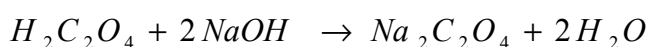


# 13. ALKALIMETRIE A KONDUKTOMETRIE

## I. ALKALIMETRICKÉ TITRACE

### 13.1. Standardizace 0,1M roztoku NaOH

Roztok dvojsytné kyseliny šťavelové  $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$  se titruje do druhého stupně odměrným roztokem NaOH na indikátor fenolftalein při  $pH \sim 9$ .



#### Příprava vzorku:

Navážku  $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$  ( $m =$  cca 630 mg) rozpustit v kádince v cca 50 ml dest.  $H_2O$ , převést do  $V_0 = 100$  ml, doplnit dest.  $H_2O$

↓

pipetovat 10 ml do vysoké kádinky na 150 ml + teflonové míchadlo + 90 ml dest.  $H_2O$

#### Postup stanovení koncentrace $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$ pomocí titrátoru TitroLine Easy:

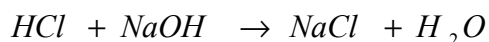
1. Zapnout titrátor TitroLine Easy tlačítkem ON/OFF (umístěný vzadu na přístroji)
2. Kádinku se vzorkem umístit na magnetickou míchačku, ponořit elektrodu do roztoku (cca 2,5 ml tak, aby byla ponořena i její referentní část) a spustit míchání.
3. Dlouze podržet tlačítko **F3** na kontrolním panelu, dokud se nedostaneme do hlavní nabídky nastavení konfigurace.
4. Krátce podržet tlačítko **F3** na kontrolním panelu, dokud se nedostaneme do nabídky výběru metody stanovení (*parameters sets*) → pomocí šipek (**F4 / F5**) na panelu vybrat metodu „*pH exact weak*“ (titrace slabé kyseliny). Výběr potvrdit tlačítky **F1** a **Stop**.
5. Krátkým stiskem tlačítka **F3** na kontrolním panelu změnit způsob titrace na EP (automatická titrace do koncového bodu) a pomocí šipek (**F4 / F5**) nastavit hodnotu koncového bodu  $pH = 8.8$  (fenolftalein)
6. Stisknout **START**. Titraci provést 3x.
7. Z displeje opsat spotřebu ( $V_{ekv}$ ).

Výpočet přesné koncentrace 0,1M NaOH:

$M(H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O) = 126,07$  g/mol

$$c(NaOH) \cdot V_{ekv} = n(NaOH) = 2 \cdot n(H_2C_2O_4)$$

### 13.2. Stanovení HCl



#### Příprava vzorku:

Vzorek v odm.baňce ( $V_0 = 100$  ml) doplnit po rysku dest.  $H_2O$

↓

pipetovat 10 ml do vysoké kádinky na 150 ml + teflonové míchadlo + 90 ml dest.  $H_2O$

#### Postup stanovení množství HCl v neznámém vzorku

1. Dlouze podržet tlačítko **F3** na kontrolním panelu, dokud se nedostaneme do hlavní nabídky nastavení konfigurace.
2. Krátce podržet tlačítko **F3** na kontrolním panelu, dokud se nedostaneme do nabídky výběru metody stanovení (*parameters sets*) → pomocí šipek (**F4** / **F5**) na panelu vybrat metodu „**pH exact strong**“ (titrace silné kyseliny). Výběr potvrdit tlačítky **F1** a **Stop**.
3. Krátkým stiskem tlačítka **F3** na kontrolním panelu změnit způsob titrace na EP (automatická titrace do koncového bodu) a pomocí šipek (**F4** / **F5**) nastavit hodnotu koncového bodu pH = 11,6
4. Spustit program *TL chart* v PC.
5. Stisknout **START**.
6. Po ukončení měření stiskem tlačítka **DATA** v programu *TL chart* převést naměřená data z titrace do počítače a tlačítkem **SAVE AS** je uložit. Titraci provést 3x
7. Hodnoty uložené v PC převést do souboru v Excelu, sestavit titrační křivku, vyhodnotit ji pomocí „metody tří rovnoběžek“ a současně určit bod ekvivalence z druhé derivace titrační křivky.

#### Výpočet množství HCl v neznámém vzorku:

$$M(HCl) = 36,461 \text{ g/mol}$$

$$m(HCl) = c(NaOH) \cdot V_{ekv} \cdot M(HCl) \cdot \frac{V_0}{V_{pip}}$$

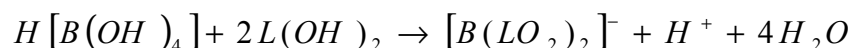
### 13.3. Stanovení $H_3BO_3$

Kyselina boritá je ve vodě velmi slabou jednosytnou kyselinou a proto s vizuální indikací nelze titraci provést a při přímé potenciometrické titraci je obtížné přesně určit inflexní bod na titrační křivce:



Titrace se provádí až po přidání organických polyhydroxysloučenin (glycerinu, příp.

manitou), vznikající komplexní sloučenina (kyseliny glycerino-boritáú má disociační konstantu o 3 řády vyšší než kyselina boritáú:



Přibližnou hodnotu  $pK_a$  kyseliny borité získáme z titrační křivky. Vycházíme z výpočtu  $pK_a$  ze vzorce:

$$pH = pK_a + \log \frac{[H^+]}{[OH^-]}, \text{ přičemž } \log \frac{[H^+]}{[OH^-]} = 0$$

→ pro výpočet  $pK_a$  použijeme vztah  $pK_a = 1/2 V_{ekv} \sim pH$ , z hledem k tomu, koncentrace kyseliny a zásady jsou stejné

### Příprava vzorku:

Vzorek v odm.baňce ( $V_0 = 100$  ml) doplnit po rysku dest.  $H_2O$

↓

- pipetovat 10 ml do vysoké kádinky na 150 ml + teflonové míchadlo + 90 ml dest.  $H_2O$
- pipetovat 10 ml do vysoké kádinky na 150 ml + teflonové míchadlo + 90 ml 20% glycerinu

### Postup stanovení množství $H_3BO_3$ v neznámém vzorku:

- Dlouze podržet tlačítko **F3** na kontrolním panelu, dokud se nedostaneme do hlavní nabídky nastavení konfigurace.
- Krátce podržet tlačítko **F3** na kontrolním panelu, dokud se nedostaneme do nabídky výběru metody stanovení (*parameters sets*) → pomocí šipek (**F4 / F5**) na panelu vybrat metodu „*pH exact weak*“. Výběr potvrdit tlačítky **F1** a **Stop**.
- Krátkým stiskem tlačítka **F3** na kontrolním panelu změnit způsob titrace na *Manual Titration Mode* (manuální titrace).
- Postupně dávkovat pomocí levého tlačítka myši odměrný roztok po 0,5 ml přídavcích a zaznamenávat změnu pH na displeji přístroje. Titraci ukončit po přídavku 20 ml odměrného roztoku. Pravé tlačítko myši slouží k naplnění titrátoru odměrným roztokem. Každou titraci provést 1x.
- Získané hodnoty vyhodnotíme početní Granovou transformací (v tabulkovém procesoru MS Excel), titraci v prostředí glycerinu také metodou grafickou a pomocí druhé derivace.

### Výpočet množství $H_3BO_3$ v neznámém vzorku:

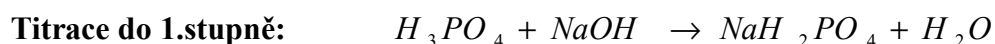
$$M(H_3BO_3) = 61,81 \text{ g/mol}$$

$$m(H_3BO_3) = c(NaOH) \cdot V_{ekv} \cdot M(H_3BO_3) \cdot \frac{V_0}{V_{pip}}$$

## II. KONDUKTOMETRICKÉ TITRACE

Konduktometrické titrace jsou založeny na měření změn vodivosti v průběhu titrace.

### 13.4. Stanovení $H_3PO_4$




#### Příprava vzorku:

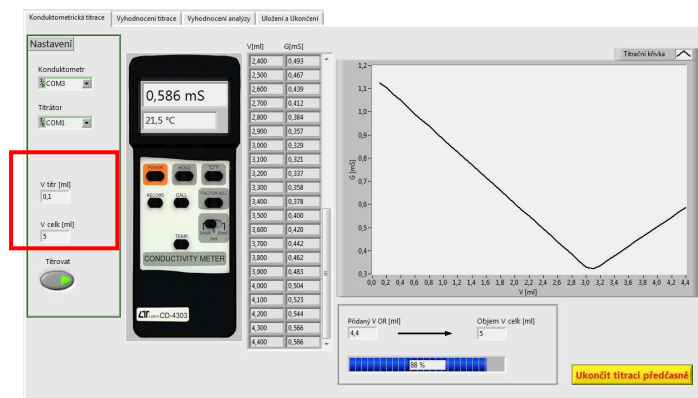
Vzorek v odm.baňce ( $V_0 = 100$  ml) doplnit po rysku dest.  $H_2O$  ( $M(H_3PO_4) = 97,9953$  g/mol)

↓

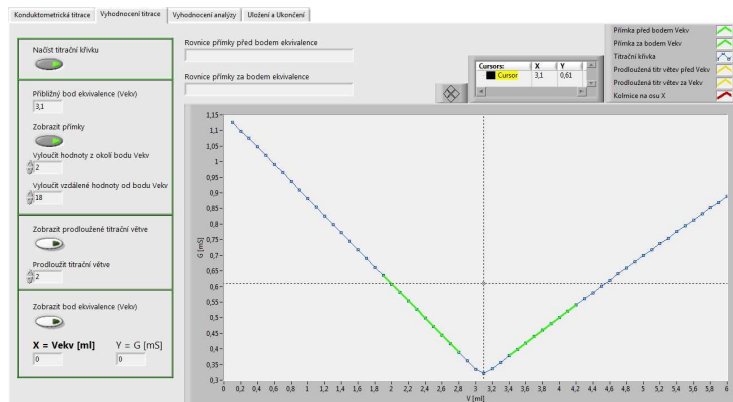
pipetovat 5 ml do kádinky na 250 ml + teflonové míchadlo + cca 200 ml dest.  $H_2O$

#### Postup stanovení množství $H_3PO_4$ v neznámém vzorku pomocí konduktometru Lutron CD-4303 a programu LabView:

1. Připojit konduktometr Lutron CD-4303 přes připojovací modul (černá krabička) přes USB k PC.
2. Vodivostní elektrodu ponořit do roztoku vzorku, zapnout míchání.
3. Zapnout konduktometr tlačítkem POWER, nastavit rozsah měřené vodivosti.
4. Spustit program Konduktometrie → Konduktometrie\_program LabView → Konduktometrie.
5. V *Nastavení* rozkliknout **Konduktometr** (zelený rámeček) → **Refresh** → **COM4**.
6. V *Nastavení* rozkliknout **Titřátor** (zelený rámeček) → **Refresh** → **COM1**.
7. Spustit program kliknutím na ikonu bílé šipky v levém horním rohu .
8. Zadat hodnotu jednotlivého přídávku odměrného roztoku  $V_{\text{titr}}$  (ml) = 0,1 ml a celkový objem odměrného roztoku  $V_{\text{celk}}$  (ml) = 12 ml

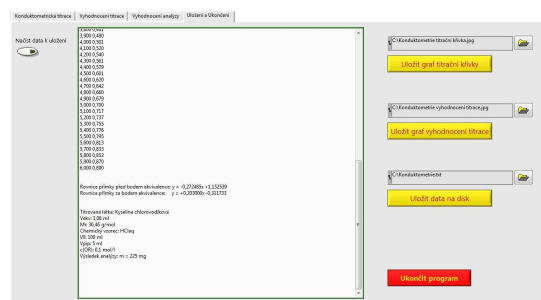


9. Spustit titraci stlačením tlačítka **Titrovat**. Titraci je možné ukončit po zobrazení předpokládaných inflexních bodů tlačítkem ve žlutém rámečku **Ukončit titraci předčasně**.
10. Během měření kontrolovat konduktometr, aby se předčasně nevypnul (ihned znovu zapnout) a také nastavené rozsahy měření.
11. Po ukončení titrace přepnout do záložky **Vyhodnocení titrace** na horní liště.



12. Pomocí tlačítka **Načíst titrační křivku** zobrazit titrační křivku (tlačítko se vysvítí zeleně) a pomocí kurzoru najít přibližný bod ekvivalence (zobrazí se v horním žlutém rámečku).
13. Tuto hodnotu zapsat do pole **Přibližný bod ekvivalence** ( $V_{ekv}$ ) a sepnout tlačítko **Zobrazit přímky** → zobrazí se dvě zelené přímky, které slouží k určení lineární směrnice proložených titračních větví. Pomocí tlačítka **Vyloučit vzdálené body** upravit jednotlivé titrační větve.
14. Tlačítkem **Zobrazit prodloužené titrační větve** se zobrazí dvě černé přímky, které se protínají, současně se zobrazí rovnice regrese v displejích **Rovnice přímky před bodem ekvivalence** a **Rovnice přímky za bodem ekvivalence**.
15. Sepnout tlačítko **Zobrazit bod ekvivalence**  $V_{ekv}$  → zobrazí se červená kolmice a hledaný bod ekvivalence.
16. Pro nalezení dalších inflexních bodů opakujeme celý postup od bodu 12.
17. Pro vyhodnocení přepnout do záložky **Vyhodnocení analýzy** na horní liště.
18. V okně **Organické kyseliny** nebo **Anorganické kyseliny** vybrat titrovanou kyselinu. Vypsat pole **Molární hmotnost (g/mol)**, bod ekvivalence  $V_{ekv}$ , koncentraci odměrného činidla  $c(OR)$  ( $\text{mol/dm}^3$ ),  $V$  **baňky (ml)** ( $V_0 = 100$  ml),  $V$  **pip (ml)** ( $V_{pip} = 5$  ml) a změnit **Jednotku hmotnosti** na mg → stlačit **Vyhodnotit analýzu**.

19. V záložce **Uložení a ukončení** na horní liště → **Editovat data k uložení** → data se načtou do okna k uložení. Uložit data pomocí tlačítka **Uložit na disk** → postupně stlačit „žlutou ikonu Soubor“ a poté „žlutý rámeček **Uložit data na disk**“.



20. Titrační křivku ve formě grafu uložit pomocí **Uložit graf vyhodnocení titrace** → opět postupně stlačit „žlutou ikonu Soubor“ a poté „žlutý rámeček Uložit graf vyhodnocení titrace“.
21. Po uložení dat i grafů ukončit program tlačítkem **Ukončit program** v červeném rámečku. Pokud ukončíme program předčasně, přijdeme o možnost vyhodnocení měření.

#### Výpočet množství $H_3PO_4$ v neznámém vzorku:

**Titrace do 1.stupně:** 
$$m(H_3PO_4) = c(NaOH) \cdot V_{ekv1} \cdot M(H_3PO_4) \cdot \frac{V_0}{V_{pip}}$$

**Titrace do 2.stupně:** 
$$m(H_3PO_4) = c(NaOH) \cdot (V_{ekv2} - V_{ekv1}) \cdot M(H_3PO_4) \cdot \frac{V_0}{V_{pip}}$$

### 13.5. Stanovení $CH_3COOH$

#### Příprava vzorku:

Vzorek v odm.baňce ( $V_0 = 100$  ml) doplnit po rysku dest.  $H_2O$

↓

pipetovat 5 ml do kádinky na 250 ml + teflonové míchadlo + cca 200 ml dest.  $H_2O$

**Výpočet množství  $CH_3COOH$  v neznámém vzorku:**  $M(CH_3COOH) = 60,053$  g/mol

$$m(CH_3COOH) = c(NaOH) \cdot V_{ekv} \cdot M(CH_3COOH) \cdot \frac{V_0}{V_{pip}}$$

**Postup stanovení množství  $CH_3COOH$  v neznámém vzorku pomocí konduktometru Lutron CD-4303 a programu LabView:**

viz. Stanovení  $H_3PO_4$