

Polarograficzne oznaczanie obok siebie jonów metali metodą krzywej kalibracyjnej

Metoda: Polarografia

Cel ćwiczenia: Celem ćwiczenia jest polarograficzne oznaczanie obok siebie jonów metali metodą krzywej kalibracyjnej.

Odczynniki

- Elektrolit podstawowy
- Roztwory wzorcowe jonów metali o zawartości 3 mg/cm³
- Siarczan(IV) sodu (Na₂SO₃), roztwór nasycony
- Żelatyna

Aparatura i sprzęt laboratoryjny

- Kolba miarowa o pojemności 10 cm³ – 8 szt.
- Pipeta wielomiarowa pojemności 10 cm³ – 1 szt.
- Pipeta wielomiarowa pojemności 5 cm³ – 2 szt.
- Polarograf
- Elektroda odniesienia (kalomelowa)
- Elektroda platynowa
- Kapiąca elektroda rtęciowa (KER)

Sposób wykonania:

1. Sporządzić serię buforów w kolbach o pojemności 10 cm³ zgodnie z tabelą podana poniżej.

	Elektrolit podstawowy	Żelatyna	Na ₂ SO ₃	Me(1)	Me(2)
ślepa próba	5 cm ³	0.4 cm ³	0.6 cm ³	---	---
(a)	5 cm ³	0.4 cm ³	0.6 cm ³	0.2 cm ³	1.2 cm ³
(b)	5 cm ³	0.4 cm ³	0.6 cm ³	0.4 cm ³	1.0 cm ³
(c)	5 cm ³	0.4 cm ³	0.6 cm ³	0.6 cm ³	0.8 cm ³
(d)	5 cm ³	0.4 cm ³	0.6 cm ³	0.8 cm ³	0.6 cm ³
(e)	5 cm ³	0.4 cm ³	0.6 cm ³	1.0 cm ³	0.4 cm ³
(f)	5 cm ³	0.4 cm ³	0.6 cm ³	1.2 cm ³	0.2 cm ³

Kolbki uzupełnić wodą destylowaną do kreski. Roztwory w kolbach dokładnie wymieszać.

2. Do badanej próbki (próbek) wydaną przez prowadzącego należy dodać 5 cm³ elektrolitu podstawowego, 0.4 cm³ żelatyny, 0.6 cm³ Na₂SO₃ i uzupełnić wodą destylowaną do kreski.

3. Po upływie 30 minut od sporządzenia roztworów należy zarejestrować polarogramy roztworów w kolejności ich wykonania.

4. Do naczynka pomiarowego nalać niewielką ilość rtęci i przelać całość roztworu badanego. Umieścić zlewkę na statywie. W naczynku umieścić elektrody: elektrodę platynową umieścić tak by końcówka była całkowicie zanurzona w rtęci, kapiąca elektrodę rtęciową oraz elektrodę odniesienia zanurzyć do połowy wysokości roztworu.

5. Unieść zbiornik z rtęcią na statywie do góry. Wtyki elektrod podłączyć do odpowiednich gniazdek polarografu: Kroplowa elektroda rtęciowa – **D**, Elektroda odniesienia – **R**, Elektroda platynowa – **P**.

6. W celu zarejestrowania polarogramu należy wcisnąć przycisk FORW, rejestrację prowadzić do czasu gdy na liczniku w górnej części polarografu pojawi się wartość około 550÷600. Rejestrację zakończyć przyciskiem STOP. Przed przystąpieniem do rejestracji kolejnego polarogramu należy wrócić do początkowego potencjału, w tym celu wciskamy przycisk POT. RESET. Po uzyskaniu wartości 000 należy zwolnić ten przycisk.

Przygotowanie polarografu do pracy:

1. Podłączyć przyrząd do sieci i przyciskiem (~) włączyć zasilanie.
2. Klawiszem SELEKTOR wybrać rodzaj pracy polarografu, w tym celu należy wcisnąć klawisz NORM (DC).
3. Przełącznikiem STARTING POT. Ustawić potencjał początkowy na „-0.4V”.
4. Wybrać zakres potencjału ustawiając przełącznik POT. RANGE na wartość „-2V”.
5. Przełącznik (+/-) znajdujący się pomiędzy pokrętkami STARTING POT. I POT. RANGE ustawić w pozycji (-).
6. W celu kompensacji prądu dyfuzyjnego przełącznik DIFFUSION CURRENT COMPENSATION ustawić odpowiednio na (4), (-), (0).
7. Przełącznikami CURRENT SENSITIVITY A/μ ustawić czułość przyrządu na wartość $2.0 \cdot 10^{-7}$.
8. Przełącznik DAMPING ustawić w pozycji 3.
9. Przełącznik PEAK/NORMAL, znajdujący się z prawej strony przyrządu ustawić w pozycji NORMAL.
10. Pokrętkiem ZERO ustawić pisak rejestratora w pozycji zerowej.
11. Przyciskiem SPEED wybrać szybkość zapisu 4cm/min.
12. W bloku przycisków DRIVE wcisnąć przycisk POT, CHART.

Opracowanie wyników:

Na podstawie uzyskanych polarogramów należy sporządzić krzywe kalibracji dla analizowanych kationów, na ich podstawie należy wyznaczyć zawartość obu jonów metali w próbce otrzymanej do analizy.

Literatura:

1. W. Szczepaniak „Metody instrumentalne w analizie chemicznej” PWN 1985-2005.
2. A. Cygański „Metody elektroanalityczne” WNT 1991.
3. A. Cygański „Podstawy metod elektroanalitycznych” WNT 2004.
4. J. Minczewski, Z. Marczenko „Chemia Analityczna, tom 3, Analiza Instrumentalna” PWN 1998.
5. D. A. Skoog, D. M. West, F. J. Holler, S. R. Crouch “Podstawy chemii analitycznej” PWN 2007.