

ĆWICZENIE 1.1.

Oznaczanie zawartości jonów jodkowych za pomocą jonoselektywnej elektrody jodkowej

Aparatura: Laboratoryjny przyrząd wielofunkcyjny CX-601
Elektroda jonoselektywna
Elektroda kalomelowa (NEK)
Mieszadło magnetyczne wraz z uchwytem
Szkło laboratoryjne: kolby miarowe, pipety, zlewki
Roztwory: 0,1M KNO₃, 0,1000 M KI, 0,5000M KI

Cz. I. Kalibracja elektrody jonoselektywnej.

Elektrodę jonoselektywną i elektrodę kalomelową (NEK) należy umocować w uchwycie, a następnie podłączyć je do urządzenia laboratoryjnego. Obie elektrody muszą znajdować się w roztworach kondycjonujących do czasu pomiaru. Elektrodę jodkową należy umieścić, na minimum 30 min., w roztworze kondycjonującym (KI o stężeniu 10⁻³ mol/l). Natomiast elektroda kalomelowa ma pozostać w nasyconym roztworze KCl.

Do urządzenia podłączyć zasilacz i czujnik temperatury. Zasilacz podłączyć do sieci. Po włączeniu urządzenia przyciskiem **ON**, należy nacisnąć klawisz **OPCJE**. Z ekranu opcji, z zakładki **FUNKCJE** należy wybrać **pX**, **mV**, **temperatura** oraz **pomiar**

ustalony. Następnie należy nacisnąć **POWRÓT**. Poprzez wybranie klawisza  z górnego pola, można przejść do okna **PARAMETRY POMIARU pX**. W zakładce **OGÓLNE** należy wybrać **rozdzielczość Wysoka**, **nr elektrody**, **jednostkę mol/l**. Następnie należy nacisnąć **POWRÓT**. Z menu głównego należy wybrać zakładkę **Kalibracja** i uzupełnić dane kalibracyjne (jon, punkty kalibracji). Do programu urządzenia należy wprowadzić wartości stężeń roztworów kalibracyjnych (I⁻) obliczonych na podstawie poniższych objętości i nacisnąć klawisz **POWRÓT**.

Należy obliczyć stężenia jonu (I⁻), jeżeli do kolbek o pojemności 10,00ml dodano kolejno: 0,200; 0,400; 0,600; 0,800; 1,000ml roztworu wyjściowego KI (0,1000 M).

Kalibrację należy przeprowadzić rozpoczynając od niskich wartości stężeń jonów jodkowych w stronę wyższych stężeń. Pomiary należy wykonywać w zlewkach. Pomiędzy roztworami wzorcowymi należy dokładnie opłukać elektrody wodą demineralizowaną.

Wyniki pomiarów zanotować w tabeli.

Tabela 1.

$c(I^-)$ [mol/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. 10,00ml roztwory do analizy rozcieńczyć do kreski 0,1M roztworem KNO_3 , wymieszać dokładnie i przelać do zlewki. Zanurzyć w roztworach opłukane i osuszone elektrody. Wykonać pomiar. W celu zmiany



jednostki po naciśnięciu klawisza należy przejść do okna **PARAMETRY POMIARU** i wybrać jednostkę **g/l**. Następnie należy wrócić do okna pomiarowego naciskając klawisz **POWRÓT**.

2. Metoda dodatku wzorca

Otrzymany w kolbce o poj. 25,00ml roztwór do analizy rozcieńczyć do kreski 0,1M roztworem KNO_3 i dokładnie wymieszać. Pipetą pełną przenieść do zlewki 10,00ml roztworu $[V_x]$, zanurzyć opłukane i osuszone elektrody, odczytać wynik w mV. W tabeli zapisać jako $[E_1]$. Mieszadło magnetyczne podłączyć do sieci. Następnie, bez usuwania elektrod ze zlewki, do analizowanego roztworu dodać ostrożnie 0,100ml wzorca 0,5000M KI $[V_w]$, umieścić mieszadło i uruchomić mieszadło magnetyczne. Odczytać wynik w mV i zapisać jako $[E_2]$. 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_w [mol/l]	E_1 [mV]	E_2 [mV]	V_x [ml]	V_w [ml]	S [mV/pI]

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

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