

POLAROGRAFIA I

Identyfikacja polarograficzna i oznaczanie ilościowe depolaryzatora metodą porównania ze wzorcem

Aparatura :

1. Polarograf OH – 105
2. Woltomierz V – 540
3. Nasycona Elektroda Kalomelowa (NEK)
4. Kropłowa Elektroda Rtęciowa (KER) : kapilara $l=10,5\text{cm}$, wysokość słupa rtęci $h=54\text{ cm}$

Odczynniki :

1. Roztwory wzorcowe depolaryzatorów (Ti^+ , Cd^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Zn^{2+}), $c=10,0\text{mmol/l}$
2. Bufor amonowy (NH_4OH , 1mol/l + NH_4Cl , 1mol/l)
3. Roztwór Na_2SO_3 , 10%
4. Roztwór Tritonu X-100, 0,1%
5. Argon analityczny, 99,99%

Sprzęt :

Pipety automatyczne i szklane, kolby miarowe, dozownik strzykawkowy, zasysacz do pipet, naczynka polarograficzne

Ćwiczenie polega na zidentyfikowaniu kationu depolaryzatora, znajdującego się w otrzymanej do analizy próbce roztworu i oznaczeniu jego stężenia. Wykonywane jest na podstawie otrzymanych odpowiednich polarogramów, które każdy student interpretuje indywidualnie i udostępnia swoje wyniki innym. Sprawozdanie sporządza się w postaci jednolitego arkusza (do wydrukowania).

Wykonanie ćwiczenia

A. Otrzymaną do analizy w kolbie miarowej na 50ml próbkę przygotować do badań polarograficznych poprzez dodanie składników elektrolitu podstawowego : 10 ml buforu amonowego, 5 ml roztworu siarczanu (IV) sodowego, ok. 1ml roztworu Tritonu (dwie porcje odmierzone dozownikiem) i uzupełnienie do kreski wodą destylowaną. Po dokładnym wymieszaniu roztwór jest gotowy do badania polarograficznego. (zamiast odtleniania chemicznego można usuwać tlen przepuszczając przez roztwór w naczynku argon)

B. Rejestrowanie polarogramu: naczynko polarograficzne przepłukać wodą destylowaną i wytrzeć wewnątrz do sucha (zamiast wycierania można opłukać wewnątrz badanym roztworem), następnie napełnić do ok. połowy objętości badanym roztworem. Kapilarę KER i klucz elektrolityczny także opłukać wodą destylowaną i badanym roztworem, a następnie zanurzyć w przygotowanym naczynku. Dla potencjału początkowego : $-0,2\text{V}$ ustalić wstępnie zerowy poziom prądu szczątkowego blisko prawej krawędzi papieru rejestracyjnego. Następnie przełączyć potencjał na $-1,8\text{ V}$ i dobrać

czułość pomiaru (maksymalne natężenie prądu) tak, aby rejestrowana wartość prądu (graniczna) wypadła na ok. 70% szerokości papieru rejestracyjnego. Następnie wybrać empirycznie odpowiedni potencjał początkowy; jeżeli poziom prądu szczytkowego zmieni się – należy go skorygować i powtórzyć operację doboru czułości. Na papierze rejestracyjnym opisać polarogram (data, rodzaj depolaryzatora, potencjał początkowy, czułość) i zarejestrować falę polarograficzną – prąd graniczny nie powinien zajmować więcej niż 3 cm. Po oszacowaniu przybliżonej wartości potencjału półfali do dalszego postępowania wybrać na podstawie danych literaturowych trzy depolaryzatory o potencjałach półfali zbliżonych do szacowanej wartości i przygotować roztwory wzorcowe.

C. Przygotowanie roztworów wzorcowych: do kolbki miarowej na 50 ml odpipetować pipetą jednomiarową 5,00ml roztworu depolaryzatora (o stężeniu 10,0mmol/l) i dodać składniki elektrolitu podstawowego – tak samo, jak podczas przygotowywania roztworu analizowanego, i zarejestrować dla uzyskanego roztworu wzorcową falę polarograficzną określonego depolaryzatora, postępując tak, jak opisano w punkcie B. Wartości potencjału początkowego nastawić odpowiednio: **Tl⁺-0,2V; Cd²⁺, Co²⁺-0,6V; Ni²⁺, Zn²⁺-1,0V**. Po zakończeniu części eksperymentalnej każdy student otrzymuje dwa polarogramy: jeden dla roztworu analizowanego i drugi – dla jednego z wybranych depolaryzatorów wzorcowych.

Opracowanie wyników

Dla obu otrzymanych fal polarograficznych wyznaczyć graficznie metodą stycznych odpowiednie potencjały półfali w woltach [V] i wysokości fal – wyrażone w centymetrach i amperach [A], w sposób podany przez prowadzącego ćwiczenie. Następnie po obliczeniu stężenia roztworu wzorcowego c_w i wykorzystaniu skróconej formy równania Ilkoviča: $I_{dg} = k \cdot c_w$, gdzie I_{dg} - natężenie granicznego prądu dyfuzyjnego, czyli wysokość fali polarograficznej wyrażona w amperach, obliczyć wartość parametru k . Wszystkie otrzymane dla wzorców wartości wpisać do tabelki arkusza sprawozdania, wyróżnić (przez pogrubienie, pokreślenie itp.) wyniki własne. W tabelce parametrów roztworu kontrolnego wpisać tylko wyniki własne.

Identyfikacja depolaryzatora opiera się na właściwości potencjału półfali – jego stałej w takich samych warunkach wartości dla tego samego depolaryzatora, niezależnie od jego stężenia. Polega na porównaniu wartości potencjału półfali wyznaczonego dla roztworu analizowanego ze średnią wartością potencjałów półfali, otrzymaną dla roztworów depolaryzatorów wzorcowych. Zgodne lub bardzo bliskie wartości umożliwiają identyfikację; dodatkowo, w razie wątpliwości należy porównać wizualnie odpowiednie fale polarograficzne.

Po zidentyfikowaniu depolaryzatora należy obliczyć jego stężenie ponownie korzystając ze skróconego równania Ilkoviča i przyjmując, że: I_{dg} - wysokość (w [A]) fali polarograficznej otrzymanej dla roztworu analizowanego, k - parametr z tabeli wzorcowych wartości (średni) odpowiadający zidentyfikowanemu depolaryzatorowi. Wartość stężenia wpisać w tabelce.

Sprawozdanie, które należy przedstawić winno zawierać wypełniony arkusz sprawozdania i załączone dwa polarogramy z graficznie wyznaczonymi parametrami fal.