



POTENCJOMETRIA

Zastosowanie elektrody jonoselektywnej do oznaczania jonów metali w roztworach wodnych.

Cel ćwiczenia: Charakterystyka elektrody jonoselektywnej oraz wyznaczenie zawartości jonów za pomocą elektrody jonoselektywnej.

Odczynniki:

- Azotan potasu KNO_3 o stężeniu 0,2 M
- Azotan wapnia $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$
- Azotan miedzi $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$
- Próbkki wody z jonami Cu^{2+} i Ca^{2+}

Aparatura i odczynniki:

- pH-metr (titrator CerkoLab) – 1 szt.
- Strzykawka Hamilton 5 ml – 1 szt.
- Naczynko pomiarowe – 1 szt.
- Elektroda jonoselektywna wapniowa – 1 szt.
- Elektroda jonoselektywna miedziowa – 1 szt.
- Elektroda kalomelowa – 1 szt.
- Kolba miarowa 250 ml – 1 szt.
- Kolba miarowa 50 ml – 2 szt.
- Zlewki 100 ml – 2 szt.
- Zlewki 400ml – 1 szt.
- Pipeta wielomiarowa o pojemności 5 ml – 3 szt.
- Pipeta wielomiarowa o pojemności 10 ml – 1 szt.
- Pipeta wielomiarowa o pojemności 20-25 ml – 1 szt.

Sposób wykonania:

1. Wyznaczenie krzywej wzorcowej dla elektrody jonoselektywnej

- a) W celu wyznaczenia krzywej wzorcowej dla elektrody jonoselektywnej i efektywnego zakresu stężeń pracy elektrody należy z dostępnych soli sporządzić serię roztworów kolejno $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ i $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ w taki sposób, iż pierwszy roztwór o największym stężeniu należy sporządzić z naważki na wadze analitycznej w kolbach miarowych 50 cm^3 , a kolejne roztwory o mniejszych stężeniach należy sporządzić poprzez 10-krotne rozcieńczenia, używając wyłącznie pipet. Należy każdy z roztworów dokładnie wymieszać i przed wykonaniem kolejnego odczekać ok. 5 minut (Cu^{2+}) i 2 min (Ca^{2+}) w celu ustalenia się stężenia. Należy obliczyć dokładne stężenia wykonanych roztworów (z naważki).



JON METALU	ROZTWÓR	STĘŻENIE	JON METALU	ROZTWÓR	STĘŻENIE
Ca ²⁺	1	ok. 0,4 M*	Cu ²⁺	1	ok.0,4 M*
	2	ok.0,04 M		2	ok.0,04 M
	3	ok.0,004 M		3	ok.0,004 M
	4	ok.4*10 ⁻⁴ M		4	ok.4*10 ⁻⁴ M
	5	ok.4*10 ⁻⁵ M		5	ok.4*10 ⁻⁵ M
	6	ok.4*10 ⁻⁶ M		6	ok.4*10 ⁻⁶ M
	7	ok.4*10 ⁻⁷ M		7	ok.4*10 ⁻⁷ M

- b) W kolbie 250 cm³ należy sporządzić roztwór elektrolitu podstawowego KNO₃ o stężeniu 0,2 mol/dm³.
- c) Wykonanie pomiaru polega na zmierzeniu wartości potencjału kolejnych roztworów w serii począwszy od roztworu o najniższym stężeniu jonu, aż do roztworu o najwyższym stężeniu*. Pomiary należy przeprowadzić w układzie elektrody jonoselektywnej oraz elektrody odniesienia (kalomelowej). W naczynku pomiarowym powinno znajdować się 10 cm³ elektrolitu podstawowego, 5 cm³ roztworu jonu metalu i 5 cm³ wody destylowanej. W tych warunkach stężenie elektrolitu podstawowego podczas pomiaru wynosi 0,1 mol/dm³, a stężenie jonu metalu od ok. 1*10⁻⁷ mol/dm³ do ok. 0,1 mol/dm³. Do naczynka pomiarowego wrzucamy myszkę mieszadła magnetycznego i stabilizujemy jego pracę przed zanurzeniem elektrod w roztworze. Potencjał elektrody jonoselektywnej wobec elektrody odniesienia w roztworze jonu metalu należy odczytać po ustaleniu się stabilnej wartości potencjału, co następuje po ok. 120-180 s.

W celu wykonania pomiaru uruchamiamy program cerko/titrator i w zakładce parametry → pomiar ustalamy wartość „kroków” na 180, a wartość „pauza” na 1s. Uruchamiamy też miernik (w zakładce narzędzia). Wartość potencjału uznajemy za ustaloną, kiedy jego wartość zmienia się o mniej niż ±2mV w ciągu ostatniej minuty.

*Naczynko pomiarowe i elektrody oplukać wodą destylowaną i delikatnie osuszyć przed każdym kolejnym pomiarem! Nalewając roztwór tego samego jonu o rosnącym stężeniu można używać tej samej pipety, ale każdorazowo należy ją najpierw przepłukać badanym roztworem.

2. Wyznaczenie zawartości jonu metalu w nieznannej próbce

- a) W celu wyznaczenia nieznanego stężenia jonu metalu w próbkach wody wykonać pomiary dla każdego z otrzymanych roztworów Cu²⁺ i Ca²⁺ jak jest to opisane w punkcie 1 c.
- b) Po wykonaniu wszystkich pomiarów elektrody należy dokładnie i kilkakrotnie oplukać wodą destylowaną, umyć używane kolby, pipety, naczynka pomiarowe i elektrody. Wszystkie naczynia oraz elektrody odłożyć na swoje miejsce (elektrody kalomelowe muszą być przechowywane w roztworze elektrolitu!).



Opracowanie wyników:

1. Wykreślić krzywe zależności potencjału E od $\log C$.
2. Wyznaczyć współczynniki R metodą regresji liniowej (oddzielne wykresy).
3. Dla wybranego pomiaru (zwykle o najwyższym współczynniku R ; oddzielnie dla Cu^{2+} i Ca^{2+}) odrzucić punkty znajdujące się poza efektywnym zakresem stężeń i wykreślić krzywą wzorcową.
4. Na podstawie krzywych wzorcowych wyznaczyć zawartość Cu^{2+} i Ca^{2+} w próbkach. Wyniki podać w postaci stężenia molowego, zawartość w mg oraz ppm .

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.