# 15. A R G E N T O M E T R I E

*Při srážecích titracích dochází vzájemnou reakcí halogenidu X- a kationtu Ag+ k tvorbě málo rozpustného halogenidu stříbra podle rovnice :*

**

*V bodě ekvivalence jsou v roztoku vedle sraženiny halogenidu stříbrného i volné ionty halogenidové a stříbrné, jejichž rovnovážná koncentrace je definována součinem rozpustnosti Ks(AgX) vzniklé soli.*

## 15.1. Potenciometrické stanovení titru odměrného roztoku 0,05 M AgNO3 na standardní roztok NaCl (standardizace)

*Při potenciometrické indikaci u srážecích argentometrických titrací se v průběhu titrace měří změny potenciálu indikační stříbrné elektrody v soustavě článku se srovnávací referentní elektrodou (nasycená kalomelová elektroda s kapalinovým můstkem KNO3 nebo merkurosulfátová elektroda). Potenciometrem se měří rozdíl potenciálů obou elektrod jako napětí elektrochemického článku. V bodě ekvivalence, kdy je změna potenciálu největší, dochází k tzv. potenciálovému skoku. Z polohy inflexního bodu na potenciometrické křivce v potenciálovém skoku se na ose x odečte spotřeba titračního činidla Vekv.*



**Příprava vzorku:**

mnavážky(NaCl) = cca 292 mg M(NaCl) = 58,443 g/mol

navážku rozpustit v 25 ml dest. H2O

↓

převést do V0 = 100 ml, doplnit dest. H2O

↓

pipetovat 10 ml do vysoké kádinky na 150 ml + teflonové míchadlo + 90 ml dest. H2O

↓

titraci provést 2x (titraci ukončit po přídavku dvojnásobného množství odměrného roztoku, než je množství odpovídající Vekv

1. *první titrace slouží k vymezení oblasti potenciálového skoku (titrační činidlo přidávat po ΔV = 1 ml, zaznamenávat změnu napětí v mV)*
2. *druhá titrace – v oblasti potenciálového skoku v rozpětí ± 1,5 ml přidávat titrační činidlo po ΔV = 0,1 ml zaznamenávat změnu napětí v mV)*

**Práce s automatickou byretou:**

1. Zapnout automatickou byretu tlačítkem *MAINS* na předním panelu.
2. Byretu naplnit otočením levého nasávacího šroubu doprava (zkontrolovat zda je přívodní hadička ponořena v roztoku 0,05M AgNO3).
3. Přepnout nasávací šroub do polohy „Dávkování titračního činidla“ otočením doleva.
4. Na předním panelu přístroje nastavit rychlost dávkování tlačítkem *SPEED* na 5.
5. Nastavit objem dávkování 0,1 ml stlačením modrého tlačítka (100 µl).
6. Provést titraci pomocí bílého tlačítka *START*.

**Postup stanovení koncentrace AgNO3 pomocí pH-metru OP 205/01:**

1. Zapnout pH-metr OP 205/01 tlačítkem ***ON/OFF*** (umístěný vzadu na přístroji).
2. Kádinku se vzorkem umístit na magnetickou míchačku, ponořit elektrody do roztoku a spustit míchání.
3. Na předním panelu nastavit měřenou veličinu – napětí v mV (stlačením černého tlačítka ***+ mV*** v levém horním rohu).
4. Pomocí otočného šroubu ***TEMP ºC*** nastavit teplotu.
5. Poté stlačit v pravém horním rohu černé tlačítko ***Z*** a pomocí otočného šroubu ***ZERO*** nastavit 0 na displeji.
6. Přepnou černým tlačítkem ***A*** na výběr oblasti měření a poté pomocí otočného šroubu ***COMPENSATION*** nastavit ručičku tak, aby byla v měřitelné oblasti.
7. Pro měření stlačit černé tlačítko ***M***.
8. Odečíst naměřenou hodnotu následujícím způsobem – otočný šroub COMPENSATION udává řádově stovky mV (např. 1 = 100 mV, 5 = 500 mV), číslo zobrazené na předním měřícím panelu udává řádově desítky a jednotky mV, toto číslo je třeba vynásobit 100x a přičíst k číslu získanému pomocí tlačítka COMPENSATION.

**Určování ekvivalenčního bodu potenciometrické titrace**

Bod ekvivalence lze určit: a) graficky – metodou tří rovnoběžek

b) početně

**Grafické vyhodnocení**

V *Excelu* sestrojit graf - titrační křivku, tj. závislost napětí U na objemu přidávaného titračního činidla VAgNO3. Grafické určení bodu ekvivalence provést proložením dvou rovnoběžek vodorovnými částmi potenciometrické křivky, rozpůlením vzdálenosti mezi nimi, proložením třetí rovnoběžky získaným středem a určením průsečíku této třetí rovnoběžky s titrační křivkou.

**Početní metodA určování inflexního bodu titrační křivky**

Objem činidla odpovídající inflexnímu bodu titrační křivky Vekv stanovit pomocí 2. diferencí následujícím způsobem.

Z naměřených hodnot sestavit tabulku:

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| V  0,05 M AgNO3 | ΔV | U | ΔU | ΔU/ΔV | ΔU2 |
| ml | ml | mV | mV | mV/ml | mV |

Závislost (ΔU2/ΔV)2 = f(V) nabývá v inflexním bodě nulové hodnoty. Spotřebu Vekv odpovídající této nulové hodnotě vypočítat s použitím poslední kladné a prvé záporné hodnoty 2. diference podle vztahu:



*kde*: *Vekv* je objem činidla v ml odpovídající inflexnímu bodu titrační křivky,

*V+* je objem činidla v ml odpovídající poslední kladné 2. diferenci napětí *ΔU*2,

*ΔV* je konstantní přídavek činidla v ml, který se přidává v oblasti ekvivalenčního bodu,

*ΔU+2* a *ΔU-2* jsou poslední kladná a první záporná 2. diference *U*.

**Výpočet přesné koncentrace odměrného roztoku AgNO3:**

****

**15.2. Potenciomerické stanovení chloridů v neznámém vzorku**

**Příprava vzorku:**

Vzorek v odm.baňce (V0 = 100 ml) doplnit po rysku dest. H2O

↓

pipetovat 10 ml do vysoké kádinky na 150 ml + teflonové míchadlo + 90 ml dest. H2O

↓

ponořit elektrody → titraci provést 2x (titraci ukončit po přídavku dvojnásobného množství odměrného roztoku, než je množství odpovídající Vekv

**Výpočet obsahu Cl v neznámém vzorku:** M(Cl) = 35,453 g/mol

****

**15.3. Potenciomerické stanovení směsi Cl a I v neznámém vzorku**

*Při srážecích titracích s potenciometrickou indikací lze stanovit ionty ve směsích, jestliže se součiny rozpustnosti postupně vznikajících sraženin liší řádově alespoň o 103. Na titrační křivce se to projeví oddělenými potenciálovými skoky*.

**Příprava vzorku:**

Vzorek v odm.baňce (V0 = 100 ml) doplnit po rysku dest. H2O

↓

pipetovat 10 ml do vysoké kádinky na 150 ml + teflonové míchadlo + 90 ml dest. H2O

↓

ponořit elektrody → titraci provést 2x

První inflexní bod na titrační křivce určuje objem titračního činidla Vekv1 spotřebovaný na vysrážení jodidů, rozdíl mezi Vekv2 a Vekv1 určuje objem titračního činidla spotřebovaný na reakci s chloridovými anionty.

**Výpočet obsahu I v neznámém vzorku:** M(I) = 126,9 g/mol

****

**Výpočet obsahu Cl v neznámém vzorku:** M(Cl) = 35,453 g/mol

****

**15.4. Vyhodnocení analýzy**

Při vyhodnocení stanovení Cl- a směsi Cl- a I- v neznámém vzorku v protokolu do závěru uvést:

1. **Hodnoty nalezených hmotností Cl- v neznámém vzorku č.1 v mg zaokrouhlené na platný počet míst (početní i grafickou metodou).**
2. **Hodnoty nalezených hmotností Cl- a I- v neznámém vzorku č.2 v mg zaokrouhlené na platný počet míst (početní i grafickou metodou).**
3. **Srovnání grafické a početní metody určování inflexního bodu při argentometrickém stanovení.**
4. **Zdůvodnění možného chybného stanovení.**