
MIANOWANE ROZTWORY KWASÓW I ZASAD, MIARECZKOWANIE – JEDNA Z PODSTAWOWYCH TECHNIK W CHEMII ANALITYCZNEJ

CEL ĆWICZENIA

Poznanie podstawowego sprzętu stosowanego w miareczkowaniu, sposoby przygotowywania roztworów mianowanych oraz możliwości praktycznych zastosowań analizy miareczkowej jako metody ilościowego oznaczania substancji .

Zakres obowiązującego materiału

Pojęcie równoważnika chemicznego. Rodzaje stężeń. Przeliczanie stężeń. Miareczkowanie alkacymetryczne. Wskaźniki alkacymetryczne. Krzywe miareczkowania. Substancje podstawowe. Rodzaje naczyń miarowych.

Literatura

- J. Minczewski, Z. Marczenko, "Chemia analityczna", PWN, 2009.
- T. Lipiec, Z. Szał, "Chemia analityczna z elementami analizy instrumentalnej", PZWL, 1997.

Sprzęt:

naczynko wagowe
3 kolby miarowe z korkami–100 cm³
1 butelka - 250 cm³
pipeta jednomiarowa 10 cm³
pipeta wielomiarowa 5 cm³
nasadka do pipet
lejek szklany mały
biureta – 50 cm³
3 kolbki stożkowe – 250 cm³
zlewka - 250 cm³
waga

Odczynniki:

H₂C₂O₄•2H₂O
NaOH (6 mol/dm³)
fenoloftaleina
roztwór HCl (od prowadzącego)

OPIS WYKONANIA ĆWICZENIA

Zadanie 1

Sporządzanie roztworu kwasu szczawowego o stężeniu 0,05 mol/dm³

Najlepszym i zarazem najprostszym sposobem sporządzania roztworu mianowanego (roztworu o dokładnie oznaczonym stężeniu) jest rozpuszczenie w wodzie destylowanej odpowiedniej, dokładnie odważonej ilości danej substancji (mola lub jego części) i rozcieńczenie otrzymanego roztworu do odpowiedniej objętości. Sposób ten może być stosowany tylko w przypadku

posiadania odczynnika absolutnie czystego, spełniającego cechy substancji podstawowej (wzorcowej). Warunki te spełnia między innymi hydrat kwasu szczawiowego.

Obliczamy liczbę gramów krystalicznego kwasu szczawiowego ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) potrzebną do sporządzenia 100 cm^3 $0,05 \text{ mol/dm}^3$ roztworu $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$. W tym celu na wadze analitycznej odważamy w naczynku wagowym z dokładnością do $0,001 \text{ g}$ kwas szczawiowy w ilości zbliżonej do wartości obliczonej. Kolbę miarową (100 cm^3) ustawiamy na stole, na czystym arkuszu papieru i pomagając sobie bagietką ilościowo (tj. bez strat) wsypujemy do niej zważoną substancję przez suchy lejek. Kilkakrotnie przemywamy naczynko wagowe, bagietkę i lejek małymi porcjami wody destylowanej, którą należy następnie wlać do kolby. Z kolei dodajemy do kolby wodę destylowaną (do około $2/3$ objętości) i zamykamy kolbę korkiem. Mieszymy roztwór tak długo, aż substancja całkowicie się rozpuści. Po rozpuszczeniu substancji dopełniamy kolbę wodą tak, by dolny menisk roztworu sięgał kreski na szyjce kolby (ciecz bezbarwna). Ostatnie krople wody należy ostrożnie dodawać z pipety. Kolbę zatykamy korkiem i dokładnie mieszamy, dbając przy tym, by roztwór nie wyciekał. Należy pamiętać, że wszystkie powyższe operacje są operacjami ilościowymi i popełnienie błędu (rozsypanie związku podczas wsypywania, złe przemycie, wylanie roztworu z kolbki lub niecałkowicie rozpuszczenie kwasu) eliminuje celowość dalszych etapów.

Zadanie 2

Sporządzanie $0,1 \text{ mol/dm}^3$ roztworu NaOH i nastawienie jego miana

Obliczamy objętość 6 mol/dm^3 roztworu NaOH, którą należy użyć, aby po rozcieńczeniu otrzymać 250 cm^3 $0,1 \text{ mol/dm}^3$ NaOH.

Oznaczamy stężenie (nastawiamy miano) roztworu NaOH wykorzystując przygotowany w zadaniu 1 roztwór kwasu szczawiowego o znanym stężeniu. W tym celu przepłukujemy starannie biuretę wodą destylowaną i niewielką ilością sporządzonego roztworu NaOH. Następnie biuretę napełniamy roztworem zasady tak, aby ciecz sięgała powyżej podziałki zerowej, a następnie roztwór sprowadzamy do poziomu zero. Każde miareczkowanie rozpoczynamy z biuretą napełnioną do podziałki zerowej. W przypadku roztworu bezbarwnego odczytów dokonuje się biorąc pod uwagę najniższy punkt dolnego menisku roztworu.

Miareczkowanie

Do czystej kolby stożkowej (250 cm^3) odmierzymy pipetą jednomiarową 10 cm^3 roztworu kwasu szczawiowego o ściśle ustalonym mianie (przygotowany w zadaniu 1), dodajemy kilka kropel wskaźnika (fenoloftaleiny), spłukujemy ścianki kolbki wodą z tryskawki. Dla ułatwienia obserwacji zmiany koloru, naczynie pod biuretą ustawiamy na białym tle (np. kartka papieru). Zawartość kolby stożkowej miareczkujemy roztworem NaOH ciągle mieszając. Gdy zbliża się punkt końcowy miareczkowania, pojawiające się zabarwienie po dodaniu kolejnej kropli czynnika miareczkującego zanika coraz wolniej. Miareczkowanie prowadzimy do momentu, gdy zabarwienie utrzymuje się przez około 15 sekund. Odczytujemy użytą objętość roztworu NaOH. Wykonujemy jeszcze dwa analogiczne miareczkowania.

Zadanie 3

Alkacymetryczne oznaczanie kwasu solnego

Student otrzymuje od prowadzącego (w kolbkach miarowych na 100 cm³) próbkę roztworu HCl o nieznanym stężeniu.

Do kolbki z otrzymanym do analizy roztworem HCl dodajemy wodę destylowaną, dokładnie mieszamy i uzupełniamy do kreski. Za pomocą pipety jednomiarowej przenosimy do kolby stożkowej o pojemności 250 cm³ 10 cm³ przygotowanego roztworu i dodajemy parę kropel fenoloftaleiny. Spłukujemy ścianki wodą z tryskawki i miareczkujemy mianowanym roztworem NaOH do pojawienia się zabarwienia. Wykonujemy po trzy miareczkowania. Końcowy wynik miareczkowania jest średnią kolejnych oznaczeń. Obliczamy przedział ufności według statystyki Studenta.

OBSERWACJE I WYNIKI

Zadanie 1

Odważona masa H₂C₂O₄·2H₂O (potrzebna do przygotowania 100 cm³ 0,05 mol/dm³ roztworu tego kwasu)

Zadanie 2

Objętość 6 mol/dm³ roztworu NaOH potrzebna do przygotowania 250 cm³ 0,1 mol/dm³ roztworu NaOH

Objętość NaOH (cm³) zużyta na zmiareczkowanie próbki kwasu szczawiowego:

1. miareczkowanie
2. miareczkowanie
3. miareczkowanie

wartość średnia:

Zadanie 3

Zużyta objętość NaOH:

1. miareczkowanie
2. miareczkowanie
3. miareczkowanie

wartość średnia

OPRACOWANIE WYNIKÓW

Zadanie 1

Oblicz masę $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ konieczną do przygotowania 100 cm^3 roztworu tego kwasu o stężeniu $0,05 \text{ mol/dm}^3$.

Jakie stężenie molowe ma przygotowany w zadaniu kwas szczawiowy (z odważonej naważki)?

Jakie jest stężenie normalne tego kwasu?

Zadanie 2

Przedstaw wyliczenia potrzebne do przygotowania 250 cm³ 0,1 mol/dm³ roztworu NaOH z roztworu tej zasady o stężeniu 6,0 mol/dm³.

Wykorzystując obliczone w zadaniu 1 stężenie normalne przygotowanego roztworu wzorcowego kwasu szczawiowego, ilość cm³ tego kwasu w próbce użytej do miareczkowania oraz ilość cm³ roztworu NaOH zużytego do zmiareczkowania kwasu oblicz stężenie normalne zasady sodowej.

$$C_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}} = C_{\text{kw. szczawiowy}} \cdot V_{\text{kw. szczawiowy}}$$

Zadanie 3

Oblicz stężenie normalne HCl w próbce i przelicz je na stężenie molowe? (pamiętaj, że do miareczkowania pobrana została 1/10 ilości otrzymanej analizy).

Ile gramów HCl zawierała analizowana próbka?

Ocena za kolokwium

Ocena za raport

Ocena za wykonanie ćwiczenia

Podpis prowadzącego