



ETAP III B – 9.04.2016 r. Godz. 11.00-14.00

### *Zadanie laboratoryjne (25 pkt)*

#### **Wprowadzenie**

Miareczkowania są powszechnie stosowane w chemii analitycznej do oznaczania kwasów, zasad, utleniaczy, reduktorów, jonów metali, białek i wielu innych indywidualności, nazywanych analitami. Miareczkowania opierają się na reakcji między analitem a odczynnikiem zwanym titrantem.

Podczas miareczkowania wyznaczana jest najczęściej objętość titranta potrzebna do całkowitego przebiegu reakcji z analitem – na podstawie tej wielkości wykonuje się obliczenia ilości analitu.

Titrant jest roztworem o ściśle określonym stężeniu (roztwór mianowany). Titrant powinien szybko, całkowicie i selektywnie reagować z analitem co umożliwi dobre zdefiniowanie punktu końcowego. Reakcja titrant – analit musi zachodzić zgodnie ze zbilansowanym równaniem reakcji.

W każdym miareczkowaniu występuje punkt chemicznej równoważności (punkt równoważnikowy, PR), gdy ilość dodanego roztworu mianowanego (titranta) jest dokładnie równoważna ilości substancji oznaczanej. W praktyce wyznacza się tzw. punkt końcowy, PK. Jest to punkt zbliżony do PR, w którym zachodzą obserwowalne zmiany fizyczne w badanej próbce. Osiągnięcie PK wskazuje zmiana zabarwienia użytego wskaźnika.

Jedną z metod analizy objętościowej jest metoda alkacymetryczna (oznaczenia oparte na reakcjach zobojętniania). Alkacymetria dzieli się na *alkalimetrię*, gdzie titrantem jest zasada oraz *acydymetrię* gdzie titrantem jest kwas.

Przebieg miareczkowania alkacymetrycznego (miareczkowania kwas – zasada) można przedstawić graficznie wykreślając krzywą miareczkowania jako zależność pH układu miareczkowanego w funkcji objętości dodanego titranta:  $\text{pH} = f(v_{\text{titranta}})$ . Współrzędne dowolnego punktu krzywej miareczkowania mogą być obliczone ze składu miareczkowanych roztworów.

Jako *wskaźniki*, pozwalające na wyznaczenie punktu końcowego miareczkowania, stosuje się związki organiczne o charakterze słabych kwasów lub zasad, które reagując z wodą tworzą sprzężone układy kwas-zasada, przy czym oba człony wskaźnika są inaczej zabarwione.

Wskaźniki dzieli się na:

- a) jednobarwne (np. fenolofaleina)
- b) dwubarwne (np. oranż metylowy)
- c) wielobarwne (np. błękit tymolowy).

#### **Oznaczanie węglanu sodu obok wodorotlenku sodu**

##### **Metoda Wardera - zasada oznaczania**

W miareczkowaniu węglanu sodu obok wodorotlenku sodu stosuje się dwa wskaźniki, których zmiana barwy występuje przy różnych wartościach pH.

W pierwszym etapie próbkę miareczkuje się mianowanym roztworem kwasu solnego wobec fenoloftaleiny do momentu odbarwienia roztworu (pH ok. 8,3). Na tym etapie następuje całkowite zobojętnienie NaOH oraz stechiometrycznie połowy węglań sodu (węglań w całości przechodzi w wodorowęglań).

W drugim etapie miareczkowania do odbarwionej próbki dodaje się oranżu metylowego i dalej miareczkuje mianowanym roztworem HCl. Zmiana barwy oranżu metylowego z żółtego na kolor tzw. "cebulkowy" oznacza, że nastąpiło całkowite przereagowanie powstałego w poprzednim etapie wodorowęglań do NaCl, CO<sub>2</sub> i H<sub>2</sub>O (pH ok. 4).

### Polecenia

**A.** Wykonaj oznaczenie stężenia roztworu titranta (HCl) za pomocą 0,1000 molowego roztworu NaOH – przepis oznaczenia poniżej.

**B.** Wykonaj miareczkowania otrzymanej próbki (NaOH+Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) według przepisu zamieszczonego poniżej. Na podstawie uzyskanych wyników wyznacz zawartość [g] wodorotlenku sodu i węglań sodu w badanej próbce.

**C.** Rozwiąż zadanie analityczne:

25 ml 0,5000 M roztworu CH<sub>3</sub>COOH (pK<sub>a</sub> = 4,75) rozcieńczono wodą do objętości 100 ml i roztwór miareczkowano 0,2500 M roztworem NaOH. Obliczyć wartości pH roztworu kwasu: a) w punkcie wyjściowym; b) po dodaniu 10 ml NaOH; c) w punkcie równoważnikowym; d) po dodaniu 60 ml roztworu NaOH.

**D.** Wypełnij arkusz odpowiedzi.

**Masy molowe (g·mol<sup>-1</sup>): Na – 23; C – 12; H – 1; O – 16**

**(A). Mianowanie roztworu HCl za pomocą mianowanego roztworu NaOH o stężeniu 0,1000 M**

- Odmierzyć przy pomocy pipety 20 ml badanej substancji do kolby stożkowej na 250 ml i rozcieńczyć wodą destylowaną do objętości około 100 ml. Przed odmierzeniem kwasu pipetę przemyć niewielką ilością roztworu kwasu solnego.
- Do kolby dodać dwie krople wskaźnika (fenoloftaleiny).
- Biuretę napełnić mianowanym roztworem zasady; przed napełnieniem przemyć biuretę niewielką objętością tej zasady.
- Ustawić poziom roztworu NaOH w biurecie na kresce zerowej (menisk dolny).
- Następnie kroplami dodawać z biurety roztwór zasady, ciągle mieszając, tak długo aż po dodaniu jednej kropli roztwór bezbarwny stanie się różowy .
- Zakończyć miareczkowanie w momencie, gdy roztwór od pierwszej kropli zabarwi się na blad różowo; na skali biurety odczytać objętość zużytej zasady (z dokładnością do 0,05 ml).
- Wykonać jeszcze dwa analogiczne miareczkowania pamiętając, aby za każdym razem rozpoczynać miareczkowanie od punktu zerowego biurety.
- Z trzech pomiarów obliczyć średnią objętość zużytego mianowanego roztworu NaOH.
- Obliczyć stężenie molowe roztworu HCl.
- Wypełnij arkusz odpowiedzi.

## **(B). Oznaczenie zawartości NaOH obok Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (metoda Wardera)**

### **Wykonanie oznaczenia**

- Próbkę otrzymaną do analizy w kolbie miarowej pojemności 100,00 ml uzupełnić wodą do kreski a następnie dokładnie wymieszać.
- Biuretę napełnić titrantem (HCl) tak by nie pozostały w niej żadne pęcherzyki powietrza i ustawić poziom titranta na kresce zerowej w punkcie 0,00 ml, menisk dolny. Przed napełnieniem przemyć dwukrotnie biuretę niewielką objętością kwasu.
- Pipetą jednomiarową przenieść 20,00 ml próbki do kolby stożkowej na 250 ml, następnie dodać 6 kropli roztworu fenoloftaleiny i rozcieńczyć wodą do objętości około 100 ml.
- Próbkę natychmiast po przygotowaniu, ostrożnie i powoli mieszając (!) miareczkować mianowanym roztworem HCl do odbarwienia fenoloftaleiny (zmiana powinna być widoczna po dodaniu jednej kropli titranta). Otrzymany wynik (**V<sub>1</sub>**) zanotować (odczyty wartości zużycia titranta prowadzić z dokładnością do 0,05 ml = 1 kropla roztworu).
- Odbarwioną próbkę zadać 2-3 kroplami oranżu metylowego i energicznie mieszając miareczkować mianowanym roztworem HCl pozostałym w biurecie do otrzymania cebulkowego (barwa przejściowa wskaźnika) zabarwienia roztworu (**V<sub>2</sub>**) (zmiana powinna być widoczna po dodaniu jednej kropli titranta).
- Wynik zużycia titranta (**V<sub>2</sub>**) zanotować (odczyty wartości zużycia titranta prowadzić z dokładnością do 0,05 ml = 1 kropla roztworu).
- Miareczkowanie roztworu badanego powtórzyć 3 krotnie.
- Korzystając z wartości średnich, obliczyć zawartość wodorotlenku sodu [g] oraz węglanu sodu [g] w próbce wydanej do analizy (kolbka o poj. 100 ml).
- Wypełnij arkusz odpowiedzi.

### **Na stanowisku indywidualnym znajdują się:**

- Mianowany roztwór NaOH o stężeniu 0,1000 M (mol/dm<sup>3</sup>).
- Roztwór kwasu solnego (stężenie roztworu ustalone indywidualnie wg **polecenia A**).
- Kolbka miarowa o poj. 100 ml zawierająca badany analit (NaOH + Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>).
- Biureta o poj. 25 ml.
- Pipeta jednomiarowa o poj. 20 ml.
- 3 kolbki stożkowe (kolbki Erlenmayera).
- Fenoloftaleina, roztwór.
- Oranż metylowy, roztwór.
- Tryskawka z wodą destylowaną, gruszka gumowa/pipetor, mieszadło magnetyczne, zlewki, cylinder miarowy, bibuła.

### **Uwaga!**

Oszczędnie gospodaruj roztworami.

Opis rozwiązania prowadź starannie i czytelnie. Prace nieczytelne mogą mieć obniżoną punktację!

Pamiętaj o konieczności zachowania zasad bezpieczeństwa w trakcie wykonywania analiz!

**Czas trwania zawodów: 180 min**