

Pracownia Podstaw Chemii Analitycznej
Przepisy do wykonywanych ćwiczeń

Ćwiczenie 1. Oznaczanie NaOH

Roztwór 0.2 mol/l HCl. Przygotować przez rozcieńczenie 17 ml **stężonego HCl** lub 34 ml roztworu **HCl (1+1)** do 1 litra wodą destylowaną (w butelce).

Roztwór HCl po nastawieniu miana i oznaczeniu NaOH zachować do ćwiczenia 2!!!

Nastawianie miana HCl na odważkę Na_2CO_3 . Wykorzystać odważkę wykonaną w ramach ćwiczeń wstępnych. Jeśli trzeba ważenie powtórzyć, do naczynka wagowego pobrać od laboranta około $2,0 \pm 0,1$ g wysuszonego **Na_2CO_3** , a następnie odważyć na wadze analitycznej. Odważkę przenieść ilościowo do kolby miarowej o poj. 100 ml, rozpuścić w wodzie destylowanej, dopełnić do kreski i wymieszać.

Miareczkowanie. Do kolb stożkowych o poj. 250 ml odpipetować minimum 3 części współmierne (ok. 1/5) roztworu **Na_2CO_3** i rozcieńczyć każdą do 60 ml wodą dest. Dodać 1-2 krople oranżu metylowego jako wskaźnika i miareczkować za pomocą **0.2 mol/l HCl** do zabarwienia, jakie ma bufor porównawczy.

Bufor porównawczy – do kolby stożkowej o poj. 250 ml dodać 2.7 ml **3 mol/l CH_3COONa** , 7.7 ml **6 mol/l CH_3COOH** , 90 ml wody dest. i 1-2 krople oranżu metylowego.

Miareczkowanie NaOH. Do kolb stożkowych o poj. 250 ml odpipetować minimum 3 części współmierne (ok. 1/5) analizowanego roztworu NaOH, rozcieńczyć każdą wodą dest. do 60 ml, dodać 1-2 krople oranżu metylowego i miareczkować **0.2 mol/l HCl** do pierwszej zauważalnej zmiany barwy wskaźnika.

Ćwiczenie 2. pH-metryczne oznaczanie amoniaku

Roztwór 0.2 mol/l HCl. Przygotowanie roztworu i wyznaczenie jego miana jak w ćwiczeniu 1.

Na ćwiczenie należy przynieść; pipetę, biuretę, roztwór HCl, dziennik laboratoryjny, przybory do pisania.

Miareczkowanie NH_3 .

Wykonanie ćwiczenia:

1. Kolbę pobraną na sali ćwiczeń 349, zawierającą analizę (zapisać numer próbki!) dopełnić wodą destylowaną do kreski i starannie wymieszać,
2. Biuretę o pojemności 50 ml przemyć mianowanym roztworem HCl, a następnie uzupełnić poziom cieczy w biurecie,
3. Do zlewki o pojemności 250 ml odpipetować – po przemyciu pipety analizowanym roztworem - część współmierną (ok.1/5) analizowanego roztworu, dodać 50 ml wody destylowanej, wrzucić mieszadło magnetyczne,
4. Ustawić zlewkę na płycie mieszadła i zanurzyć w roztworze elektrodę kombinowaną,
5. Dodawać z biurety porcjami po 1 ml roztwór HCl notując każdorazowo odczytaną wartość pH. Na podstawie narysowanej na papierze milimetrowym krzywej miareczkowania określić punkt końcowy miareczkowania i odpowiadającą mu objętość HCl,
6. Przygotować drugą próbkę i wykonać miareczkowanie, w którym w zakresie $V_{PK} \pm 3$ ml dodawać titrant w ilości 0.2 ml. Obliczyć wartości pierwszej pochodnej. Wyznaczyć graficznie PK miareczkowania i na jego podstawie obliczyć zawartość NH_3 w otrzymanej analizie,
7. Krótki opis ćwiczenia wraz z wykresami oddać asystentowi prowadzącemu ćwiczenie.

Ćwiczenie 3. Oznaczanie jonów Cl^- metodą Mohra

Roztwór 0.05 mol/l AgNO_3 .

Do suchego naczynka wagowego pobrać od laboranta około 2.1 ± 0.1 g stałego AgNO_3 . Odczynnik wysuszyć przez 15-20 min. w temp 140°C , następnie naczynko umieścić w eksykatorze i wystudzić w pokoju wagowym. Odważkę AgNO_3 wykonać na wadze analitycznej, przenieść ilościowo do kolby o poj. 250 ml, rozpuścić w wodzie destylowanej, dopełnić do kreski i wymieszać.

Miano roztworu obliczyć na podstawie masy odważki i pojemności kolby.

Oznaczanie jonów Cl^- .

Do kolb stożkowych o poj. 250 ml odpipetować minimum 3 części współmierne (ok. 1/5) analizowanego roztworu i rozcieńczyć do 60 ml wodą dest. Dodać do każdej jako wskaźnik 1 ml **0.25 mol/l K_2CrO_4** i miareczkować roztworem AgNO_3 powoli, intensywnie mieszając do **pierwszej zauważalnej** zmiany barwy (trwałej przez 20 sek) z cytrynowej na brudnożółtą.

Ponieważ zmiana barwy jest mało wyraźna, miareczkowanie można prowadzić wobec roztworu niedomiareczkowanego (**świadka**) do uzyskania barwy innej niż jego cytrynowa barwa. Przygotowanie **świadka** – do pierwszej przemiareczkowanej próbki należy dodać kilka kropli analizowanego roztworu do przywrócenia barwy cytrynowej przed punktu końcowego.

Uwaga : resztki roztworu AgNO_3 oraz roztwory po miareczkowaniu (z osadem AgCl) zlewać do butli „zlewki metali ciężkich”! Szkło mające kontakt z roztworem AgNO_3 przepłukać niezwłocznie i bardzo starannie wodą destylowaną.

Ćwiczenie 4. Manganometryczne oznaczanie jonów Ca^{2+}

Strącanie CaC_2O_4 . Do zlewek o poj. 400 ml odpipetować 4 części współmierne (ok. 1/5) analizowanego roztworu, każdą rozcieńczyć do 100 ml wodą dest. i dodać 5 ml **2 mol/l HCl** .

Umieścić w zlewkach bagietki, roztwory ogrzać prawie do wrzenia i nie zdejmując zlewek z palnika dodać 15 ml **0.5 mol/l $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$** i 2 krople oranżu metylowego. Zmniejszyć płomień do minimum, aby nie doprowadzić do wrzenia roztworów po strąceniu osadu. Mieszając bagietką roztwory dodawać kroplami z pipetki **6 mol/l (10%) NH_3** do zmiany barwy wskaźnika z czerwonej na żółtą. Pozostawić roztwory na 20 minut pilnując, aby nie zawrzały. Po **ostudzeniu** sprawdzić całkowitość strącenia dodając kilka kropli roztworu kwasu szczawowego.

Sączenie i przemywanie osadu CaC_2O_4 .

Przygotować zestawy do sączenia: lejek szklany + twardy sączonek + czysta zlewka poj. 300-400 ml. **Sączenie próbki prowadzić tak, by jak najwięcej osadu pozostało w zlewce!**

Po odsączeniu cieczy osady w zlewkach, ścianki zlewek i osady na sączkach przemyć kolejno 3 razy porcjami po 20 ml **0.01 mol/l $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$** , a na zakończenie 2 razy porcjami po 10 ml zimnej wody destylowanej. Ciecze odmierzać cylindrem!. Każda z porcji cieczy przemywającej musi być odsączona przed dodaniem następnej porcji cieczy!.

Tylko w tym momencie można przerwać analizę (jeśli do końca pracowni zostało mniej niż 1.5 godziny i nie ma czasu na zmiareczkowanie próbek).

Sączki wyjąć z lejków i umieścić w zlewkach z odmytymi osadami. Zlewki przykryć szkiełkami zegarkowymi i przechować w szafce.

Rozpuszczanie osadu CaC_2O_4 i miareczkowanie manganometryczne. Do rozpuszczenia osadów przygotować roztwór rozcieńczonego H_2SO_4 (100 ml wody dest. + 15 ml **3 mol/l H_2SO_4** na jedną próbkę). Przygotowany roztwór ogrzać i wlać do zlewki z osadem CaC_2O_4 i sączkiem. Po rozpuszczeniu osadu (mieszać bagietką) do gorącego roztworu o temp ok. 60°C dodać jednorazowo 1-2 ml roztworu **0.02 mol/l KMnO_4** ,

zamieszać i poczekać do odbarwienia się roztworu, a następnie kontynuować miareczkowanie do uzyskania lekko różowego zabarwienia trwałego w ciągu 30 sek. mieszania.

Mianowany roztwór KMnO_4 (miano podane na tablicy) dostępny jest na sali ćwiczeń i należy pobierać go do czystej i suchej zlewki – nie więcej niż 200 ml! Resztek roztworu nie wolno wlewać do butli.

Ćwiczenie 5. Kompleksometryczne oznaczanie jonów Ca^{2+}

Roztwór 0.05 mol/l EDTA. Odważyć na wadze technicznej 18 – 19 g $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Odważkę przenieść ilościowo do butelki o poj. 1l, rozpuścić w wodzie dest., dopełnić do kreski i wymieszać.

Uwaga: $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ rozpuszcza się dość powoli. Roztwór należy przygotować wcześniej np. na pracowni poprzedzającej wykonywanie ćwiczenia.

Nastawianie miana EDTA na ZnO .

Roztwór wzorcowy Zn^{2+} .

Pobrać od laboranta tygiel kwarcowy z około 1.2 g ZnO i prażyć w płomieniu palnika przez 15-20 min. Następnie umieścić tygiel w eksykatorze i ostudzić w ciągu ok. 30 minut (pokój wagowy!!!). Odważyć w naczynku wagowym na wadze półanalitycznej **ok. 0.8 g** i dalej postępować jak przy wykonywaniu odważki każdej substancji wzorcowej (ćw. wstępne 2). Przenieść odważkę ilościowo do kolby miarowej o poj. 100 ml. Odważony ZnO rozpuścić w 10 ml **6 mol/l HCl** (z pipety miarowej o poj. 10 ml wprowadzać kwas kroplami spłukując ścianki lejka i szyjkę kolby). Rozpuszczony ZnO rozcieńczyć wodą dest., a następnie dopełnić wodą destylowaną do kreski i wymieszać.

Miareczkowanie.

Części współmierne minimum 3 (ok. 1/5) przygotowanego roztworu wzorcowego Zn^{2+} odpipetować do kolb stożkowych o poj. 250 ml. Następnie do każdej dodawać kroplami roztwór 10% NH_3 aż do rozpuszczenia się powstającego osadu wodorotlenku cynku. Do kolby dodać jeszcze: 2 ml buforu amonowego o $\text{pH}=10$ i 50 ml wody destylowanej i ½ łyżeczki czerni eriochromowej T. Otrzymany roztwór miareczkować roztworem EDTA do zmiany barwy z winno-czerwonej na zimno-niebieską !!!!

Oznaczanie Ca. Do kolb stożkowych o poj. 250 ml odpipetować minimum 3 części współmierne (ok. 1/5) analizowanego roztworu. Do każdej dodać odważone na wadze technicznej 3 g stałego **KOH** i po jego rozpuszczeniu rozcieńczyć roztwór do 100 ml wodą dest. Dodać 1-2 łyżeczki kalceiny. Miareczkowanie prowadzić na czarnym tle!. W trakcie miareczkowania pojawi się zielona fluorescencja tłumiona początkowo obecnością węglanów z KOH , a po rozpuszczeniu się CaCO_3 staje się bardzo wyraźna. Miareczkować **powoli intensywnie** mieszając do całkowitego zaniku zielonej fluorescencji – roztwór będzie miał barwę pomarańczową. Jeśli miareczkowanie będzie wykonane zbyt szybko można obserwować pozorny punkt końcowy- po paru minutach wraca fluorescencja.