

WYZNACZANIE CHARAKTERYSTYKI ELEKTRODY SZKLANEJ I OZNACZENIE STĘŻENIA JONÓW WODOROWYCH W BADANYCH ROZTWORACH

Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest sporządzenie krzywej kalibracyjnej elektrody szklanej, wyznaczenie jej charakterystyki oraz na podstawie oznaczonych wartości pH badanych roztworów, określenie stężenia jonów wodorowych w tych roztworach.

Potencjał elektrod jonoselektywnych opisuje równanie Nikolskiego-Eizenmana:

$$E = E^0 + \frac{2,303 RT}{nF} \cdot \log \left(a_i + K_{i/j}^{pot} \cdot a_j^{\frac{n}{z}} \right),$$

w którym: E^0 – potencjał standardowy elektrody, a_i , a_j – aktywności jonów głównego i przeszkadzającego o wartościowościach n i z , $K_{i/j}^{pot}$ – współczynnik selektywności elektrody. Z równania tego wynika, że w 25 °C, gdy w roztworze nieobecne są jony przeszkadzające „j” krzywa kalibracyjna $E = f(\log a_i)$ wyznaczona dla elektrody badanej jest linią prostą o nachyleniu $\frac{2,303 RT}{nF} = (-59,1 \text{ mV})$. Oznacza to, że dziesięciokrotna zmiana aktywności jonów jednowartościowych ($n = 1$) powoduje zmianę potencjału elektrody jonoselektywnej o 59,1 mV.

W praktyce analitycznej parametry użytkowanej elektrody szklanej odbiegają zwykle od zaproponowanego modelu teoretycznego. Z tego powodu, każdorazowo zachodzi konieczność kalibracji używanej elektrod. Kalibracja elektrody polega na wyznaczeniu rzeczywistej zależności siły elektromotorycznej* ogniwa pomiarowego, złożonego z elektrody wskaźnikowej i elektrody porównawczej, od aktywności oznaczanego jonu lub jego stężenia w warunkach stałej siły jonowej. W przypadku elektrody szklanej najczęściej dokonuje się pomiar SEM ogniwa zanurzonego w roztworach o zmieniającym się stężeniu jonów wodorowych – pH (pH – ujemny wykładnik aktywności jonów wodorowych w roztworze; $pH = -\log [H^+]$).

Odczynniki i aparatura

- roztwory buforów o znanym pH (1 ÷ 10)
 - pH -métr wyposażony w elektrodę szklaną – kombinowaną
-

Ćwiczenia laboratoryjne: POTENCJOMETRIA I

Wykonanie ćwiczenia

1. Elektrode szklaną – kombinowaną (w jednym korpusie znajdują się dwie elektrody tworzące ogniwo pomiarowe: szklana – wskaźnikowa i chlorosrebrowa – porównawcza) umocować w statywie.
2. Wykonać pomiary siły elektromotorycznej ogniwa zanurzonego w roztworach wzorcowych.

W tym celu:

1. Na *pH*-metrze wybrać funkcję pomiaru potencjału.
2. Znajdujący się w zlewce lub w naczyniu z tworzywa sztucznego roztwór wzorcowy umieścić na mieszadle magnetycznym i zanurzyć w nim elektrodę szklaną. Elektroda powinna być zanurzona powyżej klucza elektrolitycznego (wtopione nieco ponad bańką elektrody szklanej włókno azbestowe, widoczne z boku korpusu elektrody w postaci białego punktu). To właśnie za pomocą klucza elektrolitycznego roztwór wewnętrzny elektrody szklanej kontaktuje się z roztworem badanym).
3. Wykonać pomiary SEM ogniwa zanurzonego w roztworach badanych. Podczas pomiaru roztwory mieszać przy pomocy mieszadła magnetycznego uważając, aby wirujący pręcik magnetyczny nie uderzał w kruchą, wykonaną ze szkła elektrodowego bańkę ogniwa pomiarowego.
4. Wartość siły elektromotorycznej odczytywać na *pH*-metrze (zwykle po kilkudziesięciu sekundach), po ustabilizowaniu się wartości SEM (± 1 mV). Wykonać trzy serie pomiarowe. Wyniki zapisywać w tabeli wg wzoru:

pH	SEM [mV]		
	Seria I	Seria II	Seria III
1			
2			
3			
...			

5. W ten sam sposób wykonać pomiary SEM ogniwa pomiarowego zanurzonego w otrzymanych do analizy próbkach wodnych oraz w samodzielnie pobranej próbce wody wodociągowej.

Opracowanie wyników

1. Wykreślić krzywą kalibracyjną, $SEM = f(pH)$ dla wzorcowych roztworów buforowych.
 2. Na podstawie sporządzonej krzywej kalibracyjnej oraz równania kierunkowego prostej
-

Ćwiczenia laboratoryjne: POTENCJOMETRIA I

$(y = a \cdot x + b)$ w postaci:

$$SEM = (-s) \cdot pH + SEM^0$$

wyznaczyć parametry badanej elektrody szklanej – kombinowanej (charakterystyka elektrody)
– nachylenie krzywej kalibracyjnej, s (współczynnik kierunkowy prostej) oraz potencjał standardowy ogniwa, E^0 czyli wartość potencjału, gdy pH roztworu = 0.

3. Korzystając ze sporządzonej krzywej kalibracyjnej oraz znając wyznaczoną wartość SEM ogniwa zanurzonego w badanych roztworach, odczytać pH poszczególnych roztworów i obliczyć stężenie molowe jonów wodorowych w tych roztworach.