Woltamperometria i metody pulsowe

Instrukcja

W ćwiczeniu bada się roztwory $K_3Fe(CN)_6$ w 2 M roztworze KNO_3. Roztwory do badania przygotowuje się przez dodawanie porcji 2 mM roztworu $K_3Fe(CN)_6$. W ilościach wskazanych przez prowadzącego ćwiczenie.

Pomiary wykonuje się korzystając z analizatora elektrochemicznego BAS 100 B/W. Instrukcję obsługi analizatora można ściągnąć z internetu: Bas 100B/W Manuals | ManualsLib, a instrukcję statywu ze strony producenta: C3 Cell Stand Manual - Dec 2019.pdf (basinc.com)

Stosuje się następujące techniki:

- Woltamperometrię cykliczną (CV)
- Woltamperometrię różnicową impulsową (DPV)
- Woltamperometrię z falą prostokątną (SQWV)

Dla końcowego stężenia $K_3Fe(CN)_6$ rejestruje się woltamperogramy dla różnych szybkości skanowania, a także przykładowe chronoamperogramy i chronokulogramy.

Wykonanie sprawozdania

Zależność od stężenia $K_3Fe(CN)_6$

Należy wykonać wykresy prądów pików anodowego i katodowego od stężenia $K_3Fe(CN)_6$. Należy się spodziewać zależności liniowej, a wielkości prądów pików anodowego i katodowego dla danego stężenia powinny być sobie równe (z odwrotnym znakiem).

Wykresy i obliczenia należy wykonać dla wszystkich technik osobno, na jednym wykresie powinny być wszystkie woltamperogramy dla danej techniki i wszystkich stężeń, poczynając od zerowego (czyli przed dodawaniem $K_3Fe(CN)_6$). Prąd piku należy obliczać odejmując prąd tła, ten z kolei należy wyznaczyć łącząc ze sobą linie przed pojawianiem się fali i po jej zakończeniu linią krzywą, będącą w przybliżeniu przedłużeniem linii poza falą dla badanego związku. Dla woltamperometrii cyklicznej w tych obliczeniach wykorzystuje się tylko woltamperogramy rejestrowane z szybkością 100 mV s^{-1}. Proszę odczytać prądy pików zarówno dla fal utleniania (idących do góry) jak i redukcji (idących w dół). Woltamperogramy cykliczne były wykonywane podwójnie (cztery segmenty). Do obliczeń i wykresów wystarczy wykorzystać tylko pierwszy cykl (czyli pierwsze dwa segmenty).

Zależność od szybkości skanowania

Następny wykres powinien pokazywać zależność prądów piku dla prądów utleniania i redukcji od pierwiastka kwadratowego z szybkości skanowania. W takim przypadku oczekujemy zależności liniowej. Proszę to sprawdzić dodając linie trendu.

Chronoamperometria i chronokulometiria

W przypadku chronoamperometrii i chronokulometrii proszę wykonać wykresy zależności prądu/ładunku od czasu. Te wykresy powinny być krzywoliniowe. Proszę zwrócić uwagę na to, że badania te powtarzano i za pierwszym razem wybierano taki przedział potencjałów, by nie doszło do utleniania, a tylko do ładowania warstwy podwójnej. Stąd też różnice. Dla danych typów technik, takie dwa wykresy proszę nanieść na jednym.

Wykresy w układach, w których oczekujemy zależności prostoliniowych, wystarczy wykonać tylko dla skoków potencjału wprost, czyli wykorzystując tylko pierwszy segment.

Dla chronoaperometrii należy wykonać wykres zależności prądu od odwrotności pierwiastka kwadratowego z czasu. Po okresie wstępnym powinna się pojawić linia prosta. Proszę znaleźć taki obszar i tylko dla niego dodać linie trendu. Proszę wyliczyć dla tych linii parametry regresji liniowej.

Dla chronokulometrii oczekujemy prostej linii dla zależności ładunku od pierwiastka kwadratowego z czasu. Proszę dodać linie trendu, ale nie dla całego zakresu punktów, tylko dla części prostoliniowej. Również i tutaj proszę wyliczyć parametry dla regresji liniowej.

We wnioskach proszę ocenić, która z technik jest techniką najczulszą, czyli na którym wykresie pojawia się już widoczny sygnał dla najniższego stężenia, a nie jest on widoczny dla innych technik.