

KALIBRACJA ELEKTRODY SZKLANEJ I POMIAR pH

1. Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest wyznaczenie krzywej kalibracji badanej elektrody szklanej i oznaczenie pH próbki metodą potencjometrii bezpośredniej. Pomiar pH badanego roztworu dokonywany jest metodą odczytu z krzywej kalibracji elektrody a także bezpośrednio z pH-metru po jego uprzedniej kalibracji.

2. Wykonanie ćwiczenia

Wykonanie ćwiczenia polega na:

- pomiarze potencjału badanej elektrody szklanej w roztworach buforowych (wzorcach) o znanych wartościach pH np. 2.00, 4.00, 7.00 i 9.00 a następnie w badanej próbce o nieznanym pH. W tym celu należy podłączyć elektrodę szklaną do pH-metru, uruchomić pH-metr (ON/OFF), ustawić na pomiar napięcia w *mV* (MODE) w trybie pracy *measurement* (CAL MEAS). Przed każdym pomiarem dokładnie opłukać i wytrzeć elektrodę, następnie zanurzyć elektrodę w roztworze buforowym (umieszczonym w zlewce 25 ml) i zmierzyć jej SEM dwukrotnie. Odczytu SEM należy dokonywać po pojawieniu się *ready*.
- kolejnym etapem pracy jest kalibracja (wzorcowanie) pH-metru w roztworach buforowych i pomiar pH bezpośrednio za pomocą miernika. pH-metr ustawić na pomiar pH (MODE) i tryb pracy *calibration* (CAL MEAS). Wykalibrować urządzenie zgodnie z instrukcją. Przeszawić miernik na tryb pracy *measurement* (CAL MEAS), zanurzyć elektrodę w próbce i odczytać jej wartość pH.

3. Opracowanie wyników

Opracowanie wyników związane jest z wykreśleniem krzywej kalibracji, którą przedstawia się w układzie współrzędnych $SEM = f(pH)$. Wymagane jest wyznaczenie nachylenia krzywej kalibracji wyrażonego w mV/pH (np. obliczając współczynnik kierunkowy a linii regresji otrzymanej metodą najmniejszych kwadratów) w celu oceny jakości elektrody (porównanie z wartością teoretyczną). W oparciu o krzywą kalibracji należy wyznaczyć pH badanej próbki, porównując z wartością odczytaną z pH-metru.

KALIBRACJA ELEKTRODY JONOSELEKTYWNEJ I POMIAR STĘŻENIA BADANEGO JONU W PRÓBCE

1. Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest wyznaczenie krzywej kalibracji i zakresu pracy wybranej elektrody jonoselektywnej oraz oznaczenie za jej pomocą stężenia badanego jonu metodą potencjometrii bezpośredniej.

2. Wykonanie ćwiczenia

Wykonanie ćwiczenia polega na:

- pomiarze potencjału elektrody jonoselektywnej wobec elektrody referencyjnej w roztworach wzorcowych badanego jonu (zawierających elektrolit podstawowy) w celu sporządzenia krzywej kalibracji elektrody. Przygotować w kolbkach 50 ml sześć roztworów wzorcowych o stężeniu jonu oznaczanego: 10^{-6} , 10^{-5} , 10^{-4} , 10^{-3} , 10^{-2} i 10^{-1} mol/dm³; każdy z roztworów wzorcowych powinien zawierać elektrolit podstawowy (Na₂SO₄) o stężeniu 0.01 mol/dm³. Podłączyć elektrodę jonoselektywną i referencyjną do miliwoltomierza, uruchomić miernik (ON/OFF), ustawić na pomiar napięcia w mV (MODE) w trybie pracy *measurement* (CAL MEAS). Przed każdym pomiarem dokładnie opłukać elektrody, następnie zanurzyć elektrody w roztworze wzorcowym (umieszczonym w zlewce 50 ml i mieszanym za pomocą mieszadła elektromagnetycznego) i zmierzyć ich SEM. Odczytu SEM należy dokonywać po pojawieniu się *ready*.
- kolejnym etapem pracy jest pomiar potencjału elektrody jonoselektywnej w roztworze próbki badanej o nieznanym stężeniu oznaczanego jonu. W tym celu po dokładnym opłukaniu zanurzyć elektrody do roztworu próbki i zmierzyć ich SEM.

3. Opracowanie wyników

Opracowanie wyników związane jest z wykreśleniem krzywej kalibracji elektrody jonoselektywnej i wyznaczeniem nachylenia tej krzywej wyrażonego w mV/log c_x (np. obliczając współczynnik kierunkowy a linii regresji otrzymanej metodą najmniejszych kwadratów) w celu oceny jakości elektrody (porównanie z wartością teoretyczną). Na podstawie krzywej kalibracji należy wyznaczyć również zakres pracy elektrody, dolną granicę oznaczalności elektrody oraz stężenie oznaczanego jonu.

POTENCJOMETRYCZNE MIARECZKOWANIE AUTOMATYCZNE Z ZASTOSOWANIEM STANOWISKA METROHM

1. Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest pokazanie techniki potencjometrycznych miareczkowań automatycznych. Miareczkowanie automatyczne sterowane jest przez titrator, który po uruchomieniu samodzielnie dodaje porcje titranta przy pomocy biurety automatycznej, zbierając wskazania elektrody wskaźnikowej. Po dodaniu określonej objętości titranta czy osiągnięciu przez elektrodę wskaźnikową zadanego potencjału aparat zatrzymuje miareczkowanie, wykreśla krzywą miareczkowania i wykonuje obliczenia według zadanych wcześniej wzorów (po wyznaczeniu punktów końcowych). Wyniki końcowe otrzymywane są w postaci wydruku.

2. Wykonanie ćwiczenia

Wykonanie ćwiczenia polega na strąceniowym miareczkowaniu automatycznym roztworu chlorków, bromków i jodków mianowanym roztworem AgNO_3 wobec elektrody srebrowej jako wskaźnikowej i chlorosrebrowej (z kluczem elektrolitycznym) jako elektrody odniesienia. Przygotowanie próbki wymaga odpipetowania **5 ml** przygotowanej próbki do zlewki 100 ml i dodania 10 ml 0.5 mol/dm^3 roztworu KNO_3 . Zlewkę ustawić na mieszadle, umieścić element mieszający, zanurzyć elektrody (wskaźnikową i odniesienia) oraz końcówkę biurety automatycznej. Uruchomienie procedury miareczkowania następuje po naciśnięciu klawisza START za pomocą myszy. Miareczkowaniem steruje komputer, którego oprogramowanie demonstruje asystent.

3. Opracowanie wyników

Po zakończeniu miareczkowania rozpoczyna się automatycznie wydruk wyników z krzywą miareczkowania. Opracowanie wyników związane jest z interpretacją krzywej miareczkowania. Na podstawie krzywej miareczkowania należy również wyznaczyć punkty końcowe oraz obliczyć zawartość (w gramach lub mmolach) chlorków, bromków i jodków w próbce. Otrzymane zawartości należy porównać z wynikami podawanymi przez titrator.

Przygotowanie próbki:

Dodać do kolbki 100 ml po 2.0 ml roztworu KCl, KBr, KI (każdy o stężeniu 0.1M), woda do kreski. Do miareczkowania pobieramy po 5 ml próbki.