

Technika pracy laboratoryjnej

1. Suszenie / prażenie substancji wzorcowych.

Do naczynka wagowego / tygla kwarcowego pobrać od laboranta substancję wzorcową. Naczynko z suszoną substancją wstawić do suszarki laboratoryjnej o żądanej temperaturze (pokrywka ma leżeć obok naczynka !) / tygiel z prażoną substancją umieścić na trójkącie w trójnogu nad palnikiem.

Po upływie wymaganego czasu suszenia / prażenia naczynko przykryte pokrywką lub tygiel umieścić w eksykatorze – gorący tygiel przenosić szczypcami.

Eksykator zanieść do pokoju wagowego i po wystygnięciu substancji (20-30 minut) przystąpić do wykonania odważki.

2. Wykonanie odważki substancji wzorcowej.

Do pokoju wagowego przynieść: czystą kolbę miarową o żądanej pojemności, suchy i czysty lejczek, suche i czyste naczynko wagowe z pokrywką oraz notes laboratoryjny.

Etapy wykonania odważki:

1. naczynko wagowe z pokrywką postawić centralnie na szalce wagi półanalitycznej (dokł. ważenia 0.01g),
2. wyzerować wagę naciskając przycisk „tara”,
3. nasypać do naczynka żadaną ilość substancji np. 2.10 g i przykryć naczynko pokrywką,
4. naczynko z substancją zważyć na wadze analitycznej z dokładnością 0.1 mg. Zapisać masę jako m_1
5. zawartość naczynka przez lejek do kolby – na ściankach może pozostać nieco substancji!
6. naczynko z pokrywką zważyć na wadze analitycznej. Zapisać masę jako m_2
7. odważoną substancję spłukać wodą z tryskawki / lub w przypadku ZnO kwasem z lejka do kolby,
8. masę odważonej substancji obliczyć jako $m_s = m_1 - m_2$,
9. uporządkować stanowisko przy wadze.

3. Przygotowanie roztworów z odważonych substancji

Po dokładnym spłukaniu odważonej substancji z lejka, lejek wyjąć i napełnić kolbę wodą dest. maksymalnie do 2/3 pojemności. Rozpuścić substancję wprawiając ciecz w ruch wirowy – nie wolno mieszać roztworu po zamknięciu korkiem obracając kolbę dnem do góry! Po całkowitym rozpuszczeniu substancji dopełnić roztwór wodą dest. do kreski. Po zamknięciu kolby korkiem należy wymieszać roztwór odwracając kilkakrotnie kolbę dnem do góry.

Uwaga odważkę ZnO spłukać z lejka roztworem HCl i rozpuścić ją przed dodawaniem wody dest.!!!!

4. Przygotowanie analizowanej próbki i pobieranie części współmiernych

Wydanie analizowanej próbki z pokoju przygotowawczego (351) następuje po: zdaniu kolokwium wstępnego i wystawieniu na tacę przed pokojem przygotowawczym : zeszytu laboratoryjnego z zaliczeniem, czystej i podpisanej nazwiskiem kolby o poj. 100 ml z umieszczonym w niej lejkiem.

Otrzymałą analizę należy rozcieńczyć wodą dest., dopełnić do kreski i dobrze wymieszać. Wynik analizy, czyli masa oznaczanego składnika w kolbie zamieszczony (wraz z krótkim opisem czynności i podpisany przez asystenta) w dzienniku laboratoryjnym musi być obliczony ze średniej z co najmniej dwóch zgodnych oznaczeń przeprowadzonych w częściach współmiernych analizy.

Zaleca się wykonywać przynajmniej 3 równoległe oznaczenia z części współmiernych analizy. Równoległe tzn. wykonane jednego dnia ćwiczeń, przy użyciu tego samego szkła (pipeta, biureta) i tych samych odczynników. W związku z tym **zaleca się**, po przemyciu analizowanym roztworem pipety a' 20 ml, odpipetowanie 3 porcji analizowanego roztworu . Wszystkie operacje wstępne zgodnie z przepisem analitycznym należy wykonywać równoległe w przygotowanych próbkach.