

12.

TITRACE

titrační odměrná analýza

Forma provedení na ZŠ: D, Ž
Časová náročnost : 20 min

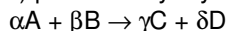
Vysvětlivky:

D – demonstrační pokus, Ž – žákovský pokus

Princip:

Jedná se o jednoduchou odměrnou metodu založenou na chemické reakci (např. metody neutralizační; metody založené na tvorbě málo rozpustných produktů – srážecí, nebo rozpustných komplexů) nebo na přenosu elektronů (např. oxidimetrické, reduktometrické). Podle typu chemické reakce pak odlišujeme typy titrací – např.: neutralizační (dále se dělí na alkalimetrii a acidimetrii), srážecí (např. argentometrie, merkurimetrie), chelatometrická a oxidačně-redukční – dále se dělí na oxidimetrii (např. manganometrie, bromatometrie aj.) a reduktometrii (např. titanometrie).

Při titraci se k roztoku látky A v titrační baňce (ta, které máme méně, obvykle to je ta, jejíž koncentrace má být stanovena) přidává z byrety roztok odměrného činidla B, které reaguje s látkou A podle obecné rovnice:



Bod ekvivalence (tj. množství látky B, které právě beze zbytku zreagovalo s veškerou látkou A v titrační baňce), se určuje buď vizuálně pomocí látek nazývaných indikátory, nebo některou z fyzikálně chemických metod. Podle způsobu indikace pak mluvíme např. o indikaci vizuální, spektrofotometrické, potenciometrické, konduktometrické apod.

Koncentrace látky A se zjišťuje ze známého množství zreagované látky B (obvykle se počítá z koncentrace roztoku látky B a z jejího ekvivalenčního objemu), z původního objemu látky A pipetovaného do titrační baňky a stechiometrie příslušné reakce.

V řadě případů není možno připravit roztoky látky B o přesně známé předem zvolené koncentraci (např. proto, že látka B na vzduchu podléhá nežádoucím změnám – hydratace, oxidace, reakce se vzdušným CO_2 ,..., takže není možné ji přesně navážit). Proto se většinou připravuje roztok látky B pouze o přibližné koncentraci a jeho přesná koncentrace se pak vhodnou metodou zjišťuje dodatečně. Z historických důvodů (dříve se počítal tzv. faktor) se tento postup dříve nazýval *faktorizace*. Protože se ke stanovení přesné koncentrace látky B používají tzv. standardní látky neboli standardy (to jsou látky, které je možno získat ve velmi čistém stavu a na vzduchu podléhají změnám jen velmi pomalu, takže je možné je přesně navážit), nazývá se tento postup dnes *standardizace*. Uvedené pojmy bychom si neměli plést s pojmem *kalibrace*, což je postup, kdy se údaj na displeji přístroje uvádí do souladu se skutečností (také pomocí tzv. standardů).

STANDARDIZACE ROZTOKU NaOH NA ŠŤAVELOVOU KYSELINU

Roztok NaOH o přesné předem zvolené koncentraci není možné připravit rozpuštěním potřebného množství tuhého NaOH ve vodě, protože NaOH není běžně k dispozici v dostatečně čistém nebo přesně definovaném stavu (hydratuje a reaguje se vzdušným CO_2 , takže v navázce jsou kromě NaOH přítomny také Na_2CO_3 a H_2O). Proto připravujeme roztok NaOH jen o přibližné koncentraci a dodatečně měřením určujeme jeho koncentraci přesnou. To je možno učinit např. pomocí titrace pomocí za využití roztoku tzv. standardní látky. Obvyklým standardem pro standardizaci roztoku NaOH je $(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Pomůcky: analytické váhy, lodička, odměrná baňka (100 cm³), odměrná baňka (500 cm³), nálevka, stříčka, byreta, stojan, držák, titrační baňka (100 cm³) 3x, pipeta (20 cm³), bezpečnostní nástavec na pipetu

Chemikálie: $(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, destilovaná voda, NaOH, fenolftalein

(Pozn.: Správně by se pro standardizaci měl používat postup využívající převod $(\text{COOH})_2$ na HCl a šťavelan vápenatý pomocí roztoku CaCl_2 a jako indikátor by se měla používat methyloranž. Tento postup však přesahuje rámec základního praktika z laboratorní techniky, proto je zde použit postup jednodušší, přestože výsledek může být zatížen chybou – jednodušší stanovení prováděné v tomto cvičení je rušeno uhličitany přítomnými v NaOH)

Pracovní postup:**Příprava standardního roztoku $(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$**

- Na analytických vahách zvážíme s přesností na 0,1 mg lodičku a na ni pak s toutéž přesností navážíme 6,2 až 6,4 g $(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Přesnou navážku si zapíšeme.
- Do hrdla odměrné baňky (100 cm³) vsuneme nálevku s dlouhou stopkou tak, aby konec stopky nálevky byl pod kruhovou značkou, která udává objem 100 cm³.
- Šťavelovou kyselinu z lodičky beze zbytku spláchneme destilovanou vodou ze stříčky do odměrné baňky.
- Zbytky kyseliny, které ulpí na nálevce, spláchneme rovněž do baňky. Baňku dolijeme asi do $\frac{3}{4}$ objemu destilovanou vodou a šťavelovou kyselinu v ní rozpustíme. Pak baňku doplníme destilovanou vodou po značku (spodní okraj menisku roztoku musí ležet na kruhové značce).

5. Baňku uzavřeme zátkou a její obsah promícháme.

6. Z navážky $(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ a objemu odměrné baňky vypočteme přesnou koncentraci připraveného roztoku (přibližně $0,5 \text{ mol dm}^{-3}$).

Standardizace roztoku NaOH

1. Byretu naplníme z kádinky (nikoli ze zásobní lahve) pomocí nálevky roztokem NaOH, jehož přesnou koncentraci chceme stanovit. **Vyjmeme nálevku**, vyčkáme, až se hladina ustálí a pak odečteme polohu spodního menisku roztoku s přesností na $0,01 \text{ cm}^3$.

2. Připraveným roztokem $(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ propláchneme pipetu o objemu 20 cm^3 a pak touto pipetou do titrační baňky napipetujeme 20 cm^3 roztoku $(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. K napipetovanému roztoku do titrační baňky přidáme 2-3 kapky roztoku fenolftaleinu a titrujeme roztokem NaOH z byrety za stálého promíchávání roztokem v baňce tak dlouho, až první kapka roztoku NaOH změní původně bezbarvý roztok v titrační baňce na slabě červenofialový (promíchávat můžeme podle možností buď krouživým pohybem ručně, nebo pomocí míchačky).

3. Titraci provedeme celkem 3× a pro výpočet přesné koncentrace roztoku NaOH použijeme průměrnou hodnotu spotřeby NaOH z těchto tří titrací. Naměřené hodnoty i vypočítanou přesnou koncentraci roztoku NaOH uvedeme v protokolu do tabulky.

4. V protokole budou tyto údaje:

Hmotnost lodičky: $m_1 = \dots\dots\dots \text{ g}$

Hmotnost lodičky s $(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$: $m_2 = \dots\dots\dots \text{ g}$

Hmotnost $(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$: $m = m_2 - m_1 = \dots\dots\dots \text{ g}$

Objem odměrné baňky: $\dots\dots\dots \text{ cm}^3$

Látková koncentrace připraveného roztoku $(\text{COOH})_2$: $c = \dots\dots\dots \text{ mol dm}^{-3}$

Pipetovaný objem $(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$: $\dots\dots\dots \text{ cm}^3$

Látkové množství $(\text{COOH})_2$ v titrační baňce: $n_{\text{šťav}} = \dots\dots\dots \text{ mol}$

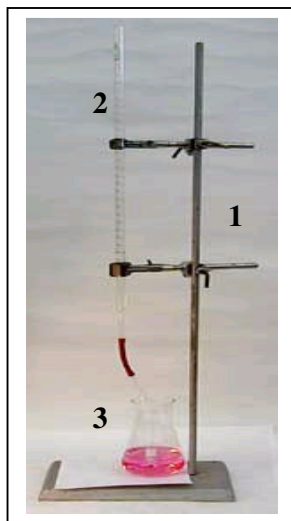
Látkové množství NaOH v ekvivalenčním objemu: $n_{\text{NaOH}} = \dots\dots\dots \text{ mol}$

(určíme z chemické rovnice: $(\text{COOH})_2 + 2\text{NaOH} \rightarrow (\text{COONa})_2 + 2\text{H}_2\text{O}$)

Spotřeby (ekvivalenční objemy roztoku NaOH): $V_1 = \dots\dots\dots \text{ cm}^3$, $V_2 = \dots\dots\dots \text{ cm}^3$, $V_3 = \dots\dots\dots \text{ cm}^3$, $V_{\text{průměr}} = \dots\dots\dots \text{ cm}^3$

Koncentrace roztoku NaOH (určíme ze vztahu $c_{\text{NaOH}} = n_{\text{NaOH}} / V_{\text{průměr}}$): $c_{\text{NaOH}} = \dots\dots\dots \text{ mol dm}^{-3}$

Obrázek:



1. laboratorní stojan
2. byreta
3. titrační baňka

Otázky a úkoly:

Jak je zapotřebí připravit byretu, než do ní nalijeme roztok činidla?

Jak se reguluje průtok roztoku z byrety v případě, je-li v ní je hydroxid?

Jak je tomu v ostatních případech?

Proč se z byrety musí ihned po nalití činidla (ještě před odečtením počátečního objemu) vyjmout nálevka?