

Katedra Chemii Nieorganicznej
i Analitycznej

CHEMIA ANALITYCZNA
instrukcje do ćwiczeń laboratoryjnych

ANALIZA OBJĘTOŚCIOWA

Alkacymetria

- sporządzenie roztworu 0,1 M NaOH.

Nastawienie miana roztworu NaOH na odważki wodoroftalanu potasu

Odczynniki i roztwory:

- wodoroftalan potasu wysuszony w temp. 120°C / 2 h;
- roztwór NaOH 0,1 M;
- fenoloftaleina – wskaźnik.

Wykonanie oznaczenia:

Do trzech naczynek wagowych odważyć na wadze analitycznej 0,3 – 0,35 g odpowiednio czystego wodoroftalanu potasowego. Następnie, każdą próbę przenieść ilościowo do kolbek stożkowych o pojemności 200 - 250 cm³ rozpuszczając w 70 cm³ wody destylowanej i dokładnie wymieszać do całkowitego rozpuszczenia soli. Dodać następnie 3 – 4 krople alkoholowego roztworu fenoloftaleiny i miareczkować roztworem NaOH, którego miano ustala się do pojawienia jasnoróżowego zabarwienia utrzymującego się ok. 30 s.

Stężenie roztworu NaOH obliczamy ze wzoru:

$$c_{NaOH} = \frac{m}{v \cdot 0,20422},$$

w którym:

m – odważka wodoroftalanu potasu (g);

v – objętość roztworu NaOH (cm³);

0,20422 – milirównoważnik wodoroftalanu potasu (g/mmol).

Oznaczenie kwasu siarkowego

Odczynniki i roztwory:

- roztwór NaOH 0,1 M o dokładnie nastawionym mianie;
- oranż metylowy – wskaźnik.

Wykonania ozanaczenia

Roztwór kwasu siarkowego otrzymany w kolbie miarowej o poj. 100 cm³ dopełnić wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać. Pobrać 3 x 20 cm³ otrzymanego roztworu do kolbek stożkowych o pojemności 200 – 250 cm³, do każdej próbki dodać ok. 50 cm³ wody destylowanej i 1-2 krople oranżu metylowego. Miareczkować roztworem NaOH do całkowitej zmiany zabarwienia wskaźnika z czerwonego na żółte.

Oznaczoną ilość H₂SO₄ (g) obliczamy ze wzoru:

$$m_{H_2SO_4} = v_{NaOH} \cdot c_{NaOH} \cdot w \cdot 0,04904,$$

gdzie:

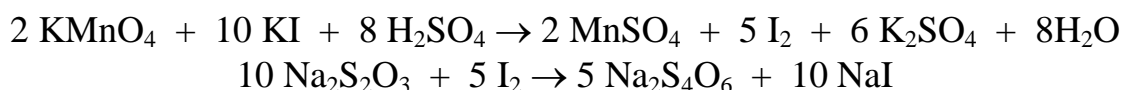
- v – objętość (cm³) zużytego roztworu NaOH;
- c – molowość roztworu NaOH;
- 0,04904 – milirównoważnik H₂SO₄ (g/mmol);
- w – współmierność kolby i pipety.

Jodometria

Mianowanie roztworu $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ za pomocą mianowanego roztworu KMnO_4

Miano oznaczane jest zawsze mniej dokładne od miana nastawianego, ponieważ stosuje się tu nie naważki substancji, tylko mianowany roztwór, przy nastawianiu którego zawsze popełnia się pewne błędy. Do oznaczania miana tiosiarczanu można użyć nastawionego miana roztworu KMnO_4 .

W kwaśnym środowisku nadmanganian wydziela z jodku potasu jod, który odmiareczkowuje się tiosiarczanem:



Odczynniki i roztwory:

- roztwór KMnO_4 o stężeniu 0,02 M;
- roztwór H_2SO_4 o stężeniu 1 M (2 n);
- stały KI;
- roztwór skrobi 1 % - wskaźnik.

Sposób wykonania:

Do kolby stożkowej (z korkiem na szlif) o objętości 250 cm^3 pobrać 20 cm^3 (pipetą lub z biurety) mianowanego 0,02 M roztworu KMnO_4 , dodać 5 cm^3 1 M H_2SO_4 i 2 g stałego KI. Zamknąć kolbę, po starannym wymieszaniu odstawić roztwór w ciemne miejsce na okres 5 minut. Odmiareczkować wydzielony jod roztworem tiosiarczanu, dodając pod koniec miareczkowania 3 cm^3 roztworu skrobi.

Stężenie molowe ($c_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$) roztworu tiosiarczanu obliczyć ze wzoru:

$$c_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = \frac{c_{\text{KMnO}_4} \cdot v_{\text{KMnO}_4} \cdot f_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}}{f_{\text{KMnO}_4} \cdot v_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}} = \frac{5 \cdot c_{\text{KMnO}_4} \cdot v_{\text{KMnO}_4}}{v_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}},$$

gdzie:

$v_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$ - objętość roztworu $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (cm^3) zużyta na zmiareczkowanie próbki;

v_{KMnO_4} - objętość roztworu KMnO_4 (20 cm^3) pobranego z biurety;

c_{KMnO_4} - stężenie molowe roztworu KMnO_4 .

Oznaczenie powtarza się 3 – 4 razy i jak wynik końcowy stężenia roztworu $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ przyjmuje się wartość średnią z poszczególnych oznaczeń.

Oznaczenie miedzi Cu^{2+} (według Musakina)

Odczynniki i roztwory:

- roztwór H_2SO_4 o stężeniu 1 M (2 n);
- stały KI;
- roztwór skrobi 1 % - wskaźnik.

Wykonanie oznaczenia:

Roztwór soli miedzi otrzymany w kolbie miarowej o pojemności 100 cm^3 dopełnić wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać. Odmierzyć 20 cm^3 roztworu do kolbki stożkowej o pojemności $200 - 250 \text{ cm}^3$, dodać $4 - 8 \text{ cm}^3$ 1 M roztworu H_2SO_4 oraz $1,5 - 2 \text{ g}$ jodku potasowego, zmieszać i zaraz zmiareczkować roztworem tiosiarczanu. Pod koniec miareczkowania dodać 2 cm^3 wskaźnika skrobiowego.

Miareczkowanie kończy się w chwili, gdy znika niebieska barwa kompleksu skrobia – jod i pozostaje osad biało – różowy. Zmianę barwy widać najlepiej w tym miejscu roztworu, gdzie padają krople roztworu tiosiarczanu.

Oznaczoną ilość Cu^{2+} (g) obliczamy ze wzoru:

$$m_{\text{Cu}^{2+}} = v_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \cdot c_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \cdot w \cdot 0,06354,$$

gdzie:

v – objętość (cm^3) zużytego roztworu $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$;

c – molowość roztworu $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$;

0,06354 – milirównoważnik miedzi (g/mmol);

w – współmierność kolby i pipety.

Kompleksometria

Oznaczanie zawartości magnezu obok wapnia metodą kompleksometryczną

Odczynniki i roztwory:

- bufor amonowy o pH = 10,
- roztwór NaOH o stężeniu 1 M,
- wskaźniki: czerń eriochromowa i kalces,
- roztwór EDTA o stężeniu 0,01 M.

Wykonanie oznaczenia:

Otrzymany w kolbie miarowej o pojemności 250 cm³ roztwór do analizy dopełnić wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać.

Oznaczenie magnezu metodą wersenianową wobec czerni eriochromowej

Do kolbek stożkowych o pojemności 200 – 250 cm³ dodawać kolejno następujące roztwory:

- 2 cm³ buforu amonowego o pH = 10 (dokładnie odmierzyć pipetą),
- 50 cm³ wody,
- szczyptę wskaźnika – **czerni eriochromowej** – do uzyskania barwy niebieskiej,
- 20 cm³ próbki soli magnezu.

Oznaczenie stężenia wapnia metodą wersenianową wobec kalcesu

Do kolbek stożkowych o pojemności 200 – 250 cm³ dodawać kolejno następujące roztwory:

- 20 cm³ 1 M NaOH,
- 50 cm³ wody,
- szczyptę wskaźnika – **kalcesu** – do uzyskania barwy niebieskiej,
- 20 cm³ próbki soli wapnia.

Miareczkować 0,01 M EDTA do zmiany barwy z różowej do niebieskiej.

Miareczkowanie strąceniowe

Oznaczenie chlorków metodą Mohra

Odczynniki i roztwory:

- roztwór AgNO_3 o stężeniu 0,05 M,
- roztwór K_2CrO_4 o stężeniu 5 %.

Wykonanie oznaczenia:

Otrzymany w kolbie miarowej o pojemności 100 cm^3 roztwór do analizy dopełnić wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać.

Do 3 kolbek stożkowych o pojemności $200 - 250 \text{ cm}^3$ pobrać pipetą jednomiarową po 20 cm^3 analizowanej próbki i rozcieńczyć wodą destylowaną do objętości około 100 cm^3 . Dodać około 1 cm^3 5 % roztworu K_2CrO_4 i miareczkować mianowanym 0,05 M roztworem AgNO_3 , intensywnie mieszając do zmiany zabarwienia z mlecznożółtego na żółtobrunatne.

W celu dokładnego określenia PK należy miareczkować wobec roztworu porównawczego (świadka), tj. roztworu przemiareczkowanego, do którego dodano nieco stałego NaCl , aby cofnąć zabarwienie.

Zawartość chlorków (g) obliczyć ze wzoru:

$$m_{\text{Cl}^-} = v \cdot c \cdot 0,035457 \cdot w,$$

gdzie:

v - objętość (cm^3) roztworu AgNO_3 zużyta na miareczkowanie próbki,

c - stężenie roztworu AgNO_3 (mmol/cm^3),

0,035457 – masa milimola jonów Cl^- (g/mmol),

w - współmierność kolby i pipety.