



Měření NO_2^- pomocí ISE elektrody

Anotace

Princip testu Iontově selektivní elektrody (ISE) využívají ojedinělou vlastnost membránových materiálů, vytvářejících elektrický potenciál (elektromotorickou sílu, EMF) při stanovení iontů v roztoku. Selektivní membrána elektrod je v kontaktu se stanovovaným roztokem a roztokem vnitřní náplně. Roztok vnitřní náplně má stálou koncentraci stanovovaných iontů. Podle vlastností membrány se stanovované ionty dostávají do těsného kontaktu s membránou z obou stran. EMF membrány je určeno jako rozdíl koncentrace stanovovaného iontu mezi měřeným roztokem a vnitřním plnicím roztokem. EMF pro specifické ionty v roztoku vzniká podle nernstovy rovnice:

$$E = E^0 - \frac{RT}{zF} \ln \frac{a_{red}}{a_{ox}}$$

pro kterou platí:

- E** – elektrický potenciál elektrody
- E⁰** – standardní elektrodový potenciál
- R** – molární plynová konstanta
- T** – teplota v kelvinech
- z** – počet vyměněných elektronů
- F** – Faradayova konstanta
- a** – aktivita oxidované nebo redukované formy

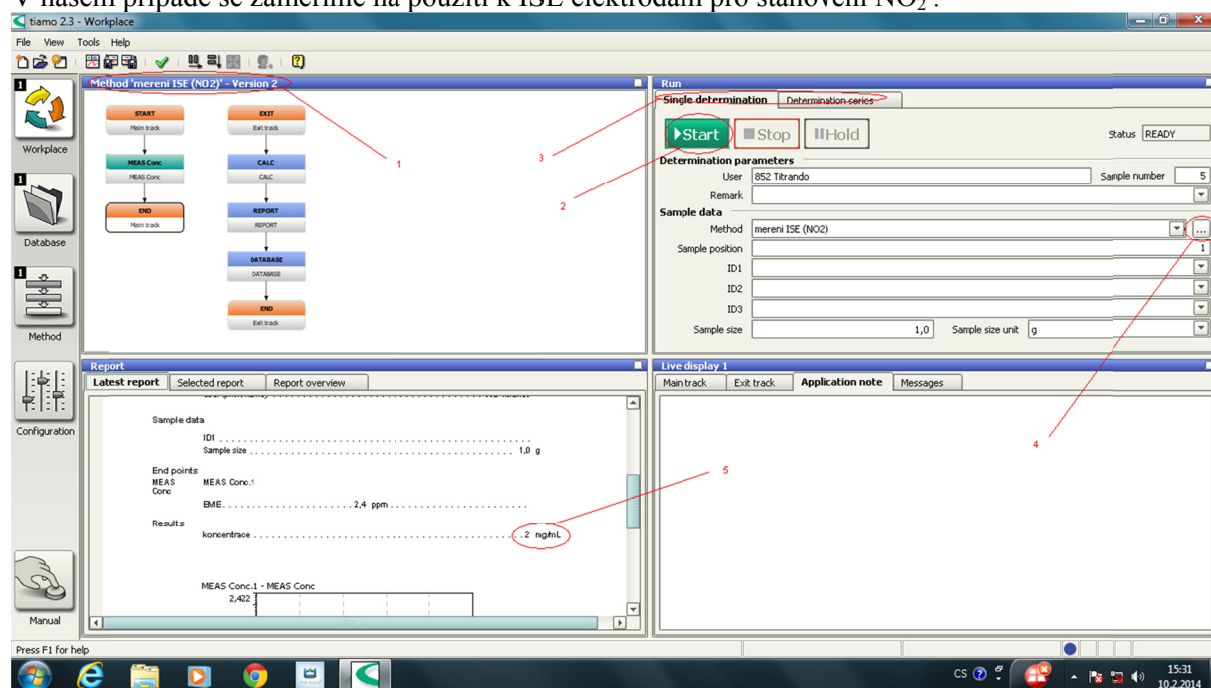


Pomůcky a chemikálie pro měření

- Dusičnanová ISE elektroda
- Pc s programem tiamo 2.3
- Metrohm 867 pH Module
- Referenční ISE elektroda
- KNO_2
- ACS voda

Pracovní postup

Software Tiamo 2.3 slouží k jako program k práci nejenom k pH a ISE elektrodám, ale jako správa kompletního příslušenství k 867 pH Modulům, což může být titrátor, magnetické míchadlo, aj. V našem případě se zaměříme na použití k ISE elektrodám pro stanovení NO_2^- .

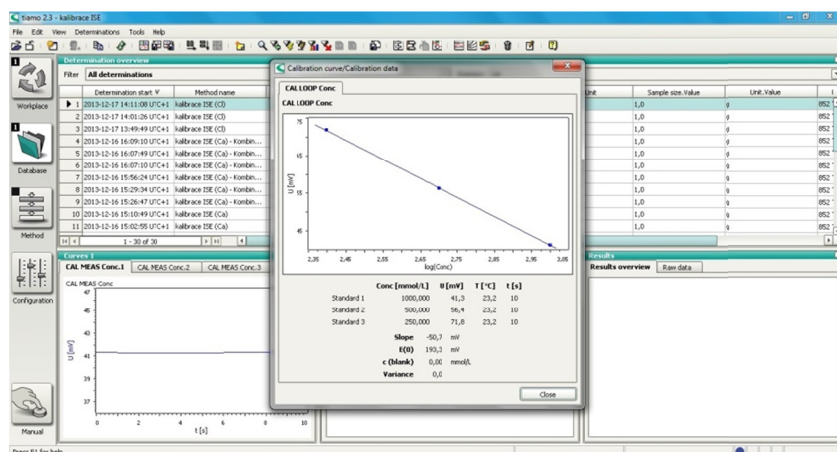


Obr 1. Interface softwaru Tiamo 2.3. 1. Název metody použité pro měření 2. Zahájení měření 3. Výběr pro měření jednoho nebo více vzorků 4. Výběr měření/kalibrování 5. Výsledek měření

Pro měření ISE elektrodou je nutná referenční elektroda, v našem případě použijeme referenční elektrodu plněnou 1 molárním roztokem KCl. Dále je vhodné zkontrolovat datum poslední kalibrace dané elektrody, elektrody by se měly kalibrovat alespoň jednou za 3 měsíce.

Spuštění kalibrace

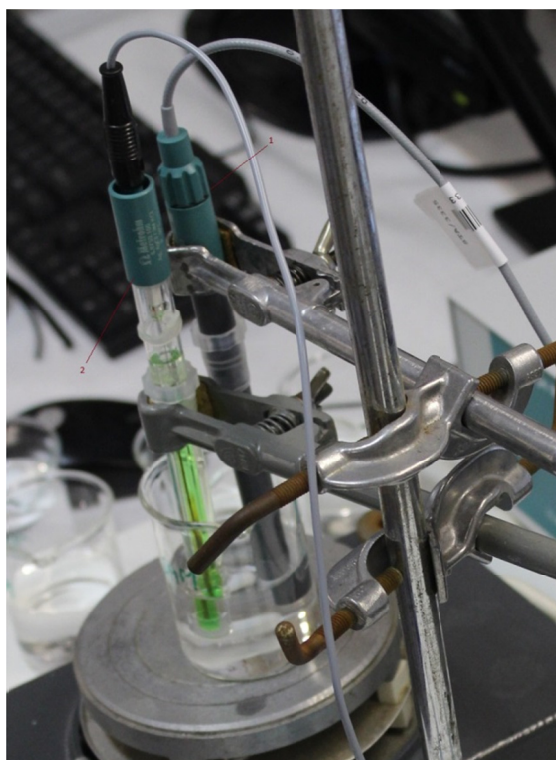
- 1) Spustit program Tiamo 2.3
- 2) Přepnout na záložku WORKPLACE (vlevo nahoře)
- 3) V pravém horním modulu v sekci SAMPLE DATA na řádku METHOD se klikne na tlačítko se třemi tečkami
- 4) V sekci METHOD GROUP vybrat kalibrace ISE a ze seznamu zvolit kalibrovanou elektrodu
- 5) V záložce METHOD (vlevo nahoře) klikneme pravým myšítkem na bublinu CAL LOOP CONC a vybereme PROPERTIES
- 6) V záložce NUMBER OF STANDARDS zvolíme počet kalibrátorů (3-5 kalibrátorů)
- 7) Do zobrazených políček vyplníme koncentrace kalibrátorů (vždy se vyplňuje koncentrace stanovovaného iontu), potvrdíme OK a uložíme (ikona diskety na liště)
- 8) Připojíme správnou ISE a referenční elektrodu a opláchneme je
- 9) Elektrody ponoříme do kalibrátoru s nejnižší koncentrací a pustíme míchání!!! POZOR!!! míchadlo může elektrody poškodit, proto se jich nesmí dotknout!!!
- 10) Kalibraci spustíme tlačítkem START a potvrdíme OK
- 11) Po změření opláchneme elektrody a použijeme další kalibrátor
- 12) Opakujeme do změření všech kalibrátorů



Obr 2. kalibrační křivka pro měření iontů NO₂⁻

Kalibrace ISE NO_2^-

- 1) Nachystat roztok KNO_2 $c=1\text{ mol/l NO}_2^-$ ($m_{\text{KNO}_2}=8,51\text{ g}$ do 100ml OB)
- 2) Nachystat kalibrační řadu 1mol/l, 500mmol/l a 250mmol/l KNO_2 (minimálně 25ml)
- 3) Pustit míchání a do roztoku ponořit elektrody ISE NO_3^- polymerní a argento-chloridovou naplněnou roztokem 1M KCl!!! POZOR!!! míchadlo může elektrody poškodit, proto se jich nesmí dotknout!!!



Obr 3. Zapojení elektrod pro měření ve vzorku 1. pracovní elektroda (NO_2^-) 2. Referenční elektroda