

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 kombinaci iontů (např. metody acidobazické, neutralizační; metody založené na tvorbě málo rozpustných produktů – srážecí, nebo rozpustných komplexů) nebo na přenosu elektronů (např. oxidimetrické, reduktometrické).

Při odměrných stanoveních se k roztoku látky A v titrační baňce (ta, jež má být stanovena) přidává z byrety roztok odměrného činidla B, která reaguje s látkou A podle rovnice: $A + B \leftrightarrow C + D$

Bod ekvivalence se určuje buď vizuálně s použitím indikátorů nebo některou z fyzikálně chemických metod. Množství hledané látky se zjišťuje ze spotřeby a stechiometrie příslušné reakce, proto je nutné znát koncentraci odměrného roztoku (molární koncentrace).

V řadě případů není možno připravit roztoky o přesném titru, proto je nutné stanovit faktor, což je číslo udávající poměr mezi skutečnou a požadovanou koncentrací. Faktorem pak musíme násobit spotřebované množství přibližného odměrného roztoku. Číselná hodnota faktoru se pohybuje kolem 1,00. Je-li roztok silnější, má faktor hodnotu větší, je-li slabší, tak má faktor hodnotu menší.

Typy titrací – např.: acidimetrická, acidobazická, neutralizační, oxidimetrická, srážecí, komplexometrická, fotometrická, argentometrická, merkurimetrická, potenciometrická, amperometrická, fluorescenční, chelatometrická aj.

STANOVENÍ FAKTORU ROZTOKU NaOH O LÁTKOVÉ KONCENTRACI 1 mol/dm³

Roztok NaOH o přesné látkové koncentraci (např. 1 mol/dm³, 0,5 mol/dm³) není možné připravit rozpuštěním potřebného množství tuhého NaOH ve vodě, protože NaOH není běžně k dispozici v dostatečně čistém nebo přesně definovaném stavu. Pro alkalimetrické titrace proto připravujeme roztok hydroxidu sodného jen o přibližné látkové koncentraci, např. přibližně 1 mol/dm³ a stanovíme jeho faktor.

Faktor roztoku je číslo, udávající kolika cm³ roztoku o přesné látkové koncentraci odpovídá 1 cm³ roztoku o přibližné látkové koncentraci. Vynásobíme-li tedy faktorem objem roztoku o přibližné látkové koncentraci, vypočítáme k tomuto množství odpovídající objem roztoku o přesné látkové koncentraci.

Příklad:

10,00 cm³ roztoku NaOH o látkové koncentraci přibližně 1 mol/dm³ o faktoru $f = 1,1230$ odpovídá 10,00 cm³ · 1,1230 = 11,23 cm³ roztoku NaOH o látkové koncentraci přesně 1 mol/dm³.

Faktory roztoků stanovujeme titrací pomocí roztoků o přesně známé látkové koncentraci, které můžeme připravit z čistých, dostatečně stálých a přesně navažitelných látek, tzv. volumetrických standardů. Faktor roztoku NaOH o látkové koncentraci 1 mol/dm³ zjistíme např. alkalimetrickou titrací jeho známého objemu roztokem kyseliny šťavelové o látkové koncentraci 0,5 mol/dm³ a faktor vypočítáme ze vztahu

$$V_1 \cdot f_1 = V_2 \cdot f_2$$

V_1 je spotřeba roztoku NaOH na titraci o přibližné látkové koncentraci 1 mol/dm³, f_1 je hledaný faktor roztoku NaOH o látkové koncentraci 1 mol/dm³, V_2 je odměřené množství roztoku kyseliny šťavelové na titraci. Kyselina šťavelová má látkové koncentraci přibližně 0,5 mol/dm³, f_2 je faktor tohoto roztoku kyseliny šťavelové. Faktor f_2 vypočítáme poměrem skutečně naváženého množství (COOH)₂ · 2H₂O, použitého pro přípravu přibližně 0,5 mol/dm³ roztoku této kyseliny, s vypočítaným množstvím (COOH)₂ · 2H₂O, které je teoreticky potřebné pro přípravu téhož objemu roztoku této kyseliny přesně o látkové koncentraci 0,5 mol/dm³.

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: kyselina šťavelová, destilovaná voda, NaOH, fenolftalein.

Pracovní postup:

Příprava přibližně roztoku $(\text{COOH})_2$ o látkové koncentraci $0,5 \text{ mol/dm}^3$:

1. Na analytických vahách zvážíme s přesností na $0,1 \text{ mg}$ lodičku a na ni pak s toutéž přesností navážíme $6,2$ až $6,4 \text{ g}$ $(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.
2. Do hrdla odměrné baňky (100 cm^3) vsuneme nálevku s dlouhou stopkou tak, aby konec stopky nálevky byl pod kruhovou značkou, která udává objem 100 cm^3 .
3. Kyselinu šťavelovou naváženou na lodičce beze zbytku spláchneme destilovanou vodou ze stříčky do odměrné baňky.
4. Zbytky kyseliny, které ulpí na nálevce, spláchneme rovněž do baňky. Rozpustíme pevnou kyselinu šťavelovou a baňku doplníme destilovanou vodou po značku (spodní okraj menisku roztoku musí ležet na kruhové značce).

Faktorizace roztoku NaOH o látkové koncentraci 1 mol/dm^3 :

1. Byretu naplníme pomocí nálevky roztokem NaOH, jehož faktor stanovujeme. Vyčkáme, až se hladina ustálí a pak odečteme s přesností na $0,01 \text{ cm}^3$ polohu spodního menisku kapaliny.
2. Do titrační baňky odpipetujeme 20 cm^3 připraveného roztoku $(\text{COOH})_2$ o přibližné látkové koncentraci $0,5 \text{ mol/dm}^3$ (pipetu nejdřív roztokem propláchneme), přidáme 2 – 3 kapky roztoku fenolftaleinu a titrujeme hydroxidem sodným z byrety za stálého promíchávání roztokem v baňce do červenofialového zbarvení.
3. Titraci provedeme celkem 3x a pro výpočet faktoru použijeme průměrnou hodnotu spotřeby hydroxidu sodného z těchto tří titrací. Naměřené hodnoty i vypočítané faktory uvedeme v protokolu do tabulky.

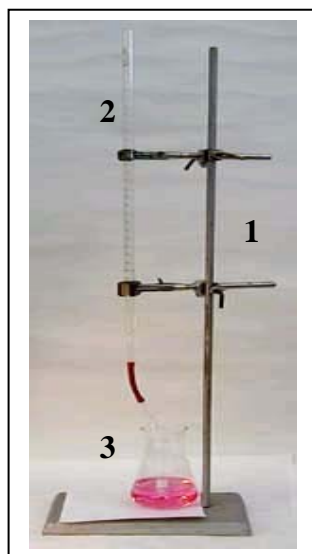
Navážka $(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	f roztok $(\text{COOH})_2$ o látkové koncentraci $0,5 \text{ mol/dm}^3$	S_1	S_2	S_3	$\bar{\Delta} s$	f_1 roztoku NaOH o látkové koncentraci x mol/dm^3

S_1, S_2, S_3, \dots spotřeba 1,2,3

$\bar{\Delta} s, \dots$ průměrná spotřeba

1 cm^3 roztoku NaOH o látkové koncentraci $1,0 \text{ mol/dm}^3$ NaOH $63,03 \text{ mg H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Obrázek:



1. laboratorní stojan
2. byreta
3. titrační baňka

Otázky a úkoly:

Jak a proč musí být upravena byreta při tyrování roztokem hydroxidu?