

MIARECZKOWANIE KWASOWO-ZASADOWE

Ćwiczenie składa się z dwóch części. W pierwszej należy przygotować roztwór NaOH i nastawić jego miano. W drugiej części należy, przy wykorzystaniu przygotowanego roztworu, określić stężenia każdego z trzech roztworów kontrolnych zawierających kwasy: siarkowy, solny i octowy.

UWAGA! - wodorotlenek sodowy jest silnie żrącą substancją. Unikać kontaktu ze skórą, substancję nabierać wyłącznie przeznaczoną do tego celu metalową łyżką. W razie ewentualnego kontaktu ze skórą umyć natychmiast ręce pod bieżącą wodą! CHRONIĆ OCZY ZARÓWNO PRZED STAŁYM PREPARATEM JAK I PRZED JEGO ROZTWOREM WODNYM!!!

1. Przygotowanie roztworu NaOH o znanym stężeniu. Postępowanie składa się z trzech kroków.

a) W zlewce o pojemności 100 cm³ naważyć (na wadze technicznej) około 10.0 g stałego wodorotlenku sodu NaOH. Do zlewki dodać następnie około 30 cm³ wody destylowanej aby rozpuścić granulki stałego NaOH; otrzymany roztwór przelać przez lejek do kolby miarowej o pojemności 250 cm³. Zlewkę przepłukać (kilka razy) wodą destylowaną, wodę po przepłukaniu także przelać przez lejek do tej samej kolby. Na koniec uzupełnić zawartość kolby miarowej wodą destylowaną do kreski, starannie wymieszać.

b) W kolbie miarowej 100 cm³ naważyć (na wadze analitycznej, z dokładnością 1 mg) około 0.65 g kwasu szczawowego. Do kolby dodać wody destylowanej do około $\frac{3}{4}$ objętości kolby, wymieszać. Po rozpuszczeniu się kwasu uzupełnić wodą destylowaną dokładnie do kreski i powtórnie starannie wymieszać. Znając wartość naważki kwasu należy teraz obliczyć dokładne stężenie roztworu; wyrazimy je w gramorównoważnikach na dm³ roztworu (czyli podamy je jako stężenie normalne).

c) Do kolbki stożkowej 100 cm³ pobrać pipetą dokładnie 10 cm³ przygotowanego roztworu kwasu szczawowego. Dodać około 20 - 30 cm³ wody, 2 - 3 krople roztworu wskaźnika (fenoloftaleiny) i miareczkować przygotowanym wcześniej roztworem zasady. Podczas poprawnie prowadzonego procesu miareczkowania zmiana barwy roztworu (pojawienie się różowo-fioletowego zabarwienia) powinna zachodzić od jednej kropli dodanego roztworu użytego do miareczkowania. Korzystne jest postawienie obok (na tle białego papieru) zlewki 50 cm³ z wodą destylowaną do której dodane zostały: 1 kropla roztworu zasady i 2 krople fenoloftaleiny; jest wówczas bezpośrednio widoczne oczekiwane zabarwienie roztworu w momencie końca miareczkowania. Oznaczenie należy powtórzyć trzykrotnie, przy czym poszczególne wyniki nie powinny się różnić więcej niż o 0.1 cm³. Obliczyć średnią z trzech zgodnych wyników oraz obliczyć stężenie (normalne) roztworu zasady użytego do miareczkowania.

2. Oznaczanie stężeń roztworów kontrolnych. Dysponując „mianowanym” (tzn. o dokładnie znanym stężeniu) roztworem zasady, należy teraz określić stężenia trzech otrzymanych roztworów kontrolnych, zawierających każda jeden z trzech kwasów (solny, siarkowy i octowy) o nieznanach stężeniach. W tym celu do kolbki stożkowej 100 cm³ pobrać dokładnie 10 cm³ badanego roztworu, dodać około 20 - 30 cm³ wody i miareczkować roztworem zasady wobec fenoloftaleiny; każde oznaczenie powtórzyć trzykrotnie. Obliczyć i podać stężenie każdego z badanych roztworów, podając je jako stężenie molowe oraz jako stężenie procentowe (gęstość roztworu przyjąć równą gęstości wody). Dodatkowo wykonać powtórnie miareczkowanie kwasu octowego używając błękitu bromotymolowego jako wskaźnika.

Potrzebne szkło laboratoryjne (zestaw dla 2 – 3 osób):

kolba miarowa 100 cm³ – 1 sztuka

kolba miarowa 250 cm³ – 1 sztuka

kolbki stożkowe do miareczkowania, 100 cm³ – 3 sztuki

zlewka 100 cm³ – 1 sztuka

zlewki 50 cm³ – 1 sztuka

biureta 20 – 25 cm³ – 1 sztuka

pipeta 10 cm³ – 1 sztuka

Wyposażenie: mieszadło magnetyczne, waga techniczna, waga analityczna. Odczynniki: kwas szczawiowy, wodorotlenek sodu NaOH (stały). Wskaźniki: błękit bromotymolowy (zmiana koloru przy pH 6.0 – 7.6), fenoloftaleina (zmiana koloru przy pH 8.2 – 10.0), wskaźnik Taschiro (mieszanina wskaźników, zmiany koloru przy pH 4.2 – 5.4 – 6.2)

UWAGI

1. Jako substancji wzorcowej do dokładnego oznaczenia stężenia roztworu zasady użyty został kwas szczawiowy. Kwas ten krystalizuje w postaci hydratu (COOH)₂·2H₂O, o dobrze zdefiniowanym składzie, dlatego jest chętnie stosowany jako wzorzec przy oznaczaniu stężeń. Innymi często stosowanymi wzorcami są: węglan sodowy, Na₂CO₃, wodorowęglan potasowy, KHCO₃, wodoroftalan potasowy, kwas benzoesowy i inne. Preparaty te w większości są higroskopijne i dlatego wymagają starannego przestrzegania określonych norm postępowania: suszenia w ściśle określonej temperaturze, przechowywania w eksykatorze, czasem – jak w przypadku wodorowęglanu potasu – także w atmosferze CO₂. Kwas szczawiowy (a także kwas benzoesowy) jest wolny od tych ograniczeń, dlatego został wybrany w charakterze wzorca.

2. Ważenie na wadze analitycznej. Dokładną naważkę kwasu szczawiowego najłatwiej uzyskać w następujący sposób: na kawałku bibuły zważyć – na wadze technicznej – żądaną ilość (około 0.65 g) preparatu. Następnie na wadze analitycznej zważyć dokładnie pustą kolbę, przesypać do niej preparat oraz zważyć powtórnie; z różnicy mas odczytamy dokładną wartość naważki.

3. Wskaźniki – rolą wskaźnika podczas miareczkowania kwasowo-zasadowego jest sygnalizowanie zmiany pH roztworu. Zasadniczo wskaźnik powinien zmieniać swe zabarwienie po przekroczeniu granicznej wartości pH = 7. Jednak podczas miareczkowania np. słabego kwasu mocną zasadą wartość pH w punkcie równoważnikowego zobojętnienia może dość znacznie odbiegać od wartości 7.0, a to na skutek zjawiska hydrolizy. Dlatego też istotny jest dobór odpowiedniego wskaźnika do analizowanego układu.

4. Miareczkowanie korzystnie jest wykonywać (zawsze!) obserwując zabarwienie roztworu na białym tle; może to być bibuła lub biały papier. Obok powinna stać kolbka lub zlewka zawierająca roztwór o pH odpowiadającemu spodziewanemu punktowi końcowemu miareczkowania z dodanym wskaźnikiem. Podczas miareczkowania porównujemy zabarwienia obu roztworów, prowadząc proces do momentu zrównania się barw w obu naczyniach.