

## Versuchsprotokoll

**Gleichstrompolarographie**

- Anlagen: A - Messprotokolle  
 B - Stufenpolarogramm Bleireduktion  
 C - Grafische Darstellung Halbstufenpotentialverschiebung durch Komplexbildung  
 D - Kalibrierkurven

**1. Bestimmung eines Bleihydroxokomplexes**

Zunächst wird aus dem Stufenpolarogramm das Viertelstufenpotential  $E_{1/4}$  und das Dreiviertelstufenpotential  $E_{3/4}$  ermittelt, um die Zahl der ausgetauschten Elektronen  $z$  zu bestimmen.

$$z = \frac{56,4 \text{ mV}}{E_{1/4} - E_{3/4}} \quad (1)$$

Die Differenz der Teilstufenhöhe ergab  $0,0279 \text{ V}$ .

$$z = \frac{56,4 \text{ mV}}{27,9 \text{ mV}} \approx 2 \quad (2)$$

Die Ligandenanzahl  $p$  ergibt sich aus der Steigung des Graphen der Auftragung von  $E_{1/2}$  über  $\lg(c_{\text{NaOH}})$ . Die Komplexbildungskonstante  $K$  lässt sich aus dem Achsenabschnitt bestimmen.

$$\Delta E_{1/2} = \frac{0,059 \text{ mV}}{z} \cdot \lg K - \frac{0,059 \text{ mV}}{z} \cdot p \cdot \lg(c_{\text{NaOH}}) \quad (3)$$

Die Regression ( $y = mx + n$ ) der Halbstufenpotentiale ergibt folgende Gleichung.

$$y = -0,7197 - 0,0771 \cdot x \quad (4)$$

Mit (3) und (4) ergibt sich dann die Ligandenanzahl  $p$  nach:

$$m = -\frac{0,059 \text{ mV}}{z} \cdot p \quad \longleftrightarrow \quad p = \frac{m \cdot z}{-0,059 \text{ mV}} = \frac{0,0771 \cdot 2}{0,059} = 2,61 \quad (5)$$

und die Komplexbildungskonstante  $K$

$$n = \frac{0,059}{z} \cdot \lg K \quad \longleftrightarrow \quad K = 10^{\frac{n \cdot z}{0,059}} \approx 10^{-25} \quad (6)$$

## 2. Bestimmung von Ascorbinsäure

Für die Bestimmung von Ascorbinsäure in Fruchtsäften wurden Kalibrierungen bezüglich der Peakhöhe und Fläche bei Differentieller Verarbeitung der Messdaten. Die Graphen der Kalibrierkurven sind in Anlage D.1 und D.2 beigelegt. Bei der Messung der nachfolgend tabellierten Standards ergaben sich die aufgeführten Funktionen.

Volumen zugesetzter Standard ( $1 \text{ g} \cdot \text{l}^{-1}$ )	resultierende Konzentration Ascorbinsäure
$10 \mu\text{l}$	$0,5 \text{ mg} \cdot \text{l}^{-1}$
$25 \mu\text{l}$	$1,25 \text{ mg} \cdot \text{l}^{-1}$
$50 \mu\text{l}$	$2,5 \text{ mg} \cdot \text{l}^{-1}$
$75 \mu\text{l}$	$3,75 \text{ mg} \cdot \text{l}^{-1}$
$100 \mu\text{l}$	$5 \text{ mg} \cdot \text{l}^{-1}$

Kalibrierfunktionen bzgl.

$$\text{Peakhöhe} \quad f(x) = (7,1 \cdot 10^{-6} \pm 1 \cdot 10^{-7}) \cdot x - (7 \cdot 10^{-10} \pm 3 \cdot 10^{-10}) \quad (7)$$

$$\text{Peakfläche} \quad f(x) = (4,1 \cdot 10^{-7} \pm 7 \cdot 10^{-9}) \cdot x - (6 \cdot 10^{-11} \pm 2 \cdot 10^{-11}) \quad (8)$$

Die Messung der Säfte ergab die nachfolgende Werte in den Probelösungen, bei denen jedoch noch beachtet werden muss, dass sie durch Probenverdünnung erhalten wurden. Das einbringen von  $50 \mu\text{l}$  Saft in  $20 \text{ ml}$  Leitelektrolyt erzeugt eine Verdünnung um den Faktor 400.

	Gehalt nach	
	Kalibrierung Peakhöhe	Kalibrierung Peakfläche
<b>Grapefruitsaft</b>	$0,83 \text{ mg} \cdot \text{l}^{-1} (0,33 \text{ g} \cdot \text{l}^{-1})$	$0,82 \text{ mg} \cdot \text{l}^{-1} (0,33 \text{ g} \cdot \text{l}^{-1})$
<b>Zitronensaft</b>	$1,65 \text{ mg} \cdot \text{l}^{-1} (0,66 \text{ g} \cdot \text{l}^{-1})$	$1,98 \text{ mg} \cdot \text{l}^{-1} (0,79 \text{ g} \cdot \text{l}^{-1})$
<b>Orangensaft</b>	$1,18 \text{ mg} \cdot \text{l}^{-1} (0,47 \text{ g} \cdot \text{l}^{-1})$	$1,12 \text{ mg} \cdot \text{l}^{-1} (0,45 \text{ g} \cdot \text{l}^{-1})$
<b>unbekannte Probe</b>	$0,64 \text{ mg} \cdot \text{l}^{-1} (0,25 \text{ g} \cdot \text{l}^{-1})$	$0,65 \text{ mg} \cdot \text{l}^{-1} (0,26 \text{ g} \cdot \text{l}^{-1})$

### Berechnung Nachweisgrenze

Mit

$$x_{NG} = \frac{s_y}{m} \cdot t \cdot \sqrt{\frac{1}{N} + \frac{1}{N} + \frac{\bar{x}^{-2}}{Q_{xx}}} \quad (9)$$

und den nötigen Werten ergibt sich eine Nachweisgrenze von  $0,05 \text{ mg} \cdot \text{l}^{-1}$  bei Nutzung der Peakhöhe und  $0,01 \text{ mg} \cdot \text{l}^{-1}$  bei Nutzung der Peakfläche. Diese Nachweisgrenzen beziehen sich auf die wahre Konzentration im Leitelektrolyten.