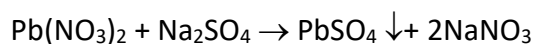


ĆWICZENIE 1: STRĄCENIOWE MIARECZKOWANIE KONDUKTOMETRYCZNE.

Cel ćwiczenia:

Celem ćwiczenia jest ilościowe oznaczenie ołowiu w próbce metodą miareczkowania konduktometrycznego. Oznaczenie oparte jest na następującej reakcji strącania:



Odczynniki i aparatura:

Roztwór 0,1 M Na_2SO_4

Konduktometr firmy Elmetron,

Czujnik konduktometryczny (**Nie zdejmować oprawki plastikowej z czujnika!!!**)

Wykonanie ćwiczenia:

Otrzymań w kolbce na 100 ml analizę uzupełnić wodą do kreski. Pobrać 20 ml analizy do naczynia konduktometrycznego o pojemności 250 ml. Umieścić w naczyniu mieszadło magnetyczne i zanurzyć w nim oczyszczoną i wysuszoną elektrodę. Dodać 25 ml acetonu i 155 ml wody destylowanej aby elektroda była całkowicie zanurzona w roztworze. Zmierzyć przewodnictwo właściwe κ roztworu. Dodawać z biurety po 1 ml 1 M Na_2SO_4 , mieszając roztwór po dodaniu każdej porcji przez dwie minuty i mierząc przewodnictwo właściwe; wyniki miareczkowania umieścić w tabeli, ujmując liczbę ml Na_2SO_4 i odpowiadającą jej wartość przewodnictwa (należy uwzględnić poprawkę na zmianę objętości)

V Na_2SO_4 [ml]	Przewodnictwo odczytane G_{od} [mS]	Poprawka p	Poprawiona wartość przewodnictwa G_p [mS]

Miareczkowanie prowadzić do 8 punktów po przekroczeniu punktu końcowego. Wykonać miareczkowanie konduktometryczne dla 3 prób.

Opracowanie wyników:

1. Wykreślić krzywe miareczkowania konduktometrycznego w układzie $\kappa=f(V \text{Na}_2\text{SO}_4)$.
2. Wyznaczyć graficznie punkt końcowy miareczkowania.
3. Wyliczyć masę ołowiu, podając wynik w g Pb^{2+} .
4. Wyliczyć stężenie ołowiu, podając wynik w mg Pb^{2+} /litr.
5. Wytlumaczyć przebieg krzywej miareczkowania konduktometrycznego ołowiu- Na_2SO_4 , uwzględniając zmiany zachodzące w roztworze, w trakcie miareczkowania.

6. Przeprowadzić dyskusję wyników. Ilościowo scharakteryzować precyzję pomiaru. W tym celu obliczyć:

- średnią arytmetyczną próbki (dla stężenia mg Pb²⁺/litr) , \bar{x}
 - Odchylenie standardowe próbki s ,
 - Wariancję s^2 ,
 - Odchylenie standardowe średniej (błąd standardowy) s_m ,
 - Względne odchylenie standardowe (RSD) $RSD = s_r$,
 - Współczynnik zmienności CV ,
 - Rozrzut (lub rozstęp) w ,
7. Jak ilościowo wyraża się błąd pomiaru?
 8. Rodzaje błędów w praktyce laboratoryjnej.
 9. Wytłumaczyć, jaki cel ma wstępne gotowanie wody wodociągowej, którą poddaje się analizie.

Wymagania:

1. Przewodnictwo właściwe, molowe i równoważnikowe.
2. Ruchliwość jonów.
3. Podział technik konduktometrycznych.
4. Krzywe miareczkowania konduktometrycznego w układzie kwas-zasada.
5. Krzywe miareczkowania konduktometrycznego strąceniowego.
6. Zależność przewodnictwa od stężenia i temperatury.
7. Pomiar przewodnictwa elektrolitycznego roztworów.

LITERATURA UZUPEŁNIAJĄCA:

1. Douglas A. Skoog, Donald M. West, F. James Holler, Stanley R. Crouch, Podstawy chemii analitycznej tom 1, PWN 2007
2. Praca zbiorowa, *Ocena i kontrola jakości wyników analitycznych*, CDAiMŚ, Gdańsk 2004
3. Minczewski J., Marczenko Z.: *Chemia analityczna*, t.III PWN, Warszawa 1976
4. Szyszko E.: *Instrumentalne metody analityczne*, PZWL, Warszawa 1975