

POTENCJOMETRIA II

5. Oznaczanie zawartości kwasu metodą miareczkowania potencjometrycznego

Odczynniki i aparatura:

- 0,1 M NaOH
- pH-metr z elektrodą szklaną kombinowaną
- pipeta automatyczna

Wykonanie ćwiczenia:

1. Otrzymaną w kolbce miarowej próbkę kwasu uzupełnić wodą do objętości 100 ml i dokładnie wymieszać.
2. Z kolbki miarowej pobrać **20 ml** kwasu i przenieść do zlewki na 250 ml, w której będzie przeprowadzane miareczkowanie. Próbkę kwasu uzupełnić wodą do objętości ok. 150 ml, aby warstwa roztworu umożliwiała zanurzenie elektrod na odpowiednią głębokość.
3. Umieścić na statywie elektrodę szklaną kombinowaną (w jednym korpusie mieszczą się dwie elektrody, szklana i elektroda porównawcza - chlorosrebrowa).
4. Zlewkę z przygotowanym do miareczkowania roztworem kwasu i pręcikiem magnetycznym umieścić na mieszadle magnetycznym i unieść mieszadło wraz ze zlewką na taką wysokość, aby elektroda kombinowana zanurzona była powyżej klucza elektrolitycznego elektrody chlorosrebrowej (włókienko azbestowe wtopione w szklany korpus elektrody, powyżej bańki elektrody szklanej). Należy zwrócić uwagę na to, by podczas mieszania pręcik magnetyczny nie uderzał w bańkę elektrody szklanej, która jest wykonana z bardzo cienkiego szkła.
5. Włączyć mieszadło, włączyć pH-metr, wybrać funkcję pomiaru potencjału i rozpocząć miareczkowanie.
6. Przy pomocy pipety automatycznej dodawać roztwór miareczkujący – **0,1 M NaOH** – w porcjach po **0,5 ml**. Po każdej dodanej porcji nacisnąć przycisk **Read** i odczekać na ustalenie potencjału elektrody (pojawienie się ikony \sqrt{A}) 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 kwasu w roztworze otrzymanym do analizy (dla każdej krzywej oddzielnie)
- 3) Przeprowadzić analizę statystyczną otrzymanych wyników oznaczeń.