
PODSTAWOWE TECHNIKI PRACY LABORATORYJNEJ: WAŻENIE, SUSZENIE, STRĄCANIE OSADÓW, SĄCZENIE

CEL ĆWICZENIA

Zapoznanie studenta z podstawowymi technikami pracy laboratoryjnej: ważeniem, strącaniem osadu, sączeniem oraz oceną statystyczną wyników pomiaru.

Zakres obowiązującego materiału

Strącanie osadów. Dekantacja. Sączenie i przemywanie osadów. Suszenie osadów. Rodzaje wag. Technika ważenia. Rodzaje wody występującej w związkach chemicznych. Podstawowe informacje dotyczące oceny statystycznej wyników pomiaru. Zadania rachunkowe dotyczące obliczania zawartości poszczególnych rodzajów wody.

Literatura

- T. Lipiec, Z. Szmał, "Chemia analityczna z elementami analizy instrumentalnej", PZWL, 1997.
- J. Minczewski, Z. Marczenko, "Chemia analityczna" t. 2, PWN, 2009.
- A. Śliwa, "Obliczenia chemiczne", PWN, 1982.

Sprzęt:

szczypce
eksykator
zlewki – 100 cm³
szkiełko zegarkowe (duże)
bagietka, tryskawka
lejek do sączenia
twardy sączek
naczynko wagowe z pokrywką
pipeta wielomiarowa – 5 cm³
pipeta wielomiarowa – 10 cm³
pipeta jednomiarowa – 10 cm³
pipeta automatyczna
waga

Odczynniki:

FeCl₃ (roztwór)
NaOH (1 mol/dm³)
sól uwodniona

OPIS WYKONANIA ĆWICZENIA

Zadanie 1

Nauka ważenia

Prowadzący ćwiczenie zapoznaje studentów z zasadami działania wagi analitycznej, koncentrując się na zasadzie działania wagi i wskazując problemy dotyczące prawidłowego ważenia, ważnej techniki laboratoryjnej w chemii. Ważymy czyste, suche naczynko wagowe z pokrywką. Używamy wag elektronicznych dostępnych w laboratorium. Precyzja tych wag to 0,001 g.

Zadanie 2

Ocenia wyników pomiarów

Wyniki pomiarów w naukach eksperymentalnych tylko w pewnym przybliżeniu dają prawdziwe wartości mierzonych wielkości. Szeroki opis problemów statystycznej oceny wyników znajdziemy w literaturze dotyczącej niniejszego rozdziału. Polecić tu należy szczególnie podręcznik: J.Minczewski, Z.Marczenko „Chemia analityczna” PWN. W opisie tego ćwiczenia przedstawiono pewne podstawowe aspekty oceny statystycznej. Zaproponujemy przykład, gdzie pięciu studentów zmierzyło szerokość sali ćwiczeń. W tabeli, w części „Obserwacje i wyniki” (zadanie 2) przedstawiamy uzyskane rezultaty pomiarów. Wyniki kolejnych pomiarów to x_i , zaś x_{sr} to wartość średnia.

Rezultat pomiaru jest w praktyce zawsze inny niż wartość rzeczywista. Ta różnica to błąd pomiaru i jest to tzw. błąd bezwzględny. Tak zwany błąd względny to stosunek błędu bezwzględnego do wartości rzeczywistej.

Na bazie danych z tabeli obliczamy odchylenie standardowe, a sens takiej wartości i dokładne procedury obliczeniowe przedstawione są w wskazanym powyżej podręczniku. Pełna analiza tych danych możliwa jest tylko przy dużej liczbie pomiarów. W naszym przypadku posługujemy się pożytecznym w praktyce sposobem opisanym przez Studenta (to pseudonim autora tej metody), który sprawdza się przy niewielkiej liczbie „n” pomiarów. Rezultatem jest obliczenie tzw. przedziału ufności. Jest to przedział wartości, w którym przy pewnym przyjętym prawdopodobieństwie wartość prawdziwa jest zawarta. Dla otrzymania tego przedziału wykorzystujemy poniższe wzory.

odchylenie standardowe

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

odchylenie standardowe
średniej arytmetycznej

$$s_{sr} = \frac{s}{\sqrt{n}}$$

przedział ufności

$$x_{sr} \pm t s_{sr}$$

wartość prawdziwa
w przedziale

$$\mu = x_{sr} \pm t s_{sr}$$

Wartości „t” zależą od liczby pomiarów i od przyjętego poziomu prawdopodobieństwa, a znajdujemy je w tablicach rozkładu Studenta.

Zadanie 3

Ocena statystyczna pomiaru objętości

W obecności nauczyciela uczyliśmy się odmierzać objętość cieczy. Stosujemy do tego pipety szklane (pierwsza część ćwiczenia) i pipety automatyczne (druga część ćwiczenia).

Pipeta szklana

Ważymy naczynie wagowe z precyzją 0,001 g. Stosując pipetę szklaną odmierzamy do niego 10,0 cm³ wody destylowanej. Ważymy naczynie z cieczą. Czynności powyższe wykonujemy czterokrotnie. Przyjmujemy, że gęstość wody w warunkach prowadzenia eksperymentu wynosi $d = 0,99 \text{ g/cm}^3$. Obliczamy dokładną objętość cieczy ze wzoru $v = m/d$ (m – masa cieczy). Przyjmujemy (ale tylko przyjmujemy), że podczas ważenia nie popełniamy błędów. A zatem obliczoną na podstawie powyższego wzoru wartość traktujemy jako rzeczywistą objętość cieczy. Obliczamy błąd bezwzględny i błąd względny pomiaru objętości cieczy.

Wyniki pomiarów notujemy w Obserwacjach i Wynikach

Pipeta automatyczna

Ważymy naczynie wagowe z precyzją 0,001 g. Stosując pipetę automatyczną odmierzamy do naczynia wagowego 10,0 cm³ wody destylowanej. Ważymy naczynie z cieczą i wszystkie dalsze czynności powtarzamy, tak jak w części pierwszej tego ćwiczenia.

Wyniki zapisujemy w tabeli (Zadanie 3) i wykonujemy obliczenia zgodnie ze statystyką Studenta. Zapisujemy obliczenia i podajemy przedział ufności. Umieemy określić i dyskutować sens wykonanych obliczeń.

Zadanie 4

Oznaczanie wody krystalizacyjnej

Umyte naczynie wagowe z pokrywką suszymy w suszarce przez około 30 minut w temperaturze 105°C. Następnie umieszczamy je w eksykatorze do ostudzenia. Ważymy naczynie z pokrywką. W naczyniu dokładnie odważamy ok. 1 g badanej soli. Odkryte naczynie wraz z solą wstawiamy na 1 godz. do suszarki o temperaturze 120°C. W czasie suszenia soli pokrywkę naczynia wagowego przechowujemy w eksykatorze. Studzimy naczynie w eksykatorze i następnie ważymy (z pokrywką) na wadze analitycznej, po czym powtarzamy suszenie przez pół godziny w temperaturze 120°C i znów ważymy.

Zadanie 5

Strącanie i sączenie osadów

Ważymy otrzymany od prowadzącego ćwiczenie sączonek.

Do zlewki o objętości 100 cm³ (lub podobnej) wlewamy 10 cm³ roztworu FeCl₃ i dodajemy po kropli, mieszając bagietką roztwór 1 mol/dm³ NaOH, aż do całkowitego wytrącenia się osadu. Strącony osad, aby dojrzał, pozostawiamy na 15 min. Osad sączymy i przemywamy na lejku wodą destylowaną.

Następnie sącdek wraz z osadem umieszczamy na szkiełku zegarkowym i wkładamy na 0,5 godz. do suszarki o temperaturze 120°C. Po tym czasie ważymy sącdek wraz z osadem i odejmując masę sącza obliczamy masę strąconego Fe(OH)₃, a następnie na podstawie równania reakcji chemicznej, wyliczamy masę FeCl₃ w wyjściowym roztworze tej soli. Obliczymy stężenie procentowe roztworu chlorku żelaza(III) w tym roztworze (przyjmujemy dla uproszczenia, że gęstość roztworu jest $d=1\text{g/cm}^3$).

OBSERWACJE I WYNIKI

Zadanie 1

Wyniki ważenia naczynka wagowego

Zadanie 2 (przykładowe)

Statystyczna ocena wyników

n	x_i [m]	$x_i - x_{sr}$	$(x_i - x_{sr})^2$
1	12.4	0,2	0,04
2	12.2	0,0	0,0
3	12.2	0,0	0,0
4	11.9	0,3	0,09
5	12.3	0,1	0,01

$$x_{sr} = 12.2 \text{ m}$$

$$s_{sr} = 0.08$$

Wybierając prawdopodobieństwo na poziomie 90% (szansa prawidłowej oceny wynosi 90%) z tablicach znajdujemy wartość t, która przy 5 pomiarach ($K=5 - 1$) wynosi 2,13.

Przy obliczonej wartości $s_{sr} = 0.08$

$$\mu = x_{sr} \pm t s_{sr}$$

przedział ufności: $\mu = 12,2 \text{ m} \pm 0,16$

Zatem, rzeczywista szerokość sali mieści się w przedziale od 12,04 m do 12,36 m.

Zadanie 3

pipeta szklana

n	masa [g]	x_i [cm ³]	$x_i - x_{sr}$	$(x_i - x_{sr})^2$
1				
2				
3				
4				

$$\text{objętość}(x_i) = \text{masa}/0.99\text{g/cm}^3$$

pipeta automatyczna

n	masa [g]	x_i [cm ³]	$x_i - x_{sr}$	$(x_i - x_{sr})^2$
1				
2				
3				
4				

$$\text{objętość}(x_i) = \text{masa}/0.99\text{g/cm}^3$$

Zadanie 4

Masa naczynka wagowego z pokrywką po suszeniu w suszarce w temp. 120°C

Masa naczynka wagowego z pokrywką i z uwodnioną solą przed suszeniem

Masa naczynka wagowego z pokrywką i z solą po pierwszym suszeniu

Masa naczynka wagowego z pokrywką z solą po drugim suszeniu

Zadanie 5

Objętość roztworu FeCl₃

Masa sączka

Masa sączka wraz z osadem po wysuszeniu

OPRACOWANIE WYNIKÓW

Zadanie 3

Oblicz błąd bezwzględny i błąd względny każdego pomiaru (przyjmując na rzecz tego ćwiczenia, że wartość średnia jest wartością rzeczywistą). Zapisz wyniki obliczeń.

Wykonaj obliczenia dla statystycznej oceny wyników Studenta. Rezultaty wpisz w tabeli.

Zapisz przedział ufności. Skomentuj jaki jest jego sens.

Zadanie 4

Oblicz masę soli uwodnionej przed suszeniem

Oblicz masę soli po suszeniu

Oblicz ubytek masy soli w wyniku suszenia (masa wody krystalizacyjnej)

Znając masę wody krystalicznej oblicz procentową zawartość wody krystalizacyjnej. Oblicz ilość cząsteczek wody przypadających na jedną cząsteczkę soli.

Zadanie 5

Zapisz równanie reakcji chemicznej chlorku żelaza(III) z wodorotlenkiem sodu

Oblicz masę wytrąconego $\text{Fe}(\text{OH})_3$

Oblicz masę FeCl_3

Znając wyjściową objętość roztworu soli i masę soli w nim zawartą, oblicz masę roztworu (zakładając, że gęstość roztworu wynosi $1\text{g}/\text{cm}^3$), a na koniec stężenie procentowe tego roztworu.

Ocena za kolokwium

Ocena za raport

Ocena za wykonanie ćwiczenia

Podpis prowadzącego