

STANOVENÍ CHLORIDŮ

Odměrné argentometrické stanovení chloridů podle Mohra

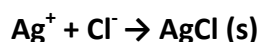
Cíl práce

Stanovte titr odměrného standardního roztoku dusičnanu stříbrného titrací 5 ml standardního srovnávacího roztoku chloridu sodného odpovídající koncentrace, zředěného na 50 ml demineralizovanou vodou.

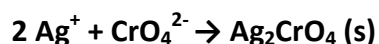
Stanovte koncentraci chloridů v neznámých vzorcích.

Princip

Chloridy se titrují odměrným roztokem dusičnanu stříbrného v neutrálním nebo mírně alkalickém prostředí (pH 6,5-10,5) za vzniku málo rozpustného chloridu stříbrného. Konec titrace je indikován indikátorem chromanem draselným. Sraženina chloridu stříbrného je bílá, chromanu stříbrného červenohnědá. Chroman stříbrný je rozpustnější než chlorid stříbrný, proto při titraci probíhá nejprve reakce



tj. v roztoku se vytvoří bílá sraženina chloridu stříbrného. Po vysrážení veškerého chloridu ze vzorku vody, tj. těsně po dosažení bodu ekvivalence, proběhne reakce podle rovnice



tj. vytvoří se červenohnědá sraženina chromanu stříbrného.

Rozsah stanovení

Metoda je vhodná ke stanovení chloridů o koncentracích 10 - 200 mg · l⁻¹ při užití odměrného roztoku dusičnanu stříbrného o 0,05 mol · l⁻¹

Činidla

Dusičnan stříbrný

Odměrný roztok dusičnanu stříbrného o koncentraci 0,05 mol · l⁻¹ se připraví z normalanu AgNO₃ podle návodu.

Chlorid sodný

Zásobní roztok o koncentraci 1 g · l⁻¹ chloridových iontů.

Chroman draselný, 5% indikátorový roztok

50 g K₂CrO₄ se rozpustí v malém objemu demineralizované vody a přidává se roztok dusičnanu stříbrného až do okamžiku, kdy začne vznikat červenohnědá sraženina. Po dvou hodinách stání se roztok zfiltruje a doplní do 1 litru demineralizovanou vodou.

Hydroxid sodný

roztok NaOH o koncentraci 0,1 mol · l⁻¹.

Kyselina sírová

roztok H_2SO_4 o koncentraci $0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$.

Postup měření

- 1) Odpipetujte **50 ml vzorku** do kádinky a změřte pH vzorku.
- 2) Pokud pH hodnota vzorku není v rozmezí pH 6,5-10,5; pak je nutno upravit pH hodnotu vzorku nejlépe na pH 8-8,5. Úprava pH se provádí pomocí roztoku **hydroxidu sodného**, případně roztoku **kyseliny sírové**.
- 3) Vzorek převedte do titrační baňky, přidejte **1 ml roztoku chromanu draselného** a za stálého míchání titrujte vzorek **odměrným roztokem dusičnanu stříbrného** do prvního trvalého přechodu barvy ze **světležluté do oranžovohnědé**.
- 4) Stejným způsobem proveďte **slepé stanovení s 50 ml demineralizované vody**.

Výpočet

Molární koncentrace chloridů ve vzorku se vypočte dle vzorce:

$$c(\text{Cl}^-) = \frac{(V_e - V_s) \cdot c(\text{AgNO}_3) \cdot 10^3}{V_0} \quad [\text{mmol} \cdot \text{l}^{-1}]$$

$c(\text{Cl}^-)$	molární koncentrace chloridů ve vzorku v mmol · l ⁻¹
V_e	spotřeba odměrného roztoku dusičnanu stříbrného při titraci vzorku v ml
V_s	spotřeba odměrného roztoku dusičnanu stříbrného při slepém stanovení v ml
V_0	původní objem vzorku při titraci v ml
$c(\text{AgNO}_3)$	koncentrace odměrného roztoku dusičnanu stříbrného v mol · l ⁻¹

Hmotnostní koncentrace chloridů ve vzorku se vypočte dle vzorce:

$$k(\text{Cl}^-) = c(\text{Cl}^-) \cdot 35,45 \quad [\text{mg} \cdot \text{l}^{-1}]$$

$k(\text{Cl}^-)$	hmotnostní koncentrace chloridů ve vzorku v mg · l ⁻¹
$c(\text{Cl}^-)$	molární koncentrace chloridů ve vzorku v mmol · l ⁻¹
35,45	molární hmotnost chloridového iontu v g · mol ⁻¹

STANOVENÍ VÁPNIKU A HOŘČÍKU

Společné chelatometrické stanovení vápníku a hořčíku chelatonem 3

Cíl práce

Stanovte titr odměrného standardního roztoku chelatonu 3 titrací 5 ml standardního srovnávacího roztoku hořečnatých iontů odpovídající koncentrace, zředěného na 50 ml demineralizovanou vodou.

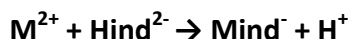
Stanovte koncentraci vápenatých a hořečnatých iontů v neznámých vzorcích.

Princip

Pro chelatometrickou titraci se používá dvojsodná sůl kyseliny ethylendiamintetraoctové (chelaton 3). Chelaton 3 reaguje s kovovými ionty za vzniku ve vodě rozpustných komplexních aniontů $M^{II}Y^{2-}$ nebo $M^{III}Y^{-}$ a zároveň se uvolňují ionty H^{+} . Rovnováhy jsou tedy ovlivňovány koncentrací vodíkových iontů a je nutno používat tlumivých roztoků.

Pro určení bodu ekvivalence chelatometrické titrace se využívá metalochromního indikátoru **eriochromové černi T** (schematicky Na_2Hind), který tvoří v prostředí amoniakálního tlumivého roztoku při pH10 s vápenatými a hořečnatými ionty vínově červený komplex, $Mind^{-}$, přičemž vápenatý komplex je podstatně méně vybarven.

Při titraci chelatonem 3 (Na_2H_2Y) tvoří vápenaté a hořečnaté ionty s aniontem H_2Y^{2-} podstatně stabilnější bezbarvé komplexy MY^{2-} a ke konci titrace tvoří uvedené komplexy



V průběhu titrace chelaton 3 nejprve reaguje s volnými vápenatými a hořečnatými kationty v roztoku a potom dochází k přechodu nejprve vápenatých kationtů vázaných indikátorem do komplexu s chelatonem 3. Z důvodu stability komplexů teprve na druhém místě dochází k vytěsnění hořečnatých iontů. Barevný přechod je tedy určen reakcí:



Tento přechod v případě hořčíku poskytuje mnohem výraznější zabarvení, než v případě vápenatých iontů. Jestliže vzorek sám neobsahuje ionty Mg^{2+} nebo jen jejich malé množství, je nutno při chelatometrické titraci s eriochromovou černí T zlepšit ostrost barevného přechodu přidávkou chelátu hořečnatého do tlumivého roztoku.

Rušivé vlivy

Stanovení je rušeno ionty kovů, které reagují s Chelatonem 3 (Sr, Ba, Zn, Pb, Cd, Mn) nebo blokují indikátor (Co, Ni, Cu, Al, Fe).

Činidla

Chelaton 3

Odměrný roztok o koncentraci $0,05 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ disodné soli kyseliny ethylendiamintetraoctové se připraví z normálu chelatonu 3 podle návodu.

Standardní roztok hořečnatých iontů

Standardní roztok o koncentraci $1 \text{ g} \cdot \text{l}^{-1}$ hořečnatých iontů.

Tlumivý roztok o pH 10

54 g NH_4Cl se rozpustí v 100 ml demineralizované vody, přidává se 350 ml vodného roztoku amoniaku a doplní se na 500 ml.

Eriochromová čern T, indikátor

Připraví se smícháním 0,5 g eriochromové černi T se 100 g NaCl a dobrým rozetřením.

Postup měření

- 1) Odpipetujte **50 ml vzorku**
- 2) Vzorek převedte do titrační baňky, přidejte **5 ml tlumivého amoniakálního roztoku**
- 3) Roztok dokonale promíchejte.
- 4) Přidejte tolik indikátoru **eriochromové černi T**, aby se roztok zbarvil zřetelně **vínově**.
- 5) Za stálého míchání titrujte vzorek **odměrným roztokem chelatonu 3** do **modrého zbarvení**. Během titrace je nutno postupovat poměrně rychle, aby nedošlo k rozrušení indikátoru, který není ve vodném roztoku příliš stabilní.

Výpočet molární koncentrace vápenatých a hořečnatých iontů ve vzorku

$$c(\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}) = \frac{V_e \cdot c_{\text{Ch3}} \cdot 10^3}{V_0} \quad [\text{mmol} \cdot \text{l}^{-1}]$$

$c(\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+})$

c_{Ch3}

V_e

V_0

molární koncentrace vápenatých a hořečnatých iontů v **$\text{mmol} \cdot \text{l}^{-1}$**

koncentrace odměrného roztoku Chelatonu 3 v **$\text{mmol} \cdot \text{l}^{-1}$**

spotřebovaný objem odm. roztoku Chelatonu 3 do konce titrace v **ml**

objem vzorku použitý k analýze v **ml**

Chelatometrické stanovení vápníku chelatonem 3

Činidla

Chelaton 3

Odměrný roztok o koncentraci $0,05 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ disodné soli kyseliny ethylendiamintetraoctové se připraví z normálu chelatonu 3 podle návodu.

Standardní roztok vápenatých iontů

Standardní roztok o koncentraci $1 \text{ g} \cdot \text{l}^{-1}$ vápenatých iontů.

Hydroxid draselný, $c(\text{KOH}) = 5 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$

280 g KOH se rozpustí v demineralizované vodě a po ochlazení se doplní do 1 litru.

Indikátorová směs

0,25 g murexidu se přidá k 50 g chloridu sodného a směs se dokonale rozetře.

Kyselina chlorovodíková $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$

Hydroxid sodný, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$

Postup měření

- 1) Odpipetujte **100 ml vzorku a změřte pH roztoku**
- 2) Podle změřené hodnoty pH roztoku upravte vzorek **roztokem kyseliny chlorovodíkové, případně roztokem hydroxidu sodného.**
 - a. **Kyselý vzorek** upravte hydroxidem sodným v množství ekvivalentním $\text{ZnK}_{8,3}$.
 - b. **Ke vzorku s hodnotou $\text{KNK}_{4,5} > \text{než } 5 \text{ mmol} \cdot \text{l}^{-1}$** přidejte ekvivalentní množství kyseliny chlorovodíkové, vzorek se povařte 3 minuty a ochlaďte (případně místo varu nechte vzorek probublat vzduchem).
- 3) Vzorek převedte do titrační baňky, přidejte **2 ml roztoku KOH**
- 4) Roztok dokonale promíchejte.
- 5) Přidejte tolik **indikátorové směsi**, aby se roztok zbarvil do zřetelně **růžového odstínu**
- 6) Za stálého míchání titrujte vzorek **odměrným roztokem chelatonu 3** do **fialového zbarvení**. Během titrace je nutno postupovat poměrně rychle, aby nedošlo k rozrušení indikátoru, který není ve vodném roztoku příliš stabilní.

Výpočet molární koncentrace vápenatých iontů ve vzorku

$$c(\text{Ca}^{2+}) = \frac{V_e \cdot c_{\text{Ch3}} \cdot 10^3}{V_0} \quad \left[\text{mmol} \cdot \text{l}^{-1} \right]$$

$c(\text{Ca}^{2+})$	molární koncentrace vápenatých iontů v $\text{mmol} \cdot \text{l}^{-1}$
c_{Ch3}	koncentrace odměrného roztoku Chelatonu 3 v $\text{mmol} \cdot \text{l}^{-1}$
V_e	spotřebovaný objem odměrného roztoku Chelatonu 3 do konce titrace v ml
V_0	objem vzorku použitý k analýze v ml

Výpočet hmotnostní koncentrace vápenatých iontů ve vzorku

$$k(\text{Ca}^{2+}) = c(\text{Ca}^{2+}) \cdot 40,08 \quad [\text{mg} \cdot \text{l}^{-1}]$$

$k(\text{Ca}^{2+})$	hmotnostní koncentrace vápenatých iontů ve vzorku v $\text{mg} \cdot \text{l}^{-1}$
$c(\text{Ca}^{2+})$	molární koncentrace vápenatých iontů ve vzorku v $\text{mmol} \cdot \text{l}^{-1}$
40,08	molární hmotnost vápenatého iontu v $\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$

Chelatometrické stanovení hořčíku diferenční metodou

Na základě zjištěných koncentrací $c(\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+})$ a $c(\text{Ca}^{2+})$ se vypočte koncentraci hořečnatých iontů ve vzorku.

Výpočet molární koncentrace hořečnatých iontů ve vzorku

$$c(\text{Mg}^{2+}) = c(\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}) - c(\text{Ca}^{2+}) \quad [\text{mmol} \cdot \text{l}^{-1}]$$

$c(\text{Mg}^{2+})$	molární koncentrace hořečnatých iontů ve vzorku v $\text{mmol} \cdot \text{l}^{-1}$
$c(\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+})$	molární koncentrace vápenatých a hořečnatých iontů v $\text{mmol} \cdot \text{l}^{-1}$
$c(\text{Ca}^{2+})$	molární koncentrace vápenatých iontů ve vzorku v $\text{mmol} \cdot \text{l}^{-1}$

Výpočet hmotnostní koncentrace hořečnatých iontů ve vzorku

$$k(\text{Mg}^{2+}) = c(\text{Mg}^{2+}) \cdot 24,305 \quad [\text{mg} \cdot \text{l}^{-1}]$$

$k(\text{Mg}^{2+})$	hmotnostní koncentrace hořečnatých iontů ve vzorku v $\text{mg} \cdot \text{l}^{-1}$
$c(\text{Mg}^{2+})$	molární koncentrace hořečnatých iontů ve vzorku v $\text{mmol} \cdot \text{l}^{-1}$
24,305	molární hmotnost hořečnatého iontu v $\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$