

# Polarografia I

## Aparatura:

1. polarograf OH-105
2. woltomierz cyfrowy V-540
3. NEK
4. KER kapilara  $l = 10,5$  cm, wysokość słupa rtęci  $h = 54$  cm

## Odczynniki:

1. roztwory wzorcowe depolaryzatorów  $10 \frac{mmol}{l}$
2. bufor amonowy ( $NH_4OH$   $1 \frac{mol}{l}$ ,  $NH_4OH$   $1 \frac{mol}{l}$ )
3. 10%  $Na_2SO_3$
4. 0,1 % roztwór Tritonu X-100

## Sprzęt:

- pipety, kolby miarowe, naczynka polarograficzne, tryskawka

## 1 Wyznaczanie wzorcowych potencjałów półfali

### Wykonanie:

Do kolby miarowej o pojemności 50,0 ml odmierzyć 5,0 ml roztworu wzorcowego depolaryzatora (wskazanego przez asystenta), 10,0 ml buforu amonowego, 5,0 ml roztworu siarczanu(IV) sodu i rozcieńczyć wodą destylowaną do około 1 cm poniżej kreski. Dodać 1,0 ml tritonu i ostrożnie (aby uniknąć spienienia się roztworu) uzupełnić zawartość kolbki do kreski wodą destylowaną, a następnie starannie wymieszać. Naczynko polarograficzne przepłukać sporządzonym roztworem i napełnić do około  $\frac{1}{2}$  objętości. Kroplową elektrodę rtęciową i klucz elektrolityczny opłukać wodą z tryskawki i analizowanym roztworem, następnie zanurzyć elektrodę pracującą i klucz elektrolityczny w naczynku polarograficznym. Nastawić potencjał początkowy na -0,2 V i ustawić wstępnie „zerowy” poziom prądu szczytkowego. Następnie ustawić potencjał na -1,6 V i dobrać czułość tak, aby prąd graniczny przypadł na około 70 % szerokości papieru rejestracyjnego. Wybrać potencjał początkowy KER:  $Tl^+ - 0,2$  V;  $Cd^{+2} - 0,4$  V;  $Ni^{+2}$ ,  $Co^{+2}$  :  $-0,8$  V;  $Zn^{+2} - 1,0$  V.

Jeżeli poziom prądu szczytkowego różni się od wcześniej ustalonego o więcej niż 10 % szerokości papieru rejestracyjnego, to go skorygować i powtórzyć operację doboru czułości. Zarejestrować falę polarograficzną, prąd graniczny rejestrować na przestrzeni nie większej niż 3 cm.

W sposób podany przez asystenta wyznaczyć:

1. wysokość fali polarograficznej- wyrazić ją w centymetrach i amperach
2. potencjał półfali  $E_{\frac{1}{2}}$

Obliczyć wartość współczynnika proporcjonalności  $k$  natężenia prądu granicznego do stężenia, pamiętając, że  $i_{gd} = k \cdot c$

( $c \Rightarrow$  rzeczywiste stężenie depolaryzatora w kolbce).

Wartości otrzymane przez wszystkich zebrać w tabeli (podkreślić wyniki własne).

## 2 Identyfikacja polarograficzna

### Wykonanie:

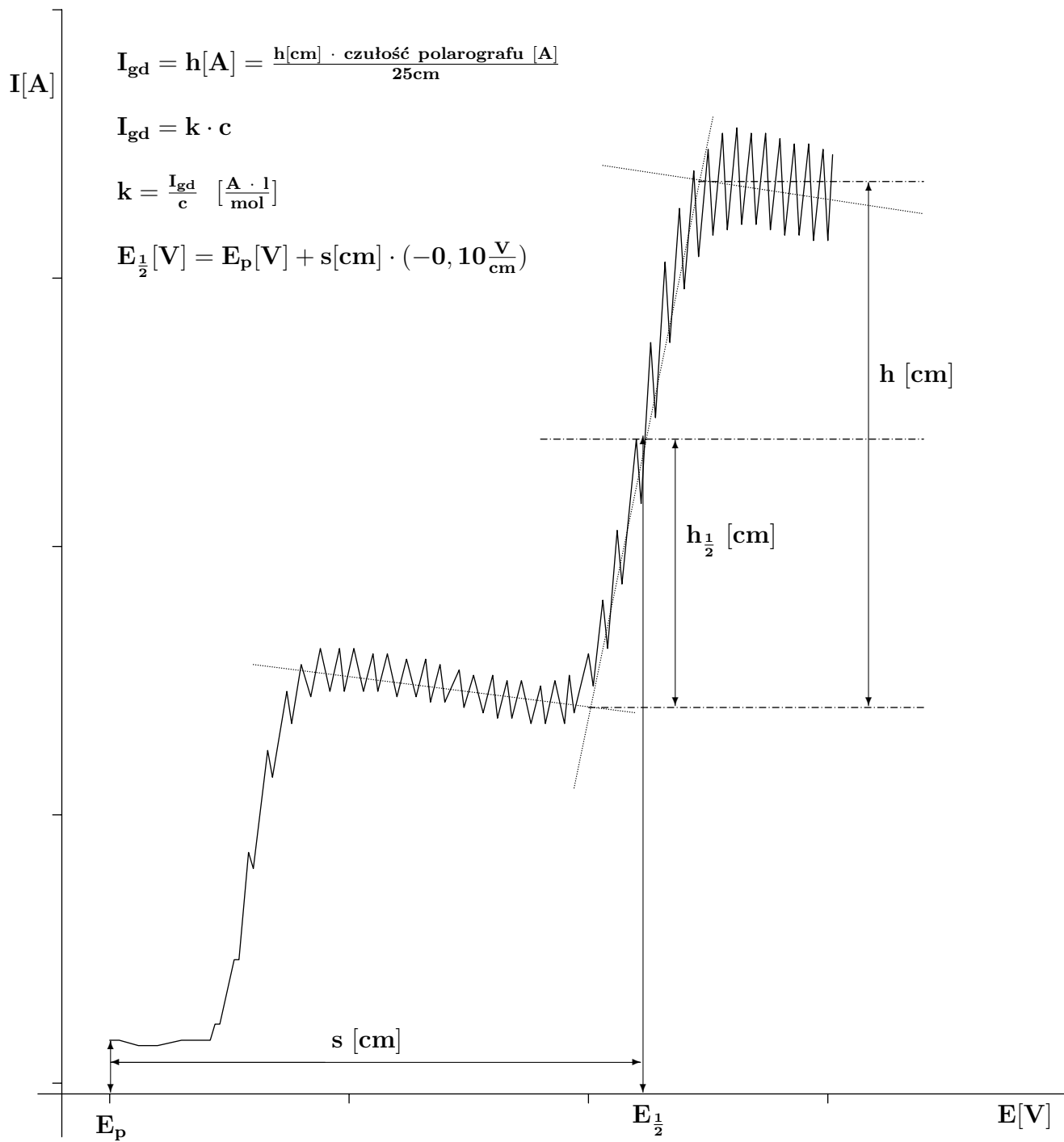
Otrzymaną w kolbie miarowej próbkę depolaryzatora przygotować przez dodanie elektrolitu podstawowego postępując, jak w części 1 ćwiczenia. Podobnie przygotować kroplową elektrodę rtęciową i dobrać czułość polarografu. Falę polarograficzną zarejestrować w zakresie potencjałów dobranym empirycznie. Wyznaczyć potencjał półfali i porównując go z otrzymanymi w części 1 ćwiczenia wartościami - zidentyfikować depolaryzator. W razie wystąpienia wątpliwości (dużych różnic w  $E_{\frac{1}{2}}$ ) - porównać kształty fal polarograficznych (otrzymanych poprzednio i aktualnie), bądź postępując jak w części 1 ćwiczenia - wykreślić falę polarograficzną dla depolaryzatora, którego obecność w analizowanej próbce jest domniemywana i wyznaczyć wzorcowy potencjał półfali ponownie.

## 3 Oznaczanie ilościowe metodą porównania ze wzorcem

### Wykonanie:

Obliczyć wysokość fali polarograficznej wykorzystanej do identyfikacji - w amperach. Korzystając z wartości „ $k$ ” odpowiadającej wielkości potencjału półfali, przyjętej do identyfikacji - obliczyć stężenie depolaryzatora korzystając ze skróconego równania Ilkowiča:

$$I_{gd} = k \cdot c$$



Depolaryzator	Otrzymana wysokość fali		Potencjał półfali [V]	k [ $\frac{A \cdot l}{mol}$ ]
	[cm]	[A]		
1a Tl <sup>+</sup>				
1b Tl <sup>+</sup>				
1c Tl <sup>+</sup>				
Wynik średni Tl <sup>+</sup>	———			
2a Cd <sup>+2</sup>				
2b Cd <sup>+2</sup>				
2c Cd <sup>+2</sup>				
Wynik średni Cd <sup>+2</sup>	———			
3a Ni <sup>+2</sup>				
3b Ni <sup>+2</sup>				
3c Ni <sup>+2</sup>				
Wynik średni Ni <sup>+2</sup>	———			
4a Co <sup>+2</sup>				
4b Co <sup>+2</sup>				
4c Co <sup>+2</sup>				
Wynik średni Co <sup>+2</sup>	———			
5a Zn <sup>+2</sup>				
5b Zn <sup>+2</sup>				
5c Zn <sup>+2</sup>				
Wynik średni Zn <sup>+2</sup>	———			