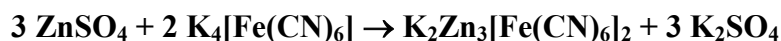


POTENCJOMETRIA II

4. Oznaczanie zawartości **cynku** w roztworze metodą miareczkowania potencjometrycznego

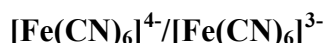
Ćwiczenie polega na oznaczeniu zawartości cynku w próbce otrzymanej do analizy. Podczas miareczkowania wykorzystywana będzie reakcja strąceniowa:



Jako roztwór miareczkujący stosowany będzie roztwór $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ o stężeniu $0,05 \text{ mol/dm}^3$. Miareczkowanie będzie przeprowadzone przy użyciu następującego ogniwa pomiarowego:

| | | |
|---------------------------------------|-------------------|--|
| Elektroda wskaźnikowa platynowa | Roztwór badany | Elektroda porównawcza NEK (nasycona elektroda kalomelowa) |
|---------------------------------------|-------------------|--|

Elektroda wskaźnikowa – platynowa – jest elektrodą typu red-ox i jej użycie pozwala mierzyć zmiany potencjału red-ox roztworu powodowane istnieniem form:



Małe ilości jonów $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$ są obecne w roztworze titranta. Aby uzyskać dobrze wykształconą krzywą miareczkowania zalecany jest dodatek kilku kropeł 1% roztworu $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ przed rozpoczęciem miareczkowania. Po przekroczeniu punktu końcowego miareczkowania rośnie stężenie jonów $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ w roztworze i wraz z nim zmienia się stosunek stężeń $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-} / [\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$ a tym samym wielkość mierzonego potencjału red-ox.

Odczynniki i aparatura:

- $0,05 \text{ M K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$
- $10\% (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$
- $0,05 \text{ M H}_2\text{SO}_4$
- $1\% \text{ K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$
- pH-metr z elektrodą platynową i kalomelową
- pipeta automatyczna

Wykonanie ćwiczenia:

1. Otrzymany do analizy roztwór soli cynku uzupełnić wodą do objętości 100 ml (w kolbce miarowej) i wymieszać.

- Z kolbki miarowej pobrać 20 ml roztworu i przenieść do zlewki na 250 ml, w której będzie przeprowadzane miareczkowanie. Do zlewki dodać 10 ml 10% siarczanu(VI) amonu oraz parę kropel 1% roztworu sześciocyjanożelazianu(III) potasu. Całość uzupełnić do wymaganej objętości 0,05 M kwasem siarkowym(VI), tak aby warstwa roztworu umożliwiała zanurzenie elektrod na odpowiednią głębokość (ok. 150 ml).
- Umocować w statywie elektrody: wskaźnikową – platynową i porównawczą – kalomelową.
- Zlewkę z przygotowanym do miareczkowania roztworem soli cynku i pręcikiem magnetycznym umieścić na mieszadle magnetycznym. Mieszadło wraz ze zlewką unieść na taką wysokość, aby elektroda platynowa (cała powierzchnia metalu) i klucz elektrolityczny elektrody kalomelowej były zanurzone w badanym roztworze. Należy zwrócić uwagę na to, by podczas mieszania pręcik magnetyczny nie uderzał w elektrody.
- Włączyć mieszadło, włączyć pH-metr. Na pH-metrze wybrać funkcję pomiaru potencjału i rozpocząć miareczkowanie.
- Przy pomocy pipety precyzyjnej dodawać roztwór miareczkujący – 0,05 M sześciocyjanożelazian(II) potasu w porcjach po 0,5 ml (zapoznać się z instrukcją użycia pipety i sprawdzić nastawioną objętość). 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. 10 ml. Miareczkowanie należy powtórzyć 3-4 krotnie.

Opracowanie wyników:

- Wykreślić **krzywe miareczkowania** i wyznaczyć graficznie **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.
- Obliczyć zawartość Zn^{2+} w roztworze otrzymanym do analizy (obliczenia przeprowadzić dla każdego miareczkowania oddzielnie), pamiętając o stechiometrii reakcji.
- Przeprowadzić **analizę statystyczną** wyników oznaczeń.