

KONDUKTOMETRIA : KRZYWE MIARECZKOWANIA KONDUKTOMETRYCZNEGO

Celem ćwiczenia jest wykonanie miareczkowania trzech roztworów : mocnego kwasu, słabego kwasu i mieszaniny mocnego i słabego kwasu za pomocą roztworu mocnej zasady , i wykreślenie – na podstawie otrzymanych punktów pomiarowych - odpowiednich krzywych miareczkowania. Pomiarzy przewodności powinny być wykonywane w ustalonych warunkach, znajomość stałej konduktometrycznej czujnika nie jest potrzebna. Duża objętość analizy w stosunku do objętości dodawanej pozwala na bezpośrednie wykonanie wykresów zmian przewodności w zależności od objętości wprowadzanego titranta. Ćwiczenie praktyczne wykonywane jest w grupach, a na podstawie uzyskanych wyników każdy student sporządza indywidualnie swoje sprawozdanie.

Sprawozdaniem z ćwiczenia jest arkusz papieru milimetrowego ze sporządzonymi wykresami krzywych miareczkowania. Arkusz należy podpisać (imię, nazwisko, nr grupy, data).

Aparatura :

Konduktometr laboratoryjny, czujnik konduktometryczny, mieszadło magnetyczne

Sprzęt laboratoryjny :

Biureta, zlewki, tryskawka

Odczynniki :

Titrant – roztwór mianowany KOH o stężeniu 0,1000mol/l , woda demineralizowana ($\chi \leq 1\mu\text{S}/\text{cm}$), próbki roztworów (HCl ; CH₃COOH ; HCl + CH₃COOH)

Inne - papier milimetrowy A5, linijka, ołówek (cienkopisy)

Wykonanie miareczkowania

Czujnik podłączyć do konduktometru, włączyć przyrząd do sieci i według osobnej instrukcji przygotować do pracy. Przygotować i napełnić titrantem biuretę. Otrzymane w zlewkach próbki roztworów rozcieńczyć wodą demineralizowaną do ok. 200ml. Zlewkę z roztworem HCl ustawić na mieszadle magnetycznym, umieścić wewnątrz opłukany wodą demineralizowaną element mieszający i czujnik konduktometryczny. Włączyć mieszanie (szybkość umiarkowana). Ustalić poziom zerowy titranta w biurecie i tak ją umocować, aby jej końcówka była tuż nad powierzchnią analizowanego roztworu. Zmierzyć przewodność . Wynik zanotować, a następnie rozpocząć miareczkowanie, dodając dziesięć stałych objętości po **1,00ml** titranta i mierząc za każdym razem przewodność. Wyniki zapisywać np. w takiej zbiorczej tabelce :

Przewodność	R-r I, HCl	R-r II, CH ₃ COOH	R-r III, HCl + CH ₃ COOH
Titrant, ml			
1. 0,00
2. 0,50
3. 1,00			
4. 1,500			
. . . .			
31. 15,00			

Po zakończonym miareczkowaniu roztwór wylać (nie zgubić mieszadełka !), a po opłukaniu czujnika konduktometrycznego i przygotowaniu biurety – tak samo miareczkować drugi roztwór, zawierający kwas octowy . Miareczkowanie roztworu trzeciego różni się objętością pojedynczej dodawanej porcji (**0,50ml**) i objętością zużywanego titranta – 15,00ml. W ten sposób otrzymuje się większą liczbę punktów pomiarowych, co pozwala na dokładne wykreślenie krzywej tego miareczkowania.

Po zakończeniu pracy, jeżeli nie wykonuje się innych miareczkowań należy umyć i opłukać szkło laboratoryjne; biuretę opróżnić i po przepłukaniu wodą demineralizowaną pozostawić napełnioną wodą; wyłączyć aparaturę, czujnik konduktometryczny dokładnie opłukać wodą.

Przygotowanie sprawozdania

Na papierze milimetrowym sporządzić wykresy krzywych miareczkowania w jednym, wspólnym układzie współrzędnych, stosując różnicowania graficzne lub barwne nanoszonych punktów, pochodzących z różnych serii pomiarowych. Na osi odciętych (poziomej) 1,00ml titranta winno odpowiadać 2 cm. Sporządzenie wykresu krzywej miareczkowania polega na wykreśleniu na podstawie naniesionych punktów pomiarowych linii prostych, ilustrujących zmiany przewodności roztworu. Punkty równoważności miareczkowania (VPR) odczytuje się jako objętość, odpowiadająca przecięciu się linii - z dokładnością do 0,5mm. Wykres należy zaopatrzyć w tytuł i legendę, umożliwiającą zidentyfikowanie jego elementów i zawierającą wartości PR miareczkowania, np.: „Krzywa I, miareczkowanie roztworu HCl, $V(PR)=4,525ml$ ” . Tabelkę z wynikami należy zachować do czasu ostatecznego zaliczenia ćwiczenia.

KONDUKTOMETRIA : MIARECZKOWANIE KONDUKTOMETRYCZNE

Celem ćwiczenia jest oznaczenie zawartości mocnego kwasu (HCl) w otrzymanej próbce metodą miareczkowania konduktometrycznego i graficznego wyznaczania punktów równoważności miareczkowania. Pomiar przewodności powinny być wykonywane w ustalonych warunkach, w jednym podzakresie pomiarowym, znajomość stałej konduktometrycznej nie jest potrzebna. Duża objętość analizy w stosunku do objętości dodawanej pozwala na bezpośrednie wykonanie wykresów zmian przewodności w zależności od objętości wprowadzanego titranta.

Ćwiczenie praktyczne wykonywane jest w grupach, a na podstawie uzyskanych wyników każdy student sporządza indywidualnie swoje sprawozdanie.

Sprawozdaniem z ćwiczenia jest arkusz papieru milimetrowego ze sporządzonymi wykresami krzywych miareczkowania. Arkusz należy podpisać (imię, nazwisko, nr grupy, data).

Aparatura :

Konduktometr laboratoryjny, czujnik konduktometryczny, mieszadło magnetyczne

Sprzęt laboratoryjny :

Biureta, pipeta jednomiarowa 10,00ml, kolba miarowa 100,0ml, zlewki, zasysacz do pipet, tryskawka

Odczynniki :

Titrant – roztwór mianowany KOH o stężeniu 0,1000mol/l , woda demineralizowana ($\chi \leq 1\mu\text{S/cm}$)

Inne - papier milimetrowy A5, linijka, ołówek (cienkopisy)

Wykonanie miareczkowania

Czujnik podłączyć do konduktometru, włączyć przyrząd do sieci i według osobnej instrukcji przygotować do pracy. Przygotować i napełnić titrantem biuretę. Otrzymany w kolbie miarowej roztwór analizowany uzupełnić do kreski wodą demineralizowaną i starannie wymieszać, a następnie do trzech zlewek (250ml) przenieść pipetą jednomiarową po 10,00ml rozcieńczonej analizy. Do każdej zlewki dodać wody demineralizowanej w takiej ilości, aby otrzymać w jednej ok.150ml, w drugiej – ok.180ml i w trzeciej ok.220ml roztworu. Zlewkę z roztworem o najmniejszym rozcieńczeniu (150ml) ustawić na mieszadle magnetycznym, umieścić wewnątrz opłukany wodą demineralizowaną element mieszający i czujnik konduktometryczny. Włączyć mieszanie (szybkość umiarkowana). Ustalić poziom zerowy titranta w biurecie i tak ją umocować, aby jej końcówka była tuż nad powierzchnią analizowanego roztworu. Zmierzyć przewodność w najmniejszym dostępnym podzakresie pomiarowym. Wynik zanotować, a następnie rozpocząć miareczkowanie, dodając dziesięć stałych objętości po 1,00ml titranta i mierząc za każdym razem przewodność, nie zmieniając wybranego podzakresu pomiarowego. Wyniki zapisywać np. w takiej tabelce :

Przewodność	R-r I, ~150ml	R-r II, ~180ml	R-r III, ~200ml
Titrant, ml			
1. 0,00
2. 1,00
3. 2,00			
4. 3,00			
. . .			
11. 10,00

Po zakończeniu miareczkowania pierwszego roztworu należy wyjąć i dokładnie opłukać wodą demineralizowaną czujnik konduktometryczny, uzupełnić i ustalić poziom zerowy titranta w biurecie, i przystąpić – w taki sam sposób, jak poprzednio, nie zmieniając podzakresu pomiarowego – do zmiareczkowania pozostałych roztworów; ten zmiareczkowany należy wylać do zlewu, a element mieszający powinien przed ponownym użyciem zostać dokładnie opłukany wodą wodociągową i demineralizowaną.

Po zakończeniu pracy należy umyć i opłukać szkło laboratoryjne; biuretę opróżnić i po przepłukaniu wodą demineralizowaną pozostawić napełnioną wodą; odłączyć aparaturę, czujnik konduktometryczny dokładnie opłukać wodą.

Przygotowanie sprawozdania

Na papierze milimetrowym sporządzić wykresy krzywych miareczkowania w jednym, wspólnym układzie współrzędnych, stosując zróżnicowania graficzne lub barwne nanoszonych punktów, pochodzących z różnych serii pomiarowych. Na osi odciętych (poziomej) 1,00ml titranta winno odpowiadać 2 cm. Wyznaczyć punkty równoważności (V_{PR}) z dokładnością do 0,5mm. Wykres należy zaopatrzyć w tytuł i legendę. Tabelkę z wynikami należy zachować do czasu ostatecznego zaliczenia ćwiczenia.

Na odwrocie arkusza z wykresami obliczyć wartość średnią V_{PRsr} , a następnie zawartość substancji (HCl) w badanej próbce:

$$M_{HCl} = V_{PRsr} * C_{titr} * 36,45 * W / 1000$$

Podać wynik otrzymanej analizy :

„ W otrzymanej w kolbce nr . . . próbce oznaczono metodą miareczkowania

konduktometrycznego zawartość HCl w ilościg. ”