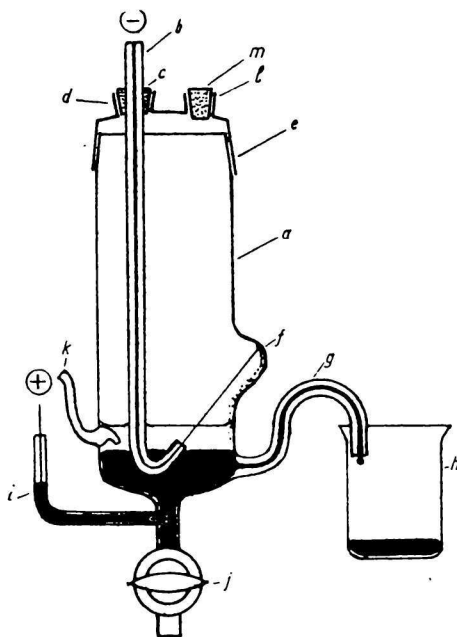

EXPERIMENTÁLNA TECHNIKA

MIKRONÁDOBKÁ PRE OSCILOGRAFICKÚ POLAROGRAFIU

MIROSLAV ZIKMUND

 Oddelenie anorganickej chémie Chemického ústavu Slovenskej akadémie vied
 v Bratislave

Pri práci s ortuťovou prúdovou elektródou používajú sa predovšetkým nádoby, v ktorých ortuť z kapilárnej elektródy prúdi šikmo hore. Okrem pôvodného typu nádoby pre objem nad 100 ml sa dnes častejšie používa úspornejší typ tvaru písmena A pre objem 15—20 ml [1, 2]. Najnovšie bola opísaná modifikovaná nádoba pre prúdovú elektródu [3—5], kde je potrebný objem 20 ml. Má tvar písmena O a je vhodnejšia pre kvantitatívne merania. Nádoby, v ktorých ortuť z kapilárnej elektródy prúdi zvisle dolu [6, 7], používajú sa v praxi len veľmi zriedka.



Obr. 1.

Pri konštrukcii mikronádoby (obr. 1) sa na rozdiel od predchádzajúcich typov zvolila za základ skúmavka *a* o priemere 2—4 cm (podľa potreby). Do skúmavky je zhora zasunutá hrubostenná kapilára *b* o vnútornom priemere 1—2 mm, ktorá je pri ústí zúžená (vytiahnutím v plameni) na vnútorný

priemer 0,1 mm a ohnutá šikmo nahor. Upevnená je pomocou prevrtanej gumovej zátky c v hrdle d vrchnáka e so zabrusenými okrajmi, takže ju možno príslušným tlakom vytiahnuť alebo spustiť na vhodnú výšku. Do kapiláry sa ortuť privádza z rezervoára gumovou hadicou pod tlakom 50—60 cm Hg. Prívodný drôt do ortuti na dne nádobky sa vloží do ortuťou naplnenej trubičky i .

Ortuť prúdiaca z kapiláry šikmo nahor naráža na pologulovito vyfúknutú stenu f skúmavky a , odkiaľ sa odráža smerom nadol a padá na dno. Na spodnej stene skúmavky nad dnom je pritavená hrubostenná sklenená trubička g tvaru násosky o vnútornom priemere 1—2 mm, ktorá je odrezaná vo výške, v ktorej treba v nádobke udržiavať konštantnú hladinu nepolarizovateľnej ortuťovej elektródy. Pri takomto usporiadaní všetka ortuť pritekájúca prúdovou elektródou po dopade na dno ihneď vytečie násoskou g do kadičky h alebo do inej vhodnej nádoby.

Elektrolyt ako špecificky ľahší je v nádobke nad hladinou ortuti, preto nemôže násoskou vytiecť z nádobky. Keďže aj elektrolyt strhnutý prúdom ortuti ihneď stečie po stene nádobky späť, zabráni sa priebehom práce akýmkoľvek stratám analyzovaného elektrolytu. Anódová ortuť sa priebehom práce ustavične vymieňa a vyteká z mikronádobky úplne suchá.

Pretože ani hladina nepolarizovateľnej ortuti ani objem elektrolytu sa priebehom polarografovania nemenia, má konštantnú dĺžku aj stĺpec polarizovateľnej ortuti ponorený v elektrolyte. Týmto je splnený predpoklad pre kvantitatívne vyhodnocovanie oscilogramov. Oscilogram je počas práce úplne pokojný a jeho veľkosť sa nemení.

Najmenší objem elektrolytu je približne 3 ml (podľa priemeru nádobky). Pretože zloženie elektrolytu sa pri práci pomerne rýchlo mení, možno (najmä pri dlhšie trvajúcej práci) použiť primerane viac elektrolytu. Požadovanú dĺžku ponoreného stĺpca polarizovateľnej ortuti možno podľa objemu elektrolytu upraviť vysúvaním alebo zasúvaním kapiláry. Ak pri porovnávacích meraniach pipetujeme do nádobky vždy rovnaký objem elektrolytu, dosiahneme vždy rovnako dlhý stĺpec polarizovateľnej ortuti.

Kyslík z elektrolytu možno vytláčať prúdom indiferentného plynu privádzaného trubičkou k . Obdobne možno elektrolyt miešať. Ak sú v analyzovanom elektrolyte povrchovo aktívne látky, ortuť vytvára drobné ťažko splývajúce kvapôčky. Pretože sa tieto kvapôčky hromadia na dne nepolarizovateľnej ortuťovej elektródy, nádobku v takomto prípade nemožno použiť.

Pri plnení nádobky sa najprv otvorom l vo vrchnáku, ktorý môžeme podľa potreby uzavrieť zátkou m , pridá cez lievnik s dlhou stopkou anódová ortuť takmer do výšky horného oblúka násosky. Potom sa tým istým otvorom pridá z pipety elektrolyt a nechá sa pritekať prúd ortuti z kapiláry. V dôsledku

toho začne rýchlo vytekať ortuť z násosky a hladina ortuti v nádobke začne klesať, až sa ustáli na výške určenej výškou odrezaného konca násosky.

Nádobka sa vyprázdňuje kohútom *j* na dne, ktorým možno vypustiť osobitne anódovú ortuť a osobitne elektrolyt. Pri čistení nádobky sa vrchnák s kapilárou odloží, takže do nádobky je veľmi dobrý prístup. Práca s opísanou mikronádobkou pre oscilografickú polarografiu je pohodlná a rýchla.

Súhrn

Opisuje sa jednoduchá konštrukcia mikronádobky pre oscilografickú polarografiu za použitia prúdovej ortuťovej elektródy.

МИКРОСОСУД ДЛЯ ОСЦИЛЛОГРАФИЧЕСКОГО ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

МИРОСЛАВ ЗИКМУНД

Отделение неорганической химии Химического института Словацкой Академии наук
в Братиславе

Выводы

Был изготовлен простой микрососуд для осциллографического полярографического анализа с применением струйчатого ртутного электрода.

Поступило в редакцию 22. 1. 1957 г.

EINE MIKROZELLE FÜR DIE OSZILLOGRAPHISCHE POLAROGRAPHIE

MIROSLAV ZIKMUND

Abteilung für anorganische Chemie des Chemischen Instituts
an der Slowakischen Akademie der Wissenschaften in Bratislava

Zusammenfassung

Es wurde eine einfache Mikrozelle für die oszillographische Polarographie mit strömender Quecksilberelektrode konstruiert.

In die Redaktion eingelangt den 22. 1. 1957

LITERATÚRA

1. Heyrovský J., Forejt J., Z. phys. Chem. 193, 77—96 (1943). — 2. Heyrovský J., Forejt J., *Oscilografická polarografie*, Praha 1953, 59. — 3. Györbíró K., Poós L., Magyar kém. Folyóirat 62, 64—66 (1956). — 4. Proszk J., Györbíró K., Chem. Zvesti 11, 198—204 (1957). — 5. Györbíró K., Poós L., Acta Chim. Acad. Sci. Hung. 9, 185—189 (1956). — 6. Ríus A., Llopis Mari J., Anal. fis. y quím. 42, 617 (1946); Chem. Abstr. 41, 4729 (1947). — 7. Koryta J., Chem. Listy 46, 204—207 (1952).

Došlo do redakcie 22. 1. 1957