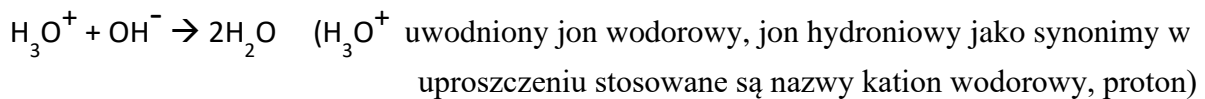


Identyfikacja i oznaczenie stężenia wodnych roztworów wybranych kwasów i zasad.

Do oznaczania stężeń wodnych roztworów kwasów i zasad stosunkowo prostą, szybką i często wykorzystywaną techniką jest miareczkowanie (*ang. titration*). Miareczkowanie jest analizą objętościową polegającą na dodawaniu, odmierzanego z biurety, roztworu odczynnika (titrantu) o dokładnie ustalonym stężeniu do roztworu badanej substancji (analitu) o nieznanym stężeniu. Dział analizy miareczkowej wykorzystywanej do oznaczeń stężeń kwasów lub zasad nazywany jest alkacymetrią.

Nazwę alkacymetria utworzono przez połączenie dwóch słów: alkalimetria, czyli miareczkowanie mianowanymi roztworami zasad (alkali – zasada) oraz acydymetria (acid – kwas), czyli miareczkowanie mianowanymi roztworami kwasów.

Metody alkacymetryczne opierają się na reakcji zobojętnienia, czyli reakcji kwasu z zasadą, w wyniku której powstaje sól i woda. Według definicji Arrheniusa reakcją zobojętnienia jest reakcja w której jon wodorowy (kation) H^+ kwasu reaguje z jonem wodorotlenowym (anionem) OH^- zasady, tworząc wodę.

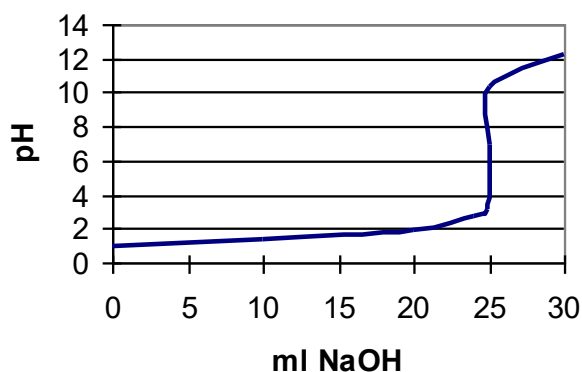


W wyniku tej reakcji neutralizowane są właściwości kwasowe i zasadowe.

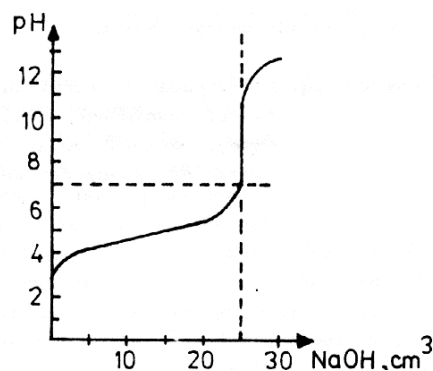
Terminu "zobojętnianie" nie należy rozumieć dosłownie, ponieważ tylko kwasy i zasady o zbliżonej mocy mogą, po przereagowaniu, utworzyć rzeczywiście obojętny ($pH = 7$) roztwór soli. Ponieważ stosowane są zarówno słabe jak i mocne kwasy oraz zasady, możliwe są cztery poniższe przypadki mogące wystąpić w alkacymetrii (przy czym przypadek 4 nie jest praktycznie wykorzystywany):

1. mocny kwas - mocna zasada
2. słaby kwas - mocna zasada
3. mocny kwas - słaba zasada
4. słaby kwas - słaba zasada

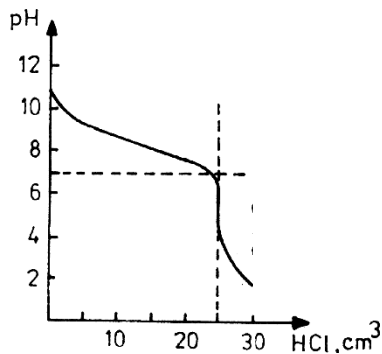
Ad.1.



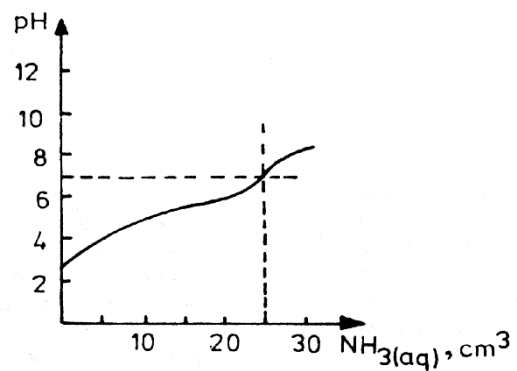
Ad.2.



Ad.3.



Ad.4.



Zobojętnienie kwasu przez zasadę lub odwrotnie obserwuje się wizualnie przez zastosowanie odpowiednio dobranego wskaźnika (indykatora), którego zmiana barwy wskazuje na zakończenie reakcji.

Wskaźnikami są substancje ulegające przemianom lub modyfikacjom strukturalnym w pewnym obszarze stężenia jonów H^+ (H_3O^+) podawanym najczęściej jako pH. Z przemianami tymi związana jest zmiana barwy wskaźnika.

Aby dana substancja mogła być dobrym wskaźnikiem, musi spełniać następujące warunki:

- zmiana barwy musi zachodzić ostro i zmieniona barwa musi kontrastować z pierwotną
- zmiana barwy musi występować w wąskim zakresie zmian wartości pH, przy czym zakres ten musi obejmować stan kiedy reagenty występują w ilościach stechiometrycznych.

Zakresy zmiany barwy niektórych wskaźników:

Wskaźnik	Zakres pH zmiany barwy	Barwa postaci	
		kwasowej	zasadowej
Błękit tymolowy	1,2 - 2,8	czerwona	żółta
Błękit bromofenolowy	3,0 - 4,6	żółta	niebieska
Oranż metylowy	3,2 - 4,5	czerwona	żółta
Zieleń bromokrezolowa	4,0 - 5,6	żółta	niebieska
Błękit bromotymolowy	6,0 - 7,6	żółta	niebieska
Lakmus	5,0 - 8,0	czerwona	niebieska
Czerwień krezolowa	7,2 - 8,8	żółta	czerwona
Fenoloftaleina	8,2 - 10,0	bezbarwna	czerwona
Błękit Nilu	10,1 - 11,1	niebieska	czerwona
Żółcień alizarynowa	10,1 - 12,0	żółta	fioletowa

Nazwa wskaźnika	Zakresy zmian barwy wskaźników w zależności od pH
Eozyna żółtawa G r-r	0 → 12
Erytrozyna B r-r	0 → 12
Fiolet metylowy r-r	0,1 → 2,7
Czerwień krezolowa r-r	2 → 1,8 7 → 8,8
Błękit tymolowy r-r	2,2 → 2,8 8 → 9,6
Żółcień dwumetylowa r-r	3,2 → 4
Błękit bromofenolowy r-r	3 → 4,6
Czerwień Kongo r-r	3 → 5,2
Oranż metylowy r-r	3,1 → 4,4
Zieleń bromokrezolowa r-r	3,8 → 5,4
Fluoresceina r-r	4,1 → 5
Czerwień metylowa r-r	4,4 → 6,2
Purpura bromokrezolowa r-r	5 → 6,8
Lakmus - paski wskaźnikowe	5 → 8
Błękit bromotymolowy r-r	6 → 7,6
Czerwień fenolowa r-r	6,4 → 8,2
Czerwień obojętna r-r	6,8 → 8
Fenoloftaleina r-r	8,2 → 10
Tymoloftaleina r-r	9,3 → 10,5
Błękit alkaliczny r-r	8,4 → 14
Żółcień alizarynowa r-r	10,1 → 12
Indygo karmin r-r	11,4 → 13

Przy manualnym wykonywaniu miareczkowania próbka analitu umieszczana jest najczęściej w erlenmajerce. Do roztworu analitu wprowadzany jest odpowiedni wskaźnik, którego zmiana barwy określa końcowy punkt miareczkowania. Wskaźnik powinien zostać dobrany w taki sposób, aby końcowy punkt miareczkowania pokrywał się z punktem równoważnikowym, w którym cały analit przereagował stechiometrycznie z dodanym titrantem. W oparciu o zapis reakcji przebiegającej pomiędzy analitem i titrantem oraz znaną objętość i stężenie titrantu obliczana jest ilość (masa) analitu znajdująca się w miareczkowanej próbce, a także, po uwzględnieniu objętości próbki analitu użytej do miareczkowania, stężenie analitu.

Wybrane modele biurety (półautomatycznych)



Napełnienie biurety odbywa się przez ściśnięcie plastikowej butelki i przetłoczenie, w ten sposób, roztworu z butelki do biurety.

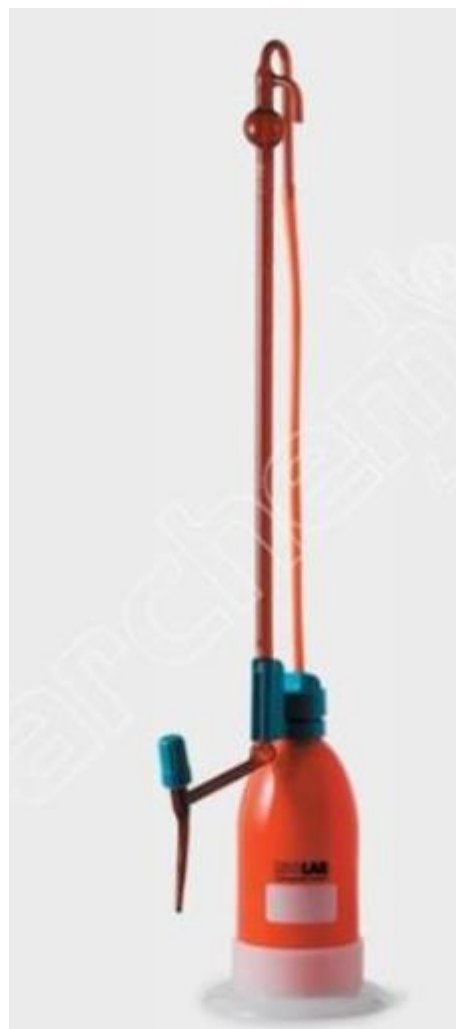
Miareczkowanie prawą ręką (osoby praworęczne) trzymamy i cały czas intensywnie mieszamy zawartość erlenmajerki. Ręką lewą odkręcamy/zakręcamy kranik biurety (osoby leworęczne odwrotnie).

Prawidłowo wykonywane miareczkowanie pozwala ustalić wynik z dokładnością do jednej kropli (jedna kropla to zazwyczaj ok. 0,05 ml).

Dozowanie z biurety pod koniec miareczkowania powinno się odbywać na tyle powoli aby zdążyć je zatrzymać po jednej, pierwszej kropli, która wywoła zmianę barwy.

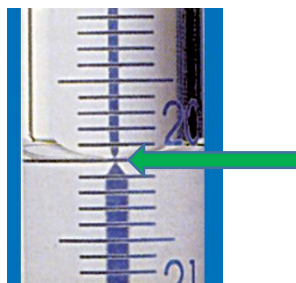
Z podanych wyżej informacji wynika, że najpraktyczniej jest na początku szybko dozować roztwór z biurety (titrant), a pod koniec miareczkowania coraz wolniej.

W celu określenia spodziewanej objętości titrantu, który zostanie zużyty (aby wiedzieć kiedy zwolnić szybkość dozowania) można wykonać szacunkowe obliczenia (jeżeli znamy orientacyjny skład próbki) lub wykonać szybkie orientacyjne miareczkowanie pierwszej próbki. Przy pewnej wprawie „bliskość” końcowego punktu miareczkowania można ocenić po „zachowaniu się” miareczkowanej próbki.

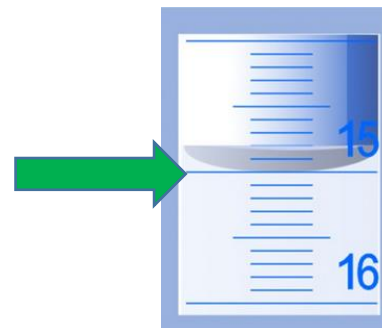


Odczyt wyniku (oko na wysokości menisku):

Biureta z paskiem Schellbacha
(odczyt na styku grotów strzałek)



bez paska
(odczyt na menisk dolny)



Przy odczycie wyniku należy sprawdzić jak wyskalowana jest biureta.
Najmniejsza działka biurety to nie zawsze 0,1 ml.
Praktycznie, w większości przypadków, odczytywanie z biurety wyniku z dokładnością większą niż połowa najmniejszej działki jest niewskazane.

Celem wykonywanego ćwiczenia są: przypomnienie sposobów bezpiecznego i efektywnego wykonywania podstawowych czynności laboratoryjnych, identyfikacja otrzymanych roztworów kwasów i zasad oraz oznaczenie ich stężenia.

Zespoły, składające się z 2-3 osób, otrzymują po dwie próbki roztworów wśród których mogą znajdować się roztwory wodorotlenku sodu i/lub litu/potasu, kwasu solnego, kwasu siarkowego(VI) i kwasu azotowego(V). W pierwszej kolejności, wykorzystując podstawową wiedzę chemiczną oraz dostępne w laboratorium odczynniki, należy zidentyfikować otrzymane próbki.

Po identyfikacji próbek należy wykonać oznaczenie ich stężenia dobierając odpowiedni titrant i wskaźnik. Przy braku wstępnej informacji o przewidywanym stężeniu próbek, stężenie roztworu titrantu, objętości próbek i ewentualną konieczność ich rozcieńczenia, należy określić metodą prób i błędów. Dobór wyżej wymienionych parametrów powinien zostać dokonany w taki sposób aby zużywana objętość titrantu nie była większa niż wynosi pojemność biurety (ze względu na kłopotliwe dopełnianie biurety w trakcie miareczkowania) i nie mniejsza niż kilka mililitrów (ze względu na dokładność oznaczenia). Objętości próbek badanych roztworów (lub roztworów wcześniej odpowiednio rozcieńczonych) odmierzanych do erlenmajerek nie powinny być mniejsze niż 1 - 2 ml i powinny być odmierzane pipetami jednomiarowymi. W przypadku konieczności rozcieńczenia należy użyć zestawu kolba miarowa – pipeta jednomiarowa dobranego odpowiednio do założonego rozcieńczenia (np. użycie kolby miarowej 50 ml i odmierzenie do niej 2 ml badanego roztworu, po uzupełnieniu kolby wodą i dokładnym jej wymieszaniu, daje 25-krotne rozcieńczenie)

Po dobraniu odpowiednich parametrów analizy wykonywać właściwe oznaczenia do uzyskania co najmniej dwóch wyników różniących się od siebie nie więcej niż 2% wyniku mniejszego i w oparciu o średni wynik obliczyć stężenie molowe oraz procentowe badanych próbek. Wyniki oznaczeń i obliczeń zebrać we właściwych tabelach, uzupełniając je zapisami reakcji i odpowiednimi przeliczeniami wraz z wyjaśnieniami zastosowanego sposobu obliczeń.

Przy każdej z obliczanych wartości liczbowych należy podać odpowiednie jednostki wynikające z rachunku jednostek.

Tab. 1. Próbką pierwsza

Próbka nr		Zidentyfikowana jako:	
Wyjaśnienie sposobu identyfikacji:			
Dobry tytrant		Stężenie tytrantu*	Pojemność biurety*
Przygotowanie próbki do miareczkowania i miareczkowanie			
Rozcieńczanie (jeśli było stosowane):		Obj. próbki do miareczkowania*	Odczyt z biurety*
Pojemność kolby miarowej:			
Objętość próbki:		Obj. próbki do miareczkowania*	Odczyt z biurety*
Nr	Obj. próbki*		
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
Wyniki obliczeń**			
Numery oznaczeń, których wyniki użyto do obliczeń***			
Średni wynik miareczkowania			
Obliczona masa analitu w miareczkowanej próbce			
Obliczone stężenie analitu w otrzymanej do analizy próbce		mol/dm ³	%

*podać jednostki

**uzasadnić odpowiednimi przeliczeniami i podać jednostki (wraz z rachunkiem jednostek)

***uzasadnić wybór

Tab. 1. Próbką druga

Próbka nr			Zidentyfikowana jako:	
Wyjaśnienie sposobu identyfikacji:				
Dobry tytrant			Stężenie tytrantu*	
				Pojemność biurety*
Przygotowanie próbki do miareczkowania i miareczkowanie				
Rozcieńczanie (jeśli było stosowane):			Obj. próbki do miareczkowania*	Odczyt z biurety*
Pojemność kolby miarowej:				
Objętość próbki:			Obj. próbki do miareczkowania*	Odczyt z biurety*
Nr	Obj. próbki*	Uzupełnione wodą do obj.*		
1				
2				
3				
4				
5				
6				
7				
8				
9				
Wyniki obliczeń**				
Numery oznaczeń, których wyniki użyto do obliczeń***				
Średni wynik miareczkowania				
Obliczona masa analitu w miareczkowanej próbce				
Obliczone stężenie analitu w otrzymanej do analizy próbce			mol/dm ³	%

*podać jednostki

**uzasadnić odpowiednimi przeliczeniami i podać jednostki (wraz z rachunkiem jednostek)

***uzasadnić wybór

Tę kartkę po wypełnieniu należy zostawić u prowadzącego

Data:

Grupa:

Skład zespołu:

Przygotowujący sprawozdanie:

Pozostali członkowie zespołu:

Próbka pierwsza

Próbka nr		Zidentyfikowana jako:	
Wyjaśnienie sposobu identyfikacji:			
Dobry tytrant		Stężenie tytrantu*	Pojemność biurety*
Przygotowanie próbki do miareczkowania i miareczkowanie			
Rozcieńczanie (jeśli było stosowane):		Obj. próbki do miareczkowania*	Odczyt z biurety*
Pojemność kolby miarowej:			
Objętość próbki:			
Nr**	Obj. próbki*	Uzupełnione wodą do obj.*	
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			

*podać jednostki

**analizę wykonywać do chwili ustalenia rozcieńczenia i objętości próbek pozwalające na miareczkowanie próbek przy zużyciu tytrantu od kilku mililitrów do nie więcej niż wynosi pojemność biurety (co najmniej dwa wyniki różniące się od siebie nie więcej niż 2% wyniku mniejszego)

Próbka druga

Próbka nr		Zidentyfikowana jako:	
Wyjaśnienie sposobu identyfikacji:			
Dobry tytrant		Stężenie tytrantu*	Pojemność biurety*
Przygotowanie próbki do miareczkowania i miareczkowanie			
Rozcieńczanie (jeśli było stosowane):		Obj. próbki do miareczkowania*	Odczyt z biurety*
Pojemność kolby miarowej:			
Objętość próbki:			
Nr**	Obj. próbki*	Uzupełnione wodą do obj.*	
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			

*podać jednostki

**analizę wykonywać do chwili ustalenia rozcieńczenia i objętości próbek pozwalające na miareczkowanie próbek przy zużyciu tytrantu od kilku mililitrów do nie więcej niż wynosi pojemność biurety (co najmniej dwa wyniki różniące się od siebie nie więcej niż 2% wyniku mniejszego)