

TECHNIKA PRACY LABORATORYJNEJ

1. Szkło laboratoryjne.

W technice laboratoryjnej powszechnie stosuje się naczynia oraz aparaturę szklaną wykonaną ze szkła borokrzemowego odpornego na działanie czynników chemicznych i wysokiej temperatury. Ze względu na pełnione funkcje naczynia szklane dzielimy na miarowe i niemiarowe.

Do podstawowego szkła **niemiarowego** zaliczamy: probówki, zlewki, kolby stożkowe, kolby okrągłodenne i krystalizatory.

Probówki służą do przeprowadzania reakcji chemicznych, ogrzewania niewielkich ilości roztworu przy użyciu łąpy do probówek i do odwirowywania osadów.

Zlewki stosowane są jako podstawowe naczynia do pracy z cieczami w laboratorium chemicznym, służą m. in. do przelewania, przenoszenia, przygotowywania i ogrzewania roztworów oraz rozpuszczania substancji. Wykonane są z cienkościennego szkła odpornego na gwałtowne zmiany temperatury. Spotykane są w szerokim zakresie objętości, od małych o pojemności zaledwie kilku cm^3 aż do kilku litrów. Zlewki posiadają najczęściej uproszczoną skalę umożliwiającą jedynie przybliżone określenie objętości cieczy.

Kolby stożkowe nazywane zwyczajowo erlenmajerkami charakteryzują się płaskim dnem i podobnie jak zlewki służą do przechowywania i ogrzewania cieczy oraz jako naczynia do miareczkowania. Mogą być wyposażone w szlif umożliwiający szczelne zamknięcie odpowiednio dopasowanym korkiem.

Kolby okrągłodenne stosowane są w preparatyce chemicznej jako naczynia reakcyjne. Do ich ogrzewania stosuje się odpowiednich łaźni bądź czasz grzejnych. Występują w szerokim zakresie objętości. Mogą być wyposażone w więcej niż jedno wyjście ze szlifem (szyję), stąd spotykane są wersje tych kolb jedno-, dwu- bądź trój szyjne.

Krystalizatory to naczynia pomocnicze charakteryzujące się dużą średnicą w stosunku do ich wysokości. Służą do krystalizacji oraz powolnego odparowywania roztworów w temperaturze pokojowej. Nie powinny być ogrzewane.

Naczynia miarowe. Używane są w technice laboratoryjnej do odmierzania i przenoszenia określonych objętości cieczy oraz przygotowywania roztworów mianowanych (czyli roztworów o ściśle określonym i dokładnym stężeniu) bądź do ich rozcieńczania. Naczynia miarowe wyposażone są w precyzyjną skalę, skalibrowaną w ten sposób, że odmierzana objętość występuje w momencie, kiedy kreska na skali utworzy linię styczną do najniższego punktu dolnej linii menisku tworzonego przez ciecz. Należy, zatem pamiętać, aby podczas odczytywania objętości naczynie miarowe było wypoziomowane bądź stało stabilnie na stole. Ponadto wzrok musi być na wysokości skali w celu uniknięcia błędu paralaksy. Naczyń miarowych nie należy podgrzewać, aby trwale nie zmienić ich objętości. Kolejnym ważnym zagadnieniem, na które należy zwrócić uwagę jest kalibracja szkła miarowego na tzw. "wylew". Podczas opróżniania naczynia miarowego na jego ściankach zostaje warstwa odmierzanej cieczy a w przypadku pipet dodatkowo widoczna jest kropla cieczy w samej końcówce. Kalibracja "na wylew" oznacza, że pozostająca resztką cieczy jest już uwzględniona w odmierzanej objętości i z tak skalibrowanych naczyń nie wolno wytrząsać kropelek cieczy i wydmuchiwac resztki cieczy z końcówki, aby nie zawyżyć odmierzanej objętości. Do podstawowych naczyń miarowych zaliczamy kolby miarowe, pipety jedno i wielomiarowe, biurety oraz cylindry miarowe.

Kolby miarowe używane są do przygotowywania roztworów o dokładnym stężeniu. Charakteryzują się płaskim dnem i długą szyjką z zaznaczoną na niej cienką linią oznaczającą

poziom cieczy przy którym w kolbie znajduje się określona objętość cieczy. Na kolbie miarowej umieszczony jest znak firmowy oraz liczby określające pojemność naczynia oraz temperaturę przy której ta objętość była skalibrowana. Kolby te służą do odmierzenia tylko jednej objętości roztworu i najczęściej posiadają pojemności 25, 50 100, 250 lub 500 cm³. Do takiej kolby ostrożnie wlewa się roztwór np. z pipety, a następnie ostrożnie dolewa z tryskawki wodę tak, aby dolny poziom menisku zrównał się z kreską zaznaczoną na szyjce. Jest to tak zwane dolewanie "do kreski". Przelanie roztworu powyżej kreski jest błędem, którego nie da się naprawić i skutkuje konicznością powtórzenia przygotowywania roztworu od początku. Następnie kolbę zatyka się dopasowanym korkiem szklanym bądź plastikowym i roztwór miesza przez kilkukrotne odwrócenie kolby tak, aby przemieszczający pęcherzyk powietrza przesunął się aż do korka, kiedy kolba odwrócona jest do góry dnem. Następnie należy sprawdzić czy poziom cieczy nie obniżył się na skutek kontrakcji objętości roztworu i ewentualnie ponownie dolać brakującą objętość do kreski.

Kontrakcja objętości: zmniejszenie objętości, która jest wynikowo mniejsza niż suma objętości zmieszanych roztworów, obserwowana najczęściej podczas mieszania roztworów znacznie różniących się gęstością lub stężeniem. Dlatego przy mieszaniu dwóch roztworów nie można zakładać, że objętość mieszaniny roztworów będzie równa sumie objętości zmieszanych roztworów.

Pipety jednomiarowe są naczyniami miarowymi służącymi do odmierzenia i przenoszenia jednej konkretnej objętości cieczy. Objętość ta jest opisana na środkowej części pipety wraz z temperaturą kalibracji. Tak jak w przypadku kolb miarowych jest ona zaznaczona kreską wytrawioną na obwodzie górnej części naczynia. Pipety kalibrowane są "na wylew" i występują w pojemnościach 1, 2, 5, 10, 20, 25, 50 cm³. Pipety powinny być ustawiane pionowo w odpowiednich statywach i niedopuszczalne jest ich odkładanie w pozycji leżącej na stoły laboratoryjne. Należy pamiętać, aby pipetą nie pobierać odczynników bezpośrednio z butelek zbiorczych, a pipeta przed odmierzeniem danego roztworu powinna być przepłukana, co najmniej, dwukrotnie niedużą porcją tego roztworu. W praktyce laboratoryjnej, aby odmierzyć pipetą jednomiarową porcję roztworu stosuje się następujące kroki: W zlewce pomocniczej, np. poprzez odlanie z butelki zbiorczej, umieszcza się porcję roztworu o objętości około dwukrotnie większej niż objętość używanej pipety. Następnie za pomocą gruszki gumowej pobiera się ze zlewki do pipety roztwór do około 1/4 wysokości środkowej szerszej części pipety, zatyka górny wylot palcem, umieszcza pipetę poziomo i obracając spłukuje się ścianki, po czym zawartość wylewa się do naczynia ze zlewkami. Po powtórzeniu płukania zaciąga się do pipety za pomocą gruszki gumowej roztwór nieco powyżej "kreski", a następnie zatyka się szybko wylot pipety palcem wskazującym i ostrożnie spuszcza ciecz tak, aby menisk pokrył się z kreską uważając, aby w trakcie odczytu oko było na wysokości kreski. W przypadku przekroczenia linii można podciągnąć ponownie gruszką roztwór i ponownie ustawiać objętość. Po ustaleniu położenia dolnego menisku, dotyka się końcem pipety suchej ścianki naczynia, z którego pobiera się ciecz, w celu usunięcia ewentualnej kropli na końcówce pipety. Następnie pipetę przenosi się nad naczynie, do którego odmierza się roztwór i trzymając ją lekko pochyloną, dotyka się końcem ścianki i pozwala swobodnie wypłynąć cieczy. W czasie wypuszczania cieczy końcówka pipety nie może być zanurzona w roztworze. Po wypuszczeniu całości roztworu, w zwężeniu na końcu pipety pozostanie kropla, której nie należy usuwać, ponieważ jest to naczynie skalowane „na wylew”. Nie wolno również dotykać końcem pipety cieczy w naczyniu.

Pipety wielomiarowe posiadają skalibrowaną podziałkę i służą do odmierzenia niewielkich porcji roztworów o nietypowych objętościach. Mają one zazwyczaj pojemności 1, 2, 5, 10 i 25 cm³. Należy pamiętać, że pipety tego rodzaju mają gorszą dokładność od pipet jednomiarowych i nie powinny służyć do przygotowywania roztworów mianowanych i w

pracy laboratoryjnej stanowią pełnią funkcję pomocniczą i uzupełniającą, kiedy nie można skorzystać z pipet jednomiarowych.

Biurety są odmianą kalibrowanych "na wylew" pipet wielomiarowych zaopatrzonych w kran i służą do dokładnego dozowania roztworów np. w trakcie miareczkowania. Ponieważ odczyt ze skali biurety wielomiarowej jest często trudny, skale te są zaopatrywane w tzw. pasek Schellbacha, który dzięki załamaniu światła na granicy cieczy z powietrzem ulega zwężeniu w najniższym punkcie menisku do cienkiej linii tworząc ze skalą charakterystyczny krzyż ułatwiający odczyt. Należy również uważać na błąd paralaksy. Biurety w trakcie pracy powinny być umieszczone w statywie i napełniane roztworami od góry. Przed użyciem biuretę płucze się przelewając przez nią niewielkie porcje roztworu i zrzucając ciecz do podstawionej zlewki. Następnie biuretę napełnia się powyżej zera, sprawdza czy w końcówce nie znajdują się pęcherzyki powietrza. W takim przypadku należy odkręcić mocno kran biurety i spuścić częściowo ciecz usuwając pęcherzyki. Następnie można ustawić poziom cieczy w biurecie na zero.

Cylindry miarowe pełnią funkcję pomocniczą i służą jedynie do przybliżonego odmierzenia określonych objętości cieczy.

2. Podstawowe czynności laboratoryjne.

Do jednej z najczęściej wykonywanych czynności laboratoryjnych należy przygotowywanie roztworów o określonym stężeniu. W praktyce laboratoryjnej bardzo wygodnie jest posługiwać się roztworami o znanym stężeniu molowym. Przygotowanie takich roztworów zakłada operowanie odpowiednio dokładnymi objętościami, a więc wymaga posługiwania się szkłem miarowym.

Sporządzenie roztworu przez rozcieńczenie. W tym celu potrzebny jest roztwór mianowany o wyższym od zadanego stężeniu oraz odpowiednie szkło miarowe. Ponieważ końcowa objętość roztworu musi być precyzyjna, roztwór musi być przygotowany w kolbie miarowej, a nie na przykład w zlewce. Do przenoszenia ściśle określonych i dokładnych objętości roztworów należy wykorzystywać w pierwszej kolejności pipety jednomiarowe. Dlatego czynności laboratoryjne przygotowania roztworu przez rozcieńczenie obejmują kolejno:

- obliczenie objętości pipet i kolb miarowych potrzebnych do przygotowania roztworu
- odmierzenie za pomocą pipety porcji roztworu i przeniesienie go do kolby miarowej
- uzupełnienie wodą roztworu w kolbie do kreski oraz jego wymieszanie.

W miarę możliwości, aby nie kumulować błędów, należy tak dobierać objętości stosowanych kolb i pipet, żeby unikać sytuacji, w której na przykład do kolby odmierza się dwie porcje roztworu po 10 cm^3 zamiast użyć pipety o pojemności 20 cm^3 bądź kolby miarowej o dwa razy mniejszej objętości. Często stosowaną procedurą jest przygotowanie roztworów przez kolejne rozcieńczenie otrzymywanych roztworów.

Uwaga: Szczegółowe zasady posługiwania się szkłem laboratoryjnym opisano przy okazji omawiania poszczególnych naczyń i powinny być przestrzegane na każdym etapie pracy.

Przykład 1. Jak przygotować 50 cm^3 roztworu HCl o stężeniu $0,05\text{ mol/dm}^3$ dysponując jego $0,1\text{ M}$ roztworem?

W celu sporządzenia zadanego roztworu należy przygotować pipetę jednomiarową o objętości 25 cm^3 i za jej pomocą odmierzyć porcję roztworu kwasu solnego o stężeniu $0,1\text{ mol/dm}^3$, a następnie przenieść go do kolby miarowej o objętości 50 cm^3 i uzupełnić objętość kolby wodą destylowaną do kreski. W trakcie przygotowywania roztworów należy pamiętać o przelaniu porcji około 50 cm^3 $0,1\text{ M}$ kwasu do osobnej zlewki, dwukrotnym przemyciu pipety tym

roztworem kwasu, błędzie paralaksy, kalibracji pipety "na wylew", dokładnym wymieszaniu otrzymanego roztworu oraz o możliwej kontrakcji objętości w kolbie.

Przykład 2. Jak przygotować roztwór NaOH o stężeniu $0,02 \text{ mol/dm}^3$ dysponując jego $0,1 \text{ M}$ roztworem oraz pipetami jednomiarowymi o pojemnościach 10 i 20 cm^3 ?

Mając do dyspozycji pipetę o pojemności 10 cm^3 potrzebna będzie kolba miarowa o pojemności 50 cm^3 . Po przeniesieniu do niej porcji 10 cm^3 $0,1 \text{ M}$ roztworu zasady i uzupełnieniu wodą do kreski otrzymamy 50 cm^3 roztworu zasady o stężeniu $0,02 \text{ M}$. Alternatywnie można przygotować 100 cm^3 roztworu o stężeniu $0,02 \text{ M}$ wykorzystując pipetę o pojemności 20 cm^3 oraz kolbę miarową o pojemności 100 cm^3 . Wybrany wariant będzie zależał od potrzebnej do dalszych działań objętości przygotowywanego roztworu.

Przykład 3. Do pomiarów przewodności na pewnym stanowisku wykorzystuje się zlewki pomiarowe o objętości około 20 cm^3 . Jakie czynności należy wykonać, aby zmierzyć przewodność trzech roztworów octanu sodu o stężeniach $0,1$, $0,01$ i $0,002 \text{ mol/dm}^3$? Na stanowisku dostępny jest w butelce zbiorczej roztwór CH_3COONa o stężeniu $0,1 \text{ mol/dm}^3$, kolby miarowe 50 cm^3 oraz pipety jednomiarowe 5 i 10 cm^3 .

Roztwór soli o stężeniu $0,1 \text{ M}$ najwygodniej jest przelać z butelki zbiorczej do zlewki pomocniczej. Przybliżona objętość przelanego roztworu powinna wynieść około 30 cm^3 . Z tej zlewki można bezpośrednio przelać około 20 cm^3 roztworu do zlewki pomiarowej nr 1. Pozostałe 10 cm^3 zostanie wykorzystane na przepłukanie pipety o objętości 5 cm^3 i odmierzenie za jej pomocą porcji $0,1 \text{ M}$ roztworu i przeniesienie go do kolby miarowej o objętości 50 cm^3 . Po uzupełnieniu wodą do kreski i wymieszaniu w kolbie uzyskamy roztwór o stężeniu $0,01 \text{ mol/dm}^3$. Porcję około 20 cm^3 tego roztworu przelewamy do zlewki pomiarowej nr 2. Pozostałą część wykorzystujemy do otrzymania trzeciego roztworu. W tym celu do kolby z roztworem $0,01 \text{ M}$ zanurzamy pipetę o objętości 10 cm^3 i po uprzednim przepłukaniu odmierzamy nią porcję roztworu, którą przenosimy do drugiej kolby miarowej o objętości 50 cm^3 . Po uzupełnieniu w drugiej kolbie objętości wodą do kreski otrzymujemy roztwór o stężeniu $0,002 \text{ mol/dm}^3$. Roztwór ten przelewamy w ilości około 20 cm^3 do zlewki nr 3, a następnie wykonujemy pomiary przewodności w zlewkach pomiarowych 1-3.

Sporządzenie roztworu o znanym stężeniu przez rozpuszczenie odważki.

Roztwory mianowane można otrzymywać w wygodny sposób przez odważenie odpowiedniej ilości substancji, a następnie jej rozpuszczenie w precyzyjnie określonej objętości roztworu, a więc w kolbie miarowej. Ponieważ naczyń miarowych nie wolno ogrzewać, a rozpuszczanie substancji bezpośrednio w kolbach nie jest zbyt wygodne pomocniczo do rozpuszczania stosuje się zlewki.

Czynności laboratoryjne podczas przygotowania roztworu obejmują kolejno:

- obliczenie masy odważanej substancji oraz objętości kolby miarowej
- odważenie odpowiedniej ilości substancji
- przeniesienie odważki do zlewki i rozpuszczenie jej w jak najmniejszej porcji wody (z ewentualnym podgrzaniem roztworu)
- **ilościowe** przeniesienie roztworu ze zlewki do kolby miarowej
- uzupełnienie wodą roztworu w kolbie do kreski oraz jego wymieszanie.

Uwagi: W trakcie ważenia należy zwrócić uwagę, czy dokładność wagi jest wystarczająca do przygotowania roztworu o zadanym stężeniu. Czasem należy przygotować roztwór o stężeniu większym, a następnie kolejno go rozcieńczyć do uzyskaniażądanego stężenia.

Podczas rozpuszczania substancji w zlewce należy zwrócić uwagę, aby objętość dodawanej wody nie była zbyt duża, tak aby łączna objętość roztworu nie przekroczyła pojemności zastosowanej kolby miarowej. Ilościowe przeniesienie roztworu oznacza, że po przelaniu roztworu ze zlewki do kolby miarowej należy do zlewki wlać niewielką ilość wody z tryskawki opłukując dokładnie ścianki zlewki, a następnie roztwór dolać do kolby miarowej. Takie opłukiwanie naczynia należy powtórzyć co najmniej dwa razy. Jeżeli dodatkowo używana była bagietka lub lejek, to ich powierzchnie także powinny być opłukane wodą z tryskawki a roztwór umieszczony w kolbie. Oznacza to, że porcje wody użyte zarówno do rozpuszczenia jak i do opłukiwania zlewki i sprzętu należy tak dobrać, aby w kolbie miarowej zostało jeszcze trochę miejsca na dokładne dolanie do kreski. W przypadku roztworów o dużych stężeniach należy zwrócić szczególną uwagę na kontrakcję objętości i ewentualnie powtórzyć dolewanie roztworu do kreski.

3. Obsługa podstawowego sprzętu pomiarowego.

Zespolona elektroda pH.

Zespolona elektroda szklana służy do pomiaru pH czystych cieczy i roztworów o niewielkiej zawartości osadów. Podczas pomiaru mierzona jest aktywność jonów wodorowych w badanym roztworze. Elektroda zespolona zawiera dwie elektrody: odniesienia i pomiarową, które są zespolone w jednej obudowie zewnętrznej. Elektroda odniesienia ma stały potencjał i w stosunku do niej następuje porównanie potencjału elektrody pomiarowej, który zależy od badanego roztworu. Wartości te są przeliczane na jednostki pH za pomocą danych uzyskanych podczas kalibracji we wzorcowych roztworach buforowych. Elementem pomiarowym jest jonoczuła membrana szklana o kulistym kształcie stanowiąca końcową część elektrody pomiarowej. Nad membraną znajduje się ceramiczny łącznik elektrolityczny, w postaci niewielkiego punktu wtopionego w szkło, stanowiący część elektrody odniesienia. Łącznik ten jest elementem przepuszczalnym, przez który podczas pomiaru następuje kontakt roztworu badanego z elektrolitem znajdującym się w elektrodzie odniesienia, stąd musi być on zanurzony podczas pomiaru w roztworze badanym. Na końcu elektrody nałożony jest pojemniczek z tworzywa z nasyconym roztworem KCl, który zapewnia aktywność membrany i przedłuża żywotność elektrody. Przed przystąpieniem do pomiaru lub kalibracji należy ten pojemniczek zdjąć. W tym celu należy przytrzymać jego nakrętkę i odkręcić pojemniczek na tyle żeby wystarczająco poluznić pierścień uszczelniający, co umożliwi zsunięcie pojemniczka z elektrody wraz z poluzowaną nakrętką i uszczelką. Podczas przechowywania elektrody pojemnik powinien być nasunięty na elektrodę i mieć dokręconą nakrętkę, co uszczelni połączenie.

Zasady postępowania z elektrodą.

1. Elektrode należy chronić przed stłuczeniem. Elektroda ze stłuczoną, pękniętą lub uszkodzoną membraną nie nadaje się do użytku.
2. Końcówkę elektrody należy przetrzymywać w nasuniętym pojemniku z nasyconym roztworem KCl. Pozostawienie membrany "na sucho" po kilkunastu minutach zmniejsza jej zdolność pomiarową, a po kilku godzinach aktywność membrany zanika całkowicie powodując nieodwracalne uszkodzenie elektrody. Należy zwracać uwagę na poziom płynu w pojemniczku ochronnym i okresowo go uzupełniać.
3. Membrana elektrody powinna być bezwzględnie czysta. Po każdym pomiarze należy wypłukać elektrodę wodą destylowaną. W przypadku pomiarów z tłuszczami lub osadami elektrodę należy wypłukać najpierw rozpuszczalnikiem lub innym związkami rozpuszczającym tworzące się osady, dobranym w zależności od ich składu, a następnie wodą destylowaną.

4. Używanie elektrody do pomiaru pH cieczy ze znaczną ilością osadów może spowodować zatkanie łącznika i spowodować "skakanie" lub "pełzanie" wyniku, a w krańcowym przypadku całkowicie uniemożliwić pomiar lub uszkodzić elektrodę.

Kalibracja. Parametry elektrody zespolonej ulegają zmianom w czasie. Zmienia się sprawność i aktywność membrany szklanej oraz zmianom może ulegać potencjał elektrody odniesienia na skutek zmiany składu lub zanieczyszczenia elektrolitu w elektrodzie. Dlatego po podłączeniu elektrody do pH-metru należy ją skalibrować na wzorcowe roztwory buforowe zgodnie z instrukcją obsługi używanego pH-metru. Dopiero wówczas można wykonywać serie pomiarowe. Pomiar bez poprzedniej kalibracji może być obarczony znacznym błędem.

Pomiar. Elektrodę podłączamy do pH-metru, zdejmujemy naczynie ochronne, opłukujemy elektrodę i po jej wykalibrowaniu wykonujemy pomiary. Przed zanurzeniem w badanym roztworze należy zwrócić uwagę, czy wprowadzenie wody nie wpłynie na parametry pomiaru i ewentualny nadmiar wody należy usunąć za pomocą kawałków bibuły osuszając delikatnie elektrodę. W celu pomiaru bądź kalibracji należy zanurzyć elektrodę w badanym roztworze na taką głębokość, aby łącznik znajdował się poniżej poziomu badanego roztworu, a elektrolit znajdujący się wewnątrz elektrody powyżej. W praktyce elektrodę zanurza się na głębokość około 3 cm i najczęściej do jednostkowego pomiaru wystarczają zlewki o pojemności około 20 ml, które napełnia się cieczą badaną do 1/3 ich wysokości. Należy pamiętać, że podczas wykonywania pomiarów w naczyniu, nie wolno dotykać elektrodą jego dna lub boków oraz trzymać elektrody za kabel. Drgania elektrody podczas pomiaru mogą powodować błędne wskazania mierzonych wartości pH. Dlatego elektroda powinna być zawieszona nieruchomo w odpowiednim statywie. Niedopuszczalne jest wykonywanie pomiarów elektrodą trzymaną w ręce. Elektroda zespolona wykazuje pewną bezwładność zależną od siły jonowej mierzonego roztworu. Po zanurzeniu elektrody w badanym roztworze należy odczekać do czasu ustabilizowania się wskazywanego wyniku. W praktyce, czas potrzebny na ustabilizowanie się wyniku wynosi, od co najmniej 30 sekund do kilku minut. Szczególną uwagę należy na to zwrócić podczas kalibracji, gdzie odpowiednio długi czas stabilizacji jest kluczowy dla precyzji pomiarów. Bezpośrednio po zakończonym pomiarze należy elektrodę wyjąć z naczynia i dokładnie opłukać w wodzie destylowanej. Ponieważ silnie alkaliczne roztwory mogą uszkodzić membranę szklaną, szczególnie istotne jest jak najkrótsze trzymanie elektrody w roztworach o $\text{pH} > 12$ i jak najszybsze ich wyciągnięcie i opłukanie. Po zakończeniu pomiarów należy ostrożnie nasunąć pojemniczek ochronny na elektrodę i w celu uszczelnienia dokręcić go trzymając nakrętkę.

Czujnik konduktometryczny.

Jest to system dwóch elektrod platynowych w postaci dwóch pierścieni lub blaszek umieszczonych wewnątrz szklanej celi pomiarowej. Elektrody pokryte są czernią platynową w celu zwiększenia ich aktywnej powierzchni, redukcji występowania niekorzystnego zjawiska polaryzacji elektrod oraz zmniejszenia wpływu objętości na impedancję czujnika. Szklana cela ogranicza wpływ ścianek naczynia na wynik pomiaru. Małe otwory w górnej części celi umożliwiają usuwanie powietrza z celi pomiarowej. Typowa konstrukcja czujnika oraz użyte materiały umożliwiają pomiar przewodności roztworów wodnych w szerokim zakresie wartości przewodności od $1\mu\text{S}/\text{cm}$ do $100\text{mS}/\text{cm}$. Pomiary konduktometryczne posiadają wiele zalet takich jak łatwa kalibracja, duża powtarzalność, możliwość pomiarów w szerokim zakresie temperatur i ciśnień. Główną wadą pomiarów konduktometrycznych jest duży wpływ temperatury na pomiar.

Kalibracja czujnika. Charakterystyczną cechą czujnika konduktometrycznego jest jego stała K. Jej wartość jest określana w cm^{-1} i zazwyczaj podawana jest przez producenta na korpusie czujnika lub na przewodzie podłączeniowym. Typowe wartości stałej naczynka konduktometrycznego oscylują w granicach $1.0 \pm 0,2 \text{ cm}^{-1}$. Pod wpływem długotrwałego użytkowania lub zanieczyszczenia efektywna powierzchnia elektrod zmniejsza się prowadząc do zmiany stałej naczynka. Dlatego przed pomiarami przewodności właściwej za pomocą czujnika konduktometrycznego należy zmierzyć jego stałą naczynka przez wykonanie pomiaru przewodności wzorcowego roztworu, najczęściej KCl, o znanym stężeniu i temperaturze i porównaniu otrzymanej wartości z tablicową przewodnością właściwą tego roztworu.

Pomiar. Czujnik opłukujemy przemywając cele pomiarową dokładnie wodą destylowaną. W tym celu można dodatkowo wykorzystać otwory w górnej części celi przelewając przez nie silny strumień wody z tryskawki. Czujnik osuszamy paskami bibuły i jeśli to możliwe przepłukujemy niewielką ilością roztworu badanego. Następnie czujnik zanurzamy w badanym roztworze i odczytujemy wynik. Stabilizacja wyniku powinna być praktycznie natychmiastowa. Należy uważać, aby czujnik nie dotykał dna ani ścianek naczynia. Zalecane jest użycie odpowiedniego statywu. Należy również zwrócić uwagę, aby elektrody pomiarowe były zanurzone w cieczy, a w celi pomiarowej nie było pęcherzyków powietrza. Praktycznie w typowych czujnikach konduktometrycznych minimalny poziom zanurzenia zapewniający optymalne warunki pomiaru to 3-4 cm. W przypadku zaobserwowania problemów ze stabilizacją wyników lub ich "płynięciem" zaleca się mieszanie próbki za pomocą mieszadła magnetycznego tak, aby ujednorodnić roztwór i zapewnić jego wymianę w celi pomiarowej.

Przechowywanie. Elektrody w czujniku powinny być utrzymywane w czystości. Osady mogą powodować uszkodzenie ich powierzchni, która nie może być czyszczona ręcznie, dlatego roztwory zawierające nierozpuszczalne zanieczyszczenia powinny być przefiltrowane przed pomiarem. Po pomiarach czujnik powinien być dokładnie opłukany a następnie umieszczony w buteleczce wypełnionej wodą destylowaną tak, aby elektrody były całkowicie zanurzone.

Opracował: dr inż. Maciej Dranka