

## ĆWICZENIE 1.

### Oznaczanie zawartości jonów jodkowych za pomocą jonoselektywnej elektrody jodkowej

*Aparatura:* Wielofunkcyjny przyrząd komputerowy typu CX-721 lub CX-731  
Elektroda jonoselektywna  
Elektroda kalomelowa (NEK)  
Mieszadło magnetyczne wraz z uchwytem  
Regulator napięcia

*Szkło laboratoryjne:* kolby miarowe, pipety, zlewki

*Roztwory:* 0,1M KNO<sub>3</sub>, 0,1000 M KI, 0,5000M KI

#### Cz. I. Kalibracja elektrody jonoselektywnej.

W umieszczonym na statywie mieszadła uchwycie umocować elektrodę jonoselektywną i elektrodę kalomelową (NEK). Obie elektrody dokładnie opłukać, osuszyć i podłączyć do wielofunkcyjnego przyrządu komputerowego (WPK).

Do WPK podłączyć zasilacz i czujnik temperatury. Zasilacz podłączyć do sieci. Po włączeniu WPK przyciskiem znajdującym się na tylnej ściance ustawić na ekranie funkcję "Ion" i wywołać przyciskiem "enter". Przejść do "kalibracji" poprzez "enter". Nastawić na badany jon (I<sup>-</sup>), wywołać. Do górnej części tabeli wpisać wartości stężeń (I<sup>-</sup>) (w μmol/l) roztworów. Należy obliczyć stężenia jonu (I<sup>-</sup>), jeżeli do kolbek o pojemności 10 cm<sup>3</sup> dodano kolejno: 0,200; 0,400; 0,600; 0,800; 0,900; 1,000 cm<sup>3</sup> roztworu wyjściowego KI (0,1000 M).

Nacisnąć klawisz "cal". Przyrząd przygotowany jest do kalibracji elektrody. Po zanurzeniu elektrod do roztworu wzorcowego nacisnąć klawisz "start", a po ustaleniu się wyniku "enter". Po zakończeniu kalibracji wpisać ją do pamięci WPK.

Wyniki pomiarów zanotować w tabeli.

Tabela 1.

c(I <sup>-</sup> ) [mmol/l]	pI	E [mV]

W oparciu o powyższą tabelę sporządzić wykres  $E = f(pI)$ , czyli charakterystykę stosowanej elektrody jonoselektywnej. Wykres taki nazywany jest również „krzywą wzorcową”, w oparciu o którą można wyznaczyć stężenie analizowanych jonów znając potencjał elektrody w badanym roztworze.

## Cz. II. Oznaczenie zawartości jonów jodkowych w badanych roztworach.

### 1. Metoda bezpośrednia

Otrzymane w kolbkach miarowych o poj. 10,00 cm<sup>3</sup> roztwory do analizy rozcieńczyć do kreski 0,1M roztworem KNO<sub>3</sub>, wymieszać dokładnie i przelać do zlewek. Zanurzyć w roztworach opłukane i osuszone elektrody. WPK ustawić na **"Ion"** i wywołać. Odczytać wynik. Poprzez klawisz **"enter"** wejść do **"Pomiar"**, przestawić jednostkę na **"g/l"**, wyjść z **"Pomiaru"** i ponownie odczytać wynik. Postępowanie powtórzyć dla drugiego badanego roztworu.

### 2. Metoda dodatku wzorca

Otrzymany w kolbce o poj. 25,00 cm<sup>3</sup> roztwór do analizy rozcieńczyć do kreski 0,1M roztworem KNO<sub>3</sub> i dokładnie wymieszać. Pipetą pełną przenieść do zlewki 10,00 cm<sup>3</sup> roztworu [V<sub>x</sub>], zanurzyć opłukane i osuszone elektrody, WPK ustawić na „mV”, wywołać i odczytać wynik. W tabeli zapisać jako [E<sub>1</sub>]. Mieszadło magnetyczne podłączyć do regulatora napięcia, a regulator napięcia do sieci. Następnie, bez usuwania elektrod ze zlewki, do analizowanego roztworu dodać ostrożnie 0,100 cm<sup>3</sup> wzorca-0,5000M KI [V<sub>w</sub>], umieścić mieszadło i uruchomić mieszadło magnetyczne. Odczytać wynik i zapisać jako [E<sub>2</sub>]. Z wykresu otrzymanego przy kalibracji elektrody obliczyć [S] – zmiana wartości E przypadająca na jedną jednostkę pI.

Tabela 2. Wartości niezbędne do wyznaczenia stężenia jonów jodkowych metodą dodatku wzorca

C <sub>w</sub> [mmol/l]	E <sub>1</sub> [mV]	E <sub>2</sub> [mV]	V <sub>x</sub> [cm <sup>3</sup> ]	V <sub>w</sub> [cm <sup>3</sup> ]	S [mV/pI]

W oparciu o poniższy wzór obliczyć stężenie molowe jonów jodkowych w badanym roztworze.

$$C_x = \frac{C_w \cdot V_w}{10^{\frac{\Delta E}{S}} \cdot (V_x + V_w) - V_x} \text{ [mmol/dm}^3\text{]}$$