

ĆWICZENIE 2.

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
- Zasilacz stabilizowany
- Czujnik temperatury

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

Cz. II. Potencjometryczne oznaczanie kwasu octowego.

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"**.

Na statywie mieszadła umieścić łapę, a w niej napełnioną 0,2000M roztworem KOH biuretę. Ustawić właściwy poziom roztworu w biurecie. Otrzymaną w kolbie miarowej próbkę zawierającą kwas octowy rozcieńczyć wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać.

Do 3 zlewek o poj. 100 cm³ odmierzyć pipetą pełną po 10,00 cm³ badanego roztworu i rozcieńczyć wodą destylowaną do ok. 2/3 pojemności zlewki. Do jednej ze zlewek wrzucić mieszadło i ustawić ją na płycie mieszadła magnetycznego. Zanurzyć w niej elektrodę – tak, aby zanurzona została banieczka szklana. Włączyć mieszadło i ustawić właściwą prędkość

Przeprowadzone miareczkowanie było "miareczkowaniem wstępnym". Jego wyniki należy pokazać asystentowi, który określi sposób przeprowadzenia miareczkowania 2 pozostałych próbek (miareczkowanie to należy wykonać w pobliżu skoku miareczkowania stosując porcje titranta równe $0,10\text{ cm}^3$). Przed kolejnym miareczkowaniem należy opłukać i osuszyć elektrodę, uzupełnić biuretę titrantem i ustawić jego właściwy poziom.

[illegible]

Wyznaczyć masę otrzymanego do analizy kwasu octowego.