

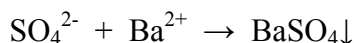
LABORATORNÍ STANOVENÍ SÍRANŮ VE VODNÉM ROZTOKU

Cílem práce je stanovit koncentraci síranů v neznámém vzorku postupem A, B a C a porovnat jednotlivé metody mezi sebou.

Protokol musí obsahovat veškeré výpočty koncentrací, včetně stanovení koncentrace titračního roztoku $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$. Dále musí obsahovat graf s kalibrační křivkou pro nefelometrické stanovení s proloženou spojnicí trendu, její rovnicí a hodnotu spolehlivosti.

A. Vážkové stanovení síranů

Princip gravimetrické metody je založený na tvorbě prakticky nerozpustné sraženiny síranu barnatého ve slabě kyselém prostředí



Sraženina se odfiltruje, společně s filtračním papírem se spálí v porcelánovém kelímku a poté se vyžihá v peci při 750°C konstantní hmotnosti. Mezi rušivé vlivy patří přítomnost nerozpuštěných a koloidních látek, křemičitanů, siřičitanů, Fe, Cr, alkalických kovů ve vysokých koncentracích a příliš nízké pH.

Metoda je vhodná **pro koncentrace 10 – 100 mg/l**.

Pomůcky: Vodní lázeň

Kádinky (400 ml)

Porcelánové kelímky

Filtrační papír (modrý pruh) a rychlofiltrační nálevka

Sušárna, exsikátor, pec

Chemikálie: **HCl p.a.** – koncentrovaná

BaCl₂ – roztok 10% hmot. (1ml stačí k vysrážení cca 40 mg SO_4^{2-})

AgNO₃ – titrační roztok

Methyloranž – roztok indikátoru

NH₃ - roztok

Stanovení proved'te minimálně dvě a to paralelně

POSTUP

Ke 200 ml vzorku v kádince přidáme dvě kapky methylované a roztok zneutralizujeme roztokem NH_3 nebo HCl (žlutá barva), přidáme 1 ml koncentrované HCl , zahřejeme k varu a za stálého míchání přidáme najednou 10 ml horkého roztoku BaCl_2 (předem zředěného demi vodou na cca 100 ml) a 1 minutu intenzivně mícháme, po té směs zahříváme asi 1 hodinu na vodní lázni. Pak necháme směs stát 1 hodinu při laboratorní teplotě.

Do směsi přidáme pár kapek roztoku tenzidu a sraženinu odfiltrujeme přes filtr (390) v rychlofiltrační nálevce. Sraženinu promýváme demineralizovanou vodou do vymizení reakce na chloridy ve filtrátu (stanovení pomocí roztoku AgNO_3).

Vlhký filtr se sraženinou vložíme do porcelánového kelímku, nejprve vysušíme v sušárně při 105°C , zpopelníme pomocí plamene a po té vložíme do předem vyhřáté pece a vyžeháme. Po vychladnutí zvážíme kelímek se sraženinou a poté samotný kelímek.

Výpočet koncentrace síranů:

$$c(\text{SO}_4^{2-}) = (f * m_{\text{BaSO}_4} * 10^3) / V_V * M_{\text{SO}_4^{2-}} \quad [\text{mmol.l}^{-1}]$$

$$k(\text{SO}_4^{2-}) = (f * m_{\text{BaSO}_4} * 10^3) / V_V \quad [\text{mg.l}^{-1}]$$

f stechiometrický přepočítávací faktor (0,411)

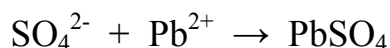
$$m_{\text{BaSO}_4} = m(\text{kelímek se sraženinou}) - m(\text{kelímek}) \quad [\text{g}]$$

$M_{\text{SO}_4^{2-}}$ molekulová hmotnost SO_4^{2-} (= 96,064 g/mol)

V_V objem vzorku pro stanovení [l]

B. Stanovení síranů titrací

Principem stanovení je reakce síranového aniontu s kationtem Pb^{2+} podle rovnice:



Vzniklý síran olovnatý je málo rozpustný a jeho rozpustnost se ještě snižuje pokud je titrace prováděna v prostředí acetonu nebo etanolu. Přebytek kationtů Pb^{2+} pak reaguje s indikátorem dithizonem za vzniku nerozpustného komplexu. Konec titrace je indikován změnou barvy ze zelené do fialově červené.

Metoda je vhodná **pro koncentrace síranů nad 50 mg/l.**

Pomůcky: Skleněná kolona naplněná katexem v H^+ formě
Erlenmayerovy baňky (100 ml)
Automatická byreta

Chemikálie: **Pb(NO₃)₂ p.a.** – titrační roztok o koncentraci $c = 0,01 \text{ mol.l}^{-1}$. (3,312 g Pb(NO₃)₂ p.a. vysušeného při 180°C 2 hodiny rozpustíme v demi vodě, přidáme 4 ml konc. HNO₃ a doplníme do jednoho litru)
Na₂SO₄ p.a. – roztok na stanovení titru o $c = 0,01 \text{ mol.l}^{-1}$. (1,4205 g vysušeného Na₂SO₄ při 200°C rozpustíme v demi vodě, doplníme na 1 litr).
Roztok je nutné upravit prokapáním přes katex v H^+ formě.
Dithizon – indikátorová směs (dithizon se smísí s kyselinou benzoovou v poměru 1 : 50 a rozetře na jemný prášek)
Etanol nebo aceton p.a.
HCl – roztok o koncentraci 2 mol.l^{-1} – na převedení katexu do H^+ formy.

POSTUP

Vzorek (cca 250 ml) prokapeme přes kolonu naplněnou katexem v H^+ formě, rychlostí asi 5 ml za minutu. Necháme protéct asi 80 ml vzorku poté do suché baňky zachytíme zbytek protékajícího vzorku, z eluátu odpipetujeme 10 ml vzorku do Erlenmayerovy baňky přidáme dvojnásobný objem acetonu nebo etanolu a tolik práškového indikátoru, aby barva směsi byla výrazně modrozelená, a titrujeme odměrným roztokem Pb(NO₃)₂ do fialově červené barvy. POZOR barevný přechod je vidět nejlépe při denním světle, světlo zářivek může pod ekvivalence zkreslit. Pro zjištění barevného přechodu je dobré provést titraci na demi vodě (slepé stanovení se kterým se ve výsledku nepočítá)

Titraci proved'te minimálně dvakrát

Po použití katexu je nutné ho převést zpět do H^+ formy a to použitím 150 ml o koncentraci 2 mol.l^{-1} s polovičním průtokem než při sorpci, poté se katex promyje demi vodou (cca 150 ml).

Výpočet koncentrace síranů:

$$c(SO_4^{2-}) = V_e * c(Pb(NO_3)) * f_t * 10^3 / V_0 \quad [\text{mmol.l}^{-1}]$$

$$k(SO_4^{2-}) = V_e * c(Pb(NO_3)) * f_t * M_{SO_4^{2-}} * 10^3 / V_0 \quad [\text{mg.l}^{-1}]$$

f_t titrační faktor (1)

$M_{SO_4^{2-}}$...molekulová hmotnost SO_4^{2-} (= 96,064 g/mol)

V_0 objem vzorku pro stanovení [ml]

V_e spotřeba titračního roztoku [ml]

C. Nefelometrické fotometrické stanovení síranů

Stanovení absorpční spektrometrií je založeno na reakci síranů s chloridem barnatým za vzniku bílého zákalu síranu barnatého, kdy intenzita zbarvení je úměrná koncentraci síranů ve vzorku. Metoda je spolehlivá **do koncentrace síranů 50 mg/l**.

Pomůcky: Spektrofotometr

3 cm kyveta

Kádinky (100 ml)

Stopky

Chemikálie: **BaCl₂ p.a.** – pevný

roztok na sírany – 240 g NaCl + 20 ml koncentrované HCl doplněné na 1 litr destilovanou vodou, uchováváme v PE lahvi.

Na₂SO₄ – roztok o koncentraci 1g/l pro přípravu kalibračních roztoků. (1,478 g vysušeného Na₂SO₄ při 200°C rozpustíme v demi vodě, doplníme na 1 litr)

POSTUP

Do kádinky se odpipetujeme 25 ml vzorku (nebo vzorku zředěného na 25 ml destilovanou vodou). Současně přidáme 5 ml roztoku „na sírany“, a speciální odměrkou pevný BaCl₂. Směs 45 sekund intenzivně mícháme a pak necháme stát 4 minuty. Potom opět 30 sekund mícháme a ihned změříme absorbanci vzorku při vlnové délce 570 nm v 3 cm kyvetě.

Koncentraci neznámého vzorku stanovte minimálně dvakrát

Stejným způsobem provedeme stanovení u vzorku s destilovanou vodou (slepé stanovení) a u kalibračních roztoků o koncentraci 1 – 50 mg/l.

Do grafu zanešte absorbance kalibračních roztoků (minimálně 5 bodů) zmenšené o absorbanci slepého stanovení, body proložte spojnici trendu a z její rovnice vypočtete koncentraci síranů v neznámém vzorku.