

## Oznaczanie zawartości wody metodą miareczkowania kulometrycznego Karla Fischera

**Metoda:** Miareczkowanie kulometryczne

**Cel ćwiczenia:** Celem ćwiczenia jest oznaczenie wody w alkoholowych rozpuszczalnikach oraz preparatach medycznych metodą kulometrycznego miareczkowania Karla Fischera.

### Odczynniki

- Bezfrytowy odczynnik Karla Fischera
- Alkoholowe rozpuszczalniki organiczne oraz preparaty medyczne

### Aparatura i sprzęt laboratoryjny

- Strzykawka o pojemności 0,1 cm<sup>3</sup>
- Waga analityczna
- Titrator kulometryczny Karla Fischera

### **Sposób wykonania:**

1. Włączyć titrator kulometryczny Karla Fischera. Po uruchomieniu titratora, zatwierdzić użytkownika "STUDENT". Wcisnąć przycisk PLAY („zielona strzałka”), aby rozpocząć kondycjonowanie. Po zakończeniu kondycjonowania (komunikat „Kondycjonowanie OK”), wcisnąć przycisk DOM, aby przejść do panelu głównego.

2. Zważyć strzykawkę na wadze analitycznej, zapisać jej masę lub wytarować wagę. Pobrać strzykawką w całej jej objętości wybrany rozpuszczalnik, a następnie zważyć i zapisać masę. Wprowadzić masę rozpuszczalnika w panelu głównym kulometru, następnie wcisnąć przycisk PLAY i wstrzyknąć przez membranę do naczynka kulometrycznego całą objętość strzykawki w ciągu 10 s. Po zakończeniu miareczkowania, poczekać na automatyczne utworzenie raportu i zapisać masę zmiareczkowanej porcji wody.

3. Przeprowadzić 8 do 10 oznaczeń dla każdej wybranej przez prowadzącego próbki.

### **Opracowanie wyników:**

1. Ze zmierzonych wartości należy odrzucić najbardziej odbiegające wyniki (błędy grube). Dla pozostałych wartości odczytanej masy, przeprowadzić analizę niepewności pomiarowych, tj. wyznaczyć wartość średnią,  $\bar{x}_s$  oraz odchylenie standardowe średniej  $S_x$ .

$$S_x^- = \left[ \frac{1}{n(n-1)} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 \right]^{1/2}$$

2. Z uwagi na małą liczbę serii pomiarowych, wybrać z rozkładu Studenta wartość współczynnika Studenta,  $t_{n,\alpha}$ , dla odpowiedniej liczby pomiarów o poziomie ufności równym 98% ( $1-\alpha = 0,98$ ). Korzystając ze wzoru na analizę niepewności dla prób o małej liczebności określić przedział zawierający wartość rzeczywistą mierzonej wielkości.

$$\bar{x} - t_{n,\alpha} S_x^- \leq \mu \leq \bar{x} + t_{n,\alpha} S_x^-$$

Ponadto, dla wartości średniej, obliczyć stężenie wody w ppm, g/cm<sup>3</sup>, molowe oraz zawartość procentową wody dla każdej próbki.

**Literatura:**

1. W. Szczepaniak „Metody instrumentalne w analizie chemicznej” PWN.
2. A. Cygański „Metod elektroanalityczne” WNT.
3. J. Minczewski, Z. Marczenko „Chemia Analityczna, tom 3, Analiza Instrumentalna” PWN.
4. Poradnik fizykochemiczny, PWN.