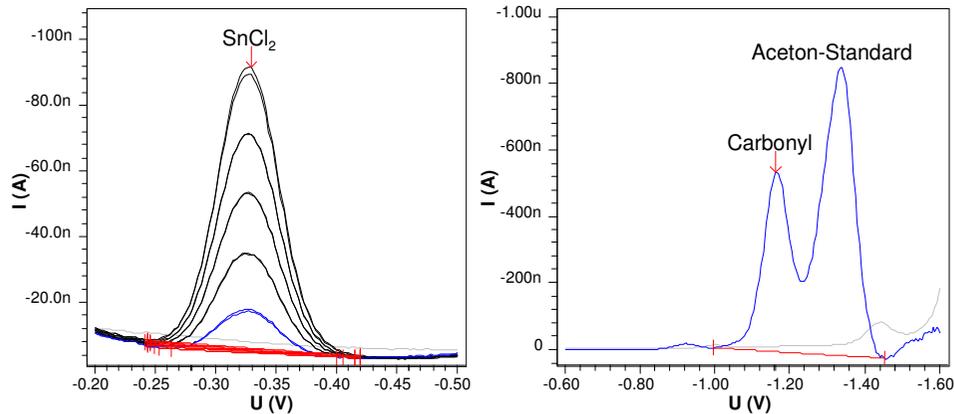


## Beispiele

### Zinn (II) in einem medizinischen Diagnosemittel

$\text{Sn}^{2+}$  - Ionen lassen sich an der tropfenden Quecksilberelektrode, bei einem Halbstufenpotential für  $\text{Sn}^{2+}$  -Ionen von  $E = -0,37 \text{ V}$  ( $\text{Sn}^{2+} + 2 e^- \rightarrow \text{Sn}$ ) gegen  $\text{Ag}/\text{AgCl}$ , bestimmen. Die Quantifizierung erfolgt durch vierfache Aufstockung mit einem Zinnchlorid-Standard und Auswertung der Peakhöhe..



### Bestimmung von Carbonyl-Gruppen in Diethylether

Carbonyl-Gruppen werden an der tropfenden Quecksilberelektrode, bei einem Halbstufenpotential  $E = -1,15 \text{ V}$  gegen  $\text{Ag}/\text{AgCl}$  bestimmt. Die Quantifizierung erfolgt als Limittest durch einen Vergleich der entsprechenden Peakflächen der Probe und der mit einem Aceton-Standard aufgestockten Probe.

Wir sichern Ihnen ein hohes Qualitätsniveau aller Untersuchungen zu. Mit der Erfahrung aus einer langen Konzerntradition werden Ihre analytischen Aufgaben von unseren Spezialisten ideenreich und zielstrebig gelöst.

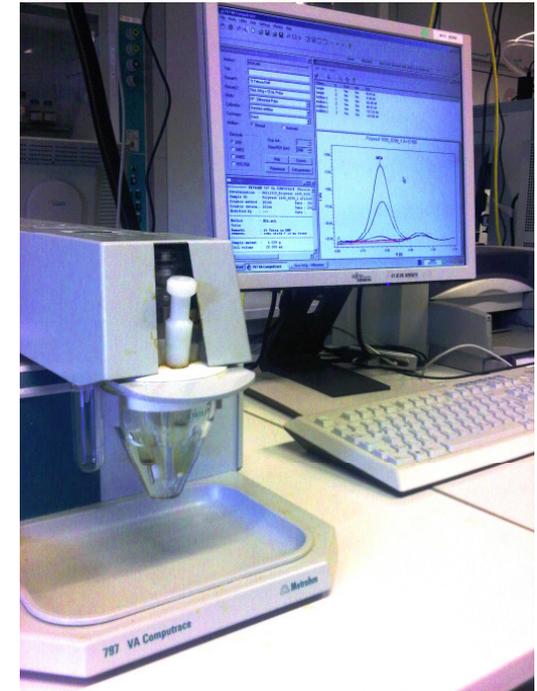
Gerne erstellen wir Ihnen für Ihre speziellen Fragen ein individuelles Angebot. Bitte sprechen Sie uns an!

#### AQura GmbH

**Standort Marl**  
Paul-Baumann-Str. 1  
45772 Marl

**Standort Hanau**  
Rodenbacher Chaussee 4  
63457 Hanau

[www.aqura.de](http://www.aqura.de)



## Polarographie – Spurenbestimmung in schwierigen Matrices

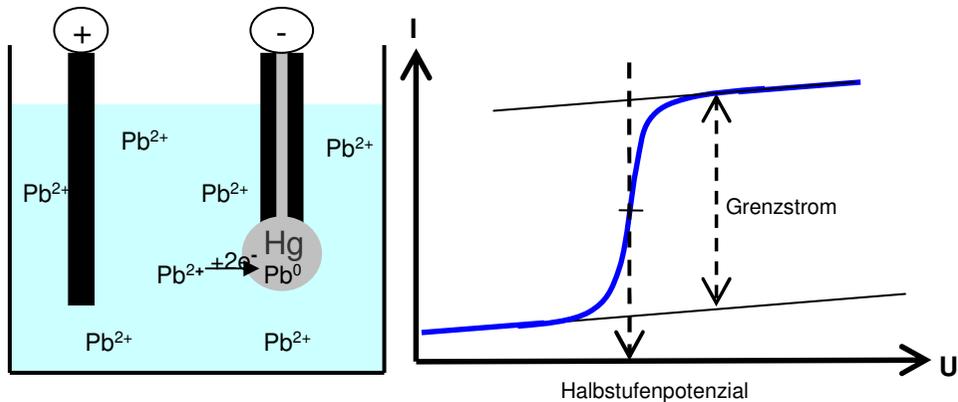
Die Polarographie ist ein vielseitiges elektrochemisches Analyseverfahren, das sowohl qualitative, wie auch quantitative Informationen über die Zusammensetzung einer Probe liefert. Sie kann damit sowohl für Identitäts- und Reinheitsprüfungen eingesetzt werden als auch Gehaltsprüfungen ermöglichen. Sie ist die Grundlage vieler offizieller Methoden (ISO, ASTM, DIN, USP, etc.).

### Messprinzip

Die Polarographie ist ein Spezialfall der Voltammetrie. Während die Voltammetrie im Allgemeinen stationäre Elektroden verwendet, wird bei der Polarographie eine Quecksilbertropfelektrode als Arbeitselektrode eingesetzt.

Bei der klassischen Gleichspannungspolarographie (bzw. -voltammetrie) (DC) wird eine lineare rampenförmige Spannung an die elektrolytische Zelle angelegt, die die Probe in einem Grundelektrolyten enthält. Der resultierende Strom wird als analytisches Signal registriert. Man erhält stufenförmige Strom-Spannungs-Kurven, bei denen das Halb-stufenpotential die qualitative und der Diffusionsgrenzstrom die quantitative Information zur Substanz liefert.

Aufgrund von Überspannungseffekten können an polarisierbaren Elektroden in gewissen Bereichen Spannungen angelegt werden, ohne dass es zu einem Stromfluss kommt, sofern sich keine elektrochemisch aktiven (oxidier- bzw. reduzierbaren) Substanzen in der Lösung befinden. Ist dies jedoch der Fall, kommt es bei einem für die Substanz charakteristischen Potential zum Ladungsdurchtritt an der Elektrode und es fließt ein Strom, der der Stoffkonzentration proportional ist.



Quecksilber hat einen sehr ausgedehnten negativen Potentialbereich, der hauptsächlich kathodische d. h. reduktive Umsetzungen zulässt. Die Grenzen der Polarisierbarkeit sind außer vom Elektrodenmaterial auch von der Grundlösung abhängig. Durch die Wahl der Grundlösung lassen sich die Halbwellenpotentiale der verschiedenen Spezies und damit die Selektivität und Empfindlichkeit stoffspezifisch beeinflussen.

#### Grundlösung

Na-acetat		Cr(III)	Zn(II)	In(III) Cd(II)		Bi(III)	Sn(II)		
				Sn(II)		Cu(II)			
NH <sub>3</sub> /NH <sub>4</sub> Cl	Mn(II)	Cr(III)	In(III)	Cd(II) Sn(II)		Cu(II)	Cu(II)		
		Zn(II)							
KCl	Mn(II)	Cr(III)		Cd(II) In(III)	Sn(II)	Cu(II)	Bi(III)		
		Zn(II)							
	-1.6	-1.4	-1.2	-1	-0.8	-0.6	-0.4	-0.2	0
	Halbwellenpotential (V)								

Zur Reduktion von Störeinflüssen und Verbesserung der Genauigkeit und Empfindlichkeit werden verschiedene Messtechniken angewendet, z. B. außer der o. g. Gleichstrompolarographie (DC), die DC-Tastpolarographie, die differentielle Pulspolarographie (DP) oder neben weiteren auch die Stripping Voltammetrie (Inverse Voltammetrie), bei der der Analyt vor seiner

voltammetrischen Bestimmung zunächst elektrolytisch auf der Arbeitselektrode angereichert wird. Damit lassen sich Nachweisgrenzen im ppb- bis ppt-Bereich realisieren.

Je nach Messtechnik kann die Multimode Elektrode (MME) unterschiedlich betrieben werden: Entweder als kontinuierlich tropfende Elektrode (DME) oder als statische Tropf-elektrode (SMDE), bei der der Tropfen eine Zeit lang konstant gehalten wird oder nur mit einem einzelnen hängenden Tropfen (HMDE). Die Kalibrierung erfolgt im Allgemeinen durch Aufstocken mit einem Standard.

## Einsatzgebiete

Die Polarographie hat ein sehr weites Anwendungsgebiet. Sie eignet sich zur empfindlichen und genauen Analyse sehr vieler anorganischer und organischer Stoffe. Viele Elemente liegen in elektrochemisch zugänglichen Oxidationsstufen vor. Gleiches gilt für organische Verbindungen. Auch neutrale Moleküle können an Elektroden umgesetzt werden. Typische Analyten sind:

#### Kationen

Aluminium, Antimon, Arsen, Beryllium, Blei, Cadmium, Chrom, Eisen (III) und Eisen (II), Kupfer, Nickel, Selen, Vanadium, Zink, Zinn, Ammonium, u. v. m.

#### Anionen

Sulfide, Sulfite und Thiosulfate, Chloride und Bromide, Nitrate, Nitrite, Cyanide, Phosphate

#### Organische Verbindungen

Vitamin C in Fruchtsäften, Vitamin B<sub>2</sub>, Vitamin B<sub>9</sub>, Nicotinamid, Cystin und Cystein, Öl in Wasser, Pestizide, Aldehyde

## Vorteile

Die Polarographie wird häufig für spezielle Analysen eingesetzt, die mit anderen Verfahren nicht oder mit hohem Aufwand durchführbar sind. Aufgrund ihrer sehr hohen Empfindlichkeit eignet sie sich z. B. zur Spurenanalyse von Schwermetallen.

Im Gegensatz zu spektroskopischen Verfahren kann die Polarographie dabei auch zwischen verschiedenen Oxidationsstufen von Metallionen unterscheiden (Speziationsanalyse), ebenso zwischen freien und komplexierten Metallionen. Damit sind Aussagen zur Bioverfügbarkeit und Toxizität von Schwermetallen möglich. Gegenüber der AAS und der ICP bietet die Polarographie verschiedene Vorteile:

- einfache Probenvorbereitung
- anwendbar auf Lösungen mit hohen Salzkonzentrationen (z.B. Galvanikbäder)
- kurze Analysenzeiten
- Simultanmessung mehrerer Metalle möglich
- teilweise sehr niedrige Nachweisgrenzen (bis in den ppt-Bereich)