

PRACA W ANALIZIE MIARECZKOWEJ

Posługiwanie się biuretą w analizie miareczkowej

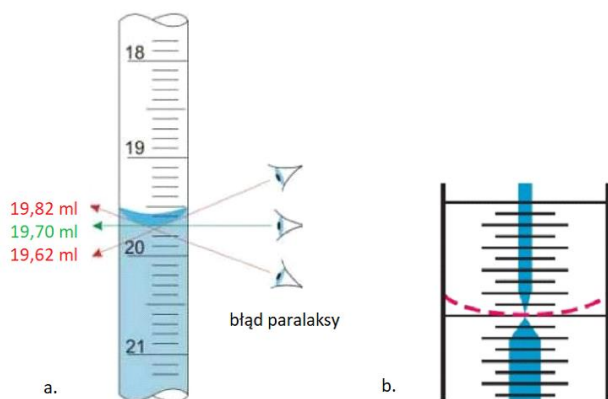
BIURETA – wąska, kalibrowana rura szklana o jednakowym przekroju na całej długości. Dolna część biurety jest zakończona kurkiem oraz wąską rurką, przez którą ciecz wypływa na zewnątrz.

Najczęściej w analizie klasycznej stosowane są biurety pojemności **50 ml**, z podziałką wyrażoną w mililitrach i dziesiątych częściach mililitra, o numeracji liczonej od góry biurety (położenie 0) w dół (położenie 50 dla biurety o pojemności 50 ml). Objętość cieczy wylanej z biurety określa się na podstawie różnicy początkowego i końcowego poziomu cieczy.

Odczyty są utrudnione, ponieważ biureta jest naczyniem wąskim a obraz menisku zależy w znacznym stopniu od oświetlenia oraz rodzaju roztworów wypełniających biuretę.

Ciecze tworzą powierzchnię wklęsłą lub wypukłą, w zależności od napięcia powierzchniowego, zwaną **meniskiem**. Dla roztworów wodnych, odczytujemy położenie najniższej części menisku, ponieważ powierzchnia roztworów wodnych nie jest płaska lecz wklęsła. W przypadku cieczy mocno zabarwionych (np. KMnO_4 , I_2), gdy menisk dolny jest niewyraźny, odczytujemy górną granicę cieczy.

Oko odczytującego musi znajdować się dokładnie na poziomie menisku, aby uniknąć **błędu paralaksy** (Rys. 1a). Odczyt znacznie ułatwiają biurety Schellbacha, które wzdłuż tylnej ścianki mają niebieski lub czerwony pasek na białym tle (Rys. 1b). W miejscu menisku cieczy, obraz zabarwionego paska zwęża się tworząc dwa stykające się ze sobą ostrza. Przy odczycie objętości oko musi znajdować się na takiej wysokości, aby dolne ostrze było wyraźnie ostre.



Rys. 1. Odczyt objętości na a) biurecie zwykłej; b) biurecie Schellbacha

Przygotowanie roztworu mianowanego

- Myjemy naczynie przeznaczone na roztwór mianowany, zgodnie z instrukcją mycia sprzętu laboratoryjnego i dopasowujemy do naczynia szczelny korek;
- Oznaczamy naczynie numerem ewidencyjnym studenta;
- Opisujemy tytułem zadania;
- Przygotowujemy odpowiedni roztwór mianowany według przepisu;
- Przygotowany roztwór mianowany mieszamy bardzo dokładnie, aby zapewnić jednakowe stężenie w całej objętości roztworu. W tym celu obracamy butelkę z roztworem mianowanym powoli, wielokrotnie dnem do góry, aby usunąć powietrze z szyjki (ok. 30 razy). Tę czynność wykonujemy nawet, gdy roztwór wydaje się klarowny i wymieszany.

Przygotowanie zadania w kolbie stożkowej (Erlenmeyera)

- Myjemy naczynie przeznaczone na zadanie zgodnie z instrukcją mycia sprzętu laboratoryjnego;
- Oznaczamy numerem badanej próbki;
- Przygotowujemy, zgodnie z przepisem, roztwór substancji badanej. Możliwe są dwa rodzaje substancji badanej miareczkowanej:
 - a) substancją badaną może być odważka, wysuszonej i ostudzonej substancji podstawowej, przygotowana na wadze analitycznej i rozpuszczona w niewielkiej objętości wody destylowanej. Wodę destylowaną należy wlać bezpośrednio z pojemnika na wodę destylowaną, na wysokość ok. 1cm kolby stożkowej. **Nie wolno stosować żadnych naczyń pośrednich.**
 - b) substancją badaną może być zadanie otrzymane w kolbie miarowej, dopiero po odpowiednim przygotowaniu (tj. po uzupełnieniu zadania w kolbie miarowej do „kreski” wodą destylowaną, wymieszaniu i w ostatnim etapie po przeniesieniu pipetą miarową do kolby Erlenmeyera). Czynności te są opisane w instrukcjach postępowania z zadaniem w kolbie miarowej oraz w instrukcji odmierzania cieczy pipetą.
- Przygotowujemy tryskawkę z wodą destylowaną

Przygotowanie biurety

Biureta umieszczona jest w statywie. Pod wylotem biurety powinno znajdować się naczynie, w którym zbierany jest płyn wypływający z biurety.

W czasie przygotowywania biurety do miareczkowania płyn z tego naczynia jest (**wyłącznie!**) wylewany do zlewu. W trakcie miareczkowania pod biuretą znajduje się naczynie (kolba Erlenmeyera) zawierające roztwór miareczkowany.

1. Przed umyciem biurety należy sprawdzić czy:
 - a) Biureta jest na całej swojej długości nieuszkodzona. Dotyczy to szczególnie końcówki wylotu biurety, który nie może być wyszczerbiony;
 - b) Kurek przy biurecie jest dopasowany tak, że po nalaniu do biurety wody wodociągowej stosunkowo łatwo można regulować wypływ wody zarówno szybki jak też kroplami;
 - c) Kurek powinien być szczelny i suchy. Przy otwartym kurku woda musi wypływać **wyłącznie** przez rurkę biurety. Przy nieszczelnym kurku z biurety wypływa roztwór, który nie jest objęty objętością mierzoną w biurecie a sam kurek jest mokry;
 - d) Miareczkowanie najlepiej przeprowadzać w miejscu dobrze oświetlonym lecz nie bezpośrednio promieniami słonecznymi. W miarę możliwości przy świetle dziennym, gdyż światło elektryczne, bardziej żółte od słonecznego, może utrudniać dostrzeżenie zmiany barwy niektórych wskaźników.
2. Przed rozpoczęciem miareczkowania biureta musi być umyta, zgodnie z instrukcją mycia naczyń miarowego, tak aby powierzchnia wewnętrzna biurety była bezwzględnie czysta a powierzchnia zewnętrzna czysta i sucha.

Powierzchnia wewnętrzna biurety jest czysta, gdy po przepłukaniu wodą destylowaną woda spływa z jej wewnętrznej powierzchni równomiernie, nie zostawiając kropli.

3. Przygotowany roztwór mianowany, należy wymieszać bardzo dokładnie, aby zapewnić jednakowe stężenie w całej objętości. W tym celu obracamy butlę z roztworem mianowanym powoli, wielokrotnie, dnem do góry, aby usunąć powietrze z szyjki butli (ok. 30 razy), nawet gdy roztwór wydaje się klarowny i wymieszany.
4. Przy zamkniętym kurku, przepłukać biuretę 2-3 razy, wymieszanym roztworem mianowanym, za każdym razem nalewając do biurety niewielką ilość roztworu, która stanowi ok. 30% pojemności biurety. Do biurety najlepiej wlewać roztwór mianowany bezpośrednio z butelki. **Nie wolno przy wprowadzaniu roztworu mianowanego do biurety korzystać z naczyń pośrednich np. zlewki.** Przy braku wprawy w nalewanie roztworu do stosunkowo wąskiej biurety dopuszczalne jest wlewanie roztworu mianowanego przez lejek, przy zachowaniu następujących zasad:
 - a) Lejek po umyciu (wg instrukcji przewidzianej dla naczyń laboratoryjnego), należy przepłukać 2-3 krotnie roztworem mianowanym;

- b) lejek musi być (**bezwzględnie!**) usunięty z biurety, bezpośrednio przed doprowadzeniem poziomu roztworu w biurecie dokładnie do kreski zerowej.

Po każdym przemyciu należy poczekać, aż wycieknie z biurety możliwie całkowicie roztwór, ponieważ ten, który pozostaje na ściankach i w końcówce biurety powoduje rozcieńczenie roztworu mianowanego.

5. Sprawdzić pionowe ustawienie biurety w statywie.
6. **Przy otwartym kurku** napełnić biuretę ok. 1 cm powyżej kreski zerowej roztworem mianowanym, bezpośrednio z butelki.
7. **Całkowicie usunąć powietrze z końcówki biurety**, przez szybkie otwarcie kurka i dokładnie sprawdzić czy na pewno cała biureta została wypełniona roztworem mianowanym bez pustej przestrzeni powietrznej. Pozostawienie w rurce biurety powietrza, które podczas miareczkowania może się wydostać na zewnątrz, grozi błędem kilku dziesiątych ml przy odczycie objętości. W przypadku obniżenia poziomu roztworu poniżej kreski zerowej należy ponownie uzupełnić biuretę roztworem mianowanym do poziomu nieznacznie powyżej kreski. **Uwaga dla studenta!:** Proszę pamiętać o usunięciu lejka po zakończeniu procesu napełniania biurety, po sprawdzeniu szczelności kurka i wytrzeć biuretę z zewnątrz !!
8. Doprowadzić poziom roztworu w biurecie dokładnie do kreski zerowej, wylewając kroplami namiar roztworu do podstawionego pod biuretą naczynia, pamiętając o uwagach zawartych we wstępie dot. odczytu poziomu cieczy w biurecie, w szczególności, aby oko odczytującego znajdowało się dokładnie na poziomie menisku.
Jeżeli na końcu biurety pozostaje jeszcze kropla roztworu, to należy usunąć ją przez dotknięcie ścianki tego naczynia, jeżeli mamy pewność, że jest czysta lub ściągnąć kawałkiem czystej bibuły.
9. Po ustaleniu poziomu zerowego titranta (roztworu mianowanego) w biurecie podstawiamy **natychmiast** pod biuretę (zamiast naczynia przeznaczonego na zlewki roztworów) kolbę stożkową (Erlenmeyera) zawierającą odpowiednio przygotowany roztwór oznaczanej substancji.
10. **Miareczkowanie polega na** dodawaniu małych porcji titranta (**miareczek**) do roztworu próbki badanej i obserwowaniu zmiany lub zaniku barwy, odzwierciedlającej zachodzącą reakcję chemiczną.
11. **Miareczkowanie i poprawny odczyt wyniku ułatwiają:**
 - a) Dla lepszego uwydatnienia barwy roztworu podczas miareczkowania, należy pod naczyniem z badanym roztworem umieścić arkusz białego papieru lub bibuły.

- b) Wskazane jest przeprowadzać miareczkowanie tak, aby obserwować zmiany barwy w trakcie miareczkowania tj. obserwować zmianę barw patrząc z góry na kolbę stożkową (miareczkowanie na stojąco).
 - c) Aby uzyskać wyraźny i zawsze jednakowy obraz menisku, należy podczas odczytów stosować tło np. w postaci białej, cienkiej karki papieru, przyłożonej bezpośrednio do tylnej części biurety. Obraz menisku jest szczególnie wyraźny, gdy za kartką znajduje się jakiś jasny przedmiot np. okno czy oświetlona biała ściana. Można też na białej kartce nakleić szeroki pasek czarnego papieru i umieścić go tuż za biuretą tak, aby górny brzeg czarnego paska znajdował się ok. w mm poniżej menisku. Wtedy menisk wydaje się czarny i jest dobrze widoczny na tle białej kartki.
 - d) W czasie miareczkowania istotnym jest dostosowanie szybkości dodawanego roztworu titranta do szybkości mieszania roztworu w kolbie stożkowej.
12. **W praktyce kolbę trzyma się za szyjkę w prawej ręce, natomiast lewą manipuluje przy kurku, niezależnie czy osoba jest prawo- czy leworęczna, gdyż w biuretach można przestawiać kurek.** Przez odpowiednie obracanie kolby w czasie dolewania roztworu mianowanego uzyskuje się dobre wymieszanie cieczy, niezbędne dla dokładnego rozprowadzenia tego roztworu w roztworze miareczkowanym.
13. **Roztwór powinien wypływać z biurety kroplami z jednakową szybkością ok. 3 kropli na sekundę.** Roztwór z biurety wylewany z biurety zbyt szybko może prowadzić do „przemiareczkowania”, a przy tym pewna ilość cieczy pozostanie na ściankach biurety, a wtedy objętość zużytego roztworu będzie pozornie większa. Niektóre metody miareczkowe nawet wymagają stopniowego dodawania titranta kroplami z uwagi na powolne reakcje zachodzące podczas miareczkowania np. kompleksowania czy reakcje oksydacyjno-redukcyjne lub powolne zmiany barwy wskaźnika pomimo bardzo szybko ustalających się równowag kwasowo-zasadowych.
14. W miarę dodawania titranta można zaobserwować (patrząc z góry na kolbę) powolną zmianę barwy wskaźnika, w pobliżu punktu końcowego miareczkowania.
15. **Pod koniec miareczkowania** należy spłukać tryskawką krople ze ścian kolby stożkowej a także można dodawać roztwór mianowany w porcjach mniejszych od normalnej kropli. W tym celu ostrożnie otwiera się i zamyka kran i wypuszczając się z biurety małą i narastającą kroplę, którą następnie spłukuje się wodą z tryskawki.

16. Podczas miareczkowania danej próbki nie można wyjmować kolby spod biurety!!!

17. W razie niepewności, czy końcowy punkt (**PK**) miareczkowania został już osiągnięty, należy odczytać poziom w biurecie, zapisać go, po czym dodać jeszcze jedną kroplę roztworu.

18. W sprawozdaniu należy zamieścić wszystkie odczytane na biurecie objętości titranta, odpowiadające osiągnięciu punktu końcowego miareczkowania odpowiedniej próbki. W przypadku miareczkowania odważki zapisywać objętość zużytego titranta wraz z podaniem wartości naważki, aby uniknąć błędów w obliczaniu stężenia roztworu mianowanego.

19. Po skończonym miareczkowaniu należy dopełnić biuretę roztworem mianowanym, jeżeli zaraz ma być wykonane następne oznaczenie.

20. **Całość miareczkowania należy przeprowadzić przy jednorazowym napełnieniu biurety.** Ponowne napełnianie biurety podczas miareczkowania zmniejsza dokładność oznaczenia, gdyż wymaga więcej odczytów położenia menisku zamiast dwóch, a każdy odczyt jest obciążony pewnym błędem.

21. W czasie jednego miareczkowania powinno zużywać się **40-80%** roztworu mianowanego, co uzyskuje się przez odpowiedni dobór ilości substancji miareczkowanej oraz stężenia roztworu mianowanego.

Uwaga!! Każde kolejne miareczkowanie należy rozpoczynać się od poziomu zerowego, aby uniknąć pomyłek w odczytach objętości oraz zmniejszyć błędy wynikające z niedokładności podziałki.

22. Jeżeli zmiana barwy roztworu miareczkowanego zachodzi stopniowo, korzystne jest przygotowanie **roztworu porównawczego** o takim samym składzie, jaki będzie miał badany roztwór w końcowym punkcie miareczkowania.

23. W przypadku zakończenia oznaczeń miareczkowych należy:

- a) bezwzględnie wylać resztę roztworu z biurety do zlewu. **Pozostałego w biurecie roztworu nie wolno wylewać z powrotem do butli;**
- b) roztworów mianowanych, zwłaszcza alkalicznych, nie wolno pozostawiać w biurecie zbyt długo;
- c) biuretę przepłukać **2-3 razy** wodą zwykłą a następnie **2-3 razy** wodą destylowaną. Biureta stale powinna być napełniona wodą destylowaną, ponieważ łatwo może dojść do zabrudzenia i zatłuszczenia wewnętrznej powierzchni biurety.