

**Polarografické a voltametrické stanovení stopových množství
methyľčerveně pomocí adsorpční rozpoušřecí voltametrie na visící rtuťové
kapkové elektrodě**

S teoretickými základy moderních polarografických a voltametrických metod jsou posluchači seznámeni během přednášky „Elektrochemické metody“ a během přednášky „Organická polarografie a voltametrie“. Optimalizace podmínek pro stanovení methyľčerveně adsorpční rozpoušřecí voltametrií na visící rtuťové kapkové elektrodě je detailně popsána v práci Barek J., Pham Tuan Hai, Mejstřík V., Moreira J.C., Zima J.: Polarographic and voltammetric determination of N,N-dimethyl-4-amino-2'-carboxyazobenzene. Anal.Letters 31,1219-1231 (1998).

Aparatura: Počítačem řízený EkoTribo Polarograf se softwarem PolarPro verze 2.0 (Polarosensors, Praha). Pracováno bude vždy v třielektrodoVém zapojení s nasycenou argenticchloridovou referenční elektrodou a platinovou drátkovou pomocnou elektrodou. Jako pracovní elektroda bude použita visící rtuťová kapková elektroda UM μ E (Polarosensors, Praha).

Ovládací program

Popis programu: PolarPro je program pro měření a vyhodnocení koncentrace látek ve vzorcích analyzovaných na EkoTribo Polarografu. Program ve verzi Pro umožňuje též návrh a úpravu metod měření. Tento uživatelsky přívětivý program pracuje v operačním prostředí Windows a jeho ovládání je názorné a jednoduché. Zvládnutí tohoto programu usnadňuje snadno dostupná rozsáhlá nápověda.

Požadavky programu: EkoTribo Polarograf; stojánek + převodníková karta Polaro 4 (vše Polarosensors Praha)
Windows 3.1 CE nebo Windows 95, volné 2 MB na disku, myš.
Minimální doporučená sestava: procesor 486, RAM paměť 8 MB.

Omezení programu: maximální počet křivek v jednom souboru – 24; maximální počet vyhodnocovaných látek v jednom souboru - 8

Pracovní postup:

1. Proměřte vliv pH na diferenční pulsní voltamogramy methylčerveně ($c = 1 \cdot 10^{-5}$ mol/L) v prostředí Brittonova-Robinsonova pufru o pH 2-13 a nalezněte pH při kterém látka poskytuje nejlépe vyvinuté a nejsnáze vyhodnotitelné voltamogramy voltamogramy.
2. Při tomto pH změřte kalibrační přímky v koncentračním rozmezí $1 \cdot 10^{-5}$ až $1 \cdot 10^{-7}$ mol/L s pravidelným krokem (0,2,4,6,8 a 10 v každém koncentračním řádu).
3. Při optimálním pH a koncentraci analytu $1 \cdot 10^{-7}$ mol/L proměřte při vhodném potenciálu akumulace vliv doby akumulace na výšku píku v rozmezí 0-360 s a navrhnete optimální podmínky pro stanovení pomocí adsorpční rozpouštěcí voltametrie.
4. Za optimálních podmínek změřte kalibrační závislosti v koncentračním rozmezí $(2-10) \cdot 10^{-8}$ mol/L a pomocí takto sestrojené kalibrační přímky určete koncentraci methylčerveně v neznámém vzorku.
5. Statisticky vyhodnoťte všechny sestrojené kalibrační závislosti a vypočítejte odpovídající meze stanovitelnosti

Metoda: DP voltametrie

Velikost kapky – otevření ventilku po dobu 280 ms

Potenciál		Parametry metody	
počáteční Ein	-300 mV	doba bublání	300 s
konečný Efin	-900 mV	počet měření	3
rychlost	10 mV/s	výška pulsu	- 50 mV
		šířka pulsu	80 ms

Vyhodnocení se provede pomocí podprogramu „HODNOCENÍ“, který je součástí používaného programu Polar Pro, verze 2.0.

Upozornění: Do jednoho souboru lze uložit maximálně 24 křivek