

Oznaczanie tiosiarczanu metodą miareczkowania kulometrycznego

Metoda: Miareczkowanie kulometryczne

Cel ćwiczenia: Celem ćwiczenia jest kulometryczne oznaczenie tiosiarczanu.

Odczynniki

- KH_2PO_4 , roztwór mianowany o stężeniu $c = 1/15 \text{ M}$
- Na_2HPO_4 , roztwór mianowany o stężeniu $c = 1/15 \text{ M}$
- KI , roztwór mianowany o stężeniu $c = 1 \text{ M}$

Aparatura i sprzęt laboratoryjny

- Kolba miarowa o pojemności 100 cm^3 – 2 szt.
- Pipeta wielomiarowa pojemności 10 cm^3 – 1 szt.
- Pipeta wielomiarowa pojemności 5 cm^3 – 2 szt.
- Zlewka 100 cm^3 – 2 szt.
- Zlewka 250 cm^3 – 1 szt.
- Cylinder miarowy 100 cm^3 – 1 szt.
- Kulometr

Sposób wykonania:

1. Zdjąć pokrywę naczynka kulometrycznego a następnie naczynko, elektrody oraz rurkę wkładową przemyć wodą destylowaną. W osobnej zlewce przygotować roztwór buforowy powstały przez zmieszanie 30 cm^3 $1/15 \text{ M KH}_2\text{PO}_4$ i 45 cm^3 $1/15 \text{ M Na}_2\text{HPO}_4$.
2. Do rurki z bocznym okienkiem wlać taką jego ilość, aby okienko boczne w całości było zakryte roztworem, resztę z 75 cm^3 roztworu buforowego wlać do naczynka kulometrycznego.
3. Rurkę wkładową umieścić w otworze pokrywy naczynka i wprowadzić do niej katodę z blachy platynowej. Do naczynka kulometrycznego wlać 25 cm^3 1 M roztworu KI i wrzucić mieszadło magnetyczne. Następnie, należy założyć pokrywę i przez jej otwór wprowadzić 5 cm^3 oznaczanego roztworu. Rurkę wkładową należy obrócić w taki sposób, aby okienko boczne znajdowało się naprzeciwko elektrody roboczej – platynowej anody (OH-934) zanurzonej w roztworze. Anodę podłączyć z gniazdem ANODE potencjostatu, Katodę znajdującą się w rurce wkładowej połączyć z gniazdem IN(+) integratora, gniazdo IN(-) integratora połączyć z gniazdem CATHODE potencjostatu. Wtyk elektrody pełniącej rolę czujnika amperometrycznego (OH-9381) połączyć z lewym gniazdem INPUT 1 jednostki kontrolno-sterującej.
4. Po 15 minutach od włączenia zasilania skorygować pokrętkiem ZERO położenia zera integratora (kręcenie w kierunku wskazanym przez mrugającą strzałkę, aż do momentu zaniku mrugania) oraz jednostki kontrolno-sterującej (powinna zapalić się lampka READY). W dalszej kolejności należy postępować w porządku podanym w INSTRUKCJI OBSŁUGI KULOMETRU.
5. Przeprowadzić 10 do 12 oznaczeń.

Opracowanie wyników:

1. Ze zmierzonych wartości należy odrzucić najbardziej odbiegające wyniki. Dla pozostałych wartości odczytanego ładunku obliczyć masę oznaczanej substancji.
2. Przeprowadzić analizę niepewności pomiarowych, tj. wyznaczyć wartość średnią \bar{x}_s oraz odchylenie standardowe S_x dla prób o małej liczebności.

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

Następnie z rozkładu Studenta wybrać wartość krytyczną dla odpowiedniej liczby pomiarów o poziomie ufności równym 98% ($1-\alpha = 0,98$). Ostatecznie korzystając z poniższego wzoru określić przedział nieznannej wartości oczekiwanej:

$$P\left(\bar{x} - t_{n,\alpha} \left[\frac{1}{n(n-1)} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 \right]^{1/2} \leq \mu \leq \bar{x} + t_{n,\alpha} \left[\frac{1}{n(n-1)} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 \right]^{1/2}\right) = 1 - \alpha$$

Literatura:

1. W. Szczepaniak „Metody instrumentalne w analizie chemicznej” PWN 1985-2005.
2. A. Cygański „Metody elektroanalityczne” WNT 1991.
3. A. Cygański „Podstawy metod elektroanalitycznych” WNT 2004.
4. J. Minczewski, Z. Marczenko „Chemia Analityczna, tom 3, Analiza Instrumentalna” PWN 1998.
5. Poradnik fizykochemiczny, PWN.

Oznaczanie antymonu metodą miareczkowania kulometrycznego

Metoda: Miareczkowanie kulometryczne

Cel ćwiczenia: Celem ćwiczenia jest kulometryczne oznaczenie antymonu(III).

Odczynniki

- KHCO_3 , 2 g – naważka
- KI , roztwór mianowany o stężeniu $c = 1 \text{ M}$

Aparatura i sprzęt laboratoryjny

- Kolba miarowa o pojemności 100 cm^3 – 2 szt.
- Pipeta wielomiarowa pojemności 10 cm^3 – 1 szt.
- Pipeta wielomiarowa pojemności 5 cm^3 – 2 szt.
- Zlewka 100 cm^3 – 2 szt.
- Zlewka 250 cm^3 – 1 szt.
- Cylinder miarowy 100 cm^3 – 1 szt.
- Kulometr

Sposób wykonania:

1. Zdjąć pokrywę naczynka kulometrycznego a następnie naczynko, elektrody oraz rurkę wkładkową przemyć wodą destylowaną. W osobnej zlewce przygotować roztwór składający się z 2g KHCO_3 , który rozpuszczamy w 75 cm^3 wody.
2. Do naczynka kulometrycznego wlać 75 cm^3 roztworu buforowego, a do rurki z bocznym okienkiem wlać taką jego ilość, aby okienko boczne w całości było zakryte roztworem.
3. Rurkę wkładkową umieścić w otworze pokrywy naczynka i wprowadzić do niej katodę z blachy platynowej. Do naczynka kulometrycznego wlać 25 cm^3 1 M roztworu KI i wrzucić mieszadło magnetyczne. Następnie, należy założyć pokrywę i przez jej otwór wprowadzić 5 cm^3 oznaczanego roztworu. Rurkę wkładkową należy obrócić w taki sposób, aby okienko boczne znajdowało się naprzeciwko elektrody roboczej – platynowej anody (OH-934) zanurzonej w roztworze. Anodę podłączyć z gniazdem ANODE potencjostatu, Katodę znajdującą się w rurce wkładkowej połączyć z gniazdem IN(+) integratora, gniazdo IN(-) integratora połączyć z gniazdem CATHODE potencjostatu. Wtyk elektrody pełniącej rolę czujnika amperometrycznego (OH-9381) połączyć z lewym gniazdem INPUT 1 jednostki kontrolno-sterującej.
4. Po 15 minutach od włączenia zasilania skorygować pokrętkiem ZERO położenia zera integratora (kręcenie w kierunku wskazanym przez mrugającą strzałkę, aż do momentu zaniku mrugania) oraz jednostki kontrolno-sterującej (powinna zapalić się lampka READY). W dalszej kolejności należy postępować w porządku podanym w INSTRUKCJI OBSŁUGI KULOMETRU.
5. Przeprowadzić 10 do 12 oznaczeń.

Opracowanie wyników:

1. Ze zmierzonych wartości należy odrzucić najbardziej odbiegające wyniki. Dla pozostałych wartości odczytanego ładunku obliczyć masę oznaczanej substancji.
2. Przeprowadzić analizę niepewności pomiarowych, tj. wyznaczyć wartość średnią \bar{x}_{sr} oraz odchylenie standardowe S_x dla prób o małej liczebności.

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

Następnie z rozkładu Studenta wybrać wartość krytyczną dla odpowiedniej liczby pomiarów o poziomie ufności równym 98% ($1-\alpha = 0,98$). Ostatecznie korzystając z poniższego wzoru określić przedział nieznannej wartości oczekiwanej:

$$P\left(\bar{x} - t_{n,\alpha} \left[\frac{1}{n(n-1)} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 \right]^{1/2} \leq \mu \leq \bar{x} + t_{n,\alpha} \left[\frac{1}{n(n-1)} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 \right]^{1/2}\right) = 1 - \alpha$$

Literatura:

1. W. Szczepaniak „Metody instrumentalne w analizie chemicznej” PWN 1985-2005.
2. A. Cygański „Metody elektroanalityczne” WNT 1991.
3. A. Cygański „Podstawy metod elektroanalitycznych” WNT 2004.
4. J. Minczewski, Z. Marczenko „Chemia Analityczna, tom 3, Analiza Instrumentalna” PWN 1998.
5. Poradnik fizykochemiczny, PWN.

Oznaczanie 2-merkapto-1-metyloimidazolu (tiamazolu) metodą miareczkowania kulometrycznego

Metoda: Miareczkowanie kulometryczne

Cel ćwiczenia: Celem ćwiczenia jest kulometryczne oznaczenie 2-merkapto-1-metyloimidazolu (tiamazolu).

Odczynniki

- bufor
- KI, roztwór mianowany o stężeniu $c = 1 \text{ M}$

Aparatura i sprzęt laboratoryjny

- Kolba miarowa o pojemności 100 cm^3 – 2 szt.
- Pipeta wielomiarowa pojemności 10 cm^3 – 1 szt.
- Pipeta wielomiarowa pojemności 5 cm^3 – 2 szt.
- Zlewka 100 cm^3 – 2 szt.
- Zlewka 250 cm^3 – 1 szt.
- Cylinder miarowy 100 cm^3 – 1 szt.
- Kulometr

Sposób wykonania:

1. Zdjąć pokrywę naczynka kulometrycznego a następnie naczynko, elektrody oraz rurkę wkładkową przemyć wodą destylowaną.
2. Do naczynka kulometrycznego wlać 75 cm^3 roztworu buforowego, a do rurki z bocznym okienkiem wlać taką jego ilość, aby okienko boczne w całości było zakryte roztworem.
3. Rurkę wkładkową umieścić w otworze pokrywy naczynka i wprowadzić do niej katodę z blachy platynowej. Do naczynka kulometrycznego wlać 25 cm^3 1 M roztworu KI i wrzucić mieszadło magnetyczne. Następnie, należy założyć pokrywę i przez jej otwór wprowadzić 5 cm^3 oznaczanego roztworu. Rurkę wkładkową należy obrócić w taki sposób, aby okienko boczne znajdowało się naprzeciwko elektrody roboczej – platynowej anody (OH-934) zanurzonej w roztworze. Anodę podłączyć z gniazdem ANODE potencjostatu, Katodę znajdującą się w rurce wkładkowej połączyć z gniazdem IN(+) integratora, gniazdo IN(-) integratora połączyć z gniazdem CATHODE potencjostatu. Wtyk elektrody pełniącej rolę czujnika amperometrycznego (OH-9381) połączyć z lewym gniazdem INPUT 1 jednostki kontrolno-sterującej.
4. Po 15 minutach od włączenia zasilania skorygować pokrętkiem ZERO położenia zera integratora (kręcenie w kierunku wskazanym przez mrugającą strzałkę, aż do momentu zaniku mrugania) oraz jednostki kontrolno-sterującej (powinna zapalić się lampka READY). W dalszej kolejności należy postępować w porządku podanym w INSTRUKCJI OBSŁUGI KULOMETRU.
5. Przeprowadzić 10 do 12 oznaczeń.

Opracowanie wyników:

1. Ze zmierzonych wartości należy odrzucić najbardziej odbiegające wyniki. Dla pozostałych wartości odczytanego ładunku obliczyć masę oznaczanej substancji.
2. Przeprowadzić analizę niepewności pomiarowych, tj. wyznaczyć wartość średnią \bar{x}_s oraz odchylenie standardowe S_x dla prób o małej liczebności.

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

Następnie z rozkładu Studenta wybrać wartość krytyczną dla odpowiedniej liczby pomiarów o poziomie ufności równym 98% ($1-\alpha = 0,98$). Ostatecznie korzystając z poniższego wzoru określić przedział nieznannej wartości oczekiwanej:

$$P\left(\bar{x} - t_{n,\alpha} \left[\frac{1}{n(n-1)} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 \right]^{1/2} \leq \mu \leq \bar{x} + t_{n,\alpha} \left[\frac{1}{n(n-1)} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 \right]^{1/2}\right) = 1 - \alpha$$

Literatura:

1. W. Szczepaniak „Metody instrumentalne w analizie chemicznej” PWN 1985-2005.
2. A. Cygański „Metody elektroanalityczne” WNT 1991.
3. A. Cygański „Podstawy metod elektroanalitycznych” WNT 2004.
4. J. Minczewski, Z. Marczenko „Chemia Analityczna, tom 3, Analiza Instrumentalna” PWN 1998.
5. Poradnik fizykochemiczny, PWN.