**Практика №8**

Полярографиялық талдау

Практиканың жоспары:

1.Полярография негіздері.

I. Электролизді жүйедегі электролизді қарастырайық, онда Hg түсіретін электрод катод қызметін атқарады, ал іс жүзінде поляризацияланбайтын каломель электроды анод болып табылады.

Егер ерітіндіде электр тогының әсерінен қалпына келетін заттар болмаса, ток күші I берілген кернеуге Е пропорционал болады (Ом заңы):

I = E/R.

Тотықсыздандырылатын заттар болған жағдайда қисық пішіні өзгереді.

1. Тотықсыздану потенциалына жеткенде иондар Hg электродында разрядтана бастайды.

2. Сынап тамшысының бетіне жақын орналасқан иондардың концентрациясы төмендей бастайды, ал ток күшейеді.

3. Алайда диффузияға байланысты иондардың жаңа бөліктері тамшы бетіне жеткізіледі. Тізбектегі ток күші массадағы концентрациялар айырмашылығына пропорционалды диффузия жылдамдығына байланысты болады.

4. Белгілі бір потенциалда сынап тамшысының бетіндегі ион концентрациясы айтарлықтай төмендейді және ионның разряд жылдамдығы диффузия жылдамдығына тең болады.

5. Ерітінді массасындағы иондардың концентрациясы тұрақты болады, ал электрод бетіндегі концентрациясы 0-ге жақын, сондықтан олардың айырмашылығы тұрақты болады. Алынған тепе-теңдік күйі кернеудің одан әрі жоғарылауымен өзгермейтін тұрақты ток күшімен сипатталатын болады. Бұл тұрақты диффузиялық басқарылатын ток диффузиялық ток (Id) деп аталады.

Тұрақты полярография жағдайында теңдеу пішінді қабылдайды

Id=kCM,

мұндағы k – анықталатын ионның табиғатына, ортаға, температураға және электродтың сипаттамаларына байланысты тұрақты шама. Сондықтан полярографияға арналған жұмыстарда капиллярдың сипаттамасы әрқашан көрсетіледі. I-тің СМ-ге сызықтық тәуелділігі сандық полярографиялық талдаудың негізі болып табылады.

Әдеттегі полярографиялық толқын (полярограмма) 8-суретте көрсетілген.

I сегмент электрохимиялық сигналдың тіркелуінен бастап электрохимиялық реакцияның басталуына дейінгі қалдық ток болып табылады, оның мәні 10-7 А деңгейінде. II сегмент электрохимиялық реакцияға байланысты Е-ден I-нің күрт өсуі. . Иондардың разряды катодта басталатындықтан, ток күрт артады, диффузиялық токтың Id шекті мәніне ұмтылады. Id тең болған кезде полярографиялық толқын теңдеуі E = E1/2 болады.

Сонымен, жартылай толқындық потенциал Е1/2 тотықсыздандырғыш ионның ток күші мен концентрациясына тәуелді емес және берілген тірек электролит ерітіндісіндегі ионның сапалық сипаттамасы болып табылады.



Сурет. 8. Полярографиялық толқынның типтік көрінісі

Ерітіндінің жоғары электр өткізгіштігін қамтамасыз ету және диффузиялық емес процестерді (мысалы, иондардың миграциясы) болдырмау үшін ерітіндіге тірек электролит (әдетте сілтілі немесе сілтілі жер металл тұзының ерітіндісі) қосылады.