

WOLTAMPEROMETRIA

Oznaczanie kwasu askorbinowego w oparciu o jego anodowe utlenianie

Sprzęt

Miniaturowy analizator elektrochemiczny PalmSens:

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

Odczynniki

Kwas askorbinowy, 0.1 M H₂SO₄.

Cel ćwiczenia:

1. Wstępne zapoznanie się z analizatorem elektrochemicznym.
2. Obserwacja wpływu stanu powierzchni elektrody węglowej na sygnał woltamperometryczny kwasu askorbinowego.
3. Sporządzenie krzywej wzorcowej.
4. Oznaczenie kwasu askorbinowego w próbce metodą krzywej wzorcowej oraz metodą dodatku wzorca.

Tok postępowania:

1. Wypolerować powierzchnię elektrody roboczej zawieszoną 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 H₂SO₄).
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 oznaczanej próbki 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. Milner "Polarografia", Warszawa, WNT 1962
3. Minczewski, Z. Marczenko "Chemia analityczna - Analiza instrumentalna T.3", Warszawa, 1985
4. Ewing "Metody instrumentalne w analizie chemicznej", Warszawa, PWN 1967
5. Szyszko "Instrumentalne metody analityczne", Warszawa, PZWL 1971

