



## 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> 13.4.2010
<b>Úloha:</b>	<b>Automatická titrace- alkalimetrie</b>		<b>vzorek: 2</b>

**Princip:** Alkalimetrické titrace využíváme ke stanovení látek vykazující kyselý charakter. Ke stanovení využijeme roztok NaOH, který není na vzduchu stálý pro schopnost reakce se vzdušným  $\text{CO}_2$  za vzniku uhličitánů. Při standardizaci tohoto roztoku přidáváme  $\text{CaCl}_2$ , který převede šťavelan na HCl. Titrace pak probíhá v kyselé oblasti a nedochází proto k uvolnění  $\text{CO}_2$  z uhličitánů, které by zkreslilo výsledek titrace. Ke stanovení využijeme automatického titrátoru tj. zařízení umožňující automatické dávkování odměrného roztoku při současném záznamu vyvolané změny v našem případě změny pH. Ze získaných titračních křivek  $\text{pH}=f(V)$  vyhodnotíme spotřebu v bodu ekvivalence pomocí metody dvou rovnoběžek.

**Postup:** Kalibrace pH metru

- pH metr byl kalibrován pomocí neutrálního pufru
- pro laboratorní teplotu 24 °C bylo nastaveno na hodnotu pH 6,98

Standardizace roztoku NaOH:

- navážka cca 0,64 g  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  byla rozpuštěna ve 100 ml odměrné baňce
- 10 ml tohoto roztoku bylo pipetováno do kádinky do které bylo přidáno 10 ml 10% roztoku  $\text{CaCl}_2$  a 5ml destilované vody
- obsah kádinky byl titrován pomocí automatického titrátoru za současného míchání mag. míchadlem
- bod ekvivalence byl indikován také pomocí methylovaně
- titrace byla provedena 2x

Stanovení HCl:

- vzorek byl doplněn ve 100 ml odměrné baňce po rysku
- 10 ml vzorku bylo pipetováno do kádinky s míchadlem
- objem byl upraven na cca 25 ml
- byla přidána kapka methylovaně
- vzorek byl titrován 2x na titrátoru roztokem NaOH

### Stanovení H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>

- postup jako u stanovení HCl, ale doplníme kádinku na objem 25 ml 10% roztokem glycerínu

### Stanovení H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> do prvního a druhého stupně:

- vzorek byl doplněn ve 100 ml odměrné baňce po rysku
- k titraci odebereme 10 ml a přidáme 15 ml vody + kapku methylooranže
- titrujeme na titrátoru až do změny indikátoru, poté přidáme kapku fenolftaleinu a pokračujeme v titraci až do druhé barevné změny
- všechny titrace vyhodnotíme graficky metodou dvou rovnoběžek

### Naměřené hodnoty:

stanovení:	V (ml)	ØV (ml)
standardizace	10,60	10,675
	10,75	
HCl	5,28	5,290
	5,30	
H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	6,35	6,300
	6,25	
H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 1. st.	4,28	4,265
	4,25	
H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 2. st.	8,55	8,525
	8,50	

### Výpočty:

Standardizace:

$$m_{kys} = 0,6426 \text{ g}; V_{kys} = 10 \text{ ml}; V_b = 100 \text{ ml}; V_{NaOH} = 10,675 \text{ ml}$$

$$c = \frac{2 \cdot m_{kys} \cdot V_{kys}}{V_b \cdot V_{NaOH} \cdot Mr_{kys}} = \frac{2 \cdot 0,6426 \cdot 0,010675}{0,1 \cdot 0,01 \cdot 126,07} = \mathbf{0,10552 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}}$$

obsah HCl ve vzorku:

$$f_{\check{r}} = 10; Mr_{(HCl)} = 36,45; V_{NaOH} = 5,290 \text{ ml}; c_{NaOH} = 0,10552 \text{ mol/l}$$

$$m_{HCl} = Mr_{HCl} \cdot V_{NaOH} \cdot c_{NaOH} \cdot f_{\check{r}} = 36,45 \cdot 5,29 \cdot 0,10552 \cdot 10 = \mathbf{203,5 \text{ mg}}$$

obsah H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> ve vzorku:

$$f_{\check{r}} = 10; Mr_{(H_3BO_3)} = 61,83; V_{NaOH} = 6,300 \text{ ml}; c_{NaOH} = 0,10552 \text{ mol/l}$$

$$m_{H_3BO_3} = Mr_{H_3BO_3} \cdot V_{NaOH} \cdot c_{NaOH} \cdot f_{\check{r}} = 61,83 \cdot 6,3 \cdot 0,10552 \cdot 10 = \mathbf{411,0 \text{ mg}}$$

obsah H<sub>3</sub>P<sub>0</sub><sub>4</sub> ve vzorku:

$$f_{\check{r}} = 10; Mr_{(H_3P_0_4)} = 98,00; V_{1NaOH} = 4,265 \text{ ml}; V_{2NaOH} = 8,525 \text{ ml}; c_{NaOH} = 0,10552 \text{ mol/l}$$

titrace do prvního stupně:

$$m_{H_3PO_4} = Mr_{H_3PO_4} \cdot V_{NaOH} \cdot c_{NaOH} \cdot f_{\tilde{r}} = 98 \cdot 4,265 \cdot 0,10552 \cdot 10 = \mathbf{441,0 \text{ mg}}$$

titrace do prvního stupně:

$$m_{H_3PO_4} = \frac{Mr_{H_3PO_4} \cdot V_{NaOH} \cdot c_{NaOH} \cdot f_{\tilde{r}}}{2} = \frac{98 \cdot 8,525 \cdot 0,10552 \cdot 10}{2} = \mathbf{454,6 \text{ mg}}$$

### Výsledky:

stanovení:	m (mg)
HCl	203,5
H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	411,0
H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 1. St.	441,0
H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 2. St.	456,6

### Závěr:

Spotřeby určené grafickou metodou jsou dostatečně přesné, protože se oblast bodu ekvivalence nachází v místě titračního skoku, malá nepřesnost při odečítání BE nevnáší výraznou chybu. Výraznější chyba stanovení proto může vzniknout pouze při standardizaci či vinou samotného titrátoru.

**titrační  
křivky:**





