

## ĆWICZENIE 2

### KONDUKTOMETRIA

#### 1. Oznaczanie słabych kwasów w sokach i syropach owocowych metodą miareczkowania konduktometrycznego

Celem ćwiczenia jest ilościowe oznaczenie zawartości słabych kwasów w sokach i syropach owocowych w przeliczeniu na kwas jabłkowy.

**Aparatura i szkło laboratoryjne:** konduktometr, elektroda konduktometryczna, mieszadełko magnetyczne, zlewka o pojemności 200 cm<sup>3</sup>, biureta.

**Odczynniki:** roztwór mianowany - 0,5 molowa trójetanoloamina (charakter słabozasadowy), roztwór oznaczany - syrop lub sok owocowy.

#### **Wykonanie:**

W zlewce o poj. 200 cm<sup>3</sup> odważyć 10 g soku (syropu) i rozcieńczyć wodą destylowaną do objętości ok. 120 cm<sup>3</sup>. W roztworze zanurzyć elektrodę (**elektroda musi być całkowicie zanurzona**). Włączyć konduktometr i zmierzyć przewodnictwo. Następnie dodawać z biurety po 0,3 cm<sup>3</sup> trójetanoloaminy i po wymieszaniu mierzyć przewodnictwo roztworu. Jeżeli przewodnictwo cztery razy nie ulegnie zmianie przerwać dodawanie aminy. Miareczkowanie powtórzyć, dodając w pobliżu punktu równoważnikowego po 0,1 cm<sup>3</sup> trójetanoloaminy.

#### **Opracowanie wyników:**

1. Uzyskane wyniki zanotować w tabeli według wzoru:

$V_{\text{trójetanoloaminy, cm}^3}$	$\bar{\lambda}, S$
0	
0,3	
...	

2. Wykreślić zależność przewodnictwa od objętości dodawanej trójetanoloaminy.
3. Na podstawie wykresu wyznaczyć punkt równoważnikowy.
4. Obliczyć masę kwasów w badanym roztworze soku owocowego w przeliczeniu na kwas jabłkowy.

## 2. Oznaczanie mocnego kwasu o bardzo małym stężeniu za pomocą 0,1 molowego $NaOH$ metodą miareczkowania konduktometrycznego

Celem ćwiczenia jest ilościowe oznaczenie kwasu w otrzymanym roztworze metodą miareczkowania potencjometrycznego.

**Aparatura i szkło laboratoryjne:** konduktometr, mieszadełko magnetyczne, zlewka (150), biureta.

**Odczynniki:** roztwór mianowany - 0,1 molowy  $NaOH$ , roztwór oznaczany - roztwór mocnego kwasu ( $HCl$ ).

### Wykonanie:

Otrzymany roztwór rozcieńczyć wodą destylowaną do objętości ok.  $30\text{ cm}^3$ . W roztworze zanurzyć elektrodę (**elektroda musi być całkowicie zanurzona**). Włączyć konduktometr i zmierzyć przewodnictwo roztworu. Następnie dodawać z biurety po  $0,5\text{ cm}^3$  0,1 molowego  $NaOH$  i po wymieszaniu zmierzyć przewodnictwo roztworu. Po osiągnięciu minimum przewodnictwa dodać jeszcze 5 razy porcje  $NaOH$ , dokonując każdorazowo pomiaru przewodnictwa roztworu. Miareczkowanie powtórzyć, dodając w pobliżu punktu równoważnikowego po  $0,1\text{ cm}^3$   $NaOH$ .

### Opracowanie wyników:

1. Uzyskane wyniki zanotować w tabeli według wzoru:

$V_{NaOH}, \text{cm}^3$	$\bar{\lambda}, S$
0	
0,5	
1,5	
...	

2. Wykreślić zależność przewodnictwa od objętości dodawanej  $NaOH$ .
3. Wyznaczyć minimum krzywej (punkt równoważnikowy).
4. Obliczyć zawartość kwasu w otrzymanej próbce.

## ĆWICZENIE 3

### POTENCJOMETRIA

Przepływ prądu elektrycznego polega na ruchu elektronów lub jonów tzn. atomów lub grup atomów obdarzonych ładunkiem (dodatnim lub ujemnym). Mechanizm przewodzenia prądu stanowi podstawę do podziału przewodników na dwa typy:

1. przewodniki elektronowe np. metale,
2. przewodniki jonowe np. elektrolity.

Najbardziej charakterystyczną cechą odróżniającą przewodniki elektrolityczne od metalicznych jest to, że przepływ prądu w elektrolitach jest związany zawsze z ruchem (przemieszczeniem się) jonów, a zatem z przemieszczeniem się ładunków związanych z masą. W związku z tym wskutek przepływu prądu przez elektrolity następują zmiany chemiczne np. zmiany składu elektrolitu czy zmiany stężenia.

#### Oznaczenia potencjometryczne

Metody potencjometryczne polegają na pomiarze siły elektromotorycznej (SEM) ogniwa złożonego z dwu elektrod zanurzonych w badanym roztworze. Mierzona SEM – siła elektromotoryczna (różnica potencjałów) zależy w określony sposób od stężenia oznaczanego składnika w badanym roztworze. Metody potencjometryczne mogą być stosowane bezpośrednio do oznaczania stężenia składników, do pomiarów pH oraz wyznaczania punktu końcowego miareczkowania np. w alkalimetrii – stąd miareczkowanie potencjometryczne.

#### Miareczkowanie potencjometryczne

W miareczkowaniu potencjometrycznym wykorzystuje się pomiar SEM układu elektrod zanurzonych w roztworze miareczkowanym od objętości dodawanego titranta. W przypadku oznaczeń alkacymetrycznych zmianom ulega stężenie jonów wodorowych, wobec tego do wyznaczania punktu końcowego miareczkowania można używać także pH-metru. Miareczkowanie potencjometryczne stosuje się, gdy badane roztwory są zabarwione lub mętne i nie można użyć wskaźników opartych na zmianie barwy.

#### 1. Oznaczanie słabych kwasów w zalewach warzywnych metodą miareczkowania potencjometrycznego

Celem ćwiczenia jest ilościowe oznaczenie kwasowości zalew warzywnych w przeliczeniu na kwas octowy metodą miareczkowania potencjometrycznego.

**Aparatura i szkło laboratoryjne:** pehametr, zlewki o poj. 100 cm<sup>3</sup>, pipeta (10 cm<sup>3</sup>) biureta.

**Odczynniki:** roztwór mianowany - 0,1 molowy NaOH, roztwór oznaczany - zalewa warzywna (ogórki, buraki, papryka)

#### Wykonanie:

Do zlewki pobrać 10cm<sup>3</sup> badanej zalewy warzywnej. W zlewce, w której znajduje się oznaczona próbka, umieścić elektrodę, tak by była zanurzona w badanym roztworze, dodając wody destylowanej. Zmierzyć SEM badanego roztworu. Pierwszy odczyt wartości SEM (w mV) lub wartości pH odczytuje się przed dodaniem titranta. Następnie dodawać do roztworu

po 0,3 cm<sup>3</sup> 0,1 molowego *NaOH* i po dokładnym wymieszaniu mierzyć każdorazowo SEM roztworu po kolejnych porcjach 0,1 m *NaOH*. Obserwuje się systematyczną zmianę wartości SEM (wzrost pH) na początku nieznaczną, w miarę zbliżania się do punktu końcowego miareczkowania coraz większą. W punkcie równoważnikowym następuje skok potencjału. Wykonać pomiary SEM po skoku jeszcze 2-3 razy. Po osiągnięciu maksimum przyrosty maleją. Otrzymane wyniki zestawić w tabeli według wzoru. Powtórzyć oznaczenie.

$V_{NaOH}$ cm <sup>3</sup>	SEM mV	$\Delta SEM$ mV	$\Delta V$ cm <sup>3</sup>	$\frac{\Delta SEM}{\Delta V}$
0				
0,3				
0,6				
0,9				
....				

**Opracowanie wyników:**

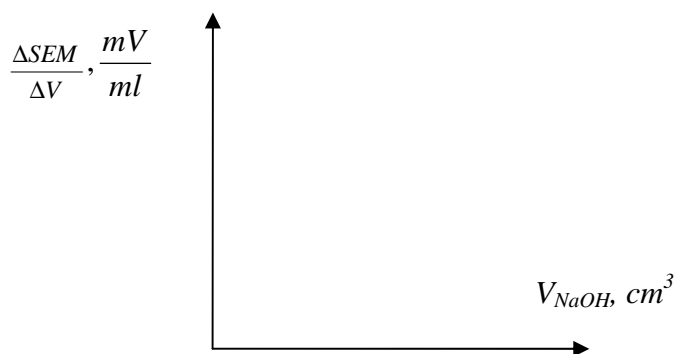
**Punkt końcowy miareczkowania** można wyznaczyć kilkoma sposobami:

1. Graficznie - metodą stycznych:

Na podstawie otrzymanych wyników doświadczalnych wykreślić na papierze milimetrowym zależność SEM od objętości dodanego titranta tj. 0,1 molowego *NaOH*. Wykreślić dwie równoległe styczne do krzywej miareczkowania. Punkt przegięcia rzutować na oś odciętych (oś x) – wyznacza on liczbę cm<sup>3</sup> odpowiadającą punktowi końcowemu.

2. Metodą pierwszej pochodnej.

Na osi rzędnych (osi y) odkłada się wartość przyrostu  $\Delta SEM$  (mV) do objętości  $\Delta V$  (cm<sup>3</sup>) dodawanego 0,1 molowego *NaOH* ( $\frac{\Delta SEM}{\Delta V}, \frac{mV}{ml}$ ). Maksimum krzywej rzutowane na oś odciętych (oś x) wyznacza objętość odczynnika odpowiadającą punktowi równoważnikowemu. Obliczyć procentową zawartość kwasów w badanym roztworze w przeliczeniu na kwas octowy.



## 2. Oznaczanie mocnego kwasu o bardzo małym stężeniu za pomocą 0,1 molowego $NaOH$ metodą miareczkowania potencjometrycznego.

Celem ćwiczenia jest ilościowe oznaczenie kwasu w otrzymanym roztworze metodą miareczkowania potencjometrycznego.

**Aparatura i szkło laboratoryjne:** pehametr, zlewki o poj. 100 cm<sup>3</sup>, pipeta (10 cm<sup>3</sup>), biureta.  
**Odczynniki:** roztwór mianowany - 0,1 molowy  $NaOH$ , roztwór oznaczany - roztwór kwasu.

### Wykonanie:

W zlewce, w której znajduje się oznaczona próbka, umieścić elektrodę, tak by była zanurzona w badanym roztworze. Zmierzyć SEM badanego roztworu. Następnie dodawać do roztworu po 0,5 cm<sup>3</sup> 0,1 molowego  $NaOH$  i po dokładnym wymieszaniu mierzyć każdorazowo SEM roztworu. W punkcie równoważnikowym następuje skok potencjału. Wykonać pomiary SEM po skoku jeszcze 3 razy. Powtórzyć pomiary SEM w badanym roztworze. Otrzymane wyniki zestawić w tabeli według wzoru:

$V_{NaOH}$ cm <sup>3</sup>	SEM mV	$\Delta SEM$ mV	$\Delta V$ cm <sup>3</sup>	$\frac{\Delta SEM}{\Delta V}$
0				
0,5				
1,0				
....				

Analogicznie wykonać ćwiczenie mierząc pH roztworu.

### Opracowanie wyników:

Na podstawie otrzymanych wyników doświadczalnych wykreślić zależności SEM od objętości dodanego 0,1 molowego  $NaOH$  (na papierze milimetrowym). Wykreślić również zależność  $\frac{\Delta SEM}{\Delta V}$  od objętości dodanego 0,1 molowego  $NaOH$ . Na otrzymanym wykresie zaznaczyć punkt równoważnikowy i obliczyć zawartość kwasu w badanym roztworze.

## 3. Oznaczanie pH w wybranych produktach owocowych i warzywnych za pomocą pehametru

Celem ćwiczenia jest pomiar pH w wybranych produktach owocowych i warzywnych.

**Aparatura i szkło laboratoryjne:** pehametr, zlewki o poj. 100 cm<sup>3</sup>.  
**Odczynniki:** soki owocowe, warzywne i przetwory warzywne.

### Wykonanie ćwiczenia:

Wlać około 50 cm<sup>3</sup> badanych soków do zlewek. W roztworach umieścić elektrodę, tak aby była zanurzona w badanej próbce. Zmierzyć pH poszczególnych roztworów za pomocą pehametru.