

6. týden

FAKTORIZACE ROZTOKU NaOH, ALKALIMETRICKÉ STANOVENÍ KONCENTRACE ROZTOKU H₂SO₄ A ZJIŠTĚNÍ JEHO HUSTOTY AREOMETREM

A. Faktorizace roztoku NaOH

Faktorizaci roztoku NaOH provádíme alkalimetrickou titrací roztokem kyseliny šťavelové o přesné molární koncentraci. Bod ekvivalence indikujeme 1% ethanolovým roztokem fenolftaleinu.

Úkoly:

1. Připravte odměrný roztok dihydrátu kyseliny šťavelové a vypočítejte jeho přesnou koncentraci.
2. Zjistěte faktor asi 0,1 molárního roztoku NaOH alkalimetrickou titrací dihydrátu kyseliny šťavelové.

Pracovní postup

1. Příprava standardního roztoku kyseliny šťavelové

- Na předvázkách na lodičku navážíme 1,24 až 1,28 g (COOH)₂·2H₂O. Přenesením na analytické váhy zjistíme přesnou navážku (COOH)₂·2H₂O.
- Do hrdla odměrné baňky (100 cm³) vsuneme nálevku s dlouhou stopkou. Kyselinu šťavelovou naváženou na lodičce beze zbytku spláchneme vodou ze stříčky do odměrné baňky. Zbytky kyseliny, které ulpí na nálevce, spláchneme rovněž do baňky. Po rozpuštění kyseliny doplníme baňku vodou po značku (spodní okraj menisku musí ležet na kruhové značce).
- S použitím přesné hodnoty navážky vypočítáme molární koncentraci roztoku kyseliny šťavelové.

2. Faktorizace přibližně 0,1 molárního roztoku NaOH

- Sestavíme aparaturu pro titraci.
- Zkontrolujeme a seřídíme kohout na byretě. Byretu propláchneme roztokem NaOH, jehož faktor stanovujeme, tak, že ji zcela tímto roztokem naplníme. Roztok vypustíme do odpadní kádinky. Byretu znova naplníme novým roztokem NaOH a hladinu upravíme na značku 0 cm³.
- Do titrační baňky napipetujeme 10,0 cm³ námi připraveného standardního roztoku (COOH)₂·2H₂O (pipetu tímto roztokem nejprve propláchneme), přidáme 2-3 kapky roztoku fenolftaleinu a titrujeme hydroxidem z byrety za stálého promíchávání roztokem v titrační baňce do červeno-růžového zbarvení.
- Objem spotřebovaného roztoku NaOH odečteme na **dvě desetinná místa** (s přesností na 0,01 cm³).
- Před dalším stanovením doplníme byretu roztokem NaOH opět na značku 0 cm³. Titraci provedeme celkem 3× (spotřeby V₁, V₂ a V₃) a pro výpočet faktoru použijeme průměrnou hodnotu spotřeby hydroxidu z těchto tří titrací (V_Ø).
- Na základě stechiometrie neutralizační reakce mezi kyselinou šťavelovou a hydroxidem sodným pak vypočítáme přesnou koncentraci a faktor asi 0,1 molárního roztoku NaOH. Naměřené a vypočtené hodnoty uvedeme v protokolu do tabulky.

Tab. 1 Výsledky alkalimetrické titrace – faktorizace NaOH

Navážka (COOH) ₂ ·2H ₂ O / g	Koncentrace roztoku (COOH) ₂ ·2H ₂ O / mol dm ⁻³	Spotřeby 0,1M-NaOH / cm ³				Faktor NaOH	Přesná molární koncentrace NaOH / mol dm ⁻³
		V ₁	V ₂	V ₃	V _Ø		

Poznámka

Při pečlivé práci jsou spotřeby 0,1 molárního roztoku NaOH při jednotlivých titracích téhož roztoku v rozmezí do 0,1 cm³. Pokud by se spotřeby hydroxidu při titracích lišily více, proveďte další titraci téhož roztoku a pro výpočet V_{\emptyset} použijte tři nejméně odlišné spotřeby.

B. Alkalimetrické stanovení koncentrace roztoku H₂SO₄

Úvod

Připravit roztok kyseliny sírové o určité koncentraci ředěním vypočítaného množství koncentrovaného roztoku H₂SO₄ (např. 96%) vodou není prakticky možné, protože udávaný obsah H₂SO₄ v koncentrovaném roztoku je pouze přibližný. Potřebujeme-li například zředěný roztok H₂SO₄ pro alkalimetrické titrace, připravíme roztok o přibližné koncentraci a vhodným způsobem, nejčastěji alkalimetrickou titrací, stanovíme jeho skutečnou koncentraci.

Úkoly:

1. Připravte přibližně 0,5 molární roztok H₂SO₄ ředěním koncentrované kyseliny sírové 96 % ($\rho = 1,8355 \text{ g cm}^{-3}$) a změřte jeho hustotu areometrem (hustoměrem).
2. Proveďte titraci zředěné H₂SO₄ roztokem NaOH.
3. Na základě stechiometrie neutralizační reakce mezi kyselinou sírovou a hydroxidem sodným stanovte přesnou molární a procentuální koncentraci připraveného roztoku.

Pracovní postup

1. Příprava 250 cm³ přibližně 0,5 molárního roztoku H₂SO₄

- Do odměrné baňky o objemu 250 cm³ nalijeme asi 100 cm³ destilované vody.
- V dělené pipetě naměříme vypočítané množství 96% H₂SO₄, potřebného pro přípravu 250 cm³ roztoku H₂SO₄ o koncentraci 0,5 mol dm⁻³ (koncentrovanou H₂SO₄ nenasávat do pipety v žádném případě ústy!!) a po kapkách ji vypustíme do odměrné baňky s vodou.
- Baňku po doplnění destilovanou vodou po značku uzátujeme a roztok v ní krouživým pohybem promícháme.
- Po ochlazení roztoku na 20 °C (pod tekoucí vodou) znovu doplníme roztok v odměrné baňce po značku destilovanou vodou. Řádně promícháme.

2. Alkalimetrická titrace připraveného roztoku H₂SO₄

- Pro alkalimetrickou titraci musíme připravený přibližně 0,5 molární roztok H₂SO₄ nejdříve 10x zředit vodou. Do suché čisté kádinky nalijeme asi 40 cm³ připraveného 0,5 molárního roztoku H₂SO₄ a pomocí pipetovacího balonku ji nasajeme do pipety o objemu 10 cm³. Obsah pipety vypustíme do výlevky a toto promytí pipety ještě jednou opakujeme. Propláchnutou pipetou do odměrné baňky o objemu 100 cm³ napipetujeme 10 cm³ připraveného roztoku H₂SO₄, baňku doplníme vodou po značku, uzátujeme a roztok v baňce promícháme.
- Pipetou o objemu 20 cm³ (pipetu nejdříve zředěným roztokem propláchneme) odměříme do tří titračních baněk po 20 cm³ připraveného zředěného roztoku H₂SO₄.
- Do každé titrační baňky přidáme 3 kapky roztoku fenolftaleinu a roztoky v baňkách titrujeme do červenofialového zbarvení standardním roztokem NaOH.
- Z průměrné hodnoty spotřeby roztoku NaOH ze tří stanovení (V_{\emptyset}) vypočítáme přesnou koncentraci původního připraveného roztoku H₂SO₄ c_1 v mol dm⁻³ a koncentraci v hmotnostní v procentech w_1 . K výpočtu w_1 použijeme hustotu vypočítanou lineární interpolací z tabelovaných hodnot viz Tab. 2.

C. Určení hustoty pomocí areometru (hustoměru)

Úvod

Areometry jsou zařízení tvořená zpravidla skleněnou nádobkou, která ve spodní části obsahuje hmotnou zátěž, např. kovové kuličky. Horní část areometru tvoří měřicí trubice se stupnicí kalibrovanou v jednotkách hustoty. Areometr se po vložení do kapaliny ponoří, v závislosti na hustotě kapaliny, do určité hloubky a hladina kapaliny vyznačí na stupnici její hustotu. Některé areometry jsou opatřeny teploměrem obrázek 1.

Hustoty vodných roztoků jsou závislé na teplotě a koncentraci. Závislost hustoty na koncentraci roztoků H₂SO₄ ukazuje tabulka 2.

Tab. 2 Hustoty vodných roztoků H₂SO₄ při 20 °C

$w / \% \text{ hmotnostní}$	$\rho / \text{g cm}^{-3}$	$c / \text{mol dm}^{-3}$
3	1,0184	0,3115
4	1,0250	0,4181
5	1,0317	0,5260
6	1,0385	0,6354
7	1,0453	0,7461

Úkol

1. Stanovte hustotu připraveného přibližně 0,5 molárního roztoku H₂SO₄ areometrem.
2. Na základě stanovené hustoty vypočítejte koncentraci c_2 a w_2 připraveného roztoku H₂SO₄.

Pracovní postup

- Před měřením areometr opláchneme vodou a oťřeme suchým hadrem. Skleněný válec vypláchneme měřenou kapalinou.
- Válec naplníme asi do $\frac{3}{4}$ objemu měřenou kapalinou a **pomalů** do ní ponoříme areometr.
- Jestliže se areometr v kapalině vznáší, odečteme po ustálení jeho polohy hustotu kapaliny na stupnici (hustota odpovídá dílku stupnice, který leží ve stejné úrovni jako hladina měřené kapaliny). Pokud není areometr opatřen teploměrem, zjistíme teplotu měřené kapaliny laboratorním teploměrem.
- Všechny naměřené a vypočítané hodnoty uvedeme v protokolu do tabulky 3.

Tab. 3 Spotřeby titračního činidla NaOH, hustota a koncentrace připraveného roztoku H₂SO₄

Spotřeby 0,1M-NaOH / cm ³					Koncentrace přibližně 0,5M-H ₂ SO ₄				
V_1	V_2	V_3	V_\emptyset	f	$c_1 / \text{mol dm}^{-3}$	$w_1 / (\%)$	$c_2 / \text{mol dm}^{-3}$	$w_2 / \%$	$\rho^t / \text{g cm}^{-3}$

f = faktor 0,1 molárního roztoku NaOH

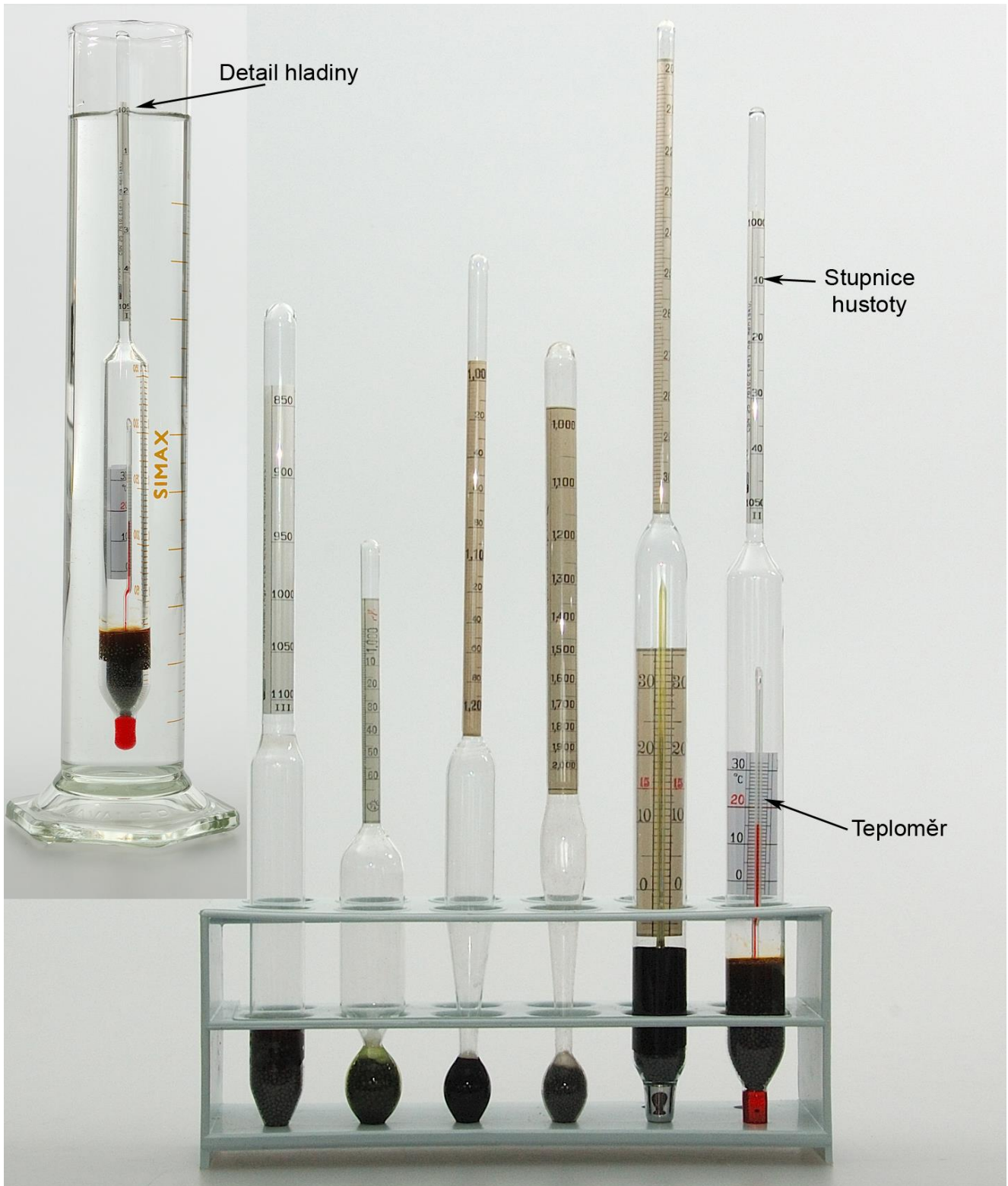
c_1 = molarita analyzovaného roztoku vypočítaná na základě alkalimetrické titrace

w_1 = procentuální koncentrace analyzovaného roztoku H₂SO₄ o koncentraci c_1

c_2 = molarita analyzovaného roztoku zjištěná na základě změřené hustoty ρ^t

w_2 = procentuální koncentrace analyzovaného roztoku na základě změřené hustoty ρ^t

ρ^t = hustota analyzovaného roztoku určená areometrem; t = teplota měřeného roztoku (°C)



Ukázky hustoměrů

Obr. 1 Různé druhy hustoměrů, odečet hodnoty hustoty