

**CHEMIA ŚRODKÓW BIOAKTYWNYCH I KOSMETYKÓW**  
**PRACOWNIA CHEMII ANALITYCZNEJ**

**Ćwiczenie 2**

**Oznaczanie miana odczynników stosowanych w oznaczeniach  
alkacymetrycznych**

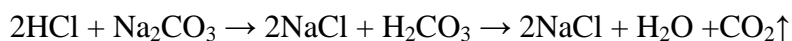
## Ćwiczenie obejmuje:

1. Oznaczanie miana roztworu HCl na odważkę (standard pierwotny)
2. Oznaczanie miana roztworu NaOH na mianowany roztwór (standard wtórny)

## WYKONANIE ĆWICZENIA

### 1. Oznaczanie miana odczynnika na standard pierwotny (oznaczanie miana HCl)

Jedną z podstawowych substancji do nastawiania miana kwasu solnego jest bezwodny węgiel sodu, który reaguje z kwasem zgodnie z reakcją:



Bezwodny węgiel sodowy otrzymuje się przez rozkład wodorowęglanu sodu w temperaturze 543-573K:



#### Stosowany sprzęt:

kolby stożkowe 250-300 ml,

zlewka 400 ml,

biureta 50 ml, statyw,

palnik, siatka ceramiczna, trójnóg,

waga analityczna.

#### Stosowane odczynniki i roztwory:

HCl cz.d.a.,

błękit bromotymolowy,

$\text{Na}_2\text{CO}_3$ .

#### Opis nastawiania miana roztworu HCl (0.1 mol/l)

1. Przeznaczony do sporządzenia odważki węgiel sodu wysuszyć w temperaturze 543–573K.

2. Sporządzić odważki Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (ważąc z dokładnością 0.0001g ) o masie 0.16–0.2 g.
3. Oplukać wewnętrzną część szyjki kolby stożkowej wodą destylowaną, następnie rozpuścić odważkę węglanu sodu w 40–80 ml wody destylowanej.
4. Do otrzymanego roztworu dodać 5 kropli wskaźnika – błękitu bromotymolowego i miareczkować przygotowanym roztworem kwasu solnego do uzyskania zielonej barwy wskaźnika.
5. Roztwór ogrzewać na siatce na niewielkim płomieniu palnika do zagotowania się cieczy, następnie gotować około 3 min. intensywnie mieszając (usunięcie wydzielającego się CO<sub>2</sub>). Roztwór w kolbie stożkowej wskutek gotowania zmienia barwę na niebieską.
6. W dalszym ciągu miareczkować roztwór kwasem solnym z biurety, usuwając każdorazowo przez gotowanie zawarty w roztworze CO<sub>2</sub>, aż do uzyskania od jednej kropli zmiany zabarwienia wskaźnika na żółtą.
7. Miano kwasu solnego obliczyć z zależności:

$$c_{\text{HCl}} = \frac{m}{V \cdot 0.053} \quad [\text{mol/l}]$$

gdzie: m – odważka Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> [g],

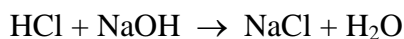
V<sub>HCl</sub> – objętość kwasu solnego [ml].

0.053 – milirównoważnik Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> [g/mmol]

8. Uzyskane wyniki należy zapisać w załączonej na końcu skryptu tabeli, a następnie dokonać oceny statystycznej uzyskanej serii pomiarowej- opracowanie grupowe wg wzoru umieszczonego na końcu skryptu.

## **2. Oznaczanie miana odczynnika na standard wtórny (oznaczanie miana NaOH)**

W praktyce laboratoryjnej najczęściej nastawia się miano roztworu NaOH na kwas solny o znanym stężeniu.



Miareczkowanie przeprowadza się w obecności fenoloftaleiny jeśli roztwór wodorotlenku sodowego nie zawiera węglanów. Miano roztworu NaOH jest znacznie mniej trwałe niż miano roztworu HCl ze względu na pochłanianie CO<sub>2</sub> z powietrza czy rozpuszczanie szkła. Dlatego w czasie dłuższego przechowywania z roztworu wydzielają się osady.

**Stosowany sprzęt:**

kolba miarowa 100 ml,  
kolby stożkowe 250-300 ml,  
zlewka 400 ml,  
biureta 50 ml, statyw,  
tryskawka.

**Stosowane odczynniki i roztwory:**

zmianowany roztwór HCl ~0,1 mol/l,  
roztwór NaOH ~0.1 mol/l  
fenoloftaleina 0.5% roztwór alkoholowy.

**Opis nastawiania miana roztworu NaOH (0.1 mol/l)**

1. Do kolby stożkowej o pojemności 300 ml odmierzyć z biurety z dokładnością do 0,05 ml porcję mianowanego roztworu HCl o objętości zawartej w granicach 20–25 ml.
2. Dodać 3 krople fenoloftaleiny (odmierzone małą pipetką).
3. Miareczkować roztworem NaOH do jasnoróżowego zabarwienia utrzymującego się 20–30 s.
4. Miano roztworu NaOH obliczyć z zależności:

$$C_{NaOH} = \frac{c_{HCl} \cdot V_{HCl}}{V_{NaOH}} \quad [\text{mol/l}]$$

gdzie:  $C_{HCl}$  – miano HCl [mol/l]

$V_{HCl}$  – objętość kwasu solnego [ml],

$V_{NaOH}$  – objętość NaOH odpowiadająca PK miareczkowania [ml]

5. Uzyskane wyniki należy zapisać w załączonej na końcu skryptu tabeli, a następnie dokonać oceny statystycznej uzyskanej serii pomiarowej - opracowanie grupowe wg wzoru umieszczonego na końcu skryptu.

Grupa.....

Data.....

**Oznaczenie miana roztworu HCl**

<b>Identyfikator studenta</b>	<b>Numer oznaczenia</b>	<b>Miano HCl [mol/l]</b>	<b>Identyfikator studenta</b>	<b>Numer oznaczenia</b>	<b>Miano HCl [mol/l]</b>
	1			31	
	2			32	
	3			33	
	4			34	
	5			35	
	6			36	
	7			37	
	8			38	
	9			39	
	10			40	
	11			41	
	12			42	
	13			43	
	14			44	
	15			45	
	16			46	
	17			47	
	18			48	
	19			49	
	20			50	
	21			51	
	22			52	
	23			53	
	24			54	
	25			55	
	26			56	
	27			57	
	28			58	
	29			59	
	30			60	

Grupa.....

Data.....

### Oznaczenie miana roztworu NaOH

<b>Identyfikator studenta</b>	<b>Numer oznaczenia</b>	<b>Miano NaOH [mol/l]</b>	<b>Identyfikator studenta</b>	<b>Numer oznaczenia</b>	<b>Miano NaOH [mol/l]</b>
	1			31	
	2			32	
	3			33	
	4			34	
	5			35	
	6			36	
	7			37	
	8			38	
	9			39	
	10			40	
	11			41	
	12			42	
	13			43	
	14			44	
	15			45	
	16			46	
	17			47	
	18			48	
	19			49	
	20			50	
	21			51	
	22			52	
	23			53	
	24			54	
	25			55	
	26			56	
	27			57	
	28			58	
	29			59	
	30			60	

## Ocena statystyczna serii pomiarowej oznaczania miana roztworu.....

- Wartość średniej arytmetycznej wynosi :

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i = \dots\dots\dots$$

- Wartość mediany wynosi:

$$M = \dots\dots\dots$$

- Wartość dominanty wynosi:

$$D = \dots\dots\dots$$

- Wariancja w ocenianej serii pomiarowej wynosi:

$$V = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1} = \dots\dots\dots$$

- Odchylenie standardowe:

$$s = \sqrt{V} = \dots\dots\dots$$

- Względne odchylenie standardowe:

$$RSD = \frac{s}{\bar{x}} \cdot 100\% = \dots\dots\dots$$

- Przedział ufności:

$$\bar{x} - \frac{t}{\sqrt{n}} \cdot s < \mu < \bar{x} + \frac{t}{\sqrt{n}} \cdot s$$

- Dla poziomu ufności P=95% ( $\alpha=0.05$ ) i k=n-1

$$t = \dots\dots\dots \quad \frac{t}{\sqrt{n}} = \dots\dots\dots \quad \dots\dots < \mu < \dots\dots$$

Wartość prawdziwa miana roztworu.....zawiera się z prawdopodobieństwem 95% w przedziale: ..... $\pm$ .....