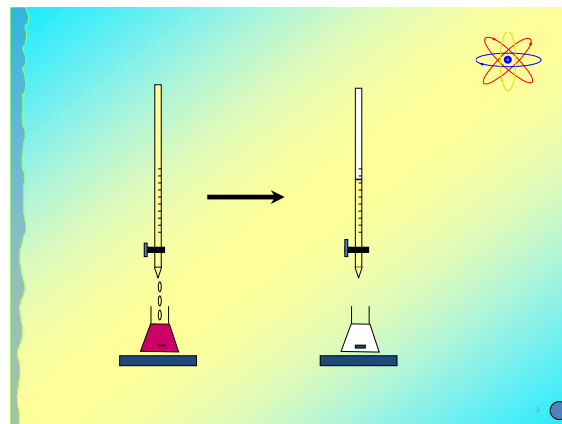
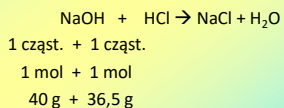


Analiza miareczkowa

W analizie miareczkowej skład substancji oznacza się w oparciu o reakcje chemiczne, w których bierze udział ściśle określona objętość roztworu o ściśle określonym stężeniu (roztwór mianowany). Masę oznaczanej substancji oblicza się z objętości zużytego roztworu odczynnika (titranta) i jego stężenia.

Przykład:



1

2

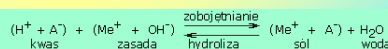
BIURETY



Alkacymetria

Nazwę alkacymetria utworzono przez połączenie dwóch słów: *alkalimetria*, czyli miareczkowanie mianowanymi roztworami zasad oraz *acydymetria*, czyli miareczkowanie mianowanymi roztworami kwasów. Metody alkacymetryczne nazywane są także metodami zobojętnienia, ponieważ opierają się one na reakcji zobojętnienia, czyli reakcji kwasu z zasadą, w wyniku której powstaje sól i woda. Odwrotem reakcji zobojętnienia jest reakcja hydrolizy.

W przypadku reakcji kwasu jednowodorowego (HA) i jednowodorotlenowej zasady (MeOH) w roztworze wodnym, można zapisać schematycznie.



3

4

Zobojętnianie

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 reakcją w której jon wodorowy H^+ kwasu reaguje z jodem wodorotlenowym OH^- zasady, tworząc wodę. W czasie reakcji neutralizowane są właściwości kwasowe i zasadowe.
 $\text{H}_3\text{O}^+ + \text{OH}^- \rightarrow 2\text{H}_2\text{O}$

Tego terminu "zobojętnianie" nie należy rozumieć dosłownie, ponieważ tylko kwasy i zasady o zbliżonej mocy mogą, po przereagowaniu, utworzyć rzeczywiście obojętny roztwór soli. Ponadto reagenty muszą występować w ilościach stechiometrycznych. Możliwe są cztery możliwe przypadki reakcji kwasu z zasadą:

mocny kwas - mocna zasada
słaby kwas - mocna zasada
mocny kwas - słaba zasada
słaby kwas - słaba zasada



Wskaźniki kwasowo-zasadowe

Przebieg zobojętnienia 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^+). 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.

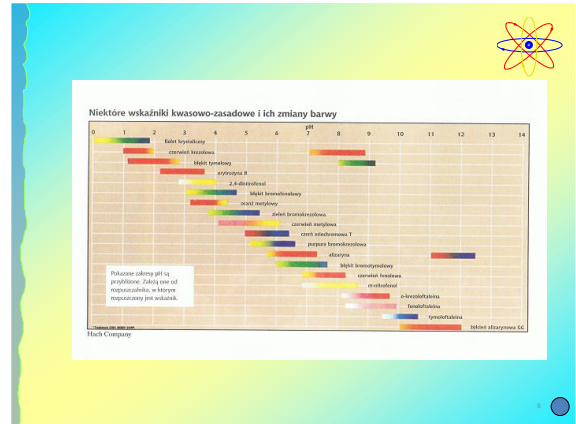


5

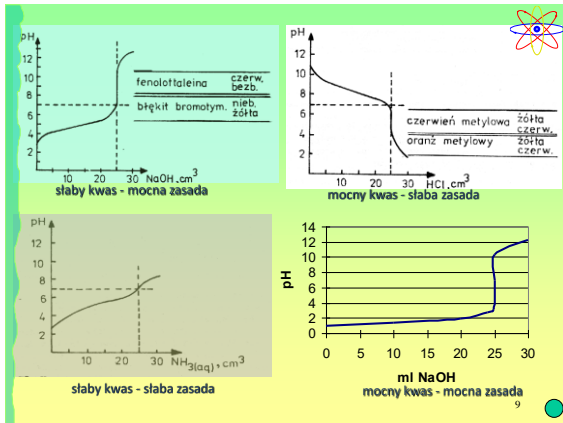
6



7



8



9

Nomenklatura, budowa chemiczna oraz właściwości fizykochemiczne lotnych kwasów tłuszczowych [13-16]

Lotne kwasy tłuszczowe							
Nazwa systematyczna	Nazwa zwyczajowa	Wzór chemiczny	Temp. wrzenia [°C]	Rozpuszczalność w wodzie [g/dm ³]	pK _a	M [g/mol]	Zapach
Kwas etanowy	octowy	CH ₃ COOH	117	duża	4,75	60,1	ostry zapach octu
Kwas propionowy	propionowy	C ₂ H ₅ COOH	141	duża	4,87	74,1	ostry, zjeźzwały, drażniący
Kwas izobutanowy	izomasłowy	(CH ₃) ₂ CHCOOH	154	210	4,85	88,1	stęchła woń
Kwas butanowy	masłowy	C ₃ H ₇ COOH	164	średnia	4,81	88,1	zjeźzwałego masła, potu
Kwas izopentanowy	izowalerianowy	(CH ₃) ₂ CHCH ₂ COOH	177	25	4,78	102,1	zjeźzwałego tłuszczu, sera pleśniowego
Kwas pentanowy	walerianowy	C ₄ H ₉ COOH	186	40	4,82	102,1	potu, walerianowy
Kwas heksanowy	kapronowy	C ₅ H ₁₁ COOH	206	10	4,88	116,2	ostry, ciepki
Kwas heptanowy	enantanowy	C ₆ H ₁₃ COOH	223	2,6	4,89	130,2	-
Kwas oktanowy	kaprylowy	C ₇ H ₁₅ COOH	235	0,7	4,89	144,2	chlewny, świszkiej

Źródło: Anna BANEL i Bogdan ZYGMUNT
LOTNE KWASY TŁUSZCZOWE NA SKŁADOWISKU ODPADÓW - WYSTĘPOWANIE I OZNACZANIE

10

Zadanie do wykonania w laboratorium polegało będzie na oznaczeniu stężenia kwasu octowego w przygotowanych przez każdy zespół próbkach.

Przed rozpoczęciem praktycznego wykonania oznaczenia należy:

1. opracować szczegółowy sposób wykonania oznaczenia (sposób postępowania, czynniki, stosowane szkło, dobór wskaźnika);
2. wykonać przeliczenia objętości próbki, do miareczkowania, otrzymanego roztworu kwasu octowego (stężenia w przygotowanych próbkach w zakresie 2-10%) tak aby w trakcie miareczkowania próbki nie zużywać więcej roztworu NaOH (dostępne roztwory o stężeniu 0,1 – 0,5 mol/dm³) niż wynosi pojemność wykorzystywanej biurety (dostępne biurety 5-25 ml);
3. zaliczyć „wejściówkę” (podstawowe wyposażenie i czynniki laboratoryjne..., miareczkowanie, obliczenia);
4. stosując prawidłowe techniki laboratoryjne (odmierzenie objętości, miareczkowanie) wykonać oznaczenie;
5. obliczyć stężenie (%) otrzymanego roztworu kwasu octowego.

Do zaliczenia ćwiczenia wymagane jest:

- zaliczenie „wejściówki”;
- poprawne wykonywanie podstawowych czynności laboratoryjnych;
- obliczenie wyniku wykonanego oznaczenia;
- zgodność obliczonego wyniku z rzeczywistym.

11

$\text{NaOH} + \text{CH}_3\text{COOH} \rightarrow \text{CH}_3\text{COONa} + \text{H}_2\text{O}$

1 mol NaOH reaguje z 1 molem CH₃COOH (1 mmol NaOH reaguje z 1 mmolem CH₃COOH)
1 mol CH₃COOH to 12+3x1+12+16+16+1 = 60 g (1 mmol to 60 mg)
czyli 1 mol NaOH reaguje z 60 g CH₃COOH (1 mmol NaOH reaguje z 60 mg CH₃COOH)

Przyjmijmy, że do miareczkowania używamy r-ru NaOH 0,2M i biurety 25 ml

W biurecie zawierającej roztwór NaOH znajduje się określona ilość moli NaOH:
25 ml 0,2 m: w 1 dm³ (1000 ml) jest 0,2 mola NaOH. W 25 ml znajduje się 0,005 mola (5 mmoli NaOH)

W miareczkowanej próbce powinno się więc znaleźć nie więcej niż 5 milimoli kwasu octowego. Ilość ta odpowiada 300 mg kwasu octowego.

Przyjmijmy, że zakładane stężenie analizowanego r-ru kwasu octowego wynosi 5%

5%: w 100 g (ml) roztworu znajduje się 5 g kwasu. W próbce nie powinno go być więcej niż 300 mg (0,3 g). Oznacza to, że do analizy należy dokładnie odmierzyć nie więcej niż 6 ml roztworu kwasu octowego. Dostępne w laboratorium pipety jednomiarowe (dokładne odmierzenie, skalowane na wylew) umożliwiając dokładne odmierzenie 5 ml.

12