

Woltamperometryczne oznaczanie jodków przy wykorzystaniu elektrod typu screen-printed modyfikowanych wielościennymi nanorurkami węglowymi (MWCNT-SPE)

TR

1. **Cel ćwiczenia:** Celem ćwiczenia jest elektrochemiczne oznaczenie zawartości jodu w preparatach leczniczych przy wykorzystaniu układu elektrod na bazie wielościennych nanorurek węglowych (MWCNT-SPE).

Przygotowanie ćwiczenia:

1. Przygotować serię roztworów jodku potasu o stężeniach: 0,02 mM, 0,04 mM, 0,06 mM, 0,08 mM, 0,1 mM wykorzystując roztwór wzorcowy o stężeniu 1 mM KI w buforze fosforanowym (0,1 M PBS) o pH = 7,4.
2. Podłączyć elektrody. Uruchomić układ pomiarowy (postępować według poleceń prowadzącego)
3. W celu ustabilizowania elektrody roboczej zarejestrować woltamperogramy cykliczne w samym elektrolicie podstawowym (0,1 M PBS). W tym celu wykonać 10 skanów w zakresie od 0,2 V do 1,0 V z szybkością przesuwu potencjału $v = 20$ mV/s. Woltamperogramy powinny wykazywać prąd pojemnościowy bez widocznych pików redoks.
4. Dla każdego badanego roztworu zawierającego KI wykonać 3 skany woltamperometryczne w zakresie od 0,2 V do 1,0 V z szybkością przesuwu potencjału $v = 20$ mV/s. Zmierzyć wysokość pików utleniania KI dla trzeciego skanu woltamperometrycznego.
5. Tabletkę preparatu Jodid 100 rozetrzeć w moździerzu. Powstały proszek przenieść ilościowo do fiołki na 10 ml i rozpuścić w 0,1 M PBS. Zawiesinę wstawić do ultradźwięków na 10 min.
6. Powstałą zawiesinę przesączyć na sączku bibułowym, bądź strzykawkowym i do dalszych badań wykorzystać klarowny roztwór.
7. Zarejestrować woltamperogramy dla próbki badanej w warunkach pomiarowych identycznych jak w pkt. 4. Zmierzyć wysokość pików utleniania KI.

Opracowanie wyników:

1. Na podstawie zmierzonych pików prądowych wykreślić krzywą kalibracyjną $I = f(c)$
2. Na podstawie krzywej wzorcowej obliczyć zawartość KI w preparacie.

Zagadnienia do zapoznania:

Reakcje redukcji/utlenienia, odwracalność reakcji elektrodowych, siła elektromotoryczna, potencjały półogniw, metody elektroanalityczne (amperometria, woltamperometria), właściwości elektrochemiczne mikroelektrod.