

ćwiczenie 3

„Potencjometria z użyciem elektrod jonoselektywnych.”

Celem ćwiczenia jest praktyczne zapoznanie się z działaniem membranowej elektrody jonoselektywnej. W toku ćwiczenia studenci rejestrują charakterystykę kombinowanej elektrody fluorkowej, określą jej podstawowe parametry analityczne oraz stosują ją do oznaczania stężenia fluorków w próbkach wód mineralnych.

WYKONANIE ĆWICZENIA

Przygotowanie aparatury.

Skompletować zestaw przyborów i narzędzi składający się z:

- 1 zlewki 250 mL „wysokiej” z dipolem mieszającym – na roztwór poddawany analizie,
- 1 zlewki 250 mL „niskiej” – służącej jako podręczny magazyn odpadów i popłuczyn,
- 3 zlewek 100 mL – służących jako naczynia pośrednie przy pipetowaniu,
- 1 biurety automatycznej z wzorcem fluorków,
- 1 mieszadła magnetycznego (jeśli nie jest wbudowane w potencjometr),
- 1 potencjometru,
- 1 elektrody jonoselektywnej,
- 1 tryskawkę z wodą destylowaną,
- 1 pipety szklanej 50 mL i 1 gruszki.

Przygotowanie zestawu pomiarowego:

1. Elektrode fluorkową kombinowaną (wskaźnikowa elektroda jonoselektywna zintegrowana z nasyconą chlorosrebrową elektrodą odniesienia) wyjąć z próbki i umieścić w statywie nad mieszadłem magnetycznym.
2. Podłączyć elektrodę do potencjometru.
3. Opłukać wodą destylowaną z tryskawki do zlewki 250 mL „niskiej”.
4. Na mieszadle ustawić zlewkę 250 mL „wysoką” z ok. 150 mL wody destylowanej (+ dipol).
5. Elektrode zanurzyć w wodzie na głębokość ok. 1 cm. Należy zwrócić szczególną uwagę, aby dipol nie uderzał w elektrodę!
6. Włączyć mieszanie:
zestaw z potencjometrem Crison: poprzez użycie przycisku (mV), ustawić „pomiar ciągły” naciskając dwukrotnie (mV). Regulację obrotów mieszadła przeprowadza się przyciskami ▲▼.
zestaw z potencjometrem Elmetron: nacisnąć **czerwony przycisk** na mieszadle, włączyć potencjometr przyciskiem **ON/OFF**. Regulację obrotów mieszadła przeprowadza się pokrętkiem.
7. Odmywać elektrodę do uzyskania potencjału ok. 200-250 mV.
8. Biuretę automatyczną przepłukać świeżą porcją wzorca, napełnić kranik (od zaworu – czerwony przycisk - do końca wężyka NIE MOŻE być powietrza!).
9. Po ustabilizowaniu się potencjału elektrodę wynurzyć z roztworu, obficie przepłukać wodą destylowaną i delikatnie osuszyć ręcznikiem papierowym. Wylać zawartość zlewki (UWAŻAMY NA DIPOL!), zlewkę i dipol umyć, przepłukać kilkakrotnie małymi porcjami wody destylowanej, a następnie osuszyć świeżym ręcznikiem papierowym.

Badanie charakterystyki czujnika elektrochemicznego (kalibracja).

1. Do czystej i suchej zlewki 250 mL „wysokiej” odpipetować **50 mL wody destylowanej i 50 mL buforu TISAB pH=5,5.**
2. Umieścić w roztworze suche i czyste mieszadło, Uruchomić mieszanie i potencjometr.
3. Odmytą elektrodę kombinowaną zanurzyć w roztworze do głębokości ok. 1 cm.
4. Poczekać do ustabilizowania się potencjału (ok 5-7 min.) Potencjał uznaje się za stabilny, jeśli przez kolejnych 30-45s nie zmienia się wartość wskazywana przez potencjometr. Spisać wartość ustabilizowanego potencjału.
5. Umieścić wąż z biurety w statywie, tak, aby roztwór wpadał **bezpośrednio** do roztworu w zlewce. Nie może on ściekać po ściankach zlewki ani po obudowie elektrody.
6. Dodawać z biurety, porcjami roztwór wzorca:
Dodać kolejno porcje (do około):
0,1; 0,3; 0,5; 0,7; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0; 5,0; 8,0; 12,0; 16,0; 20,0 mL
Sumarycznie w zlewce ma się znaleźć nie więcej niż ok. 20 mL wzorca.
7. Po każdej dodanej porcji:
 - a) zapisać dokładną objętość dodanego wzorca (z BIURETY),
 - b) poczekać do ustabilizowania odczytu potencjometru i zapisać wartość.
8. Po zarejestrowaniu charakterystyki elektrodę wynurzyć z roztworu, obficie przepłukać wodą destylowaną i delikatnie osuszyć ręcznikiem papierowym. Wylać zawartość zlewki (UWAŻAMY NA DIPOL!), zlewkę i dipol umyć, przepłukać kilkakrotnie małymi porcjami wody destylowanej, a następnie osuszyć świeżym ręcznikiem papierowym.

Analiza wód mineralnych + oznaczenie fluorków metodą dodatku wzorca.

1. Do czystej i suchej zlewki 250 mL „wysokiej” odpipetować 50 mL buforu TISAB oraz 50 mL wody mineralnej (pomiędzy pipetowaniami, pipetę należy opłukać roztworem, który będzie pipetowany w następnej kolejności).
2. Elektrodę umieścić w roztworze, włączyć mieszanie, poczekać na ustalenie się potencjału (ok 3-5 min), zapisać wskazaną wartość (niezbędna do wyznaczenia stężenia na podstawie krzywej kalibracyjnej i metodą dodatku wzorca).
3. Do zlewki dodać porcjami z biurety roztwór wzorca (do około): **0,5; 1,0; 2,0 mL wzorca.**
Sumarycznie w zlewce ma się znaleźć nie więcej niż ok. 2 mL wzorca.
4. Po każdej dodanej porcji:
 - a) zapisać dokładną objętość dodanego wzorca (z BIURETY),
 - b) poczekać do ustabilizowania odczytu potencjometru i zapisać wartość.
5. Po zarejestrowaniu sygnałów, elektrodę obficie przepłukać wodą destylowaną i delikatnie osuszyć ręcznikiem papierowym. Wylać zawartość zlewki (UWAŻAMY NA DIPOL!), zlewkę i dipol umyć, przepłukać kilkakrotnie małymi porcjami wody destylowanej, a następnie osuszyć świeżym ręcznikiem papierowym.
6. Przystąpić do analizy kolejnej próbki – patrz od pkt. 1

Czynności końcowe.

Po zakończeniu pomiarów: **elektrodę** należy opłukać obficie wodą destylowaną, odłączyć od potencjometru, a następnie umieścić we właściwej probówce i zakręcić. **Zlewki i pipetę** umyć wodą i przepłukać kilkakrotnie małymi porcjami wody destylowanej. Mokre umieścić na tacce i w statywie do wyschnięcia. **Biuretę** opróżnić wkręcając śrubą blokującą przycisk spustowy zaworu do oporu.