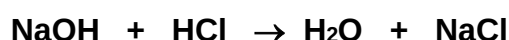
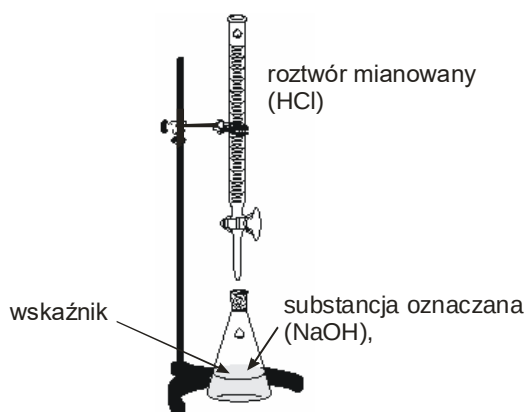


Podstawy analizy ilościowej. Analiza miareczkowa. Alkacymetryczne oznaczanie NaOH.

Analiza miareczkowa jest klasyczną metodą analizy ilościowej. Polega ona na pomiarze objętości roztworu o znanym stężeniu (tzw. **roztworu mianowanego**) zużytego do całkowitego przereagowania z substancją oznaczaną.

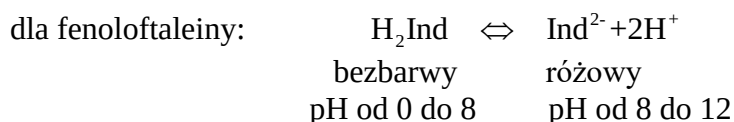
Podstawą oznaczenia NaOH jest reakcja:



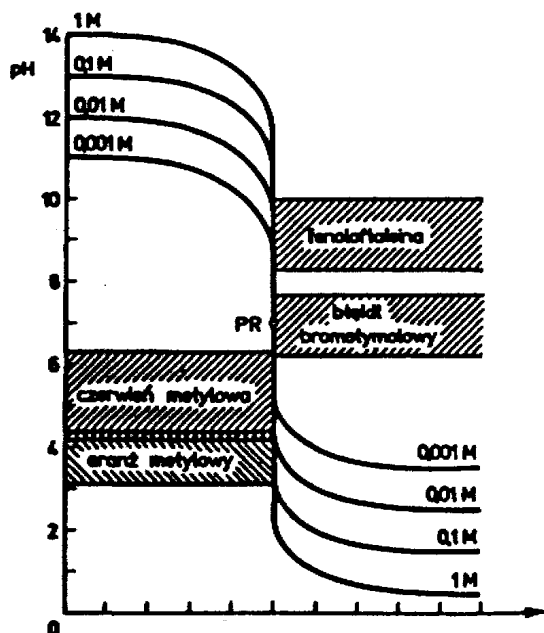
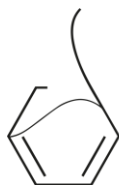
Moment osiągnięcia całkowitego przereagowania substancji nazywany jest **punktem równoważnikowym (PR)**. W praktyce stopniowe dodawanie roztworu mianowanego (**miareczkowanie**) wykonuje się do pewnego momentu zbliżonego do PR, który nazywany jest **punktem końcowym (PK)**.

Zachodzącej podczas oznaczenia alkacymetrycznego reakcji zobojętniania zwykle nie towarzyszą zmiany zewnętrzne, np. zmiana barwy roztworu. Zmienia się natomiast pH. Moment całkowitego przereagowania roztworu miareczkującego z substancją oznaczaną poznać można najprościej po zmianie barwy odpowiednio dobranego **wskaźnika**.

Wskaźnikami (indykatorami) alkacymetrycznymi są substancje organiczne o charakterze słabych kwasów (HInd) lub słabych zasad (IndOH), których niezdisocjowane cząsteczki są inaczej zabarwione niż jony. W roztworach wskaźników ustala się równowaga dynamiczna pomiędzy formami niezdisocjowanymi wskaźników i ich jonami, na którą wpływa pH roztworu miareczkowanego:



Znajomość zmian pH podczas tego typu miareczkowania jest pomocna przy wyborze właściwego wskaźnika. Dla uchwycenia PR należy użyć wskaźnika, który zmienia barwę w zakresie skoku pH na krzywej miareczkowania pH-metrycznego.



W przypadku miareczkowania NaOH za pomocą HCl najbardziej odpowiedni jest błękit bromotymolowy.

Długi, niemal pionowy skok krzywej miareczkowania umożliwia też użycie innych wskaźników, np. fenoloftaleiny lub oranżu metylowego.

I. Przygotowanie mianowanego roztworu HCl

1). Przygotowanie roztworu HCl o przybliżonym stężeniu 0.1 mol/dm³

- Obliczyć ile cm³ stężonego roztworu HCl należy pobrać, aby po rozcieńczeniu wodą otrzymać 250 cm³ roztworu o stężeniu około 0.1 mol/dm³.
- Odmierzyć za pomocą szkła miarowego (pipeta, cylinder lub dozownik) wyliczoną ilość stężonego HCl i przenieść do kolby miarowej na 250 cm³ (kolba wypełniona uprzednio w ok. 1/3 wodą destylowaną). Uzupełnić roztwór do kreski i starannie wymieszać.

2). Przygotowanie mianowanego roztworu KHCO₃

Do nastawiana miana roztworu kwasu solnego wykorzystywany będzie roztwór wodorowęglanu potasu, stanowiący tzw. substancję podstawową (wzorzec). Reakcja przebiegać będzie zgodnie z równaniem:



Roztwór wodorowęglanu potasu powinien mieć podobną molowość co przygotowany roztwór kwasu solnego.

- Obliczyć ile gramów soli KHCO₃ należy odważyć aby przygotować 100 cm³ roztworu o stężeniu 0.1 mol/dm³. $M_{\text{KHCO}_3} = 100.14 \text{ g/mol}$
- Odważyć na wadze analitycznej wyliczoną ilość soli (zapisać wynik ważenia), a następnie przenieść ją ilościowo, z wykorzystaniem lejka i tryskawki, do kolby miarowej na 100 cm³.

- c). Po całkowitym rozpuszczeniu substancji, kolbę uzupełnić wodą do kreski i starannie wymieszać.
- d). Obliczyć miano przygotowanego roztworu KHCO_3 .

3). Ustalenie miana roztworu HCl

- a) Przygotować pipetę: najpierw przepłukać ją wodą, a następnie, w celu usunięcia pozostałości wody, przepłukać roztworem, który będzie odmierzany (KHCO_3).
- b) Do trzech kolb stożkowych odmierzyć pipetą po 20 (lub 25) cm^3 mianowanego roztworu KHCO_3 .
- c) Dodać po 2-3 krople oranżu metylowego.
- d) Przygotować biuretę: przepłukać ją wodą, a następnie przygotowanym roztworem HCl. Następnie uzupełnić biuretę roztworem HCl do „zera”.
- e) Roztwory KHCO_3 miareczkować roztworem HCl do zmiany barwy z żółtego na cebulkową (barwa przejściowa). Zapisać objętości zużytego roztworu HCl.
- f) Obliczyć stężenie molowe (miano) roztworu HCl.

II. Analiza kontrolna - oznaczanie zawartości NaOH w próbce

- a). Otrzymany w kolbie miarowej o objętości 100 cm^3 roztwór do analizy (zawierający NaOH) dopełnić wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać.
- b). Do trzech przepłukanych wodą destylowaną kolb stożkowych odmierzyć przygotowaną pipetą (tzn. przepłukaną wodą i próbką) roztwór próbki. Dodać po dwie krople wskaźnika – oranżu metylowego.
- c). Miareczkować do momentu pierwszej zauważalnej zmiany barwy wskaźnika na cebulkową. Zapisać objętości zużytego roztworu HCl.
- d). Obliczyć stężenie molowe roztworu NaOH oraz masę wodorotlenku sodu w kolbie miarowej otrzymanej do analizy.