

## Praktikum z analytické chemie II

Fakulta chemická

Vysoké učení technické v Brně

<b>Jméno a příjmení:</b>	Silvestr Figalla	<b>Skupina:</b> 4	<b>Datum práce:</b> 6.4.2010
<b>Úloha:</b>	<b>Srážecí titrace</b>		<b>vzorek: 1</b>

**Princip:** Srážecí titrace využívají vzniku sraženiny titračního činidla se stanovovanou látkou. K přesnému kvantitativnímu stanovení je nutné, aby vznikající sraženina byla co nejméně rozpustná. U titrací je nutné dodržet objem počáteční objem. Bod ekvivalence může být indikován přidavkem látky tvořící barevnou sraženinu s daným činidlem za předpokladu, že má nižší rozpustnost než primární sraženina (Mohrova metoda). Nebo potenciometricky měřením napětí mezi referentní a měrnou elektrodou. Určení bodu ekvivalence je pak možné díky faktu, že vznikem sraženiny ubývá v roztoku volných iontů odpovědných za naměřenou hodnotu napětí.

Při dostatečně velkém rozdílu v rozpustnosti stanovovaných látek můžou být složky směsi stanoveny vedle sebe.

**Postup:** Standardizace roztoku  $\text{AgNO}_3$  pomocí  $\text{NaCl}$ :

- navážka cca 0,3 g  $\text{NaCl}$  byla rozpuštěna ve 100 ml odměrné baňce
- 10ml tohoto roztoku bylo odebráno k titraci
- v titrační baňce byl upraven vodou objem na cca 50 ml a přidán 1 ml 5% roztoku  $\text{K}_2\text{CrO}_4$
- obsah baňky byl titrován  $\text{AgNO}_3$  do vzniku hnědého zbarvení směsi
- titrace byla provedena 3x

Orientační stanovení BE dle Mohrovou metodou

- 100 ml baňky se vzorky  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$  a směsi  $\text{Cl}^- + \text{I}^-$  byly doplněny vodou
- k titraci bylo odebráno 10 ml vzorku
- byl přidán 1 ml 5% roztoku  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  a 15 ml vody
- obsah baňky byl titrován  $\text{AgNO}_3$  do vzniku hnědého zbarvení směsi

Potenciometrické stanovení halogenidů

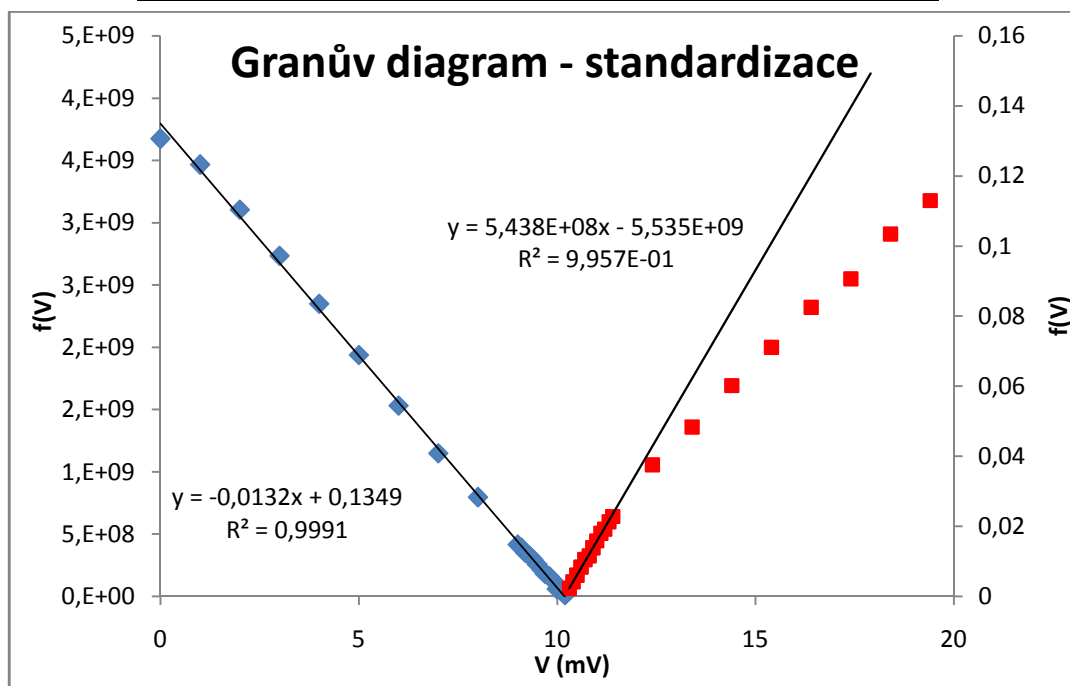
- do malé kádinky bylo pipetováno 10 ml roztoku vzorku + 15 ml vody
- kádinka byla umístěna na magnetickou míchačku a do roztoku byla zanořena merkurosulfátová a stříbrná elektroda
- do kádinky byl přidáván odměrný roztok  $\text{AgNO}_3$  po 1 ml až do blízkosti BE. poté bylo přidáváno po 0,1 ml až do zmírnění změny napětí po přidavku činidla, dále bylo přidáváno po 1 ml až k dvojnásobné ekvivalenci.

**Naměřená data:**

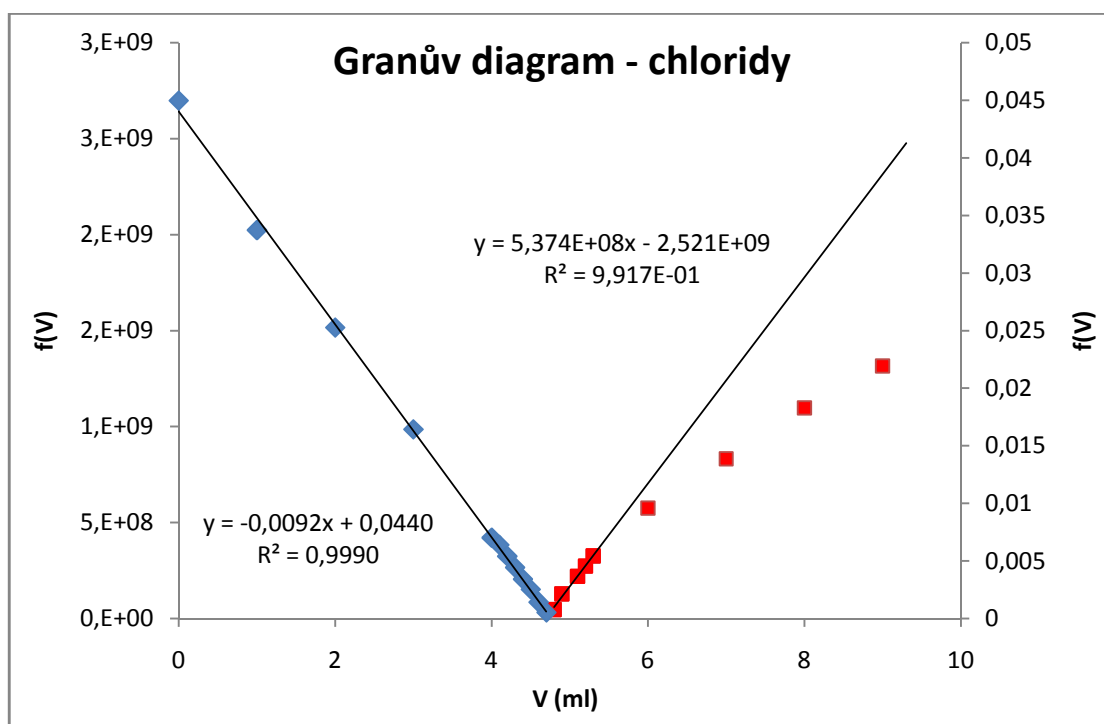
Orientační spotřeby:

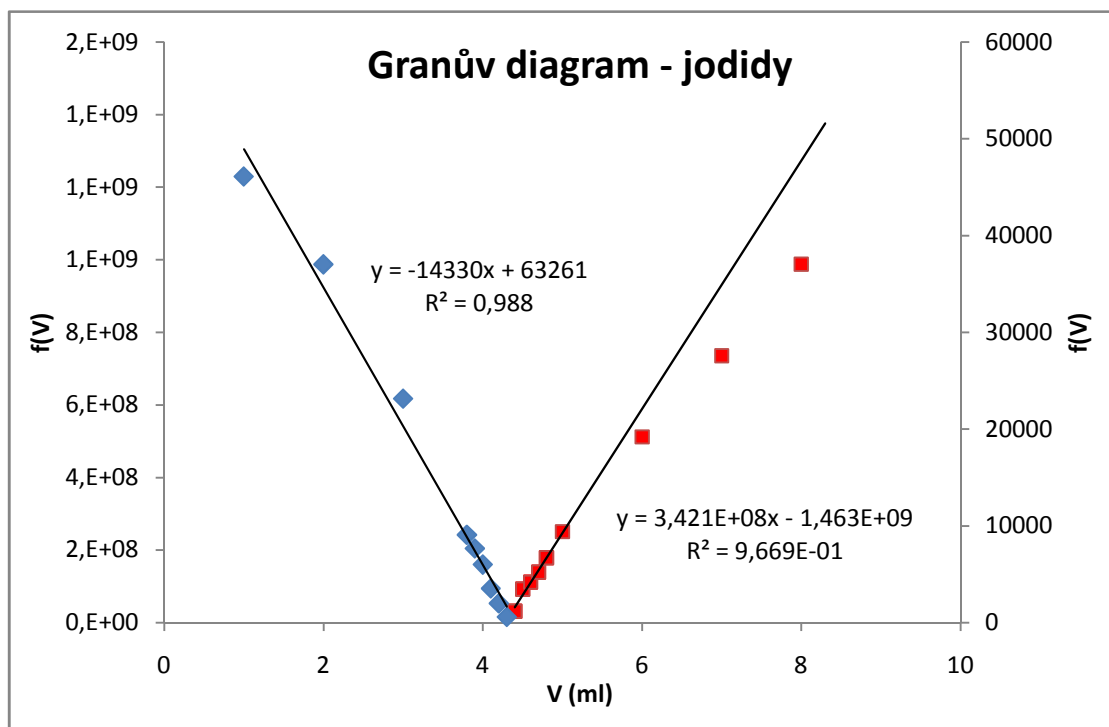
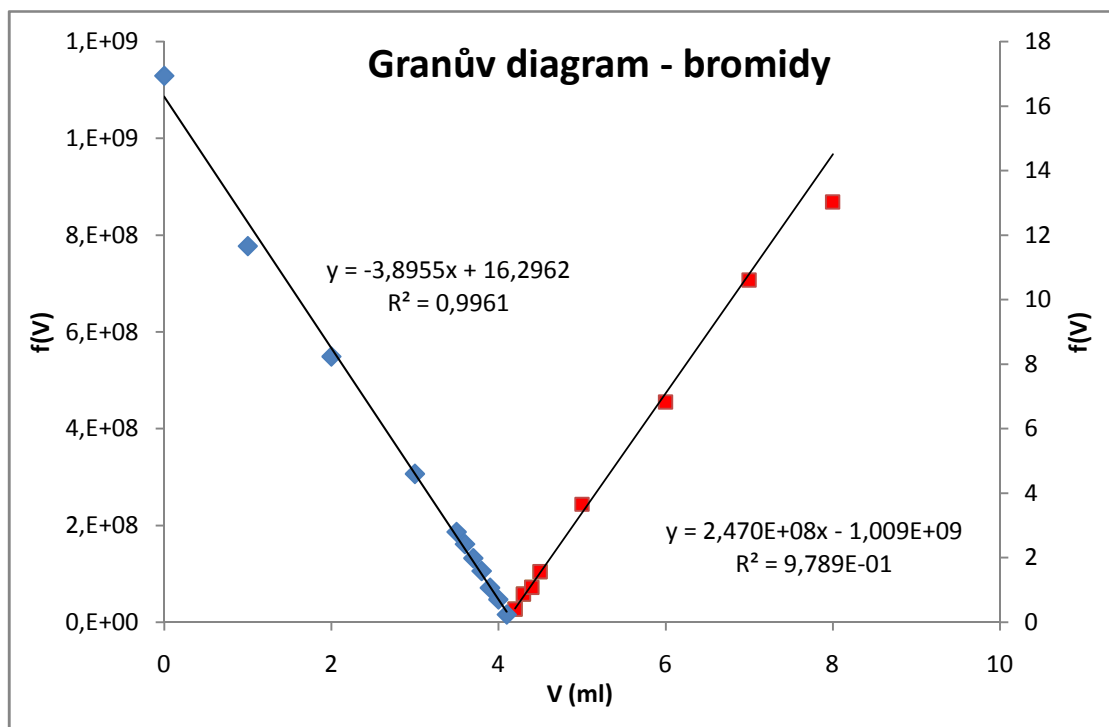
vzorek	V (ml)
Cl-	4,80
Br-	4,30
I-	4,40
směs	8,05
standardizace	10,50

standardizace					
V [ml]	U [mV]	f [V]	V [ml]	U [mV]	f [V]
0	135	1,306E-01	10,3	370,3	6,413E+07
1	137,5	1,232E-01	10,4	386,4	1,203E+08
2	141,3	1,104E-01	10,5	395,1	1,693E+08
3	145,5	9,721E-02	10,6	403,8	2,382E+08
4	150,3	8,353E-02	10,7	409,3	2,959E+08
5	156,1	6,895E-02	10,8	411,9	3,284E+08
6	163	5,447E-02	10,9	416,3	3,908E+08
7	171,2	4,086E-02	11	419,8	4,491E+08
8	181,4	2,833E-02	11,1	422,8	5,061E+08
9	198,8	1,483E-02	11,2	424,4	5,401E+08
9,1	200,7	1,381E-02	11,3	427	5,993E+08
9,2	203,3	1,252E-02	11,4	428,8	6,445E+08
9,3	205,2	1,166E-02	12,4	440,8	1,056E+09
9,4	207,9	1,053E-02	13,4	446,6	1,359E+09
9,5	211,5	9,178E-03	14,4	451,6	1,694E+09
9,6	216,1	7,696E-03	15,4	455,2	1,999E+09
9,7	220,7	6,453E-03	16,4	458,4	2,320E+09
9,8	224,1	5,670E-03	17,4	460,2	2,548E+09
9,9	229,6	4,590E-03	18,4	463	2,909E+09
10	249,6	2,113E-03	19,4	464,7	3,179E+09
10,1	254,5	1,752E-03	20,4	466,2	3,447E+09
10,2	293,2	3,895E-04			

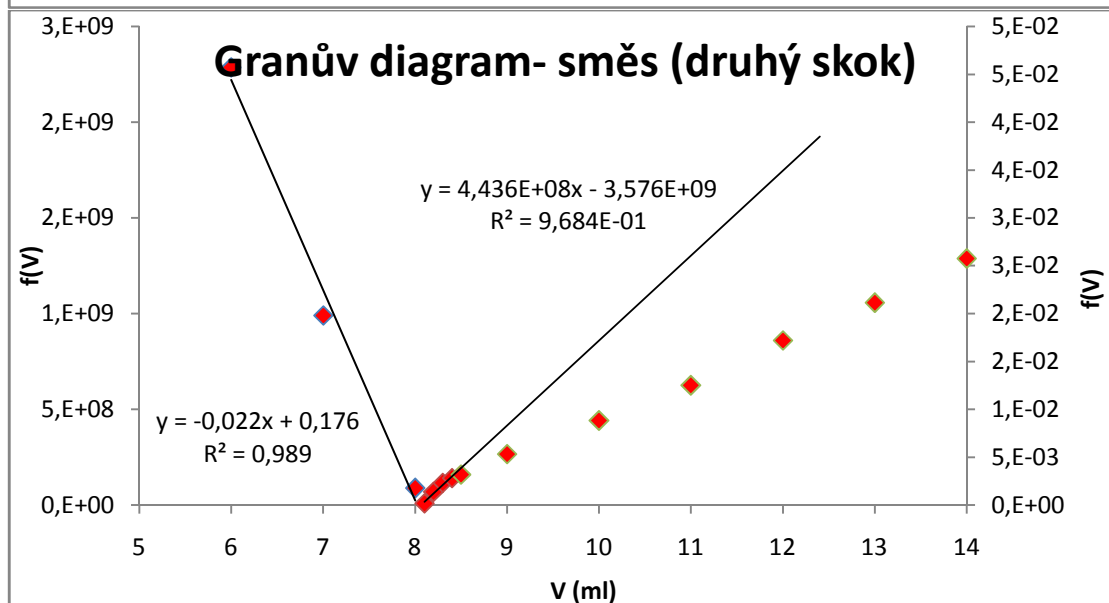
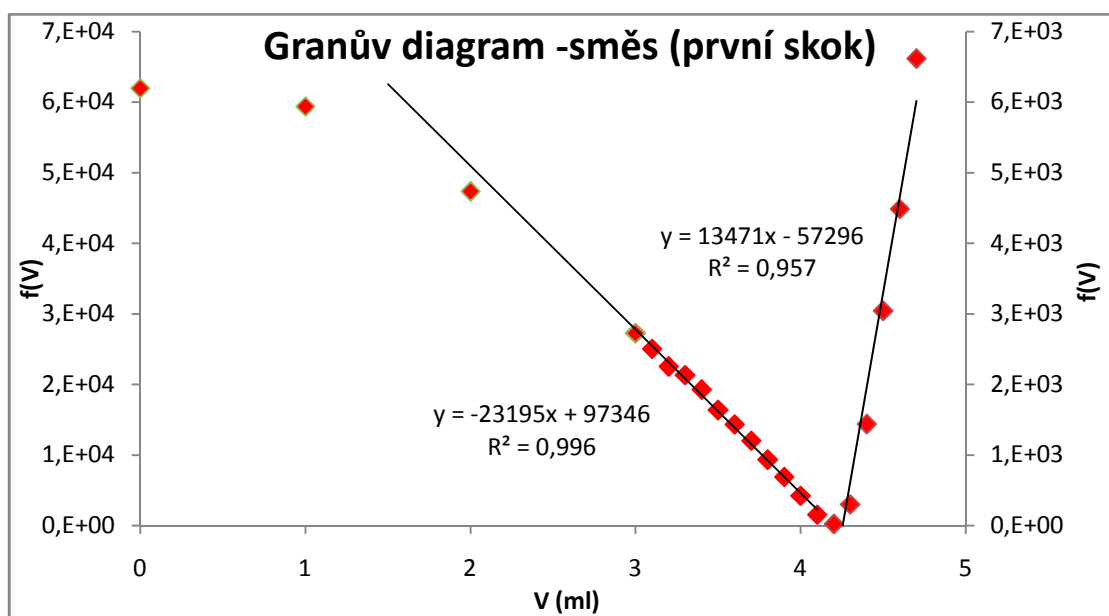


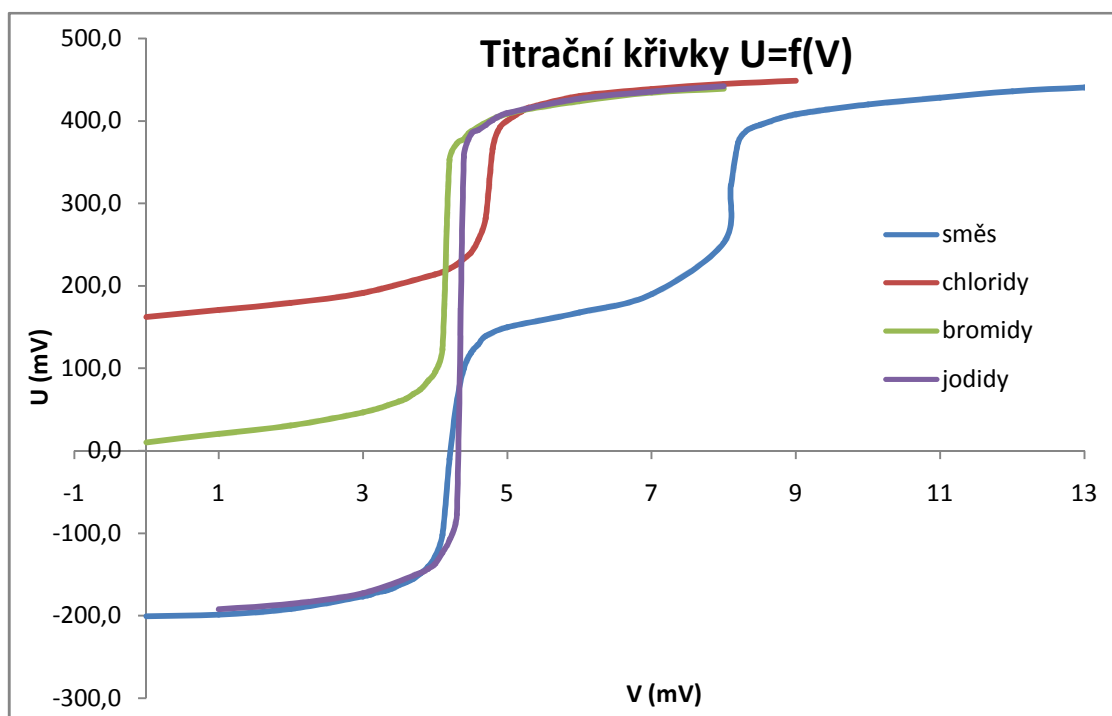
chloridy			bromidy			jodidy		
V [ml]	U [mV]	f [V]	V [ml]	U [mV]	f [V]	V [ml]	U [mV]	f [V]
0	162,4	4,496E-02	0	10	1,694E+01	0	-200,1	4,630E+04
1	170,8	3,372E-02	1	20,6	1,166E+01	1	-192,2	4,611E+04
2	179,2	2,525E-02	2	30,5	8,238E+00	2	-185,6	3,704E+04
3	191,2	1,642E-02	3	46,4	4,601E+00	3	-172,6	2,316E+04
4	214	7,000E-03	3,5	59,6	2,802E+00	3,8	-147,8	9,072E+03
4,1	216,5	6,373E-03	3,6	63,4	2,425E+00	3,9	-143,4	7,671E+03
4,2	220,9	5,388E-03	3,7	68,6	1,988E+00	4	-137	6,000E+03
4,3	226,1	4,416E-03	3,8	74,4	1,591E+00	4,1	-123,3	3,532E+03
4,4	232,9	3,401E-03	3,9	84,7	1,070E+00	4,2	-108,5	1,992E+03
4,5	240,8	2,509E-03	4	95,4	7,077E-01	4,3	-77,2	5,913E+02
4,6	255,8	1,404E-03	4,1	123	2,425E-01	4,4	356,5	3,122E+07
4,7	281,8	5,122E-04	4,2	352,9	2,695E+07	4,5	384,2	9,206E+07
4,8	366,5	4,670E+07	4,3	372,6	5,822E+07	4,6	389	1,113E+08
4,9	392,5	1,289E+08	4,4	378	7,208E+07	4,7	394,6	1,389E+08
5,1	406	2,194E+08	4,5	387,5	1,047E+08	4,8	401	1,788E+08
5,2	411,5	2,727E+08	5	408,8	2,439E+08	5	409,5	2,506E+08
5,3	416	3,260E+08	6	424	4,554E+08	6	427	5,118E+08
6	430	5,752E+08	7	434,5	7,074E+08	7	435,5	7,354E+08
7	438,7	8,330E+08	8	439	8,691E+08	8	442,3	9,882E+08
8	445	1,098E+09						
9	448,9	1,316E+09						





směs					
V (ml)	U (mV)	f(V)	V (ml)	U (mV)	f(V)
0	-200,8	6,196E+04	4,5	119,1	3,041E+03
1	-198,7	5,938E+04	4,6	129	4,486E+03
2	-191,9	4,733E+04	4,7	138,9	6,616E+03
3	-176,8	2,727E+04	5	149,9	8,776E-02
3,1	-174,5	2,502E+04	6	167,5	4,571E-02
3,2	-171,7	2,252E+04	7	189,8	1,981E-02
3,3	-170,2	2,132E+04	8	252,5	1,780E-03
3,4	-167,5	1,926E+04	8,1	322,1	9,213E+06
3,5	-163,2	1,635E+04	8,2	373,8	6,912E+07
3,6	-159,7	1,432E+04	8,3	387,2	1,168E+08
3,7	-155,1	1,201E+04	8,4	392	1,412E+08
3,8	-148,5	9,323E+03	8,5	395,1	1,598E+08
3,9	-140,6	6,879E+03	9	407,9	2,669E+08
4	-128	4,227E+03	10	420,1	4,417E+08
4,1	-102	1,542E+03	11	428,3	6,252E+08
4,2	-10	1,979E+01	12	435,8	8,603E+08
4,3	59,7	2,992E+02	13	440,4	1,057E+09
4,4	99,9	1,435E+03	14	444,8	1,287E+09





**Výpočty:**

Výpočet hodnoty f(V):

před bodem ekvivalence:  $f(V) = 10^{-\frac{U}{g}} \cdot (V_0 - V)$  kde:  $g = 59,16$ ;  $V_0 = 25$  ml;  
 $V =$  objem  $\text{AgNO}_3$

po bodu ekvivalence:  $f(V) = 10^{\frac{U}{g}} \cdot (V - V_0)$

Parametry získaných regresních přímk:

	a	b	x= V (ml)	
před BE	-1,320E-02	1,349E-01	<b>10,178</b>	standardizace
po BE	5,438E+08	-5,535E+09		
před BE	-9,200E-03	4,400E-02	<b>4,715</b>	chloridy
po BE	5,347E+08	-2,521E+09		
před BE	-3,895E+00	1,630E+01	<b>4,085</b>	bromidy
po BE	2,470E+08	-1,009E+09		
před BE	-1,433E+04	6,326E+04	<b>4,277</b>	jodidy
po BE	3,421E+08	-1,463E+09		
před BE	-2,320E+04	9,735E+04	<b>4,224</b>	směs 1. skok
po BE	1,342E+04	-5,730E+04		
před BE	-2,200E-02	1,762E-01	<b>3,838</b>	směs 2. skok
po BE	4,436E+08	-3,576E+09		

Příklad výpočtu spotřeby pro vzorek chloridů:

$$y = a \cdot x + b$$

$$y_{\text{před}} = y_{\text{po}} = 0$$

$$a_{\text{před}} \cdot x + b_{\text{před}} = a_{\text{po}} \cdot x + b_{\text{po}}$$

$$x = \frac{b_{\text{po}} - b_{\text{před}}}{a_{\text{před}} - a_{\text{po}}}$$

$$x = \frac{-2,521 \cdot 10^9 - 4,400 \cdot 10^{-2}}{-9,200 \cdot 10^3 - 5,347 \cdot 10^8} = 4,715 \text{ ml}$$

Obdobně byly získány i ostatní spotřeby v BE. viz tabulka.

### Standardizace roztoku $\text{AgNO}_3$

$$\begin{aligned} m_{\text{NaCl}} &= \mathbf{0,3051 \text{ g}} \\ V_{\text{aliqu}} &= \mathbf{0,01 \text{ dm}^3} \\ V_{\text{baň}} &= \mathbf{0,1 \text{ dm}^3} \\ V_{\text{BE}} &= \mathbf{0,010178 \text{ dm}^3} \\ Mr_{\text{NaCl}} &= \mathbf{58,45} \end{aligned} \quad c_{\text{AgNO}_3} = \frac{m_{\text{NaCl}} \cdot V_{\text{aliqu}}}{Mr_{\text{NaCl}} \cdot V_{\text{BE}} \cdot V_{\text{baň}}} = \frac{0,3051 \cdot 0,01}{58,45 \cdot 0,010178 \cdot 0,1} = \mathbf{0,05127 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}}$$

Výpočet obsahu jednotlivých halogenidů ve vzorcích:

$$Mr_{\text{Cl}} = 35,45; Mr_{\text{Br}} = 79,90; Mr_{\text{I}} = 127,90; V_{\text{titr}} = 10 \text{ ml}; f_{\text{ř}} = 10$$

chloridy:

$$m_{\text{Cl}} = c_{\text{AgNO}_3} \cdot Mr_{\text{Cl}} \cdot V_{\text{AgNO}_3} \cdot f_{\text{ř}} = 0,05127 \cdot 35,45 \cdot 4,715 \cdot 10 = \mathbf{85,70 \text{ mg}}$$

$$m_{\text{Br}} = c_{\text{AgNO}_3} \cdot Mr_{\text{Br}} \cdot V_{\text{AgNO}_3} \cdot f_{\text{ř}} = 0,05127 \cdot 79,90 \cdot 4,085 \cdot 10 = \mathbf{167,34 \text{ mg}}$$

$$m_{\text{I}} = c_{\text{AgNO}_3} \cdot Mr_{\text{I}} \cdot V_{\text{AgNO}_3} \cdot f_{\text{ř}} = 0,05127 \cdot 127,90 \cdot 4,277 \cdot 10 = \mathbf{280,46 \text{ mg}}$$

$$m_{\text{Cl-směs}} = c_{\text{AgNO}_3} \cdot Mr_{\text{Cl}} \cdot V_{\text{AgNO}_3} \cdot f_{\text{ř}} = 0,05127 \cdot 35,45 \cdot 3,838 \cdot 10 = \mathbf{69,77 \text{ mg}}$$

$$m_{\text{I-směs}} = c_{\text{AgNO}_3} \cdot Mr_{\text{I}} \cdot V_{\text{AgNO}_3} \cdot f_{\text{ř}} = 0,05127 \cdot 127,90 \cdot 4,224 \cdot 10 = \mathbf{274,89 \text{ mg}}$$

### Výsledky:

vzorek	m (mg)
$\text{Cl}^-$	85,70
$\text{Br}^-$	167,34
$\text{I}^-$	280,46
$\text{Cl}^-$ -směs	69,77
$\text{I}^-$ - směs	274,89

### Závěr:

Porovnáním spotřeb získaných Mohrovou metodou a potenciometricky vyplývá, že spotřeby s vizuální indikací jsou mírně vyšší. Tento rozdíl tvoří objem činidla potřebný na vznik viditelného množství hnědé sraženiny  $\text{Ag}_2\text{CrO}_4$ . Potenciometrické stanovení je proto přesnější a ve spojení s Ganovou analýzou naměřených hodnot dává velmi přesný výsledek.