

Razvoj konduktometrijskog mjernog sustava i primjena u kiselinsko – baznim titracijama

Saša Ovčarić

3. razred

Gimnazija Josipa Slavenskog, Čakovec

Mentor: Karlo Meglić, mag. chem.

Ključni pojmovi: *konduktometrija, potenciometrija, kiselinsko-bazne titracije, obrada signala*

Sažetak:

U radu je konstruiran i eksperimentalno validiran konduktometar s grafitnim elektrodama namijenjen praćenju kiselinsko–baznih titracija. Uređaj se temelji na mjerenju jakosti izmjenične struje frekvencije 100 kHz pri konstantnom naponu amplitude 1,2 V. Signal se pojačava, digitalizira mikrokontrolerom te se obrađuje primjenom algoritma kliznog prosjeka radi smanjenja visokofrekventnog šuma uzrokovanog radom H-mosta.

Uređaj je kalibriran standardnom otopinom kalijeva klorida, pri čemu je utvrđena visoka linearnost odziva izmjerenog napona o električnoj vodljivosti otopine iz čega je izračunata konstanta ćelije $K_{cell} = 0,4728 \text{ cm}^{-1}$.

Pouzdanost sustava provjerena je usporednim titracijama jake kiseline (HCl) i slabe kiseline (komercijalni ocat) natrijevom lužinom pri 25,0 °C uz primjenu referentne potenciometrijske metode.

Vrijednost točke ekvivalencije pri titraciji HCl pokazala je dobro slaganje s referentnom metodom, uz relativnu pogrešku od 2,19 %. Pri analizi komercijalnog octa uređaj je uspješno detektirao specifičan hod provodnosti karakterističan za titraciju slabe kiseline, uz relativnu pogrešku određivanja točke ekvivalencije od 4,48 % u odnosu na referentnu metodu.

Iako su zabilježena veća odstupanja pri titraciji realnog uzorka slabog elektrolita, konstruirani uređaj pokazao je visoku razinu korelacije s komercijalnim instrumentom. Sustav predstavlja funkcionalno i pristupačno rješenje za primjenu u laboratorijskoj praksi kao vizualno sredstvo za praćenje ionskih promjena u otopinama.

Rezultati potvrđuju da se upotrebom dostupnih elektroničkih komponenti može izraditi upotrebljiv mjerni sustav za konduktometrijska istraživanja koji predstavlja pouzdanu i cjenovno pristupačnu alternativu komercijalnim instrumentima u nastavi i istraživačkom radu.

RAZVOJ KONDUKTOMETRIJSKOG MJERNOG SUSTAVA I PRIMJENA U KISELINSKO-BAZNIM TITRACIJAMA

♦ autor: Saša Ovčarić, 3. razred ♦ mentor: Karlo Meglić, mag. chem. ♦ Gimnazija Josipa Slavenskog Čakovec



UVOD

Konduktometrija je tehnika kemijske analize koja se osniva na mjerenju električne provodnosti (κ) otopina elektrolita. Električna provodnost otopine ovisi o električnoj vodljivosti (G), površini elektroda (S), udaljenosti između elektroda (l), a iz geometrijskih parametara definira se konstanta ćelije (K_{cell}) (Jeffery i sur., 1989).

$$\kappa = G \cdot \frac{l}{S} = G \cdot K_{\text{cell}}$$

U volumetriji ova se metoda koristi za određivanje točke ekvivalencije. H^+ i OH^- ioni imaju veliku pokretljivost, ali se tijekom titracije neutraliziraju i zamjenjuju sporijim ionima. Nakon točke ekvivalencije suvišak H^+ ili OH^- iona povećava provodnost te uzrokuje karakterističan oblik titracijskih krivulja (Atkins i de Paula, 2006).

MATERIJALI I METODE

Hardver:

- konstruirana je konduktometrijska sonda fiksne geometrije s grafitnim elektrodama (**Slika 1.**)
- integrirani krug NE555P i H-most generiraju izmjeničnu struju pravokutnog valnog oblika (1,2 V, 100 kHz) (**Slika 2.**)
- uz H-most serijski je spojen šant-otpornik (1 Ω)
- pad napona na šant-otporniku pojačava se i digitalizira mikrokontrolerom ESP32-S3-WROOM-1
- digitalizirane vrijednosti šalju se na povezano računalo približno 1000 puta u sekundi, gdje se računaju provodnosti otopine

Ekperimentalni postupak:

- vaganjem krutog KCl-a i uzastopnim razrjeđivanjem pripremljene su standardne otopine (0,005 – 0,075 mol L⁻¹), dok je uzorak CH₃COOH pripremljen razrjeđenjem kupovnog octa
- titrirane su klorovodična i octena kiselina (0,1 mol L⁻¹) natrijevom lužinom (0,1 mol L⁻¹) pomoću automatskih pipeta
- konduktometrijska mjerenja provedena su pri 25,0 °C (kontrolirano sous-vide uređajem) (**Slika 3.a**)
- potenciometrijska metoda (**Slika 3.b**) korištena je za provjeru i potvrdu točnosti dobivenih rezultata
- točke ekvivalencije određene su sjecištem pravaca u konduktometrijskoj i metodom druge derivacije u potenciometrijskoj metodi

Python softver:

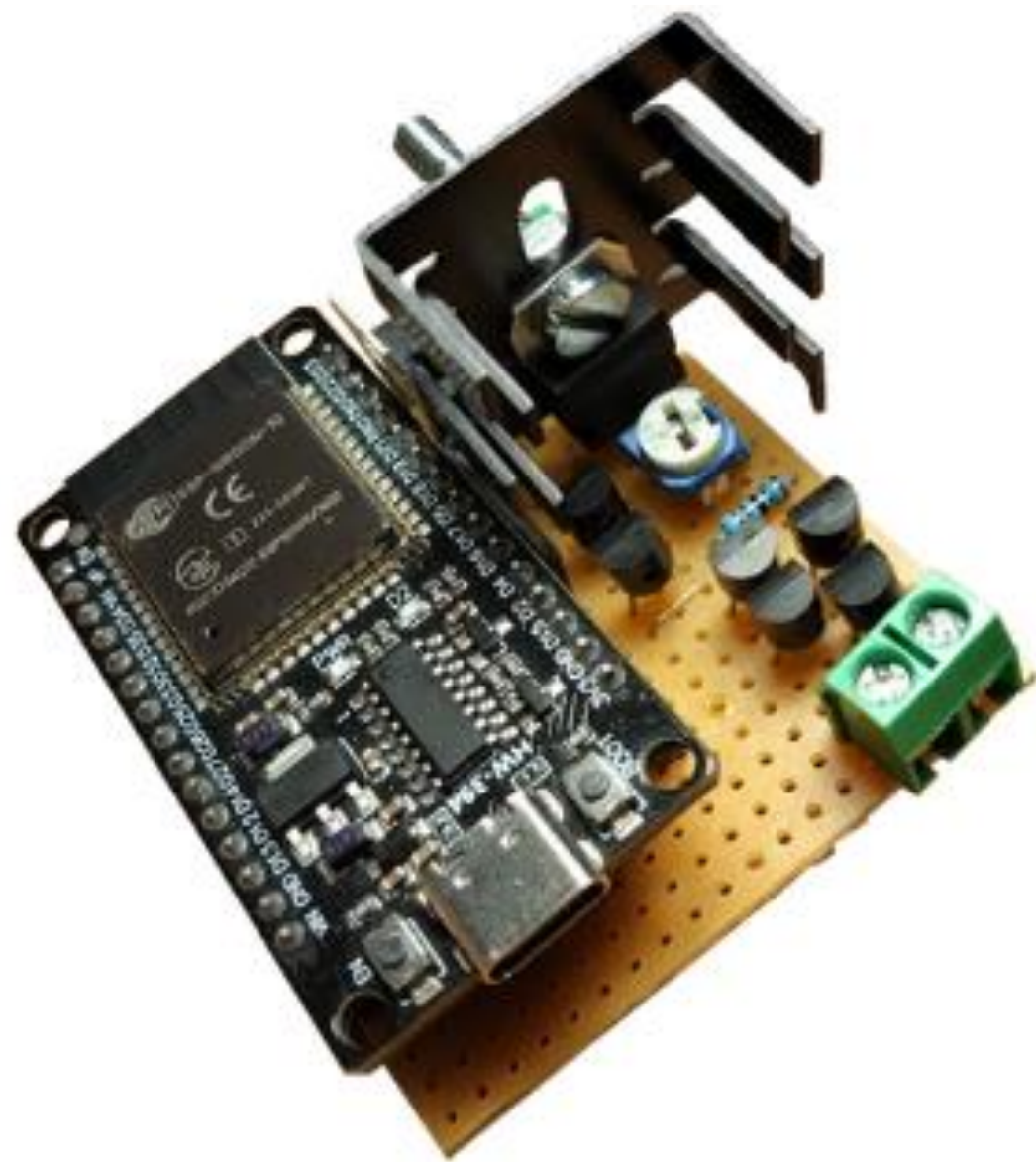
- vizualizacija podataka u realnom vremenu i ručno označavanje dodavanja titranta
- smanjenje šuma algoritmom kliznog prosjeka s prozorom od 250 točaka
- sustav računa prosjek 2000 mjernih točaka neposredno prije svakog dodavanja titranta (**Shema 1.**)



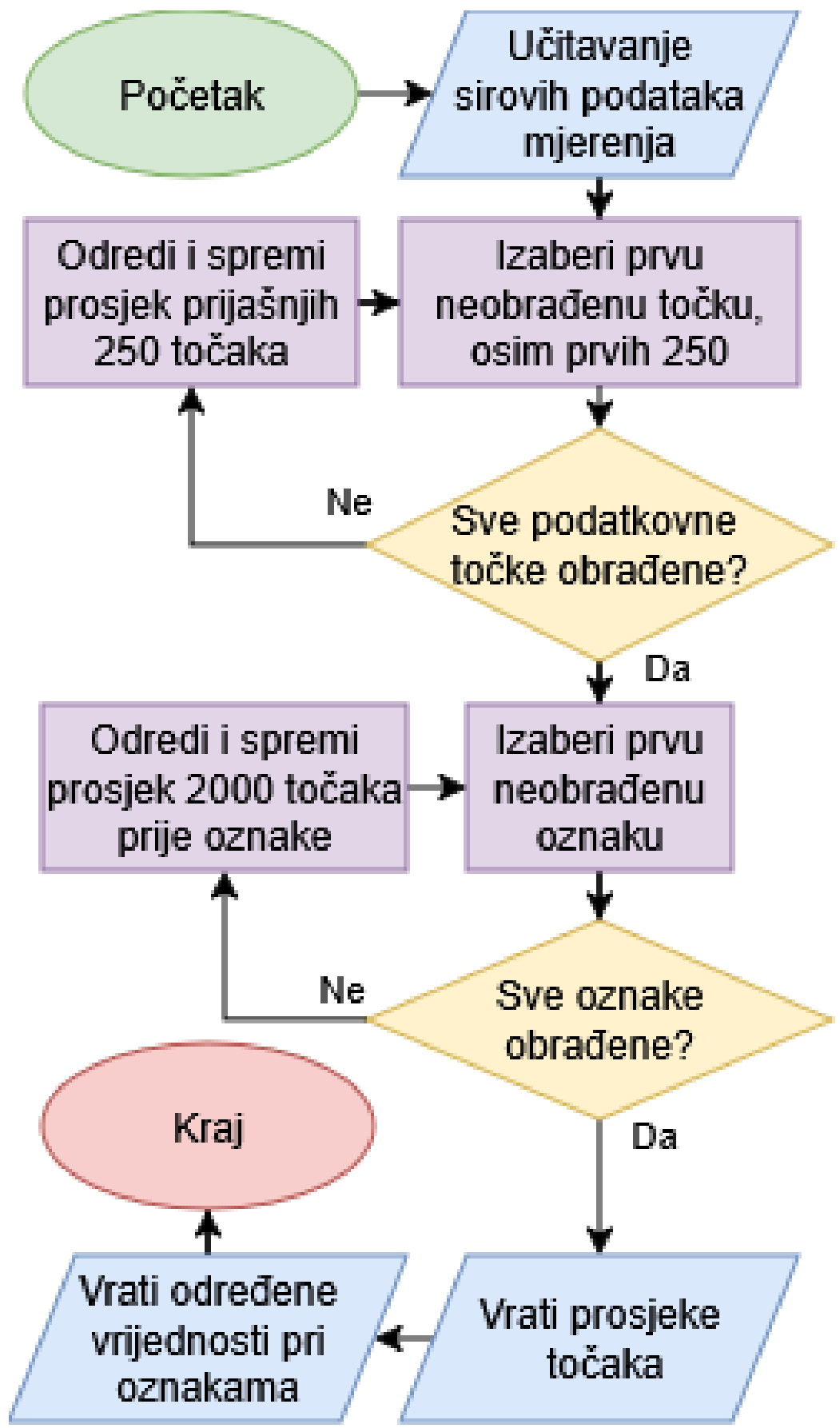
Slika 3. Ekperimentalni postav sustava za a) konduktometrijska, b) potenciometrijska mjerenja pri stalnoj temperaturi od 25,0 °C.



Slika 1. Izrađena sonda.



Slika 2. Izvedba elektroničkog sklopa konduktometra na univerzalnoj pločici za prototipiranje.



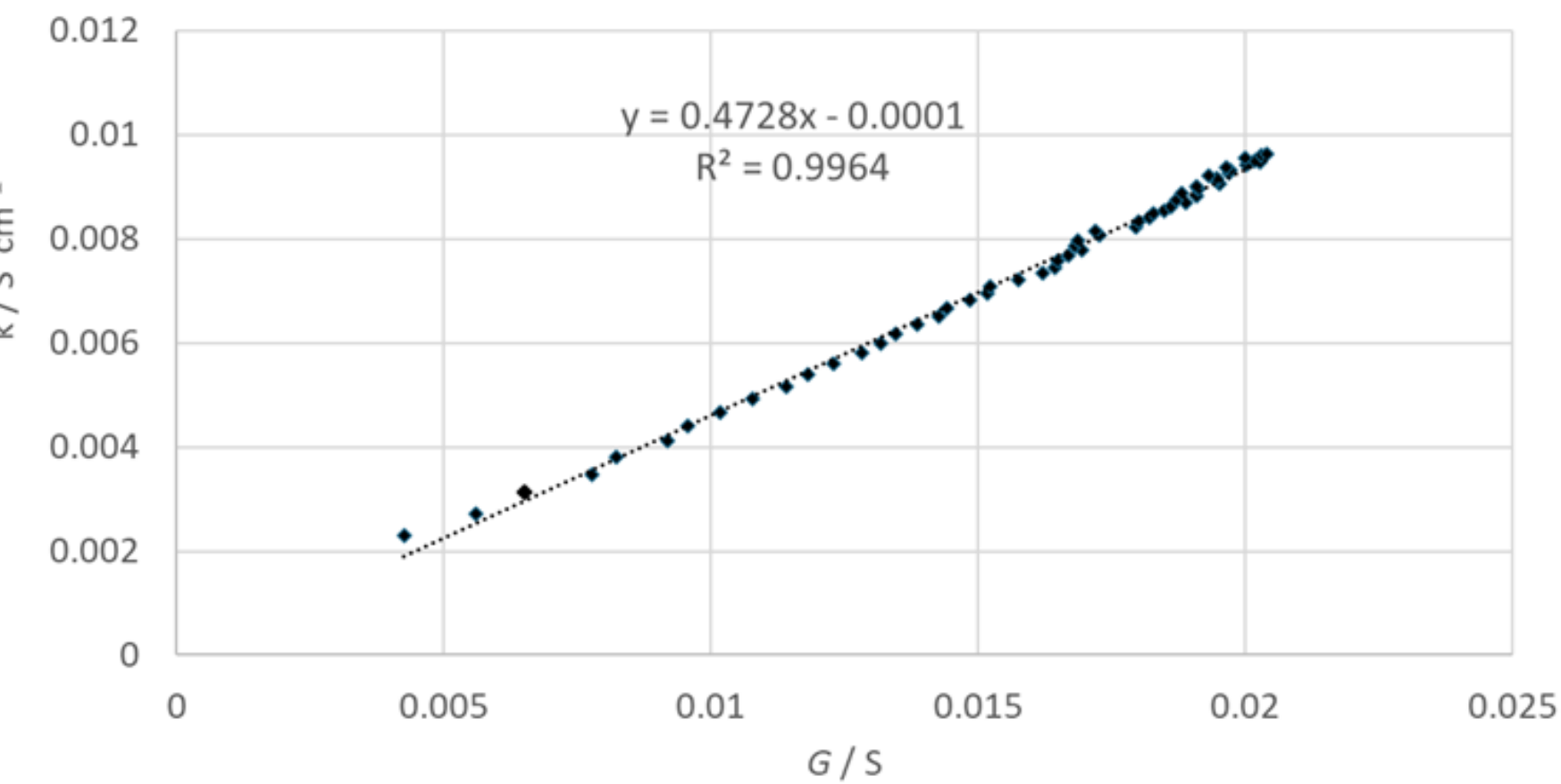
Shema 1. Dijagram toka softverskog dijela sustava.

REZULTATI I RASPRAVA

KALIBRACIJA

Utvrđena je visoka linearnost odziva izmjerenog napona o električnoj vodljivosti otopina KCl-a.

Iz ovisnosti teorijskih vrijednosti provodnosti o izračunatim vrijednostima vodljivosti (**Slika 4.**) izračunata je konstanta ćelije: $K_{\text{cell}} = 0,4728 \text{ cm}^{-1}$.

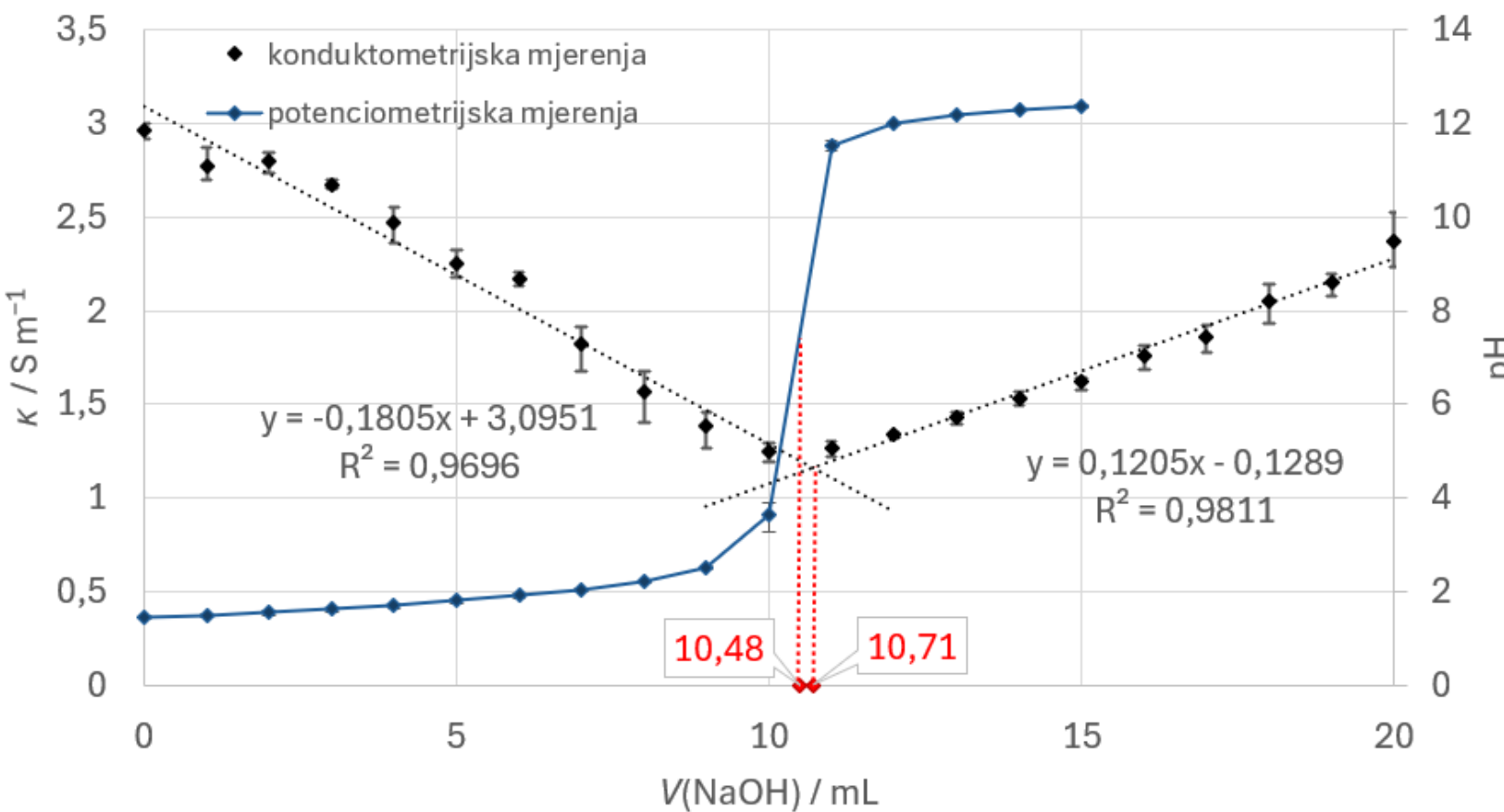


Slika 4. Ovisnost teorijskih vrijednosti provodnosti vodene otopine KCl o prosječnim izmjerenim vrijednostima vodljivosti pri 25,0 °C.

TITRACIJA HCl NATRIJEVOM LUŽINOM

Titracijska krivulja dobivena konduktometrijskom metodom ima karakterističan „V” oblik (**Slika 5.**).

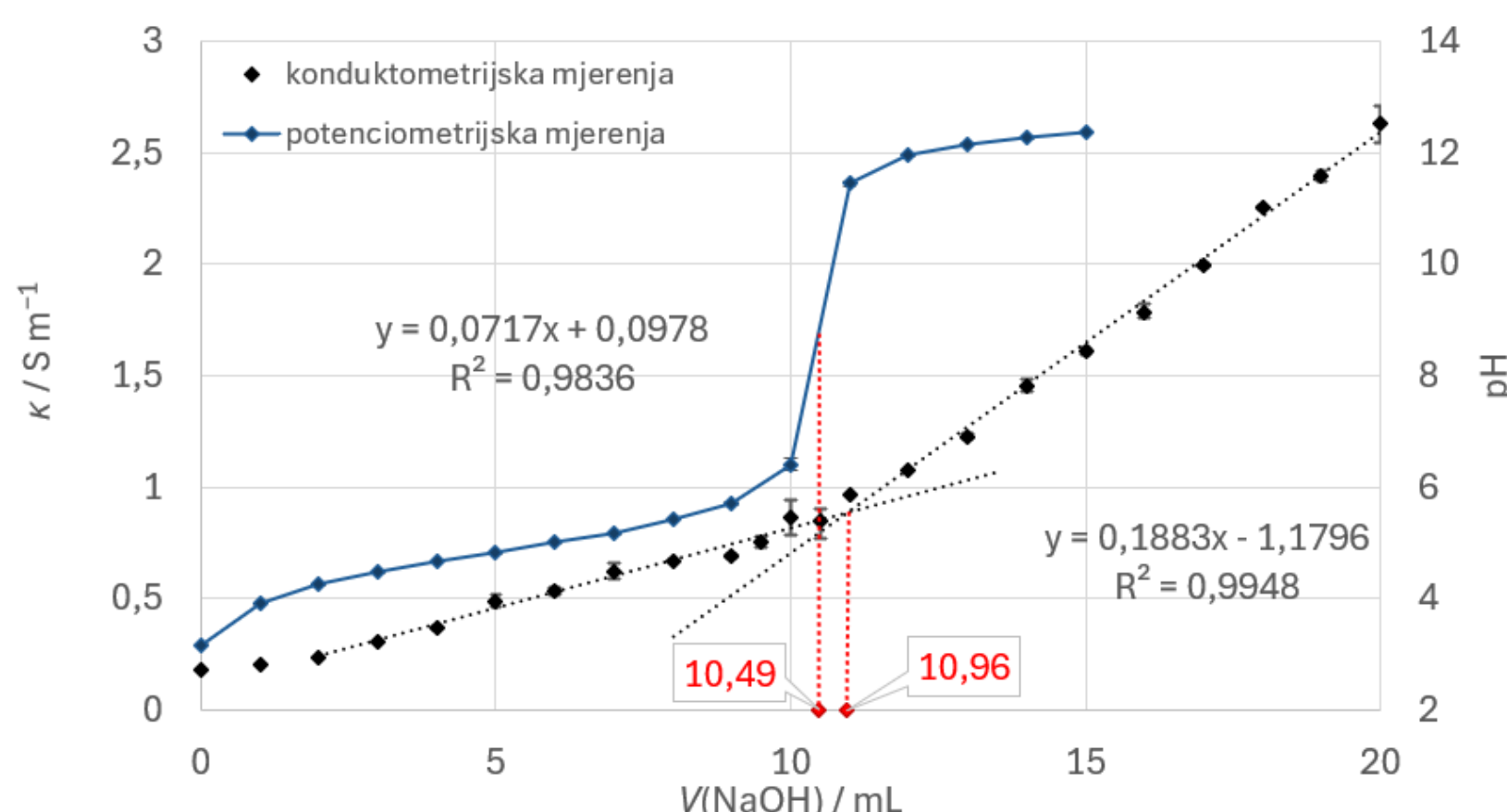
Usporedba točaka ekvivalencije određenih konstruiranim sustavom (10,71 mL) i referentnom potenciometrijskom metodom (10,48 mL) pokazuje relativnu pogrešku od **2,19 %**, što potvrđuje visoku preciznost i pouzdanost izrađenog konduktometra.



Slika 5. Krivulja konduktometrijske i potenciometrijske titracije HCl (10,0 mL, 0,1 mol L⁻¹) natrijevom lužinom (0,1 mol L⁻¹) pri 25,0 °C s naznačenim točkama ekvivalencije.

TITRACIJA CH₃COOH NATRIJEVOM LUŽINOM

Krivulja titracije slabe kiseline (CH₃COOH) jakom bazom (**Slika 6.**) pokazuje karakterističan oblik; točka ekvivalencije (10,96 mL) odstupa **4,48 %** od referentne vrijednosti (10,49 mL). Maseni udio CH₃COOH u octu određen je kao 9,5 % (potenciometrija) i 9,9 % (konduktometrija). Unatoč dobroj ponovljivosti, konduktometrijska metoda je osjetljivija na šum i eksperimentalne pogreške u odnosu na titraciju jake kiseline zbog sličnih nagiba linearnih dijelova titracijske krivulje.



Slika 6. Krivulja konduktometrijske i potenciometrijske titracije CH₃COOH (10,0 mL, ≈ 0,1 mol L⁻¹) natrijevom lužinom (0,1 mol L⁻¹) pri 25,0 °C s naznačenim točkama ekvivalencije.

ZAKLJUČAK

U ovom je radu demonstrirana sposobnost samostalno izrađenog konduktometra da ponovljivo i precizno prati promjene vodljivosti otopina tijekom kemijskih analiza. Provedena istraživanja potvrdila su funkcionalnost elektroničkog sklopa i stabilnost mjerenja u kontroliranim uvjetima. Na temelju dobivenih rezultata mogu se izvući sljedeći zaključci:

- uređaj je kalibriran standardnim otopinama KCl-a i dobivena je konstanta ćelije, $K_{\text{cell}} = 0,4728 \text{ cm}^{-1}$
- uspješno su zabilježeni karakteristični oblici titracijskih krivulja jake i slabe kiseline jakom lužinom
- odstupanja točaka ekvivalencije od referentne metode iznose **2,19 %** za HCl i **4,48 %** za CH₃COOH
- određen je maseni udio octene kiseline u komercijalnom octu od **9,9 %**, što se dobro slaže s referentnom vrijednošću (**9,5 %**) i deklariranim udjelom (**9 %**)

LITERATURA

- Atkins, P., de Paula, J. (2006). Atkins' Physical Chemistry. W.H. Freeman and Company. New York, N.Y. pp. 761-770.
- Jeffery G.H., Bassett, J., Mendham, J., Denney, R.C. (1989). Vogel's Textbook of Quantitative Chemical Analysis. Longman Scientific & Technical, Essex, U.K., pp. 519-525.