот, разработивме волтаметриски метод со долна граница на детекција $0,1 \mu\text{g Pd/l}$. Методот го применивме при анализите на поголем број различни типови реални примероци, а правилноста на целата постапка ја проверивме со анализа на некои стандардни референтни материјали како што е прикажано во табелата 1.

Табела 1. Содржина на паладиум во некои NBS Стандардни референтни материјали

SRM	Pd најдено $\mu\text{g/g}$	Pd Certif-литература вредност $\mu\text{g/g}$
Wheat Flour (SRM 1567)	-	
Rice Flour (SRM 1568)	-	
Bowen Kale	$0,0308 \pm 0,002$	$0,026 \quad 0,032 \pm 0,004$
Coal Fly Ash (SRM 1633)	-	$< 0,002$

Литература

1. J.Golimowski, H.W.Nürnberg, P.Valenta, Lebensmittelchem. gerichtl.Chem., 34(1980)116.
2. B.Pihlar, P.Valenta, H.W.Nürnberg, Z.Anal.Chem., 307(1981) 337.
3. P.Ostapczuk, M.Goedde, M.Stoeppler, H.W.Nürnberg, ibid., 317(1978) 252.
4. L.Mart, H.W.Nürnberg, P.Valenta, ibid., 300(1980)350.



Определување на паладиум со а.с.в. во стандарден биолошки материјал (Bowen Kale): А) волтамограми; 1- без стандарден додаток, В) двекратен стандарден додаток: 2- 5 ng Pd; 3- 7 ng Pd; $t_a = 2$ min. $E_a = -0,3$ V.

DETERMINATION OF TRACES OF PALLADIUM BY ADSORPTIVE STRIPPING VOLTAMMETRY

A new voltammetric procedure for trace determination of Pd is described. The method is based on adsorptive preconcentration of Pd(II) ions on the hanging mercury-drop electrode (HMDE) in the presence of dimethylglyoxime. The voltammetric peak obtained is due to reduction of adsorbed $\text{Pd}(\text{DMG})_2$ complex. The position of the peak is pH dependent and its height is proportional to the surface concentration of $\text{Pd}(\text{DMG})_2$. The method was applied to a large number of real samples and the accuracy of results was verified by the analysis of same Standard Reference Materials.