

Работа 2. Определение нитратов с использованием NO_3^- – электрода

ионселективного

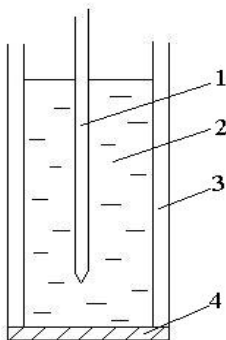
Цель работы: определить концентрацию нитрат-иона в питьевой (минеральной) воде (мг/л).

Применение ионселективных пластифицированных электродов, чувствительным элементом которых является мембрана, содержащая нитратную соль четвертичного аммониевого основания, позволяет быстро определять концентрацию нитрата в различных объектах. На рис. 1 показана схема ионселективного электрода.

Зависимость потенциала такого мембранного электрода от активности NO_3^- – ионов описывается уравнением Нернста:

$$E = E^0 - \frac{RT}{F} \ln a_{\text{NO}_3^-}$$

Угловым коэффициентом прямой (крутизна характеристики электрода) при 25°C равен: $(57 \pm 3) \text{ мВ} / pC_{\text{NO}_3^-}$, где $pC_{\text{NO}_3^-} = -\lg C_{\text{NO}_3^-}$.



*Рис. 1. Мембранный электрод
1 – внутренний электрод сравнения
2 – внутренний раствор
3 – пластиковый корпус электрода
4 – мембрана, приготовленная из пористой диафрагмы, пропитанной ионообменным раствором*

Для определения активности (или концентрации) NO_3^- – ионов по уравнению Нернста необходимо знать E^0 , что затруднительно, так как E^0 зависит от многих факторов.

Практически удобнее градуировать электрод, т.е. установить зависимость ЭДС от активности (или концентрации при постоянной ионной силе) нитрат – ионов. В координатах $E - pC_{\text{NO}_3^-}$ получают прямую с угловым коэффициентом 56 мВ. Концентрацию неизвестного раствора при той же ионной силе определяют по этому градуировочному графику.

Аппаратура, реактивы, посуда:

1. рН-метр любого типа или иономер универсальный, ЭВ-74;
2. Электрод мембранный ЭМ- NO_3^- – 01;

3. Электрод вспомогательный, хлоридсеребряный ЭВЛ-1МЗ;
4. Магнитная мешалка;
5. Стандартный раствор KNO_3 ;
6. Мерные колбы вместимостью 50.0 мл, 100.0 мл; пипетки вместимостью 5.0 и 10.0 мл; химический стакан вместимостью 50 мл.

Выполнение работы

Вначале необходимо приготовить серию стандартных растворов KNO_3 ($10^{-1} \div 10^{-5}$ моль/л) из имеющегося одно молярного раствора методом разбавления. Для этого необходимо рассчитать, какой объем одно молярного раствора KNO_3 надо взять, чтобы приготовить 50 мл 0,1 М раствора. Потом из 0.1 М раствора разбавлением готовят раствор с концентрацией равной 10^{-2} моль/л; из раствора с концентрацией 10^{-2} моль/л – раствор с концентрацией 10^{-3} моль/л и т.д.

Так как нитрат – селективный электрод реагирует на изменение активности ионов нитрата, а не концентрации, то более правильным будет готовить растворы с постоянной ионной силой, создаваемой 1 М раствором K_2SO_4 . В этом случае стандартные растворы готовят на фоне 1 М K_2SO_4 . Исследуемый раствор также готовят на фоне 1 М K_2SO_4 .

После приготовления пяти стандартных растворов KNO_3 приступают к измерению потенциала на иономере. Ионселективный электрод подключают в гнездо «изм», вспомогательный электрод в гнездо «всп.».

Перед погружением в раствор электроды промывают дистиллированной водой и удаляют остатки воды фильтровальной бумагой. Измерения потенциала рабочего электрода начинают с самого разбавленного раствора.

Перед каждым последующим измерением электроды промывают соответствующим раствором. Для более быстрого установления равновесия раствор перед измерением перемешивают магнитной мешалкой.

Полученные результаты заносят в таблицу:

C, M	10^{-5}	10^{-4}	10^{-3}	10^{-2}	10^{-1}
$E, \text{мВ}$					

Для повторения измерений электроды промывают дистиллированной водой при постоянном перемешивании в течение 5–10 минут, чтобы потенциал был не ниже первоначального значения, удаляют остатки воды фильтровальной бумагой и снова снимают зависимость E от C .

Измерения проводят до трех воспроизводимых результатов, чтобы величина потенциала при одинаковых концентрациях отличалась не более, чем на 5 мВ.

Обработка результатов

По данным таблицы строят градуировочный график в координатах $E - pC_{\text{NO}_3}$. Определяют угловой коэффициент, как тангенс угла наклона, и сравнивают его с паспортным значением (57 ± 3) мВ. Для большей точности,

если есть достаточное число измерений, параметры уравнения прямой рассчитывают по методу наименьших квадратов.

Определение концентрации NO_3^- – ионов в воде с помощью градуировочного графика.

В чистый стакан помещают произвольный объем водопроводной воды, предварительно отстоянной. В воду опускают промытые дистиллированной водой электроды и измеряют потенциал нитрат – селективного электрода в анализируемой воде.

Измерения проводят до трех воспроизводимых результатов. Затем из графика при измеренной величине потенциала определяют $pC_{\text{NO}_3^-}$

$$\text{и } C_M = 10^{-\text{lg } C_{\text{NO}_3^-}} .$$

Расчет содержания NO_3^- – в воде проводят по формуле:

$$C(\text{NO}_3^-) = C_M \cdot M \cdot 10^3, \text{ мг/л, где}$$

C_M – концентрация NO_3^- – в анализируемой воде, моль/л;

M – молярная масса NO_3^- – г/моль.