

# Woltamperometria

## Oznaczanie kwasu askorbinowego w oparciu o jego anodowe utlenianie

### Cel ćwiczenia:

1. Wstępne zapoznanie z zasadą działania analizatora elektrochemicznego.
2. Obserwacja wpływu stanu powierzchni elektrody węglowej na sygnał woltamperometryczny kwasu askorbinowego.
3. Oznaczenie kwasu askorbinowego w próbce metodą krzywej wzorcowej oraz metodą dodatku wzorca.

### Sprzęt:

Miniaturowy analizator elektrochemiczny PalmSens:

- elektrody: węgiel szklisty (elektroda robocza), chlorosrebrowa (odniesienia), platynowa (przeciwelektroda)
- naczynka polarograficzne, kolbki miarowe, pipety, tryskawka, woda destylowana

### Odczynniki:

Kwas askorbinowy, 0,1 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

### Tok postępowania:

1. Wypolerować powierzchnię elektrody roboczej zawiesiną tlenku glinu zgodnie ze wskazaniem prowadzącego.
2. Posługując się metodą rozcieńczeń przygotować w kolbkach miarowych roztwory kwasu askorbinowego w zakresie stężeń 1 do 5 mM.
3. Przygotować naczynko polarograficzne do pracy. Wypełnić je roztworem wzorcowym o stężeniu 5 mM
4. Zarejestrować woltamperogram pulsowy różnicowy w zakresie potencjału w granicach od 0,0 do 1,0 V względem Ag/AgCl.
5. Przenieść elektrody do drugiego naczynka elektrochemicznego z 10 mL elektrolitu podstawowego (0,1 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>).
6. Zaktywować elektrochemicznie powierzchnię elektrody techniką woltamperometrii cyklicznej w zakresie potencjałów 0 → + 2V → -0,8 V.
7. Rejestrować kolejne linie bazowe dla ustawień jak w p. 4 do momentu stabilizacji.
8. Powtórnie zarejestrować woltamperogram dla 5 mM roztworu wzorcowego.
9. Zarejestrować woltamperogramy dla pozostałych roztworów wzorcowych.
10. Zarejestrować woltamperogram w roztworze próbki badanej oraz po dwu dodatkach wzorca.

### Opracowanie wyników:

1. Wyznaczyć wysokości pików utleniania kwasu askorbinowego we wszystkich badanych próbkach.
2. Sporządzić krzywą kalibracyjną i wyznaczyć jej równanie metodą regresji liniowej.
3. Oznaczyć stężenie roztworu badanego metodą krzywej wzorcowej i metodą dodatku wzorca.

### Zagadnienia:

Woltamperometria cykliczna, woltamperometria pulsowa różnicowa, naczynko elektrochemiczne, metoda krzywej wzorcowej i metoda dodatku wzorca.

### Literatura:

1. Zagórski "Analiza polarograficzna", Warszawa, PWN 1970
2. Cygański „Metody elektroanalityczne”, WNT, Warszawa, dowolny rok wydania.
3. Milner "Polarografia", Warszawa, WNT 1962
4. Minczewski, Z. Marczenko "Chemia analityczna - Analiza instrumentalna T.3", Warszawa, 1985
5. Ewing "Metody instrumentalne w analizie chemicznej", Warszawa, PWN 1967
6. Szyszko "Instrumentalne metody analityczne", Warszawa, PZWL 1971