

PRACOWNIA
PODSTAW CHEMII
ANALITYCZNEJ
-OPISY ĆWICZEŃ

PLAN PRACY PRACOWNIA CHEMII ANALITYCZNEJ ILOŚCIOWEJ

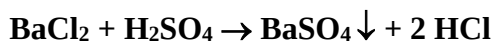
KIERUNEK CHEMIA

ANALIZA WAGOWA		Maksymalna liczba punktów
Omówienie teoretyczne podstaw analizy wagowej.	Oznaczanie jonów Ba ²⁺	10
Wyznaczanie współmierności kolby z pipetą		
ALKACYMETRIA		
Przygotowanie 0,1 M roztworu HCl	Oznaczanie Na ₂ CO ₃	10
Nastawianie miana kwasu solnego na odważki tetraboranu sodu		
Przygotowanie 0,1 M roztworu NaOH	Oznaczanie HCl Oznaczanie CH ₃ COOH	10
Nastawianie miana roztworu NaOH za pomocą mianowanego roztworu HCl		10
ARGENTOMETRIA		
Przygotowanie 0,05 M roztworu AgNO ₃	Oznaczanie NaCl Oznaczanie KSCN	10
Nastawianie miana roztworu AgNO ₃ na odważki NaCl		10
KOMPLEKSOMETRIA		
Przygotowanie 0,05 M roztworu EDTA	Oznaczanie Ca ²⁺ Oznaczanie Mg ²⁺ Oznaczanie Ca ²⁺ obok Mg ²	10
Nastawianie miana EDTA na odważki CaCO ₃		10
		10
		20
MANGANOMETRIA		
Przygotowanie 0,02 M roztworu KMnO ₄	Oznaczanie Na ₂ C ₂ O ₄ Oznaczanie Fe ³⁺ Oznaczanie Ca ²⁺	10
Nastawianie miana KMnO ₄ na odważki H ₂ C ₂ O ₄ 2H ₂ O		10
		10
JODOMETRIA		
Przygotowanie 0,1 M roztworu Na ₂ S ₂ O ₃	Oznaczanie Cu ²⁺ Oznaczanie K ₂ Cr ₂ O ₇	10
Nastawianie miana Na ₂ S ₂ O ₃ na odważki KIO ₃		10

ANALIZA WAGOWA

Oznaczenie Ba^{2+} w postaci BaSO_4

Metoda polega na wytrąceniu osadu BaSO_4 z gorącego, zakwaszonego kwasem solnym roztworu BaCl_2 poprzez dodawanie rozcieńczonego roztworu H_2SO_4 .



Badany roztwór chlorku baru, znajdujący się w zlewce o poj. 400 cm^3 , rozcieńczyć do około 200 cm^3 i zakwasić 2 cm^3 stężonego roztworu HCl . Otrzymany roztwór ogrzać do wrzenia.

Oddzielnie do zlewki o poj. 100 cm^3 wlać 50 cm^3 roztworu H_2SO_4 o stężeniu $0,05 \text{ mol/dm}^3$ i również podgrzać do wrzenia.

BaSO_4 strącać należy dość szybko, dodając do roztworu BaCl_2 po bagietce podgrzany roztwór H_2SO_4 . Należy energicznie mieszać i starać się nie dotykać bagietką dna oraz ścianek zlewki. Po dodaniu prawie całej ilości H_2SO_4 (z wyjątkiem kilku kropli), nie wyjmując bagietki, nakryć zlewkę szkiełkiem zegarkowym i odstawić do opadnięcia osadu. Po opadnięciu osadu na dno naczynia należy sprawdzić całkowitość wytrącenia się osadu, dodając (po ściance zlewki) do roztworu nad osadem pozostały roztwór kwasu siarkowego(VI). Roztwór nie powinien zmętnieć. Zlewkę z osadem pozostawić na okres tygodnia. Klarowny roztwór z nad osadu należy zdekantować przez twardy sączonek do zlewki, osad w zlewce przemyć 2-krotnie używając za każdym razem $25\text{-}50 \text{ cm}^3$ wody destylowanej z dodatkiem kilku kropel roztworu $2 \text{ M H}_2\text{SO}_4$ (efekt wspólnego jonu). Powstały osad przenosi się ilościowo na sączonek przemywając go w zlewce kilka razy wodą destylowaną do zaniku reakcji na jon Cl^- (próba z roztworem AgNO_3). Sączonek z osadem złożyć i pozostawić do wyschnięcia do następnych zajęć. Następnie sączonek z osadem umieścić w tyglu porcelanowym doprowadzonym wcześniej do stałej masy (różnica pomiędzy kolejnymi ważeniami nie powinna być większa niż $\pm 0,0004 \text{ g}$). Tygiel z sączonek umieścić nad palnikiem gazowym i ostrożnie spalić sączonek, a osad wyprażyć. Nie wolno dopuścić do powstania płomienia z sączonek ponieważ wtedy są duże straty analitu. Ostatni etap analizy polega na prażeniu osadu w piecu (w temp. ok. 800°C) przez około 30 minut. Tygiel wystudzić w eksykatorze (około 30 min.), zważyć i ponownie prażyć do uzyskania stałej masy. Z masy otrzymanego osadu obliczyć zawartość Ba^{2+} w próbce.

Ilość Ba^{2+} w próbce (w gramach) oblicza się korzystając z zależności:

$$x = m \cdot \frac{M_{\text{Ba}}}{M_{\text{BaSO}_4}} = m \cdot \frac{137,34}{233,40} = m \cdot 0,5884$$

gdzie:

x – zawartość baru w próbce (g),

m – masa otrzymanego osadu siarczanu(VI) baru (g).

ALKACYMETRIA

Wyznaczanie współmierności kolby z pipetą

Stosunek objętości kolby do pipety, tzw. współmierność kolby i pipety wyznacza się metodą wagową. W tym celu należy zważyć na wadze analitycznej suche zamknięte naczynko wagowe o odpowiedniej pojemności. Następnie do zważonego naczynka odmierza się pipetą wodę destylowaną i waży szczelnie zamknięte naczynko z wodą. Przy napełnianiu i opróżnianiu pipety należy przestrzegać zasad prawidłowego pipetowania. Etap ten wykonuje się trzykrotnie.

Następnie na wadze technicznej waży się czystą i suchą kolbę miarową (kolby nie należy suszyć w suszarce). Kolbę suszymy przemywając dwukrotnie małą porcją acetonu. Po wylaniu acetonu do zlewki należy odczekać aż aceton całkowicie odparuje (brak zapachu acetonu). Potem napełnia się ją wodą destylowaną i waży na wadze technicznej. Etap ten wykonuje się dwukrotnie.

Stosunek masy wody w kolbie do masy wody w pipecie wyznacza współmierność kolby z pipetą.

Odważki wody z pipety nie powinny się różnić między sobą więcej niż o 0,01 g, a wyniki ważenia wody z kolby miarowej nie powinny się różnić więcej niż 0,1 g. Prawidłowe wyznaczenie współmierności jest istotne, ponieważ błędnie oznaczona współmierność pomnożona przez ilość oznaczanego składnika doprowadzi do złego wyniku całej analizy.

Wyniki oznaczeń przedstawić w formie tabel

Lp.	Masa pustej kolby [g]	Masa kolby z wodą [g]	Masa wody [g]	Średnia masa wody [g]
1				
2				

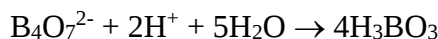
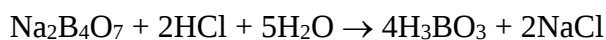
Lp.	Masa pustego naczynka [g]	Masa naczynka z wodą [g]	Masa wody [g]	Średnia masa wody [g]
1				
2				
3				

Z otrzymanych mas wyznaczyć współmierność (W) kolby z pipetą:

$$W = \frac{\text{srednia masa wody z kolby miarowej [g]}}{\text{srednia masa wody z naczynka wagowego [g]}}$$

Nastawianie miana kwasu solnego na $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$

Równanie reakcji zobojętniania boraksu przez kwas solny przedstawiono poniżej:



Na wadze analitycznej należy odważyć od 0,4 do 0,6 g rekrytalizowanego tetraboranu disodu (boraksu). Odważkę przenosi się ilościowo do kolby stożkowej i rozpuszcza w około 80-100 cm³ wody destylowanej. Roztwór podgrzewa się w celu całkowitego rozpuszczenia boraksu. Następnie schładza się do temperatury pokojowej, dodaje 5–6 kropli czerwieni metylowej i intensywnie mieszając miareczkuje kwasem solnym, aż do zmiany barwy wskaźnika z żółtej na czerwoną. Czynność należy powtórzyć pięciokrotnie.

Stężenie kwasu solnego oblicza się z następującego wzoru:

$$C = \frac{2m}{V \cdot M}$$

gdzie:

C – stężenie molowe roztworu HCl (mol/dm³),

m – odważka boraksu (g),

V – objętość zużytego na miareczkowanie roztworu HCl (dm³),

M – masa molowa boraksu (g/mol).

Wyniki oznaczenia należy przedstawić w postaci tabeli.

Lp.	Odważki boraksu [g]	Objętość roztworu HCl [dm ³]	Stężenie HCl [mol/dm ³]
1			
2			
3			
4			
5			

Uzyskane wyniki wartości stężenia należy poddać analizie statystycznej (test Q, wartość średnia, odchylenie standardowe, względne odchylenie standardowe, przedział ufności).

Oznaczanie węglanu disodu mianowanym roztworem HCl

W trakcie oznaczania zachodzi następująca reakcja:



Otrzymaną do analizy próbę w kolbie miarowej należy rozcieńczyć wodą destylowaną do 100 cm³, dokładnie wymieszać i pobrać pipetą po 25 cm³ analizowanego roztworu do 3 kolb stożkowych. Następnie rozcieńczyć wodą destylowaną do około 70-80 cm³ i dodać 3–4 krople roztworu oranżu metylowego. Miareczkować roztwór węglanu disodowego mianowanym roztworem HCl, aż do zmiany barwy z żółtej na pomarańczową.

Uzyskane 3 objętości kwasu solnego (V_1 ; V_2 ; V_3) należy uśrednić i przeliczyć na dm³.

$$V_1 = \dots\dots [\text{cm}^3]$$

$$V_2 = \dots\dots [\text{cm}^3]$$

$$V_3 = \dots\dots [\text{cm}^3]$$

$$V_{\text{sr}} = \dots\dots [\text{cm}^3] = \dots\dots [\text{dm}^3]$$

Obliczyć masę otrzymanej próby Na_2CO_3 [g] korzystając ze wzoru:

$$m = \frac{1}{2} \cdot C \cdot V_{\text{sr}} \cdot M \cdot W$$

gdzie:

m – masa węglanu di sodu (g),

M – masa molowa węglanu di sodu (g/mol),

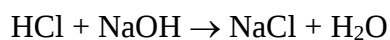
C – stężenie molowe kwasu solnego (mol/dm³),

V_{sr} – średnia objętość roztworu kwasu solnego (dm³),

W – współmierność kolby z pipetą.

Nastawianie miana roztworu NaOH za pomocą mianowanego roztworu HCl

Reakcję zobojętniania kwasu solnego wodorotlenkiem sodu przedstawia równanie:



Do kolby stożkowej należy odpipetować (lub odmierzyć z biurety) po 25 cm³ roztworu kwasu solnego o znanym stężeniu. Następnie rozcieńczyć wodą destylowaną do ok. 80 cm³, dodać 3–4 krople oranżu metylowego i miareczkować roztworem wodorotlenku sodu do zmiany barwy z czerwonej na żółtą.

Stężenie molowe NaOH można obliczyć ze wzoru:

$$C_{\text{NaOH}} = \frac{V_{\text{HCl}} \cdot C_{\text{HCl}}}{V_{\text{NaOH}}}$$

gdzie:

C_{HCl} – stężenie molowe kwasu solnego (mol/dm³),

V_{HCl} – objętość kwasu solnego (dm³),

V_{NaOH} – objętość zużytego wodorotlenku sodu (dm³),

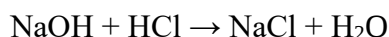
C_{NaOH} – stężenie molowe wodorotlenku sodu (mol/dm³).

Wyniki oznaczenia należy przedstawić w postaci tabeli.

Lp	Objętość roztworu HCl [dm ³]	Objętość roztworu NaOH [dm ³]	Stężenie NaOH [mol/dm ³]	Średnie stężenie NaOH [mol/dm ³]
1				
2				
3				

Oznaczanie kwasu solnego za pomocą mianowanego roztworu wodorotlenku sodu

Reakcja kwasu solnego z wodorotlenkiem sodu przebiega następująco:



Otrzymaną próbę kwasu solnego należy rozcieńczyć w kolbie na 100 cm³ do kreski i dokładnie wymieszać. Następnie do każdej z trzech kolb stożkowych odmierzyć pipetą po 25 cm³ otrzymanego roztworu kwasu. Roztwór rozcieńczyć do 70-80 cm³ wodą destylowaną, dodać 3-4 krople oranżu metylowego i miareczkować mianowanym roztworem wodorotlenku sodu do zmiany barwy wskaźnika z czerwonej na żółtą.

Uzyskane 3 objętości wodorotlenku sodu (V_1 ; V_2 ; V_3) należy uśrednić i przeliczyć na dm³.

$$V_1 = \dots\dots [\text{cm}^3]$$

$$V_2 = \dots\dots [\text{cm}^3]$$

$$V_3 = \dots\dots [\text{cm}^3]$$

$$V_{\text{sr}} = \dots\dots [\text{cm}^3] = \dots\dots [\text{dm}^3]$$

Obliczyć masę otrzymanego kwasu solnego [g] korzystając ze wzoru:

$$m = C \cdot V_{\text{sr}} \cdot M \cdot W$$

gdzie:

m – masa kwasu solnego (g),

C – stężenie roztworu NaOH (mol/dm³),

V_{sr} – średnia objętość roztworu NaOH (dm³),

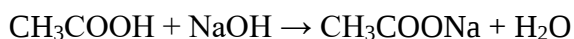
M – masa molowa kwasu solnego (g/mol),

W – współmierność kolby z pipetą.

Oznaczanie kwasu octowego za pomocą mianowanego roztworu

wodorotlenku sodu

Reakcja kwasu octowego z wodorotlenkiem sodu przebiega następująco:



Otrzymaną próbę kwasu octowego należy rozcieńczyć wodą destylowaną w kolbie miarowej na 100 cm³ do kreski i dokładnie wymieszać. Następnie do każdej z trzech kolb stożkowych odmierzyć pipetą po 25 cm³ otrzymanego roztworu kwasu. Roztwór rozcieńczyć do 70-80 cm³ wodą destylowaną, dodać 3-4 krople fenoloftaleiny i miareczkować mianowanym roztworem wodorotlenku sodu do pojawienia się malinowej barwy wskaźnika.

Uzyskane 3 objętości wodorotlenku sodu (V_1 ; V_2 ; V_3) należy uśrednić i przeliczyć na dm³.

$$V_1 = \dots\dots [\text{cm}^3]$$

$$V_2 = \dots\dots [\text{cm}^3]$$

$$V_3 = \dots\dots [\text{cm}^3]$$

$$V_{\text{sr}} = \dots\dots [\text{cm}^3] = \dots\dots [\text{dm}^3]$$

Obliczyć masę otrzymanego kwasu octowego [g] korzystając ze wzoru:

$$m = C \cdot V_{\text{sr}} \cdot M \cdot W$$

gdzie:

m – masa kwasu octowego (g),

C – stężenie roztworu NaOH (mol/dm³),

V_{sr} – średnia objętość roztworu NaOH (dm³),

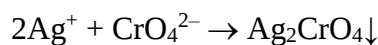
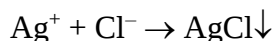
M – masa molowa kwasu octowego (g/mol),

W – współmierność kolby z pipetą

ARGENTOMETRIA

Nastawianie miana roztworu AgNO₃ na odważki NaCl

Podczas oznaczania przebiegają następujące reakcje:



Na wadze analitycznej odważyć 0,07-0,09 g odpowiednio czystego, wyprażonego w 400 °C i ostudzonego w eksykatorze NaCl. Przenieść ilościowo chlorek sodu do kolby stożkowej i rozpuścić go w około 50 cm³ wody destylowanej. Dodać 5-6 kropli 10% K₂CrO₄ (chromian(VI) potasu) jako wskaźnika. Miareczkować roztworem AgNO₃ energicznie mieszając. Podczas miareczkowania wytrąca się biały osad AgCl, a w PK miareczkowania obserwuje się zmianę barwy miareczkowanej mieszaniny z cytrynowej na ciemnożółtą do pomarańczowej. Analizę należy wykonać pięciokrotnie.

Stężenie molowe azotanu(V) srebra (mol/dm³) oblicza się następująco:

$$C = \frac{m}{M \cdot V}$$

gdzie:

C – stężenie molowe AgNO₃ (mol/dm³)

m – odważka NaCl (g),

M – masa molowa NaCl (g/ mol),

V – objętość zużytego AgNO₃ (dm³).

Wyniki oznaczenia należy przedstawić w postaci tabeli.

Lp	Masa NaCl [g]	Objętość AgNO ₃ [dm ³]	Stężenie AgNO ₃ [mol/dm ³]
1			
2			
3			
4			
5			

Uzyskane wyniki wartości stężenia należy poddać analizie statystycznej (test Q, wartość średnia, odchylenie standardowe, względne odchylenie standardowe, przedział ufności).

Oznaczanie NaCl mianowanym roztworem azotanu(V) srebra(I) metodą Mohra

Otrzymaną próbkę NaCl rozcieńczyć do 100 cm³ w kolbie miarowej i dokładnie wymieszać. Pobrać pipetą 25 (20) cm³ roztworu (3 próby) i umieścić w kolbie stożkowej. Rozcieńczyć wodą destylowaną do około 50 cm³ i dodać 5-6 kropli **10% K₂CrO₄** (chromian(VI) potasu) jako wskaźnika. Miareczkować roztworem AgNO₃ energicznie mieszając. Podczas miareczkowania wytrąca się biały osad AgCl, a w PK miareczkowania obserwuje się zmianę barwy miareczkowanej mieszaniny z cytrynowej na ciemnożółtą do pomarańczowej.

Uzyskane 3 objętości roztworu azotanu(V) srebra (V₁; V₂; V₃) należy uśrednić i przeliczyć na dm³.

$$V_1 = \dots\dots [\text{cm}^3]$$

$$V_2 = \dots\dots [\text{cm}^3]$$

$$V_3 = \dots\dots [\text{cm}^3]$$

$$V_{\text{sr}} = \dots\dots [\text{cm}^3] = \dots\dots [\text{dm}^3]$$

Obliczyć masę otrzymanego otrzymanego chlorku sodu [g] korzystając ze wzoru:

$$m = C \cdot V_{\text{sr}} \cdot M \cdot W$$

gdzie:

m – masa chlorku sodu (g),

C – stężenie molowe AgNO₃ (mol/dm³),

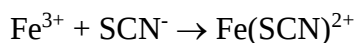
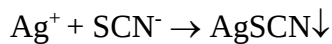
V_{sr} – średnia objętość AgNO₃ (dm³),

M – masa molowa NaCl,

W – współmierność kolby z pipetą.

Oznaczanie KSCN mianowanym roztworem azotanu(V) srebra(I) metodą Volharda

Podczas oznaczania przebiegają następujące reakcje:



Oznaczenie wykonuje się **otrzymując dwukrotnie tą samą próbę w kolbce miarowej na 100 cm³**. Otrzymaną próbę KSCN rozcieńczyć wodą destylowaną do 100 cm³ w kolbie miarowej i dokładnie wymieszać. Otrzymanym roztworem przepłukać biuretę a następnie napęlnić ją ponownie. Pobrać pipetą 25 (20) cm³ mianowanego roztworu AgNO₃ (3 próby) i umieścić w kolbie stożkowej. Rozcieńczyć wodą destylowaną do około 50 cm³ i dodać 5-6 kropli (NH₄)₂Fe₂(SO₄)₄·24H₂O (potocznie: **alun żelazowo-amonowy**). Miareczkować roztworem KSCN do pojawienia się pomarańczowego zabarwienia roztworu.

Uzyskane 3 objętości roztworu KSCN (V₁; V₂; V₃) należy uśrednić i przeliczyć na dm³.

$$V_1 = \dots\dots [\text{cm}^3]$$

$$V_2 = \dots\dots [\text{cm}^3]$$

$$V_3 = \dots\dots [\text{cm}^3]$$

$$V_{\text{sr}} = \dots\dots [\text{cm}^3] = \dots\dots [\text{dm}^3]$$

Obliczyć masę otrzymanego otrzymanego tiocyjanianu potasu korzystając ze wzoru:

$$m = \frac{0,1 \cdot C_1 \cdot V_1 \cdot M}{V_2}$$

gdzie:

m – masa rodunku potasu (g)

C₁ – stężenie molowe AgNO₃ (mol/dm³),

V₁ – objętość AgNO₃ (dm³),

V₂ – średnia objętość zużytego KSCN (dm³),

M – masa molowa KSCN (g/mol).

KOMPLEKSOMETRIA

Nastawianie miana roztworu soli disodowej kwasu etylenodiaminotetraoctowego na odważki CaCO_3

Na wadze analitycznej odważyć 0,10 – 0,13 g CaCO_3 i przenieść ilościowo do kolby stożkowej. Do węglanu wapnia dodać 10 cm³ 1M roztworu HCl i poczekać do całkowitego rozpuszczenia się węglanu wapnia. Następnie próbę rozcieńczyć wodą destylowaną do około 50 cm³ i dodać ok. 10 cm³ 1M roztworu NaOH w celu zobojętnienia nadmiaru kwasu. Następnie dodać się jeszcze ok. 2 cm³ 1M roztworu NaOH w celu zalkalizowania roztworu (razem ok. 12 cm³) Alkalizacja może wywołać zmętnienie roztworu. Następnie dodać niewielką ilość mureksydu i miareczkować przygotowanym roztworem EDTA do zmiany barwy roztworu z różowej na fioletową. Procedurę powtórzyć pięciokrotnie.

Stężenie molowe EDTA oblicza się następująco:

$$C = \frac{m}{M \cdot V}$$

gdzie:

C – stężenie molowe EDTA (mol/dm³),

m – odważka CaCO_3 (g),

M – masa molowa CaCO_3 (g/mol),

V – objętość zużytego EDTA (dm³).

Wyniki oznaczenia należy przedstawić w postaci tabeli.

Lp.	Masa CaCO_3 [g]	Objętość roztworu EDTA [dm ³]	Stężenie EDTA [mol/dm ³]
1			
2			
3			
4			
5			

Uzyskane wyniki wartości stężenia należy poddać analizie statystycznej (test Q, wartość średnia, odchylenie standardowe, względne odchylenie standardowe, przedział ufności).

Oznaczanie Ca^{2+} przy pomocy mianowanego roztworu EDTA

Badaną próbę należy uzupełnić wodą destylowaną w kolbie miarowej do kreski, wymieszać i pobrać pipetą po 25 cm^3 (20 cm^3) do trzech kolb stożkowych. Każdą próbę rozcieńczyć do około 80 cm^3 , dodać 10 cm^3 roztworu 1M NaOH i miareczkować wobec mureksydu do zmiany zabarwienia z różowego na fioletowe.

Uzyskane 3 objętości roztworu EDTA (V_1 ; V_2 ; V_3) należy uśrednić i przeliczyć na dm^3 .

$$V_1 = \dots\dots [\text{cm}^3]$$

$$V_2 = \dots\dots [\text{cm}^3]$$

$$V_3 = \dots\dots [\text{cm}^3]$$

$$V_{\text{sr}} = \dots\dots [\text{cm}^3] = \dots\dots [\text{dm}^3]$$

Obliczyć masę jonów wapnia zawartych w roztworze [g] korzystając ze wzoru:

$$m = C \cdot V_{\text{sr}} \cdot M \cdot W$$

gdzie:

m – masa jonów wapnia (g),

C – stężenie molowe EDTA (mol/dm^3),

V_{sr} – średnia objętość EDTA (dm^3),

M – masa molowa wapnia (g/mol),

W – współmierność kolby z pipetą.

Oznaczanie Mg^{2+} przy pomocy mianowanego roztworu EDTA

Badaną próbę należy uzupełnić wodą destylowaną w kolbce miarowej do kreski, wymieszać i pobrać pipetą po 25 cm^3 (20 cm^3) do trzech kolb stożkowych. Każdą próbę rozcieńczyć do około 80 cm^3 , dodać 5 cm^3 roztworu buforu amoniakalnego i miareczkować wobec niewielkiej ilości czerni eriochromowej T do zmiany zabarwienia z fioletowego na niebieskie.

Uzyskane 3 objętości roztworu EDTA (V_1 ; V_2 ; V_3) należy uśrednić i przeliczyć na dm^3 .

$$V_1 = \dots\dots [\text{cm}^3]$$

$$V_2 = \dots\dots [\text{cm}^3]$$

$$V_3 = \dots\dots [\text{cm}^3]$$

$$V_{\text{sr}} = \dots\dots [\text{cm}^3] = \dots\dots [\text{dm}^3]$$

Obliczyć masę jonów magnezu zawartych w roztworze [g] korzystając ze wzoru:

$$m = C \cdot V_{\text{sr}} \cdot M \cdot W$$

gdzie:

m – masa jonów magnezu (g),

C – stężenie molowe EDTA (mol/dm^3),

V_{sr} – objętość EDTA (dm^3),

M – masa molowa magnezu (g/mol),

W – współmierność kolby z pipetą.

Oznaczanie Ca^{2+} obok Mg^{2+} przy pomocy mianowanego

roztworu EDTA

Oznaczenie wykonuje się **otrzymując dwukrotnie tą samą próbę zawierającą jony magnezu i wapnia w kolbie miarowej na 100 cm³**. Z jednej próby oznaczamy zawartość jonów wapnia postępując zgodnie z instrukcją oznaczania jonów Ca^{2+} a z drugiej porcji oznaczamy sumę wapnia i magnezu postępując zgodnie ze sposobem wykonania oznaczenia jonów Mg^{2+} .

I. Otrzymane 3 objętości roztworu EDTA zużyte na miareczkowanie jonów wapnia uśrednić.

$$V = \dots\dots [\text{cm}^3]$$

$$V = \dots\dots [\text{cm}^3]$$

$$V = \dots\dots [\text{cm}^3]$$

$$V_1 = \dots\dots [\text{cm}^3] = \dots\dots [\text{dm}^3]$$

II. Otrzymane 3 objętości roztworu EDTA zużyte na miareczkowanie sumy jonów wapnia i magnezu uśrednić.

$$V = \dots\dots [\text{cm}^3]$$

$$V = \dots\dots [\text{cm}^3]$$

$$V = \dots\dots [\text{cm}^3]$$

$$V_2 = \dots\dots [\text{cm}^3] = \dots\dots [\text{dm}^3]$$

III. Masę jonów wapnia (wyrażoną w gramach) zawartych w roztworze oblicza się według wzoru:

$$m = C \cdot V_1 \cdot M \cdot W$$

gdzie:

C – stężenie molowe EDTA (mol/dm^3),

V_1 – średnia objętość EDTA zużyta na miareczkowanie jonów wapnia (dm^3),

M – masa molowa wapnia,

W – współmierność kolby z pipetą,

IV. Masę jonów magnezu (wyrażoną w gramach) zawartych w roztworze oblicza się według wzoru:

$$m = C \cdot (V_2 - V_1) \cdot M \cdot W$$

gdzie:

c – stężenie molowe EDTA (mol/dm^3),

V_2 – średnia objętość EDTA zużyta na miareczkowanie sumy jonów wapnia i magnezu (dm^3),

V_1 – średnia objętość EDTA zużyta na miareczkowanie jonów wapnia (dm^3),

$(V_2 - V_1)$ - objętość EDTA zużyta na miareczkowania jonów magnezu (dm^3),

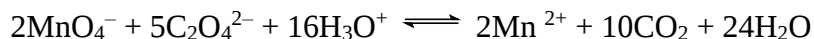
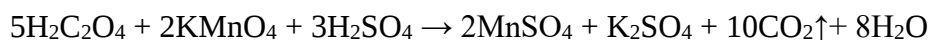
M – masa molowa magnezu (g/mol),

W – współmierność kolby z pipetą.

MANGANOMETRIA

Nastawianie miana KMnO_4 na odważki $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Reakcja kwasu szczawiowego z manganianem(VII) potasu przebiega następująco:



Odważyć na wadze analitycznej i przenieść ilościowo do kolby stożkowej 0,15 – 0,20 g dihydratu kwasu szczawiowego. Rozpuścić go w około 70 cm³ wody destylowanej; następnie dodać 25 cm³ roztworu 2M H_2SO_4 . Całość ogrzać do około 80°C i miareczkować roztworem manganianu(VII) potasu do pojawienia się trwałego (30 s.) bladoróżowego zabarwienia. Procedurę powtórzyć pięciokrotnie.

Stężenie molowe (mol/dm³) przygotowanego roztworu KMnO_4 oblicza się ze wzoru:

$$C = \frac{2 \cdot m}{5 \cdot M \cdot V}$$

gdzie:

C – stężenie molowe KMnO_4 (mol/dm³),

m – odważka $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (g),

V – objętość zużytego KMnO_4 (dm³),

M – masa molowa $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (g/mol).

Wyniki oznaczenia należy przedstawić w postaci tabeli.

Lp.	Masa $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ [g]	Objętość roztworu KMnO_4 [dm ³]	Stężenie KMnO_4 [mol/dm ³]
1			
2			
3			
4			
5			

Uzyskane wyniki wartości stężenia należy poddać analizie statystycznej (test Q, wartość średnia, odchylenie standardowe, względne odchylenie standardowe, przedział ufności).

Oznaczanie $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ przy pomocy mianowanego roztworu manganianu(VII) potasu

Reakcja szczawianu sodu z manganianem(VII) potasu przebiega następująco:



Otrzymaną próbę szczawianu sodu należy rozcieńczyć w kolbie na 100 cm^3 do kreski i dokładnie wymieszać. Następnie do każdej z trzech kolb stożkowych pobrać pipetą po 25 cm^3 (20 cm^3) otrzymanego roztworu soli. Roztwór rozcieńczyć do około 70 cm^3 wodą destylowaną, dodać 25 cm^3 roztworu $2\text{M H}_2\text{SO}_4$ i ogrzać do około 80°C . Miareczkować do pierwszego (trwałego) bladnoróżowego zabarwienia roztworu (utrzymującego się ok. 30 sekund).

Uzyskane 3 objętości roztworu KMnO_4 (V_1 ; V_2 ; V_3) należy uśrednić i przeliczyć na dm^3 .

$$V_1 = \dots\dots [\text{cm}^3]$$

$$V_2 = \dots\dots [\text{cm}^3]$$

$$V_3 = \dots\dots [\text{cm}^3]$$

$$V_{\text{sr}} = \dots\dots [\text{cm}^3] = \dots\dots [\text{dm}^3]$$

Obliczyć masę szczawianu sodu [g] korzystając ze wzoru:

$$m = \frac{5 \cdot V_{\text{sr}} \cdot C \cdot M}{2} \cdot W$$

gdzie:

m – masa szczawianu sodu (g),

V_{sr} – objętość zużytego KMnO_4 (dm^3),

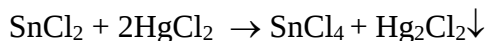
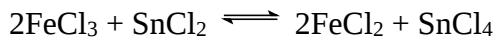
c – stężenie molowe KMnO_4 (mol/dm^3),

M – masa molowa szczawianu sodu (g/mol),

W – współmierność kolby z pipetą.

Oznaczanie Fe(III) przy pomocy mianowanego roztworu manganianu(VII) potasu

W trakcie oznaczania jonów żelaza(III) metodą manganometryczną zachodzą następujące reakcje chemiczne.



Próbę soli żelaza otrzymujemy w kolbie stożkowej z wąską szyjką. Roztwór zakwasić 10 cm³ stężonego kwasu solnego a ścianki spłukać małą ilością wody destylowanej. Kolbę przykryć małym szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać do momentu wrzenia. **Uwaga: Nie ogrzewać dłużej!** Kolbę zestawić, spłukać szkiełko wodą destylowaną i mieszając dodać kroplami roztwór chlorku cyny(II) do odbarwienia próbki (plus jedną kroplę nadmiaru). Kolbę schłodzić pod bieżącą wodą a następnie dodać 10 cm³ roztworu HgCl₂. Zawartość (z białym jedwabistym osadem) przenieść ilościowo do parownicy porcelanowej zawierającej 400 cm³ wody wodociągowej i 25 cm³ mieszaniny Reinharda-Zimmermanna. **Uwaga: Przed przeniesieniem próbki dodać 2 krople roztworu KMnO₄ do parownicy.** Miareczkować, mieszając bagietką do osiągnięcia trwałej blad różowej barwy roztworu (utrzymującej się ok. 30 sekund).

Masę jonów żelaza(III) w gramach zawartą w roztworze oblicza się następująco:

$$m = 5 \cdot C \cdot V \cdot M$$

gdzie:

m – masa jonów żelaza (g),

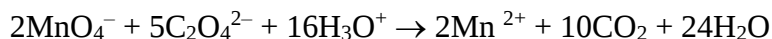
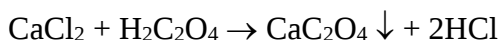
C – stężenie molowe KMnO₄ (mol/dm³),

V – objętość KMnO₄ (dm³),

M – masa molowa żelaza (g/mol).

Oznaczanie wapnia za pomocą mianowanego roztworu KMnO_4

W trakcie oznaczania zachodzą następujące reakcje:



Otrzymaną próbę jonów Ca^{2+} rozcieńczyć do ok. 100 cm^3 wodą destylowaną, dodać 5 cm^3 stężonego roztworu kwasu solnego, 3 krople oranżu metylowego i rozcieńczyć do 200 cm^3 wodą destylowaną. Dodać 25 cm^3 nasyconego roztworu $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ i ogrzać do ok. 80°C , zlewkę zestawić z płytki i powoli dodać 10% roztworu amoniaku do zmiany barwy z czerwonej na żółtą. Wytrącony osad pozostawić do następnych zajęć (minimum 24 godziny) w celu zestarzenia się osadu, a następnie przesączyć przez średni sącze i przemyć małymi porcjami wody destylowanej do ujemnego wyniku na jony Cl^- (reakcja z AgNO_3). Przemyty osad rozpuścić w 100 cm^3 gorącego 1 M roztworu H_2SO_4 . W tym celu należy sącze z osadem rozłożyć na wewnętrznej ścianie zlewki o poj. 400 cm^3 (tej samej w której strącany był wapń), połączyć gorącym roztworem 1 M H_2SO_4 i całość miareczkować na gorąco roztworem KMnO_4 do różowego zabarwienia od pierwszej kropli. Następnie należy zanurzyć sącze w roztworze i miareczkować dalej do pojawienia się trwałego lekko różowego zabarwienia utrzymującego się przez 30 sekund.

Zawartość wapnia w próbce w gramach oblicza się według następującego wzoru:

$$m = \frac{5 \cdot V \cdot C \cdot M}{2}$$

gdzie:

m – masa jonów wapnia (g),

V – objętość zużytego KMnO_4 (dm^3),

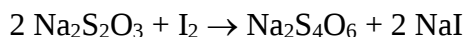
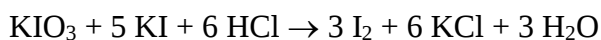
C – stężenie molowe KMnO_4 (mol/dm^3),

M – masa molowa wapnia (g/mol).

JODOMETRIA

Nastawianie miana $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ na odważki KIO_3

Reakcje przebiegają według następujących równań:



Na wadze analitycznej odważyć 0,10-0,12 g wysuszonego jodanu(V) potasu a następnie przenieść ilościowo do kolby stożkowej i rozpuścić w 40-50 cm³ wody destylowanej. Do otrzymanego roztworu dodać 2 g jodku potasu i 10 cm³ roztworu 1M HCl. Wydzielony jod odmiareczkować roztworem tiosiarczanu sodu dodając pod koniec miareczkowania (gdy brunatne zabarwienie roztworu przejdzie w jasnożółte) świeżo przygotowanego roztworu skrobi. Opisaną procedurę wykonać pięciokrotnie.

Stężenie molowe roztworu tiosiarczanu sodu oblicza się ze wzoru:

$$C = \frac{6 \cdot m}{M \cdot V}$$

C – stężenie molowe tiosiarczanu sodu (mol/dm³)

m – masa KIO_3 (g)

M - masa molowa KIO_3 (g/mol)

V – objętość zużytego titranta (dm³)

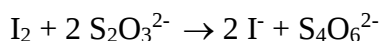
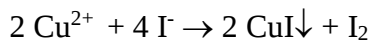
Wyniki oznaczenia należy przedstawić w postaci tabeli.

Lp.	Masa KIO_3 [g]	Objętość roztworu $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ [dm ³]	Stężenie $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ [mol/dm ³]
1			
2			
3			
4			
5			

Uzyskane wyniki wartości stężenia należy poddać analizie statystycznej (test Q, wartość średnia, odchylenie standardowe, względne odchylenie standardowe, przedział ufności).

Oznaczanie miedzi(II) przy pomocy mianowanego roztworu tiosiarczanu sodu

Podczas oznaczania zachodzą następujące reakcje



Próbkę zawierającą sól miedzi(II) rozcieńczyć wodą destylowaną w kolbie miarowej do 100 cm³, pobrać pipetą 3 próbki po 25 cm³ (20 cm³) do kolb stożkowych, dodać 5 cm³ 1M roztworu H₂SO₄ oraz 1g KI i odstawić na 5 min. w ciemne miejsce (do szafki). Następnie próbkę miareczkować mianowanym roztworem Na₂S₂O₃. Kiedy brunatne zabarwienie roztworu zmieni się na żółte, dodać świeżo przyrządzonego roztworu skrobi (ok. 1 cm³) i miareczkować do zaniku granatowej barwy.

Uwaga: Nie dodawać KI do wszystkich kolb jednocześnie ale wykonywać oznaczenia po kolei!

Uzyskane 3 objętości roztworu Na₂S₂O₃ (V₁; V₂; V₃) należy uśrednić i przeliczyć na dm³.

$$V_1 = \dots\dots [\text{cm}^3]$$

$$V_2 = \dots\dots [\text{cm}^3]$$

$$V_3 = \dots\dots [\text{cm}^3]$$

$$V_{\text{sr}} = \dots\dots [\text{cm}^3] = \dots\dots [\text{dm}^3]$$

Obliczyć masę jonów miedzi(II) [g] korzystając ze wzoru:

$$m = C \cdot V_{\text{sr}} \cdot M \cdot W$$

gdzie:

C – stężenie molowe tiosiarczanu sodu (mol/dm³),

V_{sr} – objętość zużytego tiosiarczanu sodu (dm³),

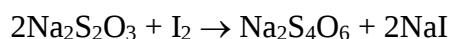
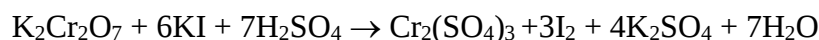
M – masa molowa miedzi (g/mol),

W - współmierność kolby z pipetą.

Oznaczanie $K_2Cr_2O_7$ przy pomocy mianowanego roztworu

tiosiarczanu sodu

Reakcje przebiegają według następujących równań:



Próbkę zawierającą dichromian(VI) potasu rozcieńczyć wodą destylowaną w kolbie miarowej o poj. 100 cm³ do kreski i dokładnie wymieszać. Następnie do trzech kolb stożkowych ze szlifem pobrać pipetą 3 próbki po 25 cm³ (20 cm³), dodać 5 cm³ 1 M roztworu H₂SO₄ oraz 1 g KI. **Uwaga: Podobnie jak w przypadku oznaczania miedzi(II) nie należy dodawać KI do wszystkich prób jednocześnie, lecz bezpośrednio przed wykonaniem analizy.** Kolbkę zamknąć korkiem i odstawić w ciemne miejsce (do szafki) na 5 minut. Po tym czasie korek i szlif kolby spłukać wodą z tryskawki i miareczkować mianowanym roztworem Na₂S₂O₃ do barwy słomkowej. Następnie dodać roztworu skrobi i miareczkować aż barwa roztworu zmieni się z granatowej na niebieskozieloną (barwa uwodnionych jonów Cr³⁺).

Uzyskane 3 objętości roztworu Na₂S₂O₃ (V₁; V₂; V₃) należy uśrednić i przeliczyć na dm³.

$$V_1 = \dots\dots [cm^3]$$

$$V_2 = \dots\dots [cm^3]$$

$$V_3 = \dots\dots [cm^3]$$

$$V_{sr} = \dots\dots [cm^3] = \dots\dots [dm^3]$$

Obliczyć zawartość K₂Cr₂O₇ [g] korzystając ze wzoru:

$$m = \frac{C \cdot V \cdot M \cdot W}{6}$$

m – masa dichromianu(VI) potasu (g),

c – stężenie roztworu tiosiarczanu sodu (mol/dm³),

M - masa molowa K₂Cr₂O₇ (g/mol),

V – objętość zużytego titranta (dm³),

W – współmierność kolby z pipetą.

STATYSTYCZNA OCENA WYNIKÓW

Przedstawianie wyników analizy

W wyniku analizy należy podać tylko cyfry znaczące, tj. cyfry mające fizyczny sens dla danego oznaczenia, a niebędące rezultatem matematycznych obliczeń. W przedstawianym wyniku powinno być tyle cyfr znaczących, aby tylko ostatnia była cyfrą wątpliwą, a przedostatnia – pewną. Dokładność wyniku końcowego nie może przekraczać dokładności najmniej dokładnego wyniku pomiarowego.

Analiza statystyczna oznaczania miana roztworu

Uzyskane wyniki analizy powinny być opracowane pod względem statystycznym. Ma to na celu odrzucenie wyników obarczonych błędem grubym, a następnie ocenę niepewności wyniku spowodowaną błędami przypadkowymi. Ocena niepewności wyniku powinna być podawana zawsze wraz z wynikiem analizy.

Poniżej przedstawiono kolejność wykonywanych obliczeń.

1. Odrzucanie wyników odbiegających

Dość często, po wykonaniu większej serii pomiarów okazuje się, że jeden z otrzymanych wyników odbiega znacząco od pozostałych i prawdopodobnie obarczony jest przypadkowym błędem grubym. Jednym ze sposobów oszacowania, czy należy go odrzucić przy obliczaniu średniej z uzyskanych pomiarów jest test Q Dixona. Q jest to parametr będący stosunkiem bezwzględnej wartości różnicy między wynikiem wątpliwym a najbliższym wynikiem w serii do wartości rozstępu wyników. W celu określenia, czy wystąpił błąd gruby należy wyniki analizy uszeregować od najmniejszego do największego. Następnie obliczyć wartość Q zgodnie ze wzorem:

$$Q = \frac{|x_2 - x_1|}{R}$$

gdzie:

x_1 – wynik wątpliwy,

x_2 – najbliższy sąsiadujący wynik,

R – rozstęp wyników w serii.

Rozstęp (rozrzut wyników, D) jest to różnica między największym i najmniejszym wynikiem pomiaru w danej serii.

Wynik wątpliwy należy odrzucić, jeśli wyliczona wartość Q jest większa od krytycznej wartości Q dla danej liczby wyników oraz dla danego poziomu istotności.

Krytyczne wartości Q do odrzucania wyników odbiegających

Liczba pomiarów n	Poziom istotności		
	0,90	0,95	0,99
3	0,886	0,941	0,988
4	0,679	0,765	0,889
5	0,557	0,642	0,760
6	0,482	0,560	0,698
7	0,434	0,507	0,637
8	0,399	0,468	0,590
9	0,370	0,437	0,555
10	0,349	0,412	0,527

2. Średnia arytmetyczna wyników (x_{sr})

Średnia arytmetyczna (średnia) jest to suma wyników (x_j) oznaczeń lub pomiarów w danej serii podzielona przez ich liczbę (n).

$$x_{sr} = \frac{\sum x_j}{n}$$

3. Odchylenie standardowe średniej arytmetycznej (S)

Jest to wielkość, która pozwala ocenić rozproszenia wyników, jest miarą precyzji rezultatu pomiarów, ale nie oznacza, że wartość rzeczywista musi zawierać się w granicach $x_{sr} - s_{sr}$ i $x_{sr} + s_{sr}$.

Jest to dodatni pierwiastek kwadratowy z wariancji - sumy kwadratów różnic pomiędzy uzyskanymi wynikami a wartością średniej arytmetycznej.

$$S = \sqrt{\frac{1}{n-1} \cdot \sum (x_i - x_{sr})^2}$$

4. Względne odchylenie standardowe (S_r)

Jest to stosunek odchylenia standardowego do średniej arytmetycznej:

$$S_r = \frac{S}{x_{sr}}$$

Wielkość ta umożliwia porównanie precyzji różnych metod analitycznych, a także precyzji wyników uzyskiwanych tą samą metodą przy różnych zawartościach danego składnika.

5. Przedział ufności

Przedział ufności to zakres obejmujący średnią arytmetyczną, o której można powiedzieć, że przy założonym prawdopodobieństwie (poziomie ufności) wartość prawdziwa jest w niej zawarta.

$$\mu = \bar{x}_{sr} \pm t \cdot S$$

Stosowana we wzorze wartość t jest zależna od poziomu prawdopodobieństwa oraz liczby stopni swobody (liczby pomiarów). W tabeli poniżej przedstawiono obliczone wartości t dla prawdopodobieństwa 95% i 99%. Im większe prawdopodobieństwo, tym większa wartość t , a więc szerszy przedział ufności. W praktyce najczęściej przyjmuje się poziom ufności 95 %.

Wartość współczynnika t -Studenta w zależności od n dla różnych poziomów prawdopodobieństwa

Liczba pomiarów n	Liczba stopni swobody $K = n - 1$	Prawdopodobieństwo	
		95%	99%
		t	
2	1	12,71	63,66
3	2	4,30	9,92
4	3	3,18	5,84
5	4	2,78	4,60
6	5	2,57	4,03
7	6	2,45	3,71
8	7	2,37	3,50
9	8	2,31	3,36
10	9	2,26	3,25
11	10	2,23	3,17
15	14	2,15	2,98
20	19	2,09	2,86
25	24	2,06	2,80