

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 1.

Pomiar pH elektrodą szklaną

Aparatura: Wielofunkcyjny przyrząd komputerowy CX-721 lub CX-731
Zespolona elektroda szklana
Statyw wraz z uchwytem
Komplet 6 wzorców pH (wzorce NBS)
Przewody, zlewki

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 mieszała 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 **mV/pX**). Po włączeniu WPK przyciskiem znajdującym się na tylnej ściance - ustawić na ekranie funkcję **mV** (strzałka). Wywołać klawiszem **ENTER**.

Zanurzyć elektrodę - na głębokość wskazaną przez asystenta (może być ona różna w zależności od typu stosowanej elektrody) - kolejno we wszystkich roztworach wzorcowych, zaczynając od buforu o najniższym pH. Bufor nr 6 wlać do naczynka bezpośrednio przed pomiarem.

Przed zanurzeniem elektrody do kolejnego buforu należy ją każdorazowo opłukać i osuszyć. Odczytać wskazania aparatu po ukazaniu się na ekranie informacji "**pomiar ustalony**" i wyniki zanotować w tabeli:

Lp.	Nazwa buforu	pH buforu	E(mV)	Δ pH	Δ mV	$S = \frac{ \Delta E }{\Delta pH}$
1.	szczawianowy	1,67	-	2,33	-	-
2.	ftalanowy	4,00	-	2,88	-	-
3.	fosforanowy	6,88	-	2,34	-	-
4.	boraksowy	9,22	-	0,78	-	-
5.	węglanowy	10,00	-	2,63	-	-
6.	nasycony Ca(OH) ₂	12,63	-			
						$S_{\text{sr.}} =$

Wykonać wykres $E=f(\text{pH})$ i obliczyć graficznie bezwzględną wartość tg kąta nachylenia (współczynnik k) - wg załączonego wzoru. Porównać wyniki uzyskane algebraicznie i graficznie z wartością wynikającą z równania Nernsta. Ocenić, czy elektroda może – w badanym zakresie - służyć do pomiaru pH roztworów.

Cz. II. Pomiar pH roztworów kontrolnych.

Przełączyć przewód elektrody w WPK z gniazda "**mV/pX**" do gniazda "**pH**". Przyciskiem "**ESC**" powrócić do strony głównej. 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 "**pólauto**". Wywołać klawiszem "**ENTER**". Wpisać do tabeli podane przez asystenta wartości pH buforów kontrolnych.

Nacisnąć klawisz "**CAL**". Elektrode zanurzać kolejno do wyznaczonych buforów. 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. Zmierzyć wartości pH roztworów kontrolnych pobranych do analizy.