

4

**OZNACZANIE ZAWARTOŚCI JONÓW BROMKOWYCH METODĄ
MIARECZKOWANIA POTENCJOMETRYCZNEGO**

Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest oznaczenie zawartości jonów bromkowych w roztworze wodnym metodą miareczkowania potencjometrycznego.

Odczynniki i aparatura

- 0,05 M $AgNO_3$
- 0,5 M HNO_3
- *pH*-metr z elektrodą srebrową i elektrodą szklaną
- kolba miarowa 100 ml
- pipeta jednomiarowa szklana 20 ml
- pipeta szklana (lub cylinder miarowy) 10 ml
- zlewka 250 ml
- precyzyjna pipeta 0,5 ml
- zlewka 250 ml

Wykonanie ćwiczenia

1. Otrzymany do analizy roztwór bromków uzupełnić zdemineralizowaną wodą do objętości 100 ml (w kolbce miarowej).
2. Z kolby miarowej pobrać **bardzo starannie** 20 ml roztworu badanego i przenieść do zlewki o pojemności 250 ml, w której będzie przeprowadzane miareczkowanie. Do zlewki dodać 10 ml 0,5 M kwasu azotowego. Próbkę rozcieńczyć wodą do objętości ok. 150 ml, tak aby warstwa roztworu umożliwiła 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 z zlewką unieść na taką wysokość, aby elektroda srebrowa (cała powierzchnia pręcika) i bańka elektrody szklanej były zanurzone w badanym roztworze.

UWAGA: podczas mieszania roztworu, pręcik magnetyczny nie może uderzać w membranę elektrody szklanej.

Ćwiczenia laboratoryjne: POTENCJOMETRIA II

5. Włączyć mieszadło, włączyć *pH*-metr, wybrać funkcję pomiaru potencjału (mV) 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 poczekać na ustalenie się potencjału ogniwa (± 1 mV) i zanotować jego wartość. Wyniki pomiarów umieścić w tabeli wg wzoru:

Objętość titrantu [ml]	SEM ogniwa pomiarowego [mV]		
	SERIA I	SERIA II	SERIA III
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 dla nowych porcji próbki (20 ml) 3 - 4 krotnie.

Opracowanie wyników

1. Wykreślić **oddzielne** krzywe miareczkowania w układzie $SEM = f(V)$ 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 skale wykresu, aby wykorzystać możliwie największą powierzchnię papieru milimetrowego.
2. Obliczyć zawartość bromków w roztworze otrzymanym do analizy (dla każdej krzywej oddzielnie).
3. Przeprowadzić analizę statystyczną otrzymanych wyników oznaczeń.
4. Znając wartość rzeczywistą obliczyć błąd względny oznaczenia Δx [%].