

POTENCJOMETRIA

Instrukcja do ćwiczeń laboratoryjnych

W czasie wykonywania ćwiczeń należy bezwzględnie stosować się do zaleceń asystentów prowadzących ćwiczenie, oraz dbać o powierzony sprzęt. W razie zniszczenia aparatury na skutek rażących zaniedbań student może zostać zobligowany materialnie do wyrównania poczynionych strat.

ĆWICZENIE 2.

(a) Pomiar pH elektrodą szklaną

(b) Potencjometryczne oznaczanie kwasu octowego przy użyciu elektrody szklanej

Aparatura: Wielofunkcyjny przyrząd komputerowy CX-721 lub CX-731
Zespolona elektroda szklana
Mieszadło magnetyczne wraz z uchwytem
Regulator napięcia
Zasilacz stabilizowany
Czujnik temperaturowy

Odczynniki i sprzęt laboratoryjny: Komplet 3 wzorców pH (wzorce NBS), 0,2000M KOH, próbka kwasu octowego, biureta, kolba miarowa, pipeta, zlewki, przewody, łapy

Cz. I. Wyznaczanie charakterystyki elektrody szklanej.

Charakterystyką elektrody szklanej nazywamy wyznaczoną doświadczalnie zależność pomiędzy potencjałem elektrody a wartościami pH buforów wzorcowych. Charakterystyka idealnej elektrody szklanej przedstawia (zgodnie z równaniem Nernsta: $E = E_0 - k \cdot \text{pH}$) linię prostą, dla której bezwzględna wartość tg kąta nachylenia (k) ma wartość: w temperaturze 20°C (293K) 58,16 mV, w temperaturze 25°C (298K) 59,16 mV. W rzeczywistości każda elektroda szklana ma inną charakterystykę, zmienną w czasie. Prostoliniowa zależność potencjału elektrody od $\log a_{\text{H}^+}$ występuje tylko w pewnym zakresie aktywności jonów wodorowych (ściślej jonów H_3O^+). Pomiar pH z zastosowaniem danej elektrody możliwy jest tylko w zakresie pH, w którym charakterystyka elektrody wykazuje przebieg prostoliniowy.

Wykonanie pomiarów:

Do WPK podłączyć zasilacz stabilizowany S Z 6V/500 mA (gniazdo **POWER**) i czujnik temperatury (gniazdo **"temp."**). Zasilacz podłączyć do sieci. Na statywie mieszadła umieścić ogranicznik przesuwu uchwyty elektrody, uchwyt elektrodowy, a w nim elektrodę szklaną zespoloną. Elektrodę opłukać wodą destylowaną i osuszyć ostrożnie ligniną (unikać pocierania!). Podłączyć elektrodę do WPK (gniazdo **"pH"**). Strzałką ustawić na ekranie funkcję **"pH"**. Wywołać klawiszem **"ENTER"**. Przez ponowne naciśnięcie klawisza **"ENTER"** przejść do **"ustawiania parametrów"**,

przesunąć strzałką kursor na "**Kalibrację**" i wywołać klawiszem "**ENTER**". Przesunąć kursor na "**Tryb kalibracji**" i nastawić "**półauto**". Wywołać klawiszem "**ENTER**". Wpisać do tabeli podane przez asystenta wartości pH buforów kontrolnych. Nacisnąć klawisz "**CAL**".

Elektrodę zanurzać kolejno do wyznaczonych buforów na głębokość wskazaną przez asystenta (może być ona różna w zależności od typu stosowanej elektrody). Po zanurzeniu każdorazowo nacisnąć klawisz "**START**", a po ustaleniu się wskazania "**ENTER**". Pamiętać o opłukaniu i osuszeniu elektrody przed przeniesieniem do kolejnego roztworu. Po zakończeniu kalibracji nacisnąć klawisz "**ESC**" i wpisać kalibrację do pamięci (klawisz "**ENTER**"). Przez dwukrotne naciśnięcie klawisza "**ESC**" nastawić ekran pomiaru pH.

Lp.	Nazwa buforu	pH buforu
1.	szczawianowy	1,67
2.	fosforanowy	6,88
3.	węglanowy	10,00

Cz. II. Pomiar pH roztworów kontrolnych. (a)

Zmierzyć wartości pH roztworów kontrolnych pobranych do analizy.

Cz. III. Potencjometryczne oznaczanie kwasu octowego. (b)

W przypadku pracy z WPK model CX-721:

Ustawić na ekranie funkcję "**opcje**". Po wywołaniu (klawisz "enter") ustawić na ekranie funkcję "**różne**". Po wywołaniu - pozycję "**funkcja**" ustawić na "**miareczkowanie**". W razie potrzeby można ustawić inny kontrast. Po powrocie na "opcje" ustawić na ekranie funkcję "miarecz." Po wywołaniu ustawić: biureta - "**ręczna**" titrant - "**zasada**". Po powrocie do pozycji wyjściowej ustawić na ekranie funkcję "**pH**". Po wywołaniu - wywołać "**pomiar**" i ustawić rozdzielczość - "**0,01**" i kompensację - "**auto**".

W przypadku pracy z WPK model CX-731:

Przygotowanie przyrządu do miareczkowania wykonuje się po wywołaniu funkcji "**pH**", a następnie funkcji "**pomiar**". Funkcję "**miareczkowanie**" wywołuje się w ramach funkcji "**pH**".

Po powrocie do funkcji "**pH**" WPK przygotowany jest do pomiarów miareczkowania potencjometrycznego. Nacisnąć klawisz "**start**".

Wyznaczyć masę otrzymanego do analizy kwasu octowego wg wzoru:

$$m(g) = \frac{V_T C_T M_k W}{1000}$$

gdzie:

V_T - objętość titranta zużytego do osiągnięcia punktu równoważnikowego [ml].

Wartość tę należy obliczyć wg metody zaleconej indywidualnie każdemu Studentowi przez asystenta w oparciu o zamieszczone w tabeli wyniki.

C_T - stężenie titranta (0,2000M)

M_k - masa kwasu octowego (60,05 g/mol)

W - współmierność