

PRZYKŁADOWE ROZWIĄZANIE ZADANIA

TYTUŁ

Oznaczenie alkaliczności całkowitej w technicznym wodorotlenku sodu pobranym z magazynu surowców zakładu chemicznego.

I. ZAŁOŻENIA

Dane:

material do badań: wodorotlenek sodu techniczny (produkt ciekły),

badanie analityczne: oznaczenie alkaliczności całkowitej

cel badania: stwierdzenie zawartości NaOH w technicznym wodorotlenku sodu pobranym z magazynu zakładu chemicznego,

warunki do zadania – załączniki: wyciąg specyfikacji NaOH, załączona procedura badania opracowana na podstawie norm, Katalog Kart charakterystyk Substancji Niebezpiecznych dla NaOH, protokół badań zawierający wyniki badań

Szukane:

- opracowanie projektu realizacji prac związanych oznaczeniem alkaliczności całkowitej, tj. wykaz kolejnych prac, warunki przeprowadzenia badania, wykaz sprzętu i odczynników chemicznych, harmonogram prac;
- wyznaczenie alkaliczności całkowitej (w %) technicznego wodorotlenku sodu.

II. WYKAZ KOLEJNYCH PLANOWANYCH ETAPÓW PRAC dotyczących oznaczania alkaliczności całkowitej, w tym etapów badań

- 1. Organizacja stanowiska pracy** - przegląd sprzętu w celu doboru właściwego do badań, wymycie sprzętu szklanego
- 2. Przygotowanie odczynników do analiz**
 - sporządzenie roztworu mianowanego HCl,
 - sporządzenie wskaźnika – oranżu metylowego
- 3. Przygotowanie próbek roztworu wodorotlenku sodu do oznaczania alkaliczności całkowitej**
 - przygotowanie próbki do badań z próbki laboratoryjnej
 - przygotowanie roztworu podstawowego A (niezbędne będzie obliczenie masy roztworu wodorotlenku sodu)
- 4. Oznaczenie alkaliczności całkowitej** - miareczkowanie titrantem (roztworem HCl) próbki analitycznej pobranej z roztworu podstawowego A
- 5. Likwidacja stanowiska pracy**
 - unieszkodliwienie odpadów poreakcyjnych,
 - zagospodarowanie odczynników pozostałych po badaniach, wymycie sprzętu.
- 6. Sporządzenie protokołu badań i przekazanie wyników oznaczenia do Działu Technologicznego.**

III. WARUNKI PRZEPROWADZANIA OZNACZENIA ALKALICZNOŚCI CAŁKOWITEJ W PRÓBCE WODOROTLENKU SODU TECHNICZNEGO

Metoda badania analitycznego

Metoda oznaczania alkaliczności całkowitej technicznego wodorotlenku sodu polega na miareczkowaniu badanego roztworu roztworem kwasu solnego w obecności oranżu metylowego jako wskaźnika i oparta jest na reakcji zobojętniania.

1. Oznaczanie alkaliczności całkowitej

Oznaczanie alkaliczności całkowitej prowadzi się przez miareczkowanie roztworem HCl próbki analitycznej pobranej z roztworu podstawowego A. (*korzystam z PN-ISO 979:2002 r.3*)

Zawartość NaOH w próbce oblicza się ze wzoru (*PN-ISO 979:2002 r.7.1*) z uwzględnieniem zmian, w stosunku do zapisów normy, zawartych w p.3. Procedury (opisanej w Załączniku 1 do zadania).

2. Sporządzanie roztworu HCl o stężeniu 1mol/l

Roztwór HCl o żądanym stężeniu 1mol/l, należy sporządzić przez rozpuszczenie odważek analitycznych HCl wodą destylowaną w kolbie miarowej o odpowiedniej pojemności. Ze względu na to, że oznaczanie alkaliczności całkowitej prowadzi się z małą dokładnością nie jest konieczne mianowanie przygotowanego roztworu.

3. Sposób pobrania i przygotowania próbek i odczynników do oznaczania alkaliczności całkowitej.

Pobieranie próbek i ich przygotowanie należy wykonać zgodnie z p. 1.1., 1.2., 1.3. Procedury opisanej w Załączniku 1 do zadania.

Przygotowanie roztworu podstawowego A należy wykonać w sposób określony w p.1.4. Procedury (opisanej w Załączniku 1 do zadania).

Przygotowanie odczynników należy wykonać wg punktu 2.1. oraz 2.2 Procedury opisanej w Załączniku 1 do zadania.

4. Czystość odczynników

Zgodnie z rozdziałem 4. normy *PN-ISO 979:2002* do oznaczenia powinna być stosowana woda destylowana niezawierająca węglanów lub o czystości zgodnej z 3 stopniem czystości według *PN- EN ISO 3696:1999* oraz odczynniki o określonej czystości analitycznej.

Zgodnie z *Procedurą* do przygotowania próbki do badań, roztworu podstawowego A i roztworu HCl $c = 1\text{mol/l}$ powinna być stosowana woda destylowana niezawierająca węglanów i odczynniki o określonej czystości analitycznej.

IV. WYKAZ SPRZĘTU I ODCZYNNIKÓW CHEMICZNYCH

Wykaz sprzętu

butelka szklana z dopasowanym korkiem o poj. ok.200 ml,
3 butelki polietylenowe o pojemnościach: 200 ml, 400 ml, 1000 ml,
termometr,
2 kolby miarowe: o pojemnościach: 1000 ml i 200 ml,
tryskawka,
biureta o pojemności 50 ml,
kolby stożkowe o pojemności 500 ml – 2 szt,
pipeta jednomiarowa o pojemności 50 ml z gruszką do zasysania roztworu NaOH,
pipeta wielomiarowa o pojemności 25 ml,
2 cylindry miarowe o pojemnościach: 50 ml i 250 ml,
naczynko wagowe
statywy z łapami,

lejki szklane, zlewki szklane,
waga laboratoryjna techniczna
sprzęt ochrony indywidualnej: rękawice z tworzywa odpornego na chemikalia, okulary ochronne typu gogle,

Wykaz odczynników

próbka laboratoryjna stężonego roztworu technicznego wodorotlenku sodu
1 odważka analityczna zawierająca 0, 2mol – 1 szt. lub odważki analityczne zawierające po 0,1 mola HCl każda - 2 szt.
oranż metylowy stały
woda destylowana niezawierająca węglanów

V. HARMONOGRAM REALIZACJI PLANOWANYCH PRAC

1. Organizacja stanowiska pracy - 15 minut

- Przegląd sprzętu – należy wybrać sprzęt potrzebny do:
 - sporządzenia odczynników
 - oznaczenia alkaliczności całkowitej,
 - przechowania niewykorzystanych odczynników
- Wymycie sprzętu szklanego – biurety, kolb, pipet, zlewek

2. Przygotowanie odczynników do analiz - 20 min

- **Sporządzenie roztworu HCl**
 - 1 odważkę HCl przenieść ilościowo do kolby miarowej o pojemności 200 ml i rozcieńczyć i wodą destylowaną
 - ochłodzić roztwór do temperatury pokojowej

- **Sporządzenie roztworu oranżu metylowego:**

- odważyć 0,05 g oranżu metylowego i rozpuścić w kolbie miarowej o poj.100ml do kreski

- **Przygotowanie roztworu podstawowego A – 20 min**

Jako technik analityk sporządzam próbkę do badań z przygotowanej przez próbkobiorcę próbki laboratoryjnej, więc należy:

- Odważyć 300g próbki laboratoryjnej i przelać do butelki polietylenowej o pojemności ok. 200 ml. Próbka ta stanowi tzw. próbkę do badań.
- Obliczyć masę próbki do badań potrzebnej do sporządzenia roztworu podstawowego
- Rozcieńczyć odważoną próbkę 200 ml wody destylowanej w butelce polietylenowej
- Ochłodzić roztwór do temperatury pokojowej pod bieżącą wodą
- Rozcieńczyć próbkę w kolbie miarowej do objętości 1000 ml
- Roztwór przenieść do suchej butelki polietylenowej o pojemności 1000 ml

3. Miareczkowanie 2 próbek NaOH –10 min

Należy:

- Do kolby stożkowej pojemności 500 ml przenieść pipetą 50 ml roztworu podstawowego A
- Do roztworu dodać 50 ml wody destylowanej odmierzonej cylindrem i dodać 5 kropli roztworu oranżu metylowego
- Miareczkować roztwór NaOH do zmiany barwy wskaźnika z żółtej na pomarańczową.
- Powtórzyć oznaczenie.

4. Likwidacja stanowiska pracy - 15 min

- Unieszkodliwienie odpadów

Zawód: technik analityk

- roztwór HCl, z przemycia biurety oraz pozostały w biurecie po miareczkowaniu należy zebrać w zlewce, zobojętnić roztworem NaOH w stosunku objętościowym ok. 1:1 i wylać do zlewu, obficie rozcieńczając wodą wodociągową
- mieszaninę poreakcyjną, pozostałą po procesie miareczkowania, rozcieńczyć w kolbie stożkowej i wylać do zlewu obficie rozcieńczając wodą wodociągową
 - Zagospodarowanie odczynników pozostałych po badaniach - roztwór HCl, niewykorzystany do miareczkowania przelać do opisanej butelki
 - Wymycie naczyń.

5. Sporządzenie protokołu z badań - 10 min

- Sporządzenie protokołu z oznaczenia alkaliczności całkowitej, oddanie wyników obliczeń do Działu Technologicznego

DOKUMENTACJA Z WYKONANIA PRAC

Wyznaczenie alkaliczności całkowitej wodorotlenku sodu pobranego z magazynu surowców

Na podstawie zamieszczonych w protokole wyników badań

$$m = 86,40\text{g}$$

objętość kwasu solnego, zużyta w miareczkowaniu

$$V_1 = 48,2 \text{ ml} ; V_2 = 48,4 \text{ ml}$$

-obliczam średnią objętość

$$V_{\text{sr}} = \frac{V_1 + V_2}{2} = \frac{48,2 + 48,4}{2} = 48,3 \text{ ml}$$

- obliczam alkaliczność całkowitą (A) w procentach

$$A = 80 \cdot \frac{V_{\text{sr}}}{m} = 80 \cdot \frac{48,3}{86,4} = 55,9\%$$

Zatem: alkaliczność całkowita technicznego wodorotlenku sodu pobranego z magazynu wynosi 55,9%.