

POTENCJOMETRIA II

3. Oznaczanie zawartości jonów bromkowych metodą miareczkowania potencjometrycznego

Odczynniki i aparatura:

- 0,05 M AgNO₃
- 0,5 M HNO₃
- pH-metr z elektrodą srebrową i elektrodą szklaną
- pipeta automatyczna

Wykonanie ćwiczenia:

1. Otrzymany do analizy roztwór bromków uzupełnić wodą do objętości 100 ml (w kolbce miarowej).
2. Z kolbki miarowej pobrać 20 ml roztworu i przenieść do zlewki na 250 ml, w której będzie przeprowadzane miareczkowanie. Do zlewki dodać 10 ml 0,5 M kwasu azotowego i próbkę rozcieńczyć wodą do objętości ok. 150 ml, tak aby warstwa roztworu umożliwiała zanurzenie elektrod na odpowiednią głębokość.
3. Umieścić na statywie elektrodę srebrową – wskaźnikową oraz elektrodę szklaną, która będzie pełniła funkcję elektrody porównawczej.
4. Zlewkę z przygotowanym do miareczkowania roztworem bromków i pręcikiem magnetycznym umieścić na mieszadle magnetycznym. Mieszadło wraz ze zlewką unieść na taką wysokość, aby elektroda srebrowa (cała powierzchnia pręcika) i bańka elektrody szklanej były zanurzone w badanym roztworze. Należy zwrócić uwagę na to, by podczas mieszania roztworu pręcik magnetyczny nie uderzał w membranę elektrody szklanej.
5. Włączyć mieszadło, włączyć pH-metr, wybrać funkcję pomiaru potencjału i rozpocząć miareczkowanie.
6. Przy pomocy pipety automatycznej dodawać roztwór miareczkujący – 0,05 M azotan srebra - w porcjach po 0,5 ml. Po każdej dodanej porcji odczekać na ustalenie potencjału elektrody i zanotować jego wartość. Wyniki pomiarów umieścić w tabelce:

Objętość odczynnika miareczkującego [ml]	Siła elektromotoryczna ogniwa pomiarowego, ("potencjał elektrody") [mV]
0	
0,5	
1	
...	

Miareczkowanie należy prowadzić do momentu aż, po bardzo wyraźnym skoku potencjału, dodawanym porcjom odczynnika miareczkującego będą towarzyszyły małe zmiany potencjału. Sumaryczna objętość dodanego odczynnika miareczkującego powinna wynosić ok. 9 ml. Miareczkowanie należy powtórzyć 3 - 4 krotnie.

Opracowanie wyników:

1. Wykreślić krzywe miareczkowania i wyznaczyć konstrukcyjnie punkty końcowe miareczkowań. Należy zwrócić uwagę na staranne wykonanie wykresu. Dokładność wyznaczenia punktu końcowego miareczkowania zależy, między innymi, od rozmiarów wykresu. Należy tak dobrać skalę wykresu aby wykorzystać całą powierzchnię papieru milimetrowego.
2. Obliczyć zawartość bromków w roztworze otrzymanym do analizy (dla każdej krzywej oddzielnie)
3. Przeprowadzić analizę statystyczną otrzymanych wyników oznaczeń.