

Podstawy i ogólne zasady pracy w laboratorium. Analiza miareczkowa.

Celem ćwiczenia jest:

- zapoznanie się z zasadami BHP obowiązującymi w laboratorium chemicznym
- zapoznanie się z wyposażeniem i sposobami wykonywania podstawowych czynności w laboratorium
- opanowanie techniki wykonywania analizy miareczkowej
- wykonanie oznaczenia zawartości NaOH/KOH w technicznych odczynnikach

Przed zajęciami laboratoryjnymi należy zapoznać się z następującymi zagadnieniami:

- mol i gramorównoważnik
- stężenia molowe i normalne
- stężenia procentowe i wyrażone w ppm
- przeliczenia stężeń i ilości substancji zawartych w roztworach
- reakcje zobojętniania
- odczyn (pH) i popularne wskaźniki kwasowo-zasadowe
- przeliczenia stechiometryczne ilości reagujących substancji w oparciu o zapis reakcji chemicznej

Przebieg ćwiczenia:

- omówienie ogólnych zasad BHP w laboratorium chemicznym (zasady BHP oraz objaśnienia zwrotów wskazujących stopień zagrożenia i określających warunki bezpiecznego stosowania odczynników chemicznych - w załączeniu)
- omówienie i demonstracja podstawowego sprzętu laboratoryjnego
- obliczenia objętości roztworów i masy naważek potrzebnych do wykonania oznaczenia zawartości NaOH/KOH w technicznych odczynnikach
- wykonanie oznaczenia zawartości NaOH/KOH w technicznych odczynnikach

Podstawowy sprzęt laboratoryjny.

W trakcie zajęć omówiony zostanie następujący sprzęt i wyposażenie laboratorium:

- | | | |
|-----------------------|-----------------------------------|-------------------------|
| - zlewki | - pipety i dozowniki automatyczne | - cylindry miarowe |
| - kolby stożkowe | - ekscykatory i naczynka wagowe | - biurety |
| - kolby miarowe | - tygle i parownice | - mieszadła magnetyczne |
| - pipety wielomiarowe | - gruszki gumowe do pipet | - tryskawki |
| - pipety jednomiarowe | - waga elektroniczna | |

Ćwiczący w trakcie zajęć wykonywać będą czynności służące opanowaniu poprawnych technik:

- precyzyjnego odmierzenia objętości roztworów
- sporządzania roztworów o ściśle określonym stężeniu
- ważenia
- miareczkowania

Obliczenie objętości roztworów i masy naważek potrzebnych do wykonania oznaczenia zawartości NaOH/KOH w technicznych odczynnikach.

Przed rozpoczęciem wykonywania analizy należy określić podstawowe wielkości potrzebne do praktycznego wykonania oznaczenia. W przypadku wykonywanej analizy mogą to być:

- objętość miareczkowanej próbki,
- ilość powtórzeń oznaczenia,
- objętość przygotowywanego roztworu technicznego odczynnika,
- stężenie roztworu kwasu i objętość biurety,
- wielkość naważki technicznego odczynnika.

W celu przesłedzenia jednej z możliwych metod obliczeń założmy, że wykonujemy oznaczenie LiOH w technicznym odczynniku. Oznaczenie wykonywane będzie za pomocą roztworu kwasu siarkowego o stężeniu $0,1 \text{ mol/dm}^3$ i biurety o pojemności 10 ml.

Uwaga!

Podany przykład jest jedynie prezentacją możliwego sposobu przeliczeń i nie odpowiada dokładnie praktycznemu zadaniu planowanemu do wykonania w laboratorium. Podany sposób przeliczeń jest jednym z wielu możliwych. Nie wszystkie wartości zakładane i obliczane uwzględniają aspekt praktyczny.

Do obliczeń i wykonania oznaczenia przyjmijmy następujące założenia:

- stosowany wskaźnik: fenoloftaleina
- ilość powtórzeń oznaczenia: 4
- objętość miareczkowanej próbki: 200 ml

Przyjęta ilość powtórzeń i objętość miareczkowanej próbki określa objętość roztworu badanego odczynnika jaką należy przygotować w celu wykonania analizy. Teoretycznie wynosi ona $0,8 \text{ dm}^3$. Praktycznie należy pamiętać, że nie da się odmierzyć czterech próbek po 200 ml z jednego naczynia o pojemności $0,8 \text{ dm}^3$ oraz, że przygotowanie dokładnej objętości roztworu wymaga zastosowania kolby miarowej. Najbliższą, większą od $0,8 \text{ dm}^3$, kolbą miarową jest kolba o pojemności 1 dm^3 . Z praktycznego punktu widzenia należy więc przygotować 1 dm^3 roztworu.

Aby oszacować masę naważki odczynnika przyjmijmy, że analiza powinna zastać wykonana w taki sposób, aby w trakcie miareczkowania próbki nie zachodziła konieczność dopełniania biurety. Oznacza to, że masę naważki powinniśmy dobrać tak, aby do zmiareczkowania próbki o objętości 200 ml zużywać nie więcej niż 10 ml roztworu kwasu siarkowego o stężeniu $0,1 \text{ mol/dm}^3$.

Do tego typu obliczeń najwygodniej jest posłużyć się pojęciem gramorównoważnika (vala) i stężenia normalnego.

Jeden mol kwasu siarkowego (H_2SO_4) to dwa jego gramorównoważniki (vale). Na tej podstawie można przeliczyć stężenie molowe (mol/dm^3) roztworu kwasu siarkowego na stężenie normalne wyrażone w val/dm^3 . Dla naszego przypadku stężenie normalne roztworu (r-ru) kwasu siarkowego wynosi $0,2 \text{ val/dm}^3$.

Z definicji gramorównoważnika wynika, że jest to wielkość tak dobrana aby dla dowolnej reakcji substancje reagowały ze sobą w stosunku 1:1 jeżeli ich ilości wyrazimy w valach (jeden val kwasu reaguje z jednym valem zasady). Naważka LiOH powinna zostać więc dobrana w taki sposób aby w 200 ml roztworu LiOH znajdowało się nie więcej vali zasady niż ilość vali kwasu w 10 ml jego r-ru o stężeniu $0,2 \text{ val/dm}^3$. Jeden z możliwych sposobów obliczenia przedstawiony jest poniżej:

- W 1 dm^3 r-ru o stężeniu $0,2 \text{ val/dm}^3$ znajduje się 0,2 wala substancji rozpuszczonej lub zamieniając jednostki w 1 cm^3 r-ru o stężeniu $0,2 \text{ val/dm}^3$ znajduje się 0,2 mvala (mili wala) substancji rozpuszczonej.
- W 10 cm^3 r-ru stosowanego kwasu siarkowego znajdują się więc 2 mvale kwasu.
- W 200 cm^3 (ml) r-ru LiOH powinny znaleźć się też 2 mvale zasady. W przeliczeniu na 1 cm^3 odpowiada to ilości 0,01 mvala. Roztwór zawierający 0,01 mval substancji w 1 cm^3 ma stężenie $0,01 \text{ mval/cm}^3$ co odpowiada wartości $0,01 \text{ val/dm}^3$. Obliczone stężenie normalne zasady jest 20-krotnie niższe od normalnego stężenia kwasu – jest to wartość zgodna z oczekiwaniem ponieważ użyta objętość r-ru zasady jest 20-krotnie większa od użytej objętości r-ru kwasu o stężeniu $0,2 \text{ val/dm}^3$, a ilości vali zobojętniających się kwasu i zasady muszą być sobie równe.
- W przygotowanej objętości 1 dm^3 r-ru LiOH powinno się znajdować 0,01 wala zasady. W przypadku LiOH 1 mol jest równy jednemu gramorównoważnikowi (czyli stężenie wyrażone jako normalne odpowiada stężeniu wyrażonemu jako molowe).
- Jeden mol LiOH to ok. 24 g. W celu przygotowania 1 dm^3 r-ru o stężeniu $0,01 \text{ mol/dm}^3$ należy w objętości 1 dm^3 r-ru umieścić 0,01 mola zasady czyli ok. 0,24 g.
- Sumując wykonane obliczenia otrzymujemy gotową procedurę wykonania oznaczenia:
 - o Odważamy ok. 0,24 g stałego LiOH. Ważenie z dokładnością do 0,0001 g jest czasochłonne. Należy pamiętać, że odważamy odczynnik o nieznannej zawartości LiOH czyli precyzyjne odważanie wcześniej obliczonej ilości nie jest uzasadnione - odważamy porcję odczynnika o masie w miarę zbliżonej do 0,24 g zapisując dokładnie jego masę (z dokładnością jaką umożliwia waga laboratoryjna). W późniejszych obliczeniach uwzględniana będzie masa odważona.
 - o Z przygotowanej naważki sporządzamy dokładnie 1 dm^3 roztworu.
 - o Ze sporządzonego roztworu przygotowujemy cztery próbki o objętości dokładnie 200 cm^3 .
 - o Do każdej z próbek dodajemy odpowiednią ilość wskaźnika i miareczkujemy roztworem kwasu zapisując dokładnie każdy z wyników miareczkowania.
 - o Na podstawie uzyskanych wyników obliczamy zawartość czystego LiOH w przygotowanej naważce i przeliczamy wynik na procentową zawartość LiOH w technicznym odczynniku.
- Przyjmując, że w powyższym przykładzie odważone zostało dokładnie 0,2348 g LiOH, a do miareczkowania czterech próbek zużyto odpowiednio 8,9; 8,8 ; 5,6 i 9,0

ml roztworu kwasu siarkowego o stężeniu $0,1 \text{ mol/dm}^3$, obliczenia mogą wyglądać następująco:

- Jedna z wartości uzyskanych w trakcie miareczkowania znacznie odbiega od pozostałych – należy ją wyeliminować jako błędną. Średnia wartość z pozostałych trzech pomiarów wynosi $8,9 \text{ cm}^3$ (ml).
- Wynik miareczkowania wskazuje, że w próbce r-ru zasady o objętości 200 cm^3 znajduje się tyle woli zasady ile woli kwasu jest w $8,9 \text{ ml}$ roztworu kwasu o stężeniu $0,2 \text{ val/dm}^3$.

$$\frac{1 \text{ ml roztworu kwasu}}{8,9 \text{ ml roztworu kwasu}} = \frac{0,2 \text{ mval kwasu}}{x}$$

$$x = 1,78 \text{ [mval kwasu]}$$

- Jeżeli w 200 cm^3 roztworu zasady znajduje się $1,78 \text{ mvala LiOH}$ to w 1 dm^3 przygotowanego r-ru jest jej $8,9 \text{ mvala}$.
- Jeden val LiOH to $(6,941+15,9994+1,00797) \text{ g}$ zasady, 1 mval to $23,94837 \text{ mg}$ zasady. $8,9 \text{ mvala LiOH}$ waży $213,1405 \text{ mg}$.
- Z obliczeń wynika, że w odważonej porcji $0,2348 \text{ g}$ odczynnika znajduje się $0,2131 \text{ g LiOH}$. Oznacza to, że analizowany odczynnik zawiera $90,76 \%$ LiOH.

Wykonanie oznaczenia zawartości NaOH/KOH w technicznych odczynnikach

Oznaczenie należy wykonać w oparciu o przeprowadzone wcześniej obliczenia i poznane techniki ważenia, sporządzania roztworów i miareczkowania. Wynik oznaczenia należy podać w oparciu o średnią z co najmniej dwóch oznaczeń różniących się od siebie nie więcej niż 3% wyniku mniejszego. Uzyskane wyniki przeliczeń i oznaczeń zapisać i opracować w formie sprawozdania z krótkim wstępem teoretycznym, tabelarycznym zestawieniem wartości i własnymi wnioskami.

Tab. 1. Założenia i wyniki obliczeń wstępnych

Parametr	Wartość	Jednostka
Oznaczana substancja		
Pojemność biurety		
Titrant		
Stężenie kwasu		
Wskaźnik		
Ilość powtórzeń oznaczenia		
Objętość próbki		
Objętość roztworu		
Obliczona masa naważki		

Tab. 2. Wyniki pomiarów i obliczeń.

Parametr	Wartość	Jednostka
Odważona masa analizowanego odczynnika		
Wyniki miareczkowania:		
	1.	
	2.	
	3.	
	4.	
	5.	
Masa zasady w miareczkowanej próbce		
Masa zasady w przygotowanym roztworze		
Procentowa zawartość zasady w analizowanym odczynniku		

Zadania przykładowe:

Jakiej objętości roztworu wodorotlenku sodu o stężeniu 2% należy użyć do zobojętnienia 100 ml roztworu kwasu siarkowego(VI) o stężeniu 2% ? (procenty wagowo-wagowe, przy obliczeniach przyjmując gęstość obu roztworów jako równą 1 kg/dm^3).

Odp.: 81,6 ml

Jaka objętość 0,05 n r-ru NaOH zostanie zużyta do zmiareczkowania $0,02 \text{ dm}^3$ 0,5% r-ru kwasu siarkowego(VI). (procenty wagowo-wagowe, przy obliczeniach przyjmując gęstość roztworu jako równą 1 kg/dm^3).

Odp.: 40,82 ml

Jaka objętość 5% r-ru kwasu siarkowego zostanie zużyta do zmiareczkowania 100 ml r-ru wodorotlenku potasu o stężeniu 2%.

(stężenia wagowe, gęstości roztworów można przyjmować jako równe 1 g/ml)