

10. Przygotowywanie mianowanych roztworów z fiksanalu

Roztwór o określonym stężeniu danego odczynnika można przygotować wykorzystując tzw. fiksanal, czyli odważkę analityczną odczynnika chemicznego (w postaci stałej lub roztworu) zamkniętą w ampułce wykonanej ze szkła lub tworzywa sztucznego (Rys. 1)



Rys. 1. Rodzaje fiksali.

Dostępne handlowo odważki analityczne obejmują m.in. kwasy, zasady i sole, a także roztwory buforowe. Konstrukcja ampułki umożliwia łatwe ilościowe przeniesienie odważki do kolby miarowej. Poprawne wykonanie tej czynności umożliwia sporządzenie roztworu o ściśle ustalonym stężeniu, z dokładnością pozwalającą na jego bezpośrednie zastosowanie w większości analiz objętościowych bez konieczności mianowania roztworu. Kluczowym etapem dla uzyskania dokładnie określonego stężenia jest ilościowe przeniesienie odważki do kolby miarowej (nie tylko przesypanie czy przelanie, ale również dokładne splukanie ścianek ampułki) oraz precyzyjne uzupełnienie kolby miarowej do kreski.

Każda ampuła zawiera określoną ilość substancji stałej lub jej roztworu, podaną na etykiecie, np. 0.1 mol (3.646 g) HCl. Standardowo odważka przeznaczona jest do przygotowania 1 dm³ roztworu. Zatem podana ilość HCl (0.1 mol) pozwala uzyskać 1 dm³ roztworu o stężeniu 0.1 mol/dm³. Niektórzy producenci (np. POCH) podają na etykiecie stężenie docelowego roztworu, uzyskanego po rozcieńczeniu odważki do 1 dm³, np.: „Odważka analityczna kwas solny 0.1 mol/l (0.1 N) (ciecz)”. Należy pamiętać, że ampułka nie zawiera roztworu HCl o stężeniu (0.1 mol/l), lecz ilość roztworu HCl (czyli 0.1 mol) pozwalającą uzyskać po rozcieńczeniu do objętości 1 dm³ roztwór o stężeniu 0,1 mol/dm³ (0.1 N jest to tzw. stężenie normalne).

W celu uzyskania 1 dm³ roztworu o żądanym stężeniu należy dobrać odważkę (fiksanal) o odpowiedniej zawartości substancji. Ewentualnie można dopasować końcową objętość roztworu (pojemność kolby miarowej) do wielkości posiadanej odważki analitycznej. Oczywiście uzyskane stężenie może być wówczas różne od podanego na etykiecie, czyli np. po rozcieńczeniu „Odważki analitycznej kwas solny 0.1 mol/l (0.1 N) (ciecz)” do objętości 2 dm³ uzyskamy roztwór HCl o stężeniu 0.05 mol/dm³.

Przykład: Sporządzenie roztworu tiosiarczanu sodu o stężeniu 0.1 mol/dm³

Potrzebne:

- odważka analityczna tiosiarczanu sodu 0.1 mol/l (0.1 N) zawierająca 0,1 mola (24.818 g) Na₂S₂O₃·5H₂O – Rys. 2
- kolba miarowa o pojemności 1 dm³
- tryskawka z wodą destylowaną

Wykonanie:

1. Przygotować czystą i przepłukaną wodą destylowaną kolbę miarową o pojemności (standardowo) 1 dm³.
2. Umieścić dolną część ampuły zawierającej odważkę analityczną w szyjce kolby miarowej. Przytrzymując za dolną część ampułki przekrócić górną część w kierunku odwrotnym do ruchu wskazówek zegara (Rys. 3a), wykonując maksymalnie 2 obroty.
3. Zdjąć lejek (znajdujący się w górnej części ampuły), obrócić go do góry nogami i nałożyć na ampułę tak aby przebić folię zamykającą jej wylot (Rys. 3b). W celu całkowitego udrożnienia otworu kilkakrotnie przekrócić lejkiem.
4. Przytrzymując ampułę pochyloną i jednocześnie ją obracając starannie opłukać wnętrze ampuły wodą destylowaną z tryskawki (Rys. 3c). Należy zużyć w tym celu około 500 cm³ wody.
5. Dopełnić kolbę wodą destylowaną do kreski (dolny menisk dla roztworów bezbarwnych), dodając ostatnie krople ostrożnie za pomocą pipety. Zwrócić uwagę, żeby na szyjce kolby powyżej kreski nie znajdowały się krople cieczy. Zatkać kolbę suchym dopasowanym korkiem i dokładnie wymieszać roztwór (przynajmniej 30-krotne obracać kolbę dnem do góry, tak aby znajdujące się w kolbie powietrze przemieszczało się z przestrzeni pod korkiem do dna kolby i odwrotnie, jednocześnie wstrząsając).
6. Umieścić na kolbie samoprzylepną etykietę zdjętą z ampuły, zawierającą dane o przygotowanym roztworze i jego stężeniu. Na etykiecie wpisać datę sporządzenia roztworu.



Rys. 2



Rys. 3a



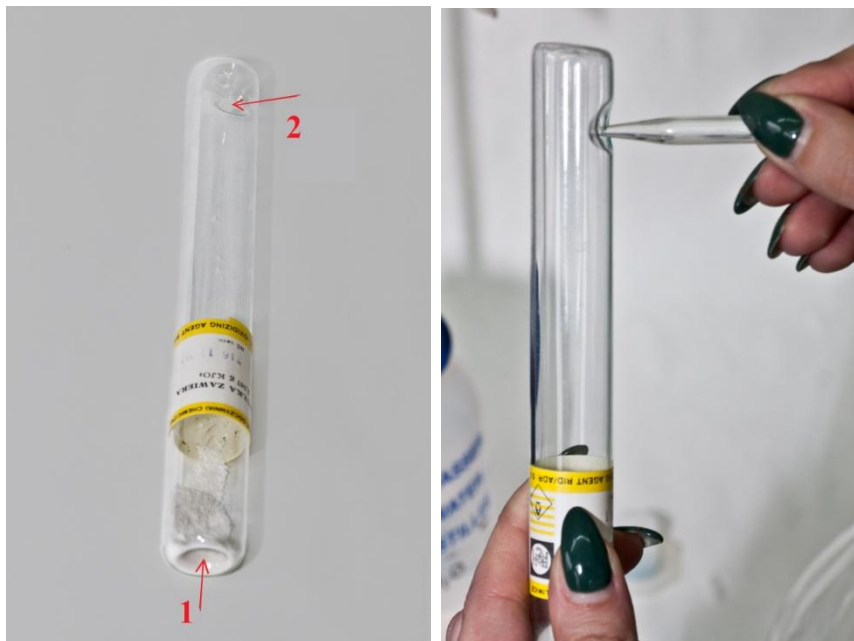
Rys. 3b



Rys. 3c

Uwaga. W celu uzyskania precyzyjnego stężenia roztworu woda używana do jego sporządzenia powinna być odgazowana, a kolba dopełniana do kreski w temperaturze cechowania (zazwyczaj 20 °C). Częstą przyczyną dużych błędów w analizie jest złe wymieszanie roztworów powodujące, że roztwór w kolbie nie ma jednakowego stężenia w całej objętości.

Niektóre substancje (np. jod, tetraboran sodu, nadmanganian potasu) mogą reagować z tworzywami sztucznymi i dostarczane są w szklanych ampułkach (Rys.1 i 4). Szkło ampuły posiada w dwóch miejscach cieńsze ścianki w celu łatwego przebicia otworu. Otwór wybity na dole ampuły (strzałka 1 na Rys. 4) będzie służył do wysypania substancji do kolby, natomiast ten na boku ampuły (strzałka 2 na Rys. 4) do wypłukania zawartości ampuły. Do wybitia dolnego otworu stosuje się stożkowato zakończony pręt szklany umieszczony w specjalnym lejku. Jego kształt zapobiega też przedostawaniu się odłamków szkła z ampuły do kolby z roztworem. Inny zaostriżony szklany pręt służy do wybitia otworu w bocznej ścianie ampuły.



Rys. 4. Przebijanie ampułki szklanej.

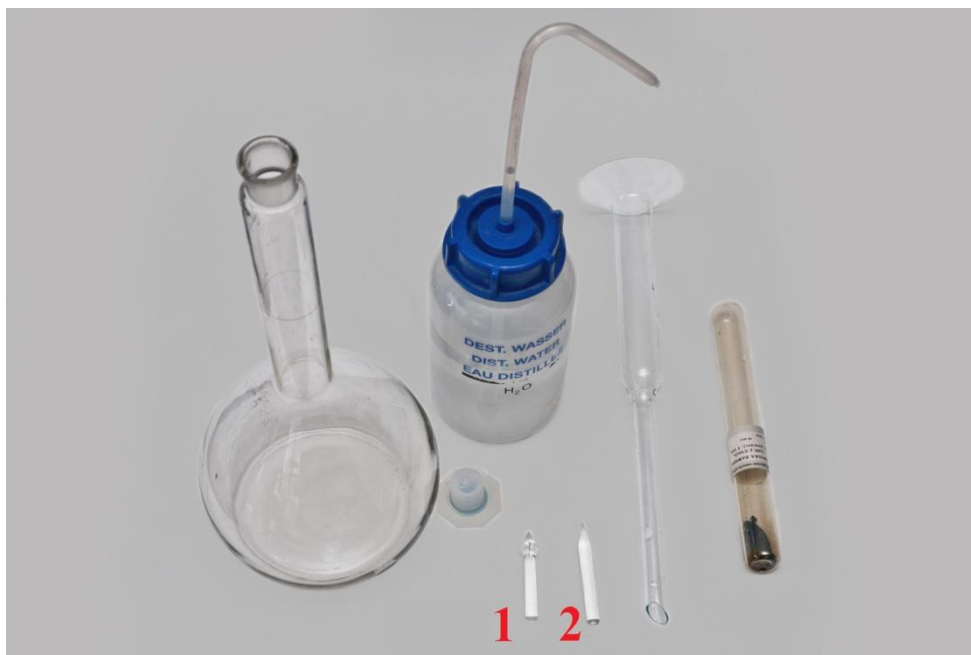
Przykład: Sporządzenie roztworu KMnO_4 o stężeniu 0.02 mol/dm^3 – szklana ampułka

Potrzebne:

- Odważka analityczna nadmanganianu potasu 0.02 mol/l , zawierająca 0.02 mola (3.161 g) KMnO_4 (szklana ampułka)
- lejek, stożkowate pręciki szklane
- kolba miarowa o pojemności 1 dm^3
- tryskawka z wodą destylowaną

Wykonanie:

1. Przygotować czystą i przepłukaną wodą destylowaną kolbę miarową o pojemności 1 dm^3 .
2. Zdjąć z fiksanal etykietę (zachować – zostanie naklejona na kolbę), umyć fiksanal pod wodą wodociągową i opłukać wodą destylowaną.
3. Umieścić stożkowato zakończony pręt szklany (oznaczony 1 na Rys. 5) w lejku (Rys. 6), a lejek w kolbie.
4. Umieścić ampułę w lejku i wybić otwór w jej dnie, uderzając z wycuciem dnem ampuły o pręcik w lejku (Rys. 7)



Rys. 5

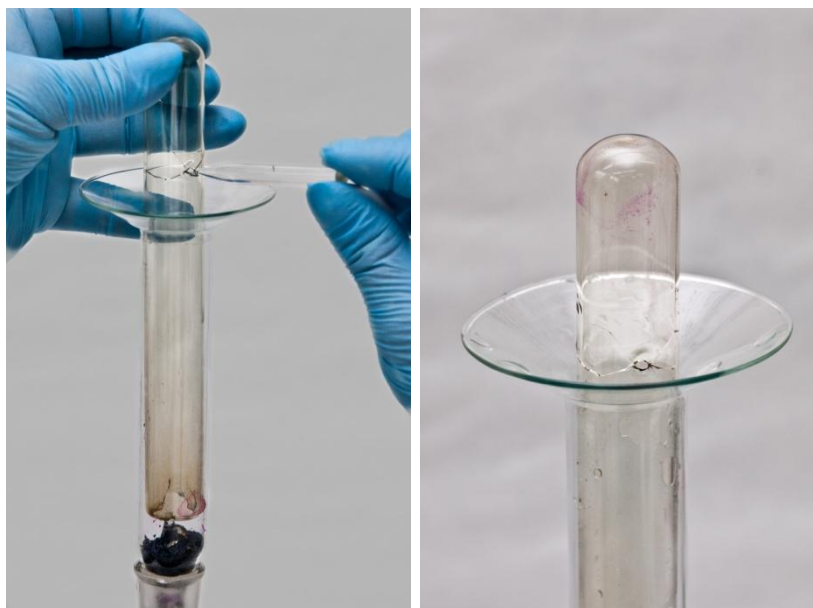


Rys. 6



Rys. 7

5. Następnie przytrzymując lejek i ampułę, wybić za pomocą zaostrego szklanego pręta (oznaczonego 2 na Rys. 5) otwór w bocznej górnej części ampuły (Rys. 8) Należy zrobić to na tyle ostrożnie, żeby nie odpadła górna część ampuły



Rys. 8

6. Za pomocą tryskawki wypłukać starannie wnętrze ampuły, a następnie lekko ją unosząc opłukać również ścianki zewnętrzne (Rys. 9). W przypadku intensywnie zabarwionego nadmanganianu poprawność płukania można bardzo łatwo kontrolować wizualnie. Żadna kropla zabarwionego roztworu nie może dostać się poza kolbę, a ampuła powinna być całkowicie czysta, zarówno wewnątrz jak i na zewnątrz, podobnie jak lejek. Na płukanie zużywa się zazwyczaj co najmniej 500 cm³ wody.



Rys. 9

7. Dopełnić kolbę wodą destylowaną do kreski (górny menisk dla roztworów zabarwionych), dodając ostatecznie krople ostrożnie za pomocą pipety. Zwrócić uwagę, żeby na szyjce kolby powyżej kreski nie znajdowały się krople roztworu lub wody. Zatkaną kolbę suchym dopasowanym korkiem i dokładnie wymieszać roztwór - przynajmniej 30-krotne obracać

kolbę dnem do góry, tak aby znajdujące się w kolbie powietrze przemieszczało się z przestrzeni pod korkiem do dna kolby i odwrotnie, jednocześnie wstrząsając (Rys. 10)



Rys. 10

8. Umieścić na kolbie samoprzylepną etykietę zdjętą wcześniej z ampuły, opisującą przygotowany roztwór i jego stężenie. Umieścić na etykiecie datę sporządzenia roztworu.

Spotyka się również fiksanele w postaci plastikowych ampuł, których dolna część zamknięta jest cienką folią. Sposób przygotowania roztworu jest analogiczny jak w przypadku ampuł szklanych. Folię zamykającą otwór u dołu ampuły przebija się za pomocą stożkowatego pręta umieszczonego w lejku.



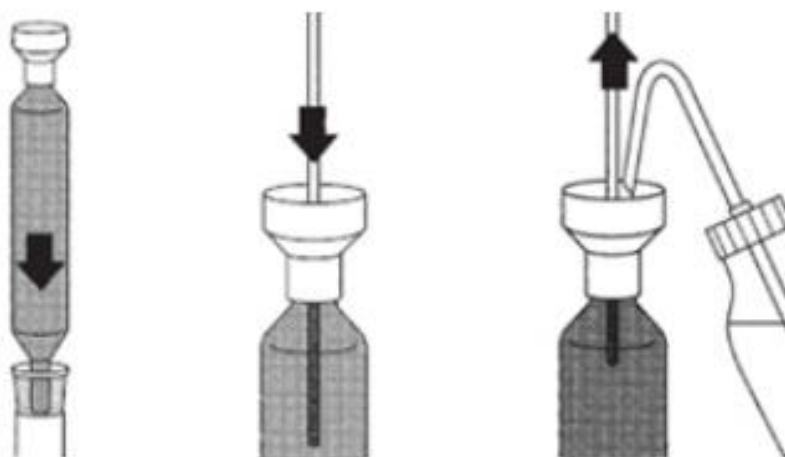
Rys. 11

Natomiast w celu otworzenia górnej części ampuły wykonuje się nacięcie skalpelem, pamiętając żeby ostrze opłukać następnie wodą destylowaną (Rys. 12). Wnętrze ampuły spłukuje się starannie wodą destylowaną za pomocą tryskawki. Pozostałe czynności przeprowadza się analogicznie jak w przypadku przygotowywania roztworów z wykorzystaniem odważek w ampułkach szklanych.



Rys. 12

Istnieje jeszcze inny typ ampuł szklanych, w których miejsca przewidziane do wybicia otworów znajdują się na dole i górze ampuły, a sporządzenie roztworu nie wymaga stosowania dodatkowego lejka szklanego. Ampułę umieszcza się bezpośrednio w szyjce kolby miarowej i za pomocą szklanego pręta wybijają się otwory na obu końcach ampuły (Rys. 13). Usuwa się pręt opłukując go wodą, a następnie spłukuje zawartość ampuły i wykonuje pozostałe czynności analogicznie jak opisano wyżej.



Rys. 13

*Opracował: M. Karbowski; Zdjęcia: W. Wrzeszcz;
Roztwory przygotowywały: E. Martyna i P. Słota*