

PROGRAM ĆWICZEŃ LABORATORYJNYCH

LABORATORIUM NR 1

Zapoznanie się z przepisami bezpieczeństwa i porządkowymi.

Analiza wagowa

1. Zapoznanie się z:
 - zasadami ważenia na wagach analitycznych,
 - szkłem i sprzętem laboratoryjnym wykorzystywanym do ważenia.
2. Przygotowanie odważki wodoroftalanu potasu.

Analiza miareczkowa

1. Zapoznanie się z rodzajami szkła laboratoryjnego potrzebnego do analizy miareczkowej.
2. Zapoznanie się z zasadami pipetowania. Nauka pipetowania.

Alkacymetria

3. Mianowanie sporządzonego przez laboranta bezwęglanowego roztworu 0,1 mol/L NaOH za pomocą wodoroftalanu potasu (wobec fenoloftaleiny).
4. Oznaczanie kwasu solnego (wobec wskaźnika 5.1.). *
5. Oznaczenie kwasu octowego (wobec fenoloftaleiny).*

LABORATORIUM NR 2

Wprowadzenie do analizy instrumentalnej

Potencjometria

1. Omówienie zestawów aparaturowych do pomiarów elektrochemicznych.
2. Wyznaczenie charakterystyki elektrody szklanej (kalibracja elektrody)
3. Pomiar pH dla próbek syntetycznych* i naturalnych (zadane przez asystenta oraz woda wodociągowa, destylowana, napoje np. coca-cola)
4. Oznaczenie procentowej zawartości kwasu octowego w handlowym occie metodą miareczkowania potencjometrycznego (*potencjometria pośrednia*) *

LABORATORIUM NR 3

Spektrofotometria

1. Wyznaczenie analitycznej długości fali dla kompleksu Fe³⁺z tiocyjanianem.
2. Przygotowanie roztworów wzorcowych i sporządzenie krzywej kalibracyjnej
3. Oznaczenie żelaza w badanej próbce.*

UWAGA: gwiazdką (*) oznaczono zadania, z którymi student uzyskuje ocenę

Literatura:

1. Cygański A., Podstawy metod elektroanalitycznych, Warszawa, WNT, 1999, wyd. 3., 173-194
2. Minczewski J., Marczenko Z., Chemia analityczna, t.2, Warszawa, PWN, 1995; wyd. zmienione. rozdział 1.4, 4.1, 5
3. Minczewski J., Marczenko Z., Chemia analityczna (analiza instrumentalna), t.3, Warszawa, PWN, 1985. rozdział 2
4. Szczepaniak W., Metody instrumentalne w analizie chemicznej, Warszawa, PWN, 2002 wyd.4., rozdziały 3.1-3.2, 3.3, 6.1, 9.

ZASADY WYKONYWANIA I ZALICZANIA ĆWICZEŃ

Studenci wykonują oznaczenia w parach lub grupach trzyosobowych wg. wskazań asystenta. Student powinien zapisać sobie w zeszycie, do której grupy został przypisany, by do kolejnych oznaczeń używać tego samego szkła laboratoryjnego. Ma to szczególne znaczenie w przypadku pipet skorelowanych z kolbkami. Numer grupy następnie należy wpisać na pierwszej stronie sprawozdania.

Zadanie wagowe

Każda grupa waży jedną odważkę wodoroftalanu potasu i mianuje NaOH samodzielnie. Oblicza miano roztworu C_i , gdzie $i=1\dots n$. Następnie wyniki zbierane są do wspólnej tabelki. Na tej podstawie określa się wartość średnią stężenia C_{NaOH} .

Zadania z metod miareczkowych

UWAGA: Ze względu na ograniczony, czas studenci nie wykonują kalibracji kolby i pipety lecz stosują wartości podane na naczyniach miarowych. Wartości te należy zanotować.

Zadania są wydawane do kolbek (100 lub 250 mL) dla każdej grupy oddzielnie. Roztwór kwasu solnego i octowego uzupełnia się wodą destylowaną do kreski i dokładnie miesza. Dla każdego roztworu pobiera się pipetą (o określonej pojemności) trzy porcje próbki do kolb stożkowych i wykonuje trzy równoległe oznaczenia. Wyznacza się średnią objętość zużytego titranta do miareczkowania roztworu (\bar{V} mL). Masę oznaczonego kwasu oblicza się na podstawie średniej objętości.

Zadania z potencjometrii

W pierwszej kolejności wyznaczana jest tzw. *charakterystyka elektrody*, a na jej podstawie wyznacza się pH zadanych przez asystenta roztworów. Studenci mogą przynieść swoje próbki np. napoje. *Tego typu próbki muszą być wstępnie przygotowane: mieć temperaturę otoczenia a napoje gazowane powinny być odgazowane (w warunkach domowych - napój należy kupić kilka dni wcześniej i pozostawić do naturalnego odgazowania; w warunkach laboratoryjnych - przynieść asystentowi do odgazowania np. ultradźwiękami).*

Drugim zadaniem jest miareczkowanie potencjometryczne próbki kwasu octowego. Studenci miareczkują tą samą próbkę, która używali do oznaczeń alkacymetrycznych.

Zadanie ze spektrofotometrii

Wyznaczenie widma absorpcyjnego dla roztworu wzorca wskazanego przez asystenta.

Na podstawie krzywej kalibracyjnej wyznaczonej metodą interpolacyjną określa stężenie żelaza w próbce badanej (próbka syntetyczna).

W domu student przygotowuje opracowanie wyników w formie sprawozdania wg. wytycznych pod instrukcją do każdego ćwiczenia.

Zaliczenie z laboratorium student uzyskuje na podstawie ocen z wykonanych oznaczeń, kolokwium pisemnego odbywającego się po każdym ćwiczeniach laboratoryjnych oraz opracowanych sprawozdań.

SCHEMAT SPRAWOZDANIA

Uwagi ogólne:

Sprawozdanie należy oddać w następnym tygodniu po wykonaniu ćwiczenia.

W kolejnym tygodniu student powinien zapytać asystenta o ocenę z zaliczenia sprawozdania. Jeżeli sprawozdanie wymaga poprawy student ma obowiązek poprawy w ciągu jednego tygodnia.

Sprawozdanie można poprawiać raz. Po tym czasie wystawiana jest ocena z wykonania i opracowania ćwiczenia.

Sprawozdanie sporządzone **komputerowo**: czcionka 12 pkt., spacja 1,5; marginesy ok. 2 cm. Sprawozdanie **pisane ręcznie**: wyraźnie, co drugą kratkę, margines 3 cm. Należy używać strony biernej. (*wykonano, zmiareczkowano, dodano, obliczono*). Pracę należy zszyć w górnym lewym rogu. Pierwsza strona powinna zawierać tylko tabelkę wg. wzoru podanego poniżej.

Sprawozdanie powinno zawierać następujące części:

- 1. Wstęp teoretyczny** – opis metody analitycznej, najważniejsze potrzebne informacje jakie należy znać by wykonać ćwiczenie. (krótko, max 1 strona)
- 2. Cel ćwiczenia**
- 3. Część doświadczalna**
 - naczynia stosowane podczas doświadczeń
 - odczynniki
 - opis wykonania ćwiczenia
 - charakterystyczna reakcja
- 4. Zestawienie wyników** (w formie tabelki)

Tab. 1. Np. Mianowanie roztworu NaOH

Lp.	m [g] odważki wodoroftalanu potasu	V _i (mL) titranta	C _{NaOH} (mol/L)
Średnia	m	V	0,1005

- 5. Wzory i obliczenia** – (jednostki, opis symboli)
 - stężeń
 - błędów (błędy należy wyrazić także w [%])

Tab. 2. Miareczkowanie próbki kwasu solnego

Lp.	Objętość badanej próbki (mL)	Masa HCl (g)	Błąd (g)	Błąd (%)
1	V ₁			
2	V ₂			
3	V ₃			
	Średnia V _{HCl} (mL)	0,2054	± 0,0015	0,73 %

- 6. Dyskusja wyniku**
- 7. Podsumowanie**

WYKAZ OBOWIĄZUJĄCYCH SPRAWOZDAŃ**Sprawozdanie nr 1 obejmuje:**

- Analiza wagowa
- Alkacymetria. Mianowanie 0,1 mol/L roztworu NaOH za pomocą wodoroftalanu potasu.
- Alkalimetryczne oznaczanie kwasu solnego.
- Oznaczanie procentowej zawartości CH₃COOH w handlowym occie z wizualną

Sprawozdanie nr 2 obejmuje:

- Potencjometria i miareczkowanie potencjometryczne. Oznaczanie procentowej zawartości CH₃COOH w handlowym occie z wizualną i potencjometryczną detekcją PK.

Sprawozdanie nr 3 obejmuje:

- Spektrofotometria. Oznaczanie żelaza metodą rodankową.

Wzór pierwszej strony do sprawozdania

nr grupy		imię i nazwisko	
nr ćwiczenia	temat ćwiczenia:		prowadzący

data wykonania ćwiczenia	termin oddania sprawozdania	poprawa sprawozdania	data oddania sprawozdania poprawie po
-----------------------------	--------------------------------	-------------------------	---

OCENA ZA SPRAWOZDANIE

oznaczenie		podpis	data
sprawozdanie			

uwagi

--