

Ćwiczenie nr 4

pH-METRIA

1. Wyznaczanie charakterystyki elektrody szklanej

Cel ćwiczenia: Głównym zadaniem jest wyznaczenie parametrów elektrody szklanej kombinowanej.

Odczynniki:

- Roztwór NaOH o stężeniu $0,2 \text{ mol/dm}^3$
- roztwór wg Brittona i Robinsona (mieszanina kwasów CH_3COOH , H_3PO_4 , H_3BO_3 o stężeniu $0,04 \text{ mol/dm}^3$ względem każdego z nich).

Aparatura i odczynniki:

- pH-metr (titrator CerkoLab) – 1 szt.
- Naczynko pomiarowe – 1 szt.
- Elektroda szklana kombinowana – 1 szt.
- Pipeta wielomiarowa o pojemności 2, 5 i 10 cm^3
- Zlewka 250 ml – 1 szt.
- Ampułki plastikowe zakręcane - 11 szt.

Sposób wykonania:

1. Wyznaczanie charakterystyki elektrody szklanej
 - a) W celu wyznaczenia charakterystyki elektrody szklanej (krzywej kalibracji) należy sporządzić serię roztworów buforowych w ampułkach plastikowych (11 roztworów) i uzupełnić wodą do 20 ml.

ROZTWÓR	OBJĘTOŚĆ ROZTWORU WG BRITTONA I ROBINSONA	OBJĘTOŚĆ ROZTWORU NaOH O STĘŻNIENIU 0,2 M	pH
1	10 ml	0 ml	1,81
2	10 ml	1 ml	2,21
3	10 ml	2 ml	3,29
4	10 ml	3 ml	4,56
5	10 ml	4 ml	5,72
6	10 ml	5 ml	6,80
7	10 ml	6 ml	7,96
8	10 ml	7 ml	9,15
9	10 ml	8 ml	10,38
10	10 ml	9 ml	11,58
11	10 ml	10 ml	11,98



- b) W naczynku pomiarowym umieścić elektrodę szklaną kombinowaną w taki sposób, aby końcówka elektrody była zanurzona w badanym roztworze (10 ml). Następnie ustawić parametry pomiaru (jako pauzę wpisujemy 1 s) i włączyć opcję kinetyka. Pomiar powtórzyć. Elektrodę i naczynko pomiarowe przemyć wodą destylowaną. Wykonać pomiary dla wszystkich roztworów zaczynając od najniższego pH.

2. Alkacymetryczne miareczkowanie kwasu jednoprotowego.

Cel ćwiczenia: Celem jest alkacymetryczne oznaczenie kwasu jednoprotowego metodą miareczkowania potencjometrycznego.

Odczynniki:

- Roztwór NaOH o stężeniu 0,1 mol/dm³
- Roztwór HCl o stężeniu 0,1 mol/dm³
- Roztwór CH₃COOH o stężeniu 0,1 mol/dm³
- aceton

Aparatura i odczynniki:

- pH-metr (titrator CerkoLab) – 1 szt.
- Naczynko pomiarowe – 1 szt.
- Strzykawka Hamilton 5 ml – 1 szt.
- Elektroda szklana kombinowana – 1 szt.
- Pipeta wielomiarowa o pojemności 2, 5 i 10 cm³
- Zlewka 250 ml – 1 szt.
- Zlewka 100 ml – 3 szt.

Sposób wykonania:

1. Oznaczanie mocnego kwasu

- a) W celu oznaczenia mocnego kwasu (HCl) do naczynka pomiarowego należy wprowadzić elektrodę szklaną kombinowaną w taki sposób, aby końcówka elektrody była zanurzona w badanym roztworze o objętości 10 ml, na który powinien składać się 2 ml roztworu HCl o stężeniu 0,1 mol/dm³ oraz 8 ml wody destylowanej.
- b) Strzykawka titratora powinna być wcześniej napełniona roztworem NaOH o stężeniu 0,1 mol/dm³, a w naczynku pomiarowym powinno znajdować się mieszadło. Proszę zwrócić uwagę na ułożenie mieszadła (elektroda nie może się znajdować zbyt blisko mieszadła, gdyż może zostać przez nie stłuczona). Strzykawkę napełniamy roztworem NaOH, a następnie całkowicie ją opróżniamy. Dopiero po takim przepłukaniu jest ona gotowa do napełnienia i miareczkowania.
- c) Następnie należy ustawić parametry pomiaru: objętość kroku zgodnie z kalibracją strzykawki, liczba kroków 200, odstęp czasowy pomiaru potencjału 15 sekund. Z wężyka teflonowego oraz strzykawki należy usunąć powietrze.
- d) Należy włączyć mieszanie i rozpocząć miareczkowanie. Po wykonaniu pomiaru naczynko pomiarowe, mieszadło i elektrodę szklaną przepłukać wodą destylowaną.



2. Oznaczanie słabego kwasu

- a) W celu oznaczenia słabego kwasu (CH_3COOH) do naczynka pomiarowego należy wprowadzić elektrodę szklaną kombinowaną w taki sposób, aby końcówka elektrody była zanurzona w badanym roztworze o objętości 10 ml, na który powinien składać się 2 ml roztworu CH_3COOH o stężeniu $0,1 \text{ mol/dm}^3$ oraz 8 ml wody destylowanej. Wszystkie pozostałe punkty należy wykonać jak dla miareczkowania mocnego kwasu.

3. Oznaczanie mieszaniny kwasów

- a) W celu oznaczenia mieszaniny słabego kwasu (CH_3COOH) i mocnego kwasu (HCl) do naczynka pomiarowego należy wprowadzić elektrodę szklaną kombinowaną w taki sposób, aby końcówka elektrody była zanurzona w badanym roztworze o objętości 10 ml, na który powinien składać się 2 ml roztworu CH_3COOH o stężeniu $0,1 \text{ mol/dm}^3$, 2 ml roztworu HCl o stężeniu $0,1 \text{ mol/dm}^3$ oraz 6 ml wody destylowanej. Wszystkie pozostałe punkty należy wykonać jak dla miareczkowania mocnego kwasu.
- b) Następnie wykonać analogiczne miareczkowanie zastępując 4 ml wody destylowanej acetonem.
- c) Po wykonaniu wszystkich pomiarów naczynka pomiarowe, mieszadło i elektrodę opłukać wodą destylowaną, wyłączyć pH-metr, umyć używane kolby i pipety, elektrodę odstawić na swoje miejsce.

Opracowanie wyników:

1. Wykreślić krzywą charakterystyki elektrody szklanej z wykorzystaniem regresji liniowej oraz podać parametry prostej.
2. Wykreślić krzywe miareczkowania mocnego kwasu HCl w wodzie oraz słabego kwasu CH_3COOH w wodzie i acetonie.
3. Na podstawie położenia skoku miareczkowania obliczyć stężenie HCl i CH_3COOH w badanych próbkach (położenie skoku miareczkowania należy każdorazowo określić inną metodą, np. stycznych, pierwszej lub drugiej pochodnej, Hahna).
4. Korzystając z parametrów prostej wyznaczonych z punkcie 1 oraz krzywej miareczkowania obliczyć pK_a kwasu octowego w wodzie.

Literatura:

1. A. Cygański, „Metody elektroanalityczne”, WNT 1995, Warszawa.
2. A. Cygański, „Podstawy metod elektroanalitycznych”, WNT 2004, Warszawa.
3. W. Szczepaniak, „Metody instrumentalne w analizie chemicznej”, PWN 2005, Warszawa.
4. J. Minczewski, Z. Marczenko, „Chemia Analityczna. Tom 3. Analiza Instrumentalna”, PWN 1998, Warszawa.
5. Poradnik fizykochemiczny, PWN 2006, Warszawa.