

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 L-askorbowego w tabletkach metodą miareczkowania potencjometrycznego przy użyciu elektrody szklanej

Aparatura: Wielofunkcyjny przyrząd komputerowy typu CX-721
lub CX-731
Elektroda szklana zespolona
Mieszadło magnetyczne
Zasilacz stabilizowany
Czujnik temperaturowy
Waga laboratoryjna

Szkło laboratoryjne: biureta, kolba miarowa, pipeta, zlewki, naczynko wagowe, moździerz i pistel, przewody, łapy

Odczynniki: Komplet 3 wzorców pH (wzorce NBS)
0,2000M KOH
Witamina C – tabletki 100mg

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 uchwytu elektrody, uchwyt elektrodowy, a w nim elektrodę szklaną zespoloną. Elektrodę opłukać wodą destylowaną i osuszyć ostrożnie lignią (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 umieszczonym na statywie mieszadła uchwycie umocować elektrodę szklaną. Elektrodę należy opłukać i osuszyć. Elektrodę podłączyć do pehametru. Mieszadło magnetyczne podłączyć do regulatora napięcia i regulator napięcia podłączyć do sieci. Podłączyć do wielofunkcyjnego przyrządu komputerowego (WPK) zasilacz stabilizowany SZ 6V/500mA i czujnik temperaturowy.

Zasilacz podłączyć do sieci.

W przypadku pracy z WPK model **CX-721**:

Po włączeniu WPK przyciskiem znajdującym się na tylnej ściance ustawić na ekranie funkcję "opcje". Po wywołaniu (klawisz "enter") ustawić na ekranie funkcję "różne". Po wywołaniu - pozycję "funkcja" ustawić na "miareczkowanie".

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 jest przygotowany do pomiarów miareczkowania potencjometrycznego. Nacisnąć klawisz "**start**".

Na statywie mieszadła umieścić łapę, a w nim biuretę napełnioną 0,2000M roztworem KOH. Ustawić właściwy poziom roztworu w biurecie.

Na wadze laboratoryjnej zważyć trzy tabletki witaminy C i obliczyć średnią masę pojedynczej tabletki. Następnie tabletki utrzeć w moździerzu i odważyć w naczynku wagowym ok. 200 mg proszku, który należy przenieść ilościowo do zlewki o pojemności 50,0 ml. Dodać odpowiednią ilość wody destylowanej.

Do zlewki wrzucić mieszadło i ustawić ją na płycie mieszadła magnetycznego. Zanurzyć w niej elektrodę. Włączyć mieszadło i wyregulować regulatorem napięcia właściwą szybkość mieszania. Wykonać miareczkowanie wstępne wprowadzając do zlewki titrant porcjami po 0,30 cm³ i po każdorazowym ustaleniu się wartości pH nacisnąć klawisz "**hold**" i wprowadzić klawiaturą do pamięci WPK dodaną ilość titranta. Miareczkowanie prowadzić, aż do momentu uzyskania dwóch wyników wartości pH > 11.-Następnie zakończyć czynność miareczkowania przez naciśnięcie klawiszy "**esc**" i "**enter**". Ustawić funkcję "**opcje**", a po wywołaniu - funkcję wyniki. Wyniki (pH jako funkcję dodanej objętości titranta) zanotować w zeszycie (wg poniższego wzoru).

V [cm ³]	pH

Przed kolejnym miareczkowaniem należy opłukać i osuszyć elektrodę, napełnić biuretę titrantem i ustawić właściwy poziom titranta w biurecie.

Analityczne miareczkowanie kwasu askorbowego należy wykonać we wskazanym przez Asystenta zakresie objętości titranta. Wyniki wartości pH należy rejestrować po każdorazowym dodaniu porcji (0,10 ml) roztworu KOH.

Wyniki zanotować w tabeli wg wzoru:

V [cm ³]	I miareczkowanie			II miareczkowanie		
	pH	$\frac{\Delta pH}{\Delta V} \cdot 10^{-1}$	$\frac{\Delta^2 pH}{\Delta V^2} \cdot 10^{-2}$	pH	$\frac{\Delta pH}{\Delta V} \cdot 10^{-1}$	$\frac{\Delta^2 pH}{\Delta V^2} \cdot 10^{-2}$

Metodą wskazaną przez Asystenta wyznaczyć objętości przypadające na punkty końcowe miareczkowania (PKM). Następnie należy wyliczyć masę kwasu L-askorbowego w przeliczeniu na tabletkę.

Wyniki zestawień w tabeli:

Lp.	m [mg] sproszkowanej tabletki	V titranta [ml] przypadająca na PKM	m [mg] kwasu L-askorbowego w analizowanej próbce	m [mg] kwasu L-askorbowego w przeliczeniu na tabletkę
1.				
2.				
				$m_{sr} = \dots\dots\dots$ mg.

Otrzymany wynik należy porównać z deklarowaną przez producenta zawartością substancji aktywnej.