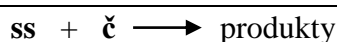


Odměrné metody (volumetrie, titrační metody)

Úvod a rozdělení odměrných metod

Princip: stanovená složka (**ss**) v roztoku reaguje s roztokem činidla (**č**) (odměrným roztokem) za vzniku produktů



Úkolem stanovení je stanovit m_{ss} (g), příp. p_{ss} (%). Proto je nutné:

- přesně určit okamžik, ve kterém **ss** právě úplně zreaguje s činidlem **č**. – tzv. **bod ekvivalence** (ekvivalentní bod) – dále jen b. e.,
- znát přesnou koncentraci (mol/dm^3) odměrného roztoku (na 4 des. místa),
- přesně určit spotřebu (objem) odměrného roztoku činidla v b. e.,

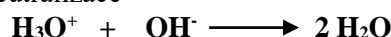
Podmínkou reakce mezi **ss** a **č** je, že

- reakce probíhá kvantitativně,
- je znám reakční mechanismus,
- reakce probíhá dostatečně rychle,
- je možné s dostatečnou přesností zjistit b. e.

Podle povahy reakcí rozlišujeme odměrné metody

- neutralizační** – acidimetrické a alkalimetrické, základem je neutralizace,
- sražecí** – metody jsou založené na reakcích, při nichž vznikají málo rozpustné sloučeniny, např. argentometrie,
- založené na vzniku komplexních nebo málo disociovaných sloučenin**, např. merkurimetrie, chelatometrie,
- oxido-redukční** – využívají redoxní děje, např. *oxidimetrie* (manganometrie, bichromatometrie, jodometrie a titrace thiosíranem sodným), *reduktometrie* (např. titanometrie).

Ad a) základem je neutralizace



acidimetrie – stanovení zásad odměrným roztokem kyselin (činidlem je kyselina),

alkalimetrie – stanovení kyselin odměrným roztokem zásad (činidlem je zásada).

Ad b) vznikající sraženiny musí být dobře definovatelné. Nejznámější metodou je metoda založená na vzniku nerozpustných sloučenin stříbra – **argentometrie**. Touto metodou se proto titrací odměrným roztokem AgNO_3 dají stanovit ionty Cl^- , Br^- , I^- , CN^- a CNS^- , titrací odměrným roztokem NaCl pak ionty Ag^+ .

Ad c) **merkurimetrie** – je založená na vzniku velmi málo disociovaných nebo komplexní sloučenin rtuti s ionty halogenidovými, rhodanidovými CNS^- , kyanidovými CN^- , které je tedy možno přímo stanovit titrací odměrným roztokem dusičnanu nebo chloristanu rtuťnatého $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$, resp. $\text{Hg}(\text{ClO}_4)_2$. Opačně titrací roztokem NaCl lze stanovit ionty rtuťnaté Hg^{2+} .

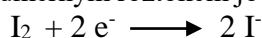
chelatometrie – je metoda založena na vzniku komplexních sloučenin s tzv. chelatony neboli komplexony. Této metody používáme pro stanovení některých kationtů jako Ca^{II+} , Mg^{II+} , Ni^{II+} , dále Zn^{II+} , Cd^{II+} , Cu^{II+} , Fe^{II+} a některé další.

Ad d) **manganometrie** – je založená na oxidačních schopnostech KMnO_4 v kyselém prostředí. Odměrným roztokem je roztok KMnO_4 . Manganometricky se dají stanovit např. peroxid vodíku, ionty Fe^{II+} , ferrokyanidy, sloučeniny As^{III+} a Sb^{III+} , Sn^{II+} , Tl^{I+} , siřičitany, thiosíranu a další. Také lze stanovit i organické látky jako kys. šťavelovou a šťavelany, hydroxykyseliny a alkoholy a další.

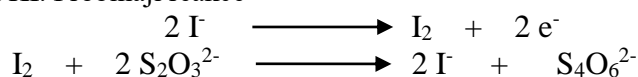
Bichromatometrie – je založená na oxidačních schopnostech $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ v kyselém prostředí. Stanovit se dají Fe^{II+} , Cu^{I+} , Sn^{II+} , sloučeniny uraničité, titanité, dále jodidy, siřičitany, z organických sloučenin pak např. hydrochinon, methanol, ethanol a další.

Jodometrie a titrace thiosíranem sodným – jsou metody založené na schopnosti jodu redukovat se na jodidy a opačně na schopnosti jodidů snadno se oxidovat na jod. Ten snadno stanovíme titrací odměrným roztokem thiosíranu sodného $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

Jodometrie – je přímá titrace odměrným roztokem jodu, kdy se jod redukuje na jodid



Titrace thiosíranem sodným – zjišťujeme zpětně množství vyloučeného jodu, který vznikne reakcí **ss** s nadbytkem KI . Probíhají reakce



Z výše uvedených rovnic je zřejmé, že počet molů jodidu je stejný jako počet molů thiosíranu. Zjistíme tak množství jodidu potřebné k redukci dané ss. Indikátorem obou stanovení je škrobový maz.

Titrací jodem lze přímo stanovit např. sloučeniny As^{III} a Sb^{III} , Sn^{II} , Cu^{I} , z organických látek např. formaldehyd.

Titrací thiosíranem lze stanovit např. volné halogeny (chlor, brom), bromidy, jodidy, manganistany, chromany a dichromany, peroxid vodíku a další.

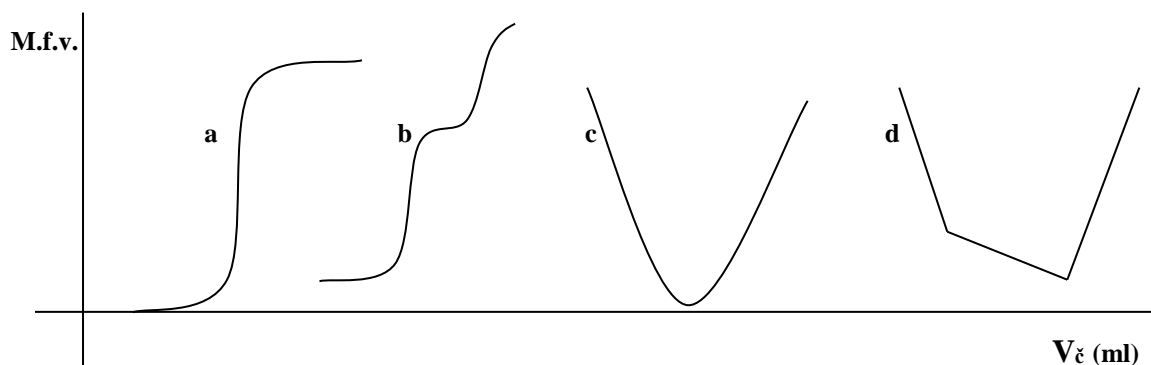
Titrimetrie – je metoda založena na silných redukčních schopnostech solí titanitých (TiCl_3 , $\text{Ti}_2(\text{SO}_4)_3$ v kys. prostředí (oxidují se na soli Ti^{IV}). Stanovit se dají např. soli Fe^{III} , Cu^{II} , Sb^{V} , dále chromany, molybdenany a další. Z organických sloučenin pak nitrolátky, nitrosolátky a azolátky.

Určení bodu ekvivalence

- **pomocí indikátorů** – vizuálně (subjektivní metody) – v b.e. se náhle a zřetelně mění zbarvení indikátoru. Pro acidobázické (neutralizační) titrace používáme nejčastěji fenolftalein, methyloranž nebo methylčerven. Pro srážecí reakce se jako indikátory používají výrazně zbarvené sloučeniny, které mají K_S blízké iontovému součinu stanovené vznikající sraženiny. Např. pro indikaci b. e. při stanovení iontů Cl^- argentometricky přidáme k roztoku ss malé množství 5% roztoku K_2CrO_4 . Vznikající červenohnědý chroman stříbrný Ag_2CrO_4 má K_S velmi blízko $K_S(\text{AgCl})$ ($K_S(\text{Ag}_2\text{CrO}_4) = 10^{-12}$, $K_S(\text{AgCl}) = 10^{-10}$). Při komplexometrických titracích používáme speciální organické barevné indikátory, např. murexid, eriochromová čern T, xylenolová oranž a další. U redoxních titrací je určení b. e. různé (podle použitého odměrného roztoku). U manganometrických titrací probíhajících v kyselém prostředí využíváme tzv. autoindikace, tj. samovolného odbarvení fialového roztoku KMnO_4 při redukci na ionty Mn^{2+} (bezbarvé). V jodometrii se jako indikátor používá škrobový maz, který se v přítomnosti jodu barví modře,

- **pomocí přístrojů** (objektivní metody) – sledováním změn některých fyzikálních veličin (např. vodivosti, potenciálu, pH, apod.) při titraci v závislosti na objemu odměrného roztoku. Grafem této závislosti je tzv. **titrační křivka**, ze které je lze určit polohu b. e. a tudíž i spotřebu odměrného roztoku v b. e.

Možné tvary titračních křivek:



a,b titrační křivky při acidobázické nebo potenciometrické titraci,

c,d titrační křivky při konduktometrické (vodivostní) titraci.

M.f.v.měřená fyzikální veličina, vztahující se ke konc. ss

V.....objem odměrného roztoku

Odměrování roztoků

patří mezi základní operace ve volumetrii. Používáme k tomu kalibrované odměrné nadobí:

1. Odměrné baňky (pro přípravu určitého množství roztoku) – o obsahu 100, 250, 500, 1000 ml,
2. pipety nedělené – o obsahu 1, 2, 5, 10, 20 nebo 25 a 50 ml,
3. pipety dělené – o obsahu 1, 2, 5, 10 ml,
4. byrety – nečastěji o obsahu 25 nebo 50 ml
5. odměrné válce – o obsahu 10, 50, 100, 250, 500 ml
6. pyknometry – o obsahu 10 nebo 25 ml (při určování hustoty kapalin)

Praktické poznámky k titracím.

- objem činidla při titraci by se měl pohybovat okolo 30 ml (optimálně),
- stanovení se provádí vždy nejméně 3krát, ze všech měření se vypočítá průměr,
- všechna měření (stanovení) by měla probíhat za stejných podmínek.

Pojem a příprava odměrných roztoků

Pod pojmem odměrného roztoku rozumíme roztok činidla, kterým titrujeme ss. Jeho látková koncentrace musí být známá a dána s přesností na 4 des. místa. Nejčastější koncentrace odměrných roztoků se pohybují v hodnotách okolo 0,01 M, 0,02 M, 0,05 M, 0,1 M. (**M** je označení pro mol/dm³). Odměrné roztoky některých látek lze **připravit přímo**, tj. odvážením daného vypočítaného množství látky (na analyt. váhách) a po rozpuštění v destilované vodě doplněním v odměrné baňce po rysku. Uvažované látky musí být dostatečně čisté (p.a.) a jejich složení musí být za daných podmínek přesně definované. Tyto látky se označují jako **základní látky** neboli **standards**. Např. dihydrát kys. šťavelové H₂C₂O₄·2H₂O, KHCO₃, vysušený NaCl, K₂Cr₂O₇ a jiné.

Příklad: Máme připravit 250 ml odměrného roztoku kyseliny šťavelové o koncentraci přibližně **0,02 mol/dm³** a určit přesnou koncentraci připraveného roztoku.

Postup: 1) vypočítáme hmotnost dihydrátu kys. šťavelové na přípravu 250 ml roztoku o konc. $c = 0,02$ mol/dm³.

$$\text{Ze vztahu pro } c = \frac{m}{M \cdot V} \text{ určíme, že}$$

$$m = c \cdot M \cdot V = 0,02 \cdot 126,1 \cdot 0,250 = 0,6305 \text{ g H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$$

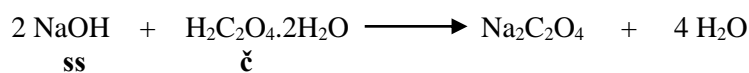
2) na analytických váhách odvážíme přesně (na 4 des. místa) přibližně vypočítanou hmotnost dihydrátu kys. šťavelové. Navážené množství vpravíme kvantitativně do odměrné baňky a po rozpuštění v malém množství vody roztok doplníme vodou přesně po rysku na celkový objem 250 ml. Je-li např. navážená hmotnost dihydrátu kys. šťavelové m (H₂C₂O₄·2H₂O) = 0,6285 g je přesná koncentrace připraveného roztoku $c = 0,0199$ mol/dm³.

Pro odměrné roztoky látek, které výše uvedené předpoklady nesplňují se nejdříve připravují roztoky *přibližně* požadované koncentrace. Přesná koncentrace se stanoví pomocí pevných základních látek (standardů), jejich roztoků nebo roztoků jiných látek o přesné, známé koncentraci (jiných odměrných roztoků).

Příklad stanovení přesné koncentrace odměrných roztoků

a) *pomocí pevných základních látek (standardů)*: Máme k dispozici roztok NaOH, jehož koncentrace je přibližně 0,2 mol/dm³. Máme určit přesnou koncentraci tohoto roztoku.

Rovnice reakce je



1) použijeme pevný dihydrát kys. šťavelové – vypočítáme jeho hmotnost odpovídající 30 ml roztoku ss dané koncentrace (0,2 mol/dm³), v našem případě 15 ml roztoku C₂H₂O₄·2H₂O o konc. 0,2 mol/dm³.

$$m = 0,2 \cdot 126,1 \cdot 0,015 = 0,3783; \text{ navážíme např. } 0,3752 \text{ g H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$$

2) navážku rozpustíme v malém množství vody (asi 50 ml) v titrační baňce a po přidání indikátoru (fenolftaleinu) titrujeme roztokem NaOH až se roztok v baňce zbarví jednou kapkou roztoku NaOH trvale červeně. Spotřebu roztoku NaOH v mililitrech si poznamenejeme (V₁). Koncentraci vypočítáme ze vztahu

$$\boxed{c_{\text{ss}} = \frac{m_{\text{č}} \cdot F_{\text{t}}}{M_{\text{č}} \cdot V_{\text{ss}}}}; \quad F_{\text{t}} = \frac{n_{\text{ss}}}{n_{\text{č}}} = 2 \text{ (faktor titrace)}$$

Je-li spotřeba roztoku NaOH např. 28,7 ml, pak po dosazení do vztahu pro koncentraci vyjde, že přesná koncentrace sledovaného roztoku NaOH je $c = 0,2073$ mol/dm³.

Stanovení provedeme celkem 3krát (se třemi různými, přibližně stejnými navážkami kys. šťavelové a ze tří získaných výsledků vypočítáme průměrnou hodnotu koncentrace).

b) *pomocí standardního roztoku (roztoků o přesné, známé koncentraci)*. Použijeme standardizovaný roztok nějaké kyseliny, např. sírové, chlorovodíkové nebo šťavelové, nebo hydroxidu nebo jiné látky podle potřeby. Např. pro výše uvedený příklad (stanovení přesné koncentrace roztoku NaOH o přibližné konc. $c = 0,2 \text{ mol/dm}^3$) je připravený roztok kyseliny šťavelové o koncentraci $c = 0,2025 \text{ mol/dm}^3$.

Do titrační baňky odměříme pipetou přesně 25,00 ml roztoku kyseliny šťavelové, přidáme fenolftalein a titrujeme roztokem hydroxidu až do b. e., tj. až se roztok v baňce zbarví jednou kapkou roztoku NaOH trvale červeně. Spotřebu roztoku NaOH v mililitrech si poznamenejeme (V_1). Celý postup opakujeme ještě 2krát a ze všech tří spotřeb (objemů) roztoku NaOH vypočítáme průměrnou spotřebu – V (průměrný objem).

$$V = 1/3 (V_1 + V_2 + V_3)$$

Z výše uvedené rovnice reakce plyne, že

$$\boxed{n_{ss} = F \cdot n_{\xi}} \text{ , kde } F \text{ je faktor titrace } (= 2)$$

tedy $n(\text{NaOH}) = 2 n(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$, proto

$$c(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH}) = 2 \cdot c(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) \cdot V(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) ; \text{ odtud}$$

$$c(\text{NaOH}) = \frac{2 \cdot c(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) \cdot V(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})}{V(\text{NaOH})}$$

Prakticky: je-li např. průměrná spotřeba $V(\text{NaOH}) = 48,25 \text{ ml}$, pak koncentrace

$$c(\text{NaOH}) = \frac{2 \cdot 0,2025 \cdot 25}{48,25} = \mathbf{0,2098 \text{ mol/dm}^3}$$

Jinak lze při výpočtu postupovat podle vztahu

$$\boxed{c_{ss} = \frac{V_{\xi} \cdot c_{\xi} \cdot F_t}{V_{ss}}} ; \quad F_t = \frac{n_{ss}}{n_{\xi}} = 2 \text{ (faktor titrace)}$$

$$c(\text{NaOH}) = \frac{25 \cdot 0,2025 \cdot 2}{48,25} = \mathbf{0,2098 \text{ mol/dm}^3}$$

Příklady – příprava roztoků přesné koncentrace, faktor titrace.

Příklad 1. Pro přípravu 500 ml roztoku NaCl o přibližné konc. $c = 0,125 \text{ mol/dm}^3$ bylo odváženo přesně 3,6487 g NaCl p.a. Jaká je přesná koncentrace roztoku? ($c=0,1248 \text{ mol/dm}^3$).

Příklad 2. Při stanovení přesné koncentrace roztoku kyseliny sírové, jejíž přibližná koncentrace $c = 0,1 \text{ mol/dm}^3$, bylo titrováno 30 ml této kyseliny roztokem NaOH o konc. $0,2057 \text{ mol/dm}^3$. Průměrná spotřeba NaOH tří titrací byla 29,25 ml. Jaká je přesná koncentrace kyseliny sírové? ($c=0,0999 \text{ mol/dm}^3$).

Příklad 3.

a) Kolik gramů KHCO_3 ($M = 100,12 \text{ g/mol}$) je třeba odvážit pro stanovení přesné koncentrace kyseliny dusičné, jejíž přibližná koncentrace $c = 0,2 \text{ mol/dm}^3$ a její spotřeba při jedné titraci by měla být cca 30 ml ? (asi 0,6 g)

b) Jaká bude přesná koncentrace kyseliny dusičné, byla-li její spotřeba při titraci 31,25 ml a navážka KHCO_3 činila 0,6012 g ? ($0,1915 \text{ mol/dm}^3$).

Příklad 4. Při stanovení přesné koncentrace roztoku AgNO_3 bylo 25,00 ml tohoto roztoku titrováno roztokem NaCl o koncentraci $0,1262 \text{ mol/dm}^3$. Spotřeba roztoku NaCl v bodě ekvivalence činila 26,12 ml. Jaká je přesná koncentrace roztoku AgNO_3 ? ($0,1318 \text{ mol/dm}^3$).

Příklad 5.

a) Pro stanovení koncentrace roztoku KMnO_4 byl použit krystalický dihydrát kyseliny šťavelové $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ($M = 126,07 \text{ g/mol}$). Jakou navážku dihydrátu kyseliny šťavelové zvolíte, víte-li, že připravený roztok KMnO_4 je asi $0,02 \text{ M}$ a jeho spotřeba při titraci je asi 30 ml ? ($0,19 \text{ g}$)

b) Pro vlastní stanovení bylo odváženo přesně $0,1925 \text{ g}$ dihydrátu kyseliny šťavelové. Po rozpuštění ve vodě a okyselení kyselinou sírovou byl roztok titrován manganistanem až se roztok jednou kapkou zbarvil trvale fialově. Spotřeba roztoku manganistanu činila $31,05 \text{ ml}$. Jaká byla přesná koncentrace roztoku KMnO_4 ? ($0,01967 \text{ mol/dm}^3$).

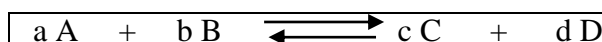
Příklad 6.

Zapište rovnici reakce při stanovení a určete faktor titrace F_t pro toto stanovení:

- kyseliny sírové hydroxidem sodným,
- peroxidu vodíku manganistanem v kys. prostředí,
- bromidů odměrným roztokem AgNO_3 ,
- jodu roztokem thiosíranu sodného (vzniká tetrathionan a jodid),
- dusičnanu stříbrného AgNO_3 roztokem rhodanidu amonného,
- železnatých iontů roztokem dichromanu (draselného) v kys. prostředí,
- železitých iontů roztokem chloridu titanitého TiCl_3 ,
- chloridů roztokem $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ (vzniká málo disociovaný HgCl_2),
- zinečnatých iontů při titraci komplexonem III (chelatonem 3) – $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$.

Výpočty při titracích

Každou reakci při stanovení lze zapsat obecnou rovnicí



kde a,b jsou počty molů,

látka A je stanovená složka (ss) a látka B je činidlo (č) – může být i obráceně.

a / b je tzv. **faktor titrace** a označuje se F_t , tedy

$$F_t = \frac{a}{b} ; \text{obecně } F_t = \frac{n_{ss}}{n_{\check{c}}}$$

Při výpočtech lze používat

A) **hotové vztahy:**

$$m_{ss} = V_{\check{c}} \cdot c_{\check{c}} \cdot F_t \cdot M_{ss} \quad \text{rce 1.}$$

$$c_{ss} = \frac{m_{\check{c}} \cdot F_t}{M_{\check{c}} \cdot V_{ss}} \quad \text{rce 2.}$$

$$c_{ss} = \frac{V_{\check{c}} \cdot c_{\check{c}} \cdot F_t}{V_{ss}} \quad \text{rce 2'}$$

$$w = \frac{m_{ss}}{m_n} = \frac{V_{\check{c}} \cdot c_{\check{c}} \cdot F_t \cdot M_{ss} \cdot z}{m_n} ; \quad p (\%) = \frac{V_{\check{c}} \cdot c_{\check{c}} \cdot F_t \cdot M_{ss} \cdot z}{m_n} \cdot 100 \quad \text{rce 3.}$$

kde m_{ss} je hmotnost sledované složky,

V_{ss} je objem sledované složky,

m_n je hmotnost navážky,

M_{ss} je molární hmotnost ss,

F_t je faktor titrace

$m_{\check{c}}$ je hmotnost činidla

$V_{\check{c}}$ je objem činidla

$M_{\check{c}}$ je molární hmotnost činidla

z zředění, tj. převrácená hodnota podílu části odebrané k stanovení ku celkovému objemu vzorku.

B) výpočet z chemické rovnice - úsudkem:

Vždy vycházíme ze vztahu pro počet molů **n** a pro látkovou koncentraci **c**

$$n = \frac{m}{M} \quad ; \quad c = \frac{n}{V} = \frac{m}{M \cdot V}$$

Odtud pro hmotnost složky je $m = n \cdot M = c \cdot V \cdot M$
 kde **m** je hmotnost látky
M je molární hmotnost látky
V je objem roztoku v dm³

Z rovnice reakce vyplývá ekvivalence molů sledované složky **ss** a činidla **č**. To znamená, že např.

a molů ss (látka A)	je odpovídající (je ekvivalentní)	b molům č (látka B)
V ml ss o konc. c_č	je odpovídající (je ekvivalentní)	V ml č o konc. c_č
$m_{ss} = a \cdot M_{ss} = c_{ss} \cdot V_{ss}$ je ekvivalentní..... $m_{\check{c}} = b \cdot M_{\check{c}} = c_{\check{c}} \cdot V_{\check{c}}$		

$$m_{ss} = c_{ss} \cdot V_{ss} \cdot M_{ss} \quad \text{..... je ekvivalentní.....} \quad m_{\check{c}} = c_{\check{c}} \cdot V_{\check{c}} \cdot M_{\check{c}}$$

dále platí, že $n_{ss} = F_t \cdot n_{\check{c}}$; z toho vyplývá, že

$$c_{ss} \cdot V_{ss} = F_t \cdot c_{\check{c}} \cdot V_{\check{c}} \quad ; \quad \text{rce 4} \quad ; \quad \text{odtud}$$

$$c_{ss} = \frac{F_t \cdot c_{\check{c}} \cdot V_{\check{c}}}{V_{ss}}$$

Jednotlivé vztahy platí vzájemně. Zřetelněji a srozumitelněji bude rozebráno na konkrétních příkladech.

Příklady k volumetrickým stanovením

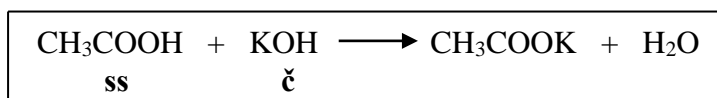
Příklad 1. Pro stanovení koncentrace kyseliny octové (dále jen HAc) bylo ve váženice odváženo přesně 1,2437 g vzorku a po zředění vodou byl vzorek v odměrné baňce doplněn na 100,00 ml roztoku. K jednotlivým titracím bylo pipetováno přesně 20,00 ml tohoto roztoku a průměrná spotřeba odměrného roztoku KOH o konc. $c = 0,0995$ M ze tří stanovení činila 23,05 ml. Vypočítejte:

- hmotnost kyseliny octové ve 20 ml roztoku,
- hmotnost kyseliny octové ve 100 ml roztoku,
- látkovou koncentraci roztoku kyseliny octové,
- hmotnostní konc. kyseliny octové (vzorku).

Zápis: $m_{ss} = 1,2437$ g kys. octové

$$c_{\check{c}} = 0,0995 \text{ M}, \quad V_{\check{c}} = 23,05 \text{ ml r.KOH}, \quad F_t = 1, \quad M_{ss} = 60,04 \text{ g/mol}, \quad z = 5,$$

napíšeme rovnici



Výpočet: a) *ze vzorců*:

$$\text{podle rce 1} \quad m_{\text{ss}/20} = V_{\check{c}} \cdot c_{\check{c}} \cdot F_t \cdot M_{\text{ss}} = 23,05 \cdot 10^{-3} \cdot 0,0995 \cdot 1 \cdot 60,04 = \mathbf{0,1377 \text{ g}}$$

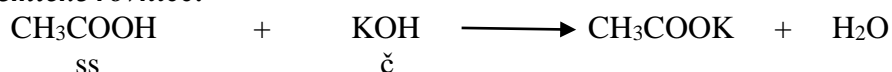
$$m_{\text{ss}/100} = m_{\text{ss}/20} \cdot 5 = 0,1377 \cdot 5 = \mathbf{0,6885 \text{ g}}$$

$$\text{podle rce 2'} \quad c_{\text{ss}} = \frac{V_{\check{c}} \cdot c_{\check{c}} \cdot F_t}{V_{\text{ss}}} = \frac{23,05 \cdot 10^{-3} \cdot 0,0995 \cdot 1}{20,00 \cdot 10^{-3}} = \mathbf{0,1147 \text{ mol/dm}^3}$$

$$\text{podle rce 3} \quad w_{\text{ss}} = \frac{V_{\check{c}} \cdot c_{\check{c}} \cdot F_t \cdot M_{\text{ss}} \cdot z}{m_n} = \frac{23,05 \cdot 10^{-3} \cdot 0,0995 \cdot 1 \cdot 60,04 \cdot 5}{1,2437}$$

$$w_{\text{ss}} = \mathbf{0,5536} \quad ; \quad p_{\text{ss}} = w_{\text{ss}} \cdot 100 = \mathbf{55,36 \%}$$

b) *úvahou z chemické rovnice*:



Pro výpočet hmotnosti kys. octové ve 20,00 ml titrovaného roztoku $m_{\text{ss}/20}$ a 100,00 ml titrovaného roztoku $m_{\text{ss}/100}$ vycházíme úvahou z chemické rovnice:

z rovnice vyplývá, že 23,05 ml 0,0995 M KOH odpovídá 23,05 ml 0,0995 M HAc a zároveň 20,00 ml titrovaného roztoku HAc. Hmotnost kys. octové $m_{\text{ss}/20}$ gramů ve 20 ml roztoku HAc je stejná jako ve 23,05 ml 0,0995 M HAc.

$$m_{\text{HAc}/20} = c_{\text{ss}} \cdot V_{\text{ss}} \cdot M_{\text{ss}} = 0,0995 \cdot 23,05 \cdot 10^{-3} \cdot 60,04 = \mathbf{0,1377 \text{ g čisté kys. octové}}$$

Ve 100,00 ml titrovaného roztoku $m_{\text{HAc}/100}$ je

$$m_{\text{HAc}/100} = m_{\text{HAc}/20} \cdot 5 = 0,1377 \cdot 5 = \mathbf{0,6885 \text{ g čisté 100\%ní kys. octové}}$$

Pro výpočet látkové koncentrace uvažujeme:

1 ml 0,0995 M kys. octové 1 ml 0,0995 M KOH

23,05 ml 0,0995 M kys. octové 23,05 ml 0,0995 M KOH

23,05 ml kys. octové o konc. 0,0995 M 20 ml kys. octové o konc. c_{ss}

Podle rovnice 4 musí platit, že

$$23,05 \cdot 0,0995 = 20,00 \cdot c_{\text{HAc}} \quad ; \quad \text{odtud}$$

$$c_{\text{HAc}/20} = \frac{23,05 \cdot 0,0995}{20,00} = \mathbf{0,1147 \text{ mol/dm}^3}$$

Procentovou (hmotnostní) koncentraci určíme ze vztahu pro výpočet hmotnostního zlomku vyplývá, že

$$w_{\text{HAc}} = \frac{m_{\text{HAc}/20} \cdot z}{m_n} = \frac{m_{\text{HAc}/100}}{m_n} = \frac{0,1377 \cdot 5}{1,2437} = \mathbf{0,5536} \quad ; \quad p_{\text{HAc}} = w_{\text{HAc}} \cdot 100 = \mathbf{55,36 \%}$$

Odpovědi : a) ve 20,00ml zředěného roztoku kys. octové je **0,1377 g** čisté kys. octové,

b) ve 100,00ml zředěného roztoku kys. octové je **0,6885 g** čisté kys. octové,

c) látková koncentrace roztoku kyseliny octové je **0,1147 mol/dm³**,

d) hmotnostní koncentrace zkoumané kyseliny octové (vzorku) je **55,36 %**.

Příklad 2. Ke stanovení železa (Fe^{2+} iontů) v roztoku bylo odměřeno přesně 100,00 ml okyseleného roztoku vzorku. Spotřeba odměrného roztoku KMnO_4 o konc. $0,0202 \text{ mol/dm}^3$ byla v ekvivalentním bodě 19,35 ml. Jaká je hmotnost železa v roztoku vzorku? Jaká je molární koncentrace zkoumaného roztoku?

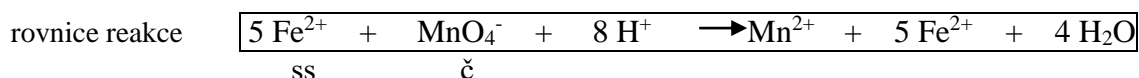
zápis: $V_{\text{ss}} = 100,00 \text{ ml}$, $V_{\check{c}} = 19,35 \text{ ml}$, $c_{\check{c}} = 0,0202 \text{ mol/dm}^3$, $F_t = 5$

Výpočet: a) *ze vzorců*

$$m_{\text{ss}} = V_{\check{c}} \cdot c_{\check{c}} \cdot M_{\text{ss}} \cdot F_t = 19,35 \cdot 10^{-3} \cdot 0,0202 \cdot 55,85 \cdot 5 = \mathbf{0,1091 \text{ g Fe}^{2+}}$$

$$c_{\text{ss}} = \frac{c_{\check{c}} \cdot V_{\check{c}} \cdot F_t}{V_{\text{ss}}} = \frac{0,0202 \cdot 19,35 \cdot 10^{-3} \cdot 5}{100,00 \cdot 10^{-3}} = \mathbf{1,95 \cdot 10^{-2} \text{ mol/dm}^3}$$

b) *úvahou z chemické rovnice*



z rovnice vyplývá, že

$$\mathbf{19,35 \text{ ml } 0,0202 \text{ mol/dm}^3 \text{ MnO}_4^- (\check{c}) \dots\dots \mathbf{5 \cdot 19,35 \text{ ml } 0,0202 \text{ mol/dm}^3 \text{ Fe}^{2+}(\text{ss})}$$

$$\text{tj. } \mathbf{96,75 \text{ ml } 0,0202 \text{ mol/dm}^3 \text{ Fe}^{2+}(\text{ss}) - V'_{\text{Fe}^{2+}}}$$

odtud dále

$$m_{\text{Fe}^{2+}} = c_{\text{Fe}^{2+}} \cdot V'_{\text{Fe}^{2+}} \cdot M_{\text{Fe}^{2+}} = \mathbf{0,0202 \cdot 96,75} \cdot 10^{-3} \cdot 55,85 = \mathbf{0,1091 \text{ g Fe}^{2+}}$$

$$c_{\text{Fe}^{2+}} = \frac{m_{\text{Fe}^{2+}}}{M_{\text{Fe}^{2+}} \cdot V_{\text{Fe}^{2+}}} = \frac{0,1091}{55,85 \cdot 100,00 \cdot 10^{-3}} = \mathbf{1,95 \cdot 10^{-2} \text{ mol/dm}^3}$$

Ve 100,00 ml vzorku je obsaženo $\mathbf{0,1091 \text{ g Fe}^{2+}}$, jeho látková koncentrace je $\mathbf{1,95 \cdot 10^{-2} \text{ mol/dm}^3}$.

Jinak (výpočet přes moly)

Z rovnice vyplývá, že

$$n_{\text{Fe}^{2+}} / n(\text{MnO}_4^-) = 5 : 1$$

$$\mathbf{19,35 \text{ ml } 0,0202 \text{ mol/dm}^3 \text{ MnO}_4^- \dots\dots \mathbf{5 \cdot 19,35 \text{ ml } 0,0202 \text{ mol/dm}^3 \text{ Fe}^{2+}}$$

Dále

$$\text{pro } \mathbf{19,35 \text{ ml } 0,0202 \text{ mol/dm}^3 \text{ MnO}_4^- \text{ je}$$

$$n(\text{MnO}_4^-) = c \cdot V = 0,0202 \cdot 19,35 \cdot 10^{-3} = 3,908 \cdot 10^{-4} \text{ mol}$$

a

$$n_{\text{Fe}^{2+}} = 5 \cdot n(\text{MnO}_4^-) = 5 \cdot 3,908 \cdot 10^{-4} = \mathbf{1,954 \cdot 10^{-3} \text{ mol}}$$

Odtud

$$m_{\text{Fe}^{2+}} = n_{\text{Fe}^{2+}} \cdot M_{\text{Fe}^{2+}} = 1,954 \cdot 10^{-3} \cdot 55,85 = \mathbf{0,1091 \text{ g Fe}^{2+}}$$

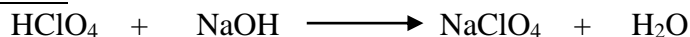
a

$$c_{\text{Fe}^{2+}} = n_{\text{Fe}^{2+}} / V_{\text{rozt.}} = 1,954 \cdot 10^{-3} / 100 \cdot 10^{-3} = 0,01954 = \mathbf{1,954 \cdot 10^{-2} \text{ mol/dm}^3}$$

Ve 100,00 ml vzorku je obsaženo $\mathbf{0,1091 \text{ g Fe}^{2+}}$, jeho látková koncentrace je $\mathbf{1,95 \cdot 10^{-2} \text{ mol/dm}^3}$.

Příklad 3. Kolik gramů HClO_4 obsahuje vzorek, který jsme po navážení převedli do odměrné baňky o objemu 100 ml a na 25,00 ml tohoto roztoku jsme spotřebovali při titraci 20,15 ml $0,1986 \text{ M NaOH}$?

Výpočet úvahou z rovnice



Z rovnice vyplývá, že

$$20,15 \text{ ml } 0,1986 \text{ M NaOH} \dots \text{zreaguje s} \dots\dots 20,15 \text{ ml } 0,1986 \text{ M HClO}_4$$

Pak $m(\text{HClO}_4)$ v 25,00 ml titrovaného roztoku = $m(\text{HClO}_4)$ v 20,15 ml 0,1986 M HClO_4
 $m(\text{HClO}_4)_{/25} = c \cdot V \cdot M(\text{HClO}_4) = 0,1986 \cdot 20,15 \cdot 10^{-3} \cdot 100,47 = 0,4021 \text{ g}$
 $m(\text{HClO}_4)_{/100} = m(\text{HClO}_4)_{/25} \cdot 4 = \mathbf{1,6082 \text{ g}}$

Jinak (výpočet přes moly)

Z rovnice vyplývá, že poměr molů

$$n(\text{HClO}_4) / n(\text{NaOH}) = 1 : 1$$

Z toho plyne, že:

počet molů HClO_4 v 20,15 ml 0,1986 M HClO_4 odpovídá počtu molů NaOH v 20,15 ml 0,1986 M

$$n(\text{NaOH})_{/25} = c \cdot V = 0,1986 \cdot 20,15 \cdot 10^{-3} = 4,0018 \text{ molů} = n(\text{HClO}_4)_{/25}$$

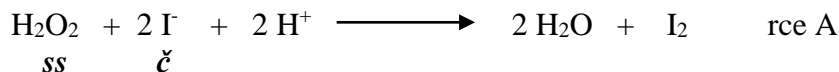
Odtud

$$m(\text{HClO}_4)_{/25} = n(\text{HClO}_4)_{/25} \cdot M(\text{HClO}_4) = 4,0018 \cdot 10^{-3} \cdot 100,47 = 0,4021 \text{ g}$$

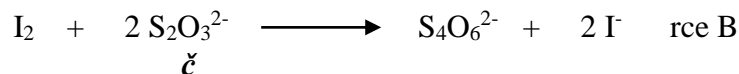
$$m(\text{HClO}_4)_{/100} = m(\text{HClO}_4)_{/25} \cdot 4 = \mathbf{1,6082 \text{ g}}$$

Příklad 4. Při stanovení koncentrace peroxidu vodíku jodometricky bylo odpipetováno 25,00 ml roztoku vzorku a v odměrné baňce doplněno na celkový objem 500 ml. Pro vlastní stanovení bylo odměřeno 20,00 ml roztoku a k němu přidáno nadbytečné množství jodidu draselného KI. Vyloučený jod byl titrován na škrobový maz (indikátor) odměrným roztokem thiosíranu sodného $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ o konc. 0,10080 mol/dm³ a jeho spotřeba v e. b. byla 25,12 ml. Určete látkovou koncentraci původního roztoku H_2O_2 .

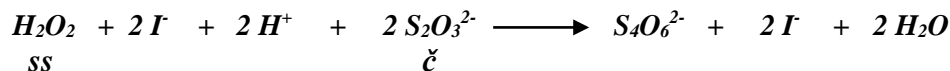
Rovnice reakcí:



pro určení spotřeby I_2



Poznámka: Výše uvedené rovnice je možno spojit do jedné rovnice



spotřeba KI při oxidaci H_2O_2 odpovídá množství vyloučeného jodu, které zjistíme při titraci $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ z jeho spotřeby. Spotřeba KI je zároveň ekvivalentní spotřebě thiosíranu. $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ (viz výše uvedené rovnice A a B).

Zápis:

$$V_{\text{ss(pův)}} = 25 \text{ ml}, \quad z = 20, \quad V_{\text{ss}} = 20,00 \text{ ml}, \quad V_{\check{c}} = 25,12 \text{ ml } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ (poměr } \text{S}_2\text{O}_3^{2-} \text{ a } \text{I}^- \text{ je } 1 : 1), \\ c_{\check{c}} = 0,10080 \text{ mol/dm}^3, \quad F_t = 1/2$$

Výpočet: a) *ze vztahů*

$$c_{\check{c}} = \frac{c_{\check{c}} \cdot V_{\check{c}} \cdot F_t \cdot z_2}{V_{\text{ss}}} = \frac{25,12 \cdot 10^{-3} \cdot 0,1008 \cdot 1/2 \cdot 20}{20 \cdot 10^{-3}} = \mathbf{1,226 \text{ mol/dm}^3}$$

b) *z chemické rovnice*

z rovnice A (viz výše) vyplývá, že

25,12 ml $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ 0,1008 M odpovídá 25,12 ml I^- 0,1008 M odpovídá 12,56 ml H_2O_2 0,1008 M

odtud počet molů H_2O_2 ve 20,00 ml roztoku je

$$n(\text{H}_2\text{O}_2)_{/20} = c(\text{H}_2\text{O}_2) \cdot V(\text{H}_2\text{O}_2) = 0,1008 \cdot 12,56 \cdot 10^{-3} = \mathbf{1,2660 \cdot 10^{-3} \text{ mol}}$$

a pro počet molů H_2O_2 ve 500,00 ml roztoku je

$$n(\text{H}_2\text{O}_2)_{/500} = 25 \cdot n(\text{H}_2\text{O}_2)_{/20} = \mathbf{3,165 \cdot 10^{-2} \text{ mol}}$$

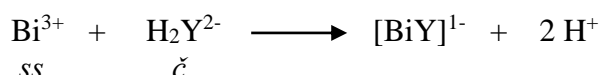
Počet molů $n(\text{H}_2\text{O}_2)_{/500}$ v 500 ml zředěného roztoku je obsažen zároveň v 25,00 ml původního roztoku peroxidu, proto výsledná látková koncentrace peroxidu vodíku je

$$c(\text{H}_2\text{O}_2) = \frac{n(\text{H}_2\text{O}_2)_{/500}}{V_{ss(\text{pův})}} = \frac{3,165 \cdot 10^{-2}}{25 \cdot 10^{-3}} = 1,2260 \text{ mol/dm}^3$$

Odpověď: Výsledná látková koncentrace peroxidu vodíku je **1,2260 mol/dm³**.

Příklad 5. Navážka 0,2895 g preparátu obsahujícího bismut (Bi^{3+}) byla po rozpuštění a mineralizaci titrována roztokem chelatonu 3 o konc. $c = 0,0975 \text{ mol/dm}^3$ a jeho spotřeba činidla 29,35 ml. Vypočítejte obsah Bi ve vzorku.

Reakce probíhá podle rovnice



Poznámka: (H_2Y^{2-} - iontový zápis chelatonu 3)

Zápis: $m_n = 0,2895 \text{ g}$, $V_{\check{c}} = 29,35 \text{ ml}$, $c_{\check{c}} = 0,0975 \text{ mol/dm}^3$, $F_t = 1$, $z = 1$;

Výpočet (pomocí vzorců)

$$p(\%) = \frac{V_{\check{c}} \cdot c_{\check{c}} \cdot F_t \cdot M_{ss} \cdot z}{m_n} \cdot 100 = \frac{29,35 \cdot 10^{-3} \cdot 0,0975 \cdot 1 \cdot 209,00 \cdot 1}{0,2895} \cdot 100$$

$$p(\%) = 2,0659 \%$$

Výpočet (z rovnice, úvahou)

Z rovnice vyplývá, že

29,35 ml 0,0975 M roztoku chelatonu zreaguje s 29,35 ml 0,0975 M roztoku Bi^{3+} soli

Odtud

$$n(\text{Bi}^{3+}) = c(\text{Bi}^{3+}) \cdot V(\text{Bi}^{3+}) = 29,35 \cdot 0,0975 = 2,8616 \cdot 10^{-3} \text{ mol}$$

pak

$$m(\text{Bi}^{3+}) = n(\text{Bi}^{3+}) \cdot M(\text{Bi}^{3+}) = 2,8616 \cdot 10^{-3} \cdot 209,00 = 0,5981 \text{ g}$$

$$p(\%) = m(\text{Bi}^{3+}) / m_n = 0,5981 / 0,2895 = 2,0659 \%$$

Odpověď: Vzorek obsahoval **2,0659 %** bismutu.

Poznámky k praktické činnosti:

- 1/ používáme vždy kalibrované odměrné nádoby (byrety, pipety, odměrné baňky, titrační baňky apod.),
- 2/ objem kapalných látek a roztoků při titraci odměřujeme s přesností na 0,1 ml,
- 3/ navážky odvažujeme na analytických váhách s přesností na 4 des. místa,
- 4/ při výpočtech vycházíme vždy z chemické rovnice (napíšeme si ji) a zjistíme
 - a) co v rovnici představuje sledovanou složku (ss) a co je činidlo (č),
ss se obvykle nachází v titrační baňce, činidlem je zpravidla odměrný roztok, kterým titrujeme (je v byretě),
 - b) faktor titrace F_t
 - c) vzájemnou ekvivalenci mezi spotřebou odměrného roztoku činidla a odpovídajícím objemem ss,
 - d) uvědomíme si základní vztahy

$$c = \frac{n}{V}; \quad m = n \cdot M = c \cdot V \cdot M$$

Příklady na procvičení k odměrným stanovením.

Příklad 1. Při stanovení přesné koncentrace 0,2 M NaOH bylo titrováno 25,00 ml roztoku kys. šťavelové o konc. $c = 0,0967$ M. Jednotlivé spotřeby při třech titracích činily 23,55 , 23,70 a 23,40 ml. Jaká je přesná koncentrace roztoku NaOH ? (0,2053 M)

Příklad 2. Do titrační baňky jsme kvantitativně převedli 0,5102 g hydrogenuhličitanu draselného, rozpustili ve vodě a titrovali kyselinou chlorovodíkovou. Jaka je přesná koncentrace kyseliny, jestliže její spotřeba činila 25,15 ml ? (0,2026 M)

Příklad 3. Ke stanovení jsme odvážili 2,4460 g H_2SO_4 a doplnili v odměrné baňce na 200,00 ml. Z tohoto roztoku jsme odpipetovali 25,00 ml a titrovali 0,2 M NaOH. Průměrná spotřeba roztoku hydroxidu ze tří titrací byla 27,75 ml. Kolik procent kyseliny sírové obsahuje vzorek ? (89,44 %)

Příklad 4. Z roztoku $Ca(OH)_2$ jsme navážili 60,83 g. Při titraci navážky 0,1023 M kyselinou chlorovodíkovou byla její spotřeba 25,15 ml. Kolik gramů a kolik % $Ca(OH)_2$ vzorek obsahoval ? (0,0952 g, 0,1565 %)

Příklad 5. Kolik procent $SrCO_3$ obsahuje vzorek, když navážku 0,3625 g jsme vnesli do 50,00 ml 0,1976 M HCl a při titraci nadbytečné kyseliny jsme spotřebovali 24,85 ml 0,2000 M KOH ? (99,95 %)

Příklad 6. Kapalný vzorek, obsahující kys. dusičnou, jsme zředili v odměrné baňce na 100,00 ml. Do titrační baňky jsme odpipetovali 25,00 ml tohoto roztoku, přidali 50,00 ml 0,1977 M KOH a přebytek hydroxidu ztitrovali 21,05 ml 0,10515 M H_2SO_4 . Kolik gramů kyseliny dusičné HNO_3 vzorek obsahoval ? (1,3742 g)

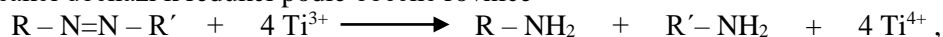
Příklad 7. Při stanovení koncentrace peroxidu vodíku bylo odváženo 0,5929 g vzorku a toto množství bylo v odměrné baňce doplněno vodou na 100,00 ml. 25,00 ml tohoto roztoku bylo po okyselení kys. sírovou titrováno 0,02 M $KMnO_4$ a jeho spotřeba byla 24,50 ml. Kolik hmotnostních % H_2O_2 obsahuje vzorek ? (28,09 %)

Příklad 8. Roztok síranu měďnatého byl kvantitativně převeden do 100,00 ml odměrné baňky. Odpipetovalo se 25,00 ml tohoto roztoku do titrační baňky a po okyselení a přidání jodidu draselného byl vyloučený jod titrován 0,1035 M $Na_2S_2O_3$. Kolik gramů $CuSO_4$ obsahoval původní vzorek, když průměrná spotřeba thiosíranu byla 20,75 ml ? (312,4 mg)

Příklad 9. Vzorek kyseliny fosforečné byl kvantitativně převeden do 100 ml odměrné baňky. Bylo pipetováno třikrát po 25,00 ml takto zředěného roztoku a při titraci na fenolftalein činila průměrná spotřeba 23,65 ml 0,0947 M NaOH. Kolik gramů kyseliny fosforečné obsahoval vzorek ? (0,439 g)

Příklad 10. Kolik barviva obsahuje vzorek oranže II (vzorec barviva je $C_{18}H_{11}N_2SO_4Na \cdot 5 H_2O$), který byl titrován v prostředí kyseliny chlorovodíkové 0,1005 M $TiCl_3$ v inertní atmosféře CO_2 . Navážka barviva při stanovení byla 0,4000 g a spotřeba $TiCl_3$ (čínidla) činila při odbarvení vzorku 28,60 ml.

Při reakci dochází k redukci podle obecné rovnice

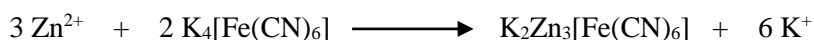


tj., azoskupina v molekule barviva spotřebuje 4 moly Ti^{3+} .

$M_{\text{barviva}} = 440,408$ g/mol.

(79,1 %)

Příklad 11. V zinkové slitině byl po jejím převedení do roztoku a oddělení dalších kovů stanoven zinek titrací 0,05 M roztokem ferrokyanidu draselného $K_4[Fe(CN)_6]$. Při stanovení probíhá reakce

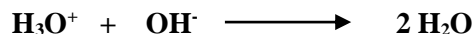


Jaký je obsah zinku v procentech ve slitině, když navážka činila 0,40850 g a spotřeba odměrného roztoku (čínidla) byla 32,00 ml ? (38,4 hm. %)

Neutralizační titrace

Poznámka 1: Odměrná stanovení (titrace) lze provádět v různých prostředích – vodných i nevodných (např. v prostředí kyseliny octové, pyridinu apod.). V této kapitole se budeme zabývat pouze titracemi ve vodném prostředí, které je nejběžnější a nejčastější.

Neutralizační titrace jsou založeny na neutralizační reakci mezi kyselinou a hydroxidem



Podle charakteru odměrného roztoku (činidla), kterým titrujeme mluvíme o:

- acidimetrických titracích* (acidimetrie) – činidlem je odměrný roztok kyseliny,
- alkalimetrických titracích* (alkalimetrie) – činidlem je odměrný roztok hydroxidu.

Grafem postupné titrace kyseliny hydroxidem (i opačně), vyjadřující závislost pH na objemu přidaného činidla, jsou tzv. *titrační křivky* (viz níže). Z nich jsou zřejmé jednak rozsah změny pH při ekvivalentní spotřebě činidla a jednak poloha ekvivalentního bodu





Ad a) acidimetrické titrace

Odměrnými roztoky jsou roztoky silných kyselin, zejména kyseliny chlorovodíkové, sírové, někdy chloristé. K jejich standardizaci používáme nejčastěji základní látky (standarty) jako šřavelan sodný, bezvodý uhličitan sodný, tetraboritan sodný a hydrogenuhličitan sodný nebo draselný, nebo standardizované roztoky hydroxidu (NaOH, KOH).

Ad b) alkalimetrické titrace

Odměrnými roztoky jsou roztoky silných hydroxidů, zejména hydroxid sodný nebo draselný. Jako standarty používáme nejčastěji kyselinu šřavelovou, benzoovou, salicylovou, nebo standardizované roztoky kyselin (HCl, H₂SO₄).

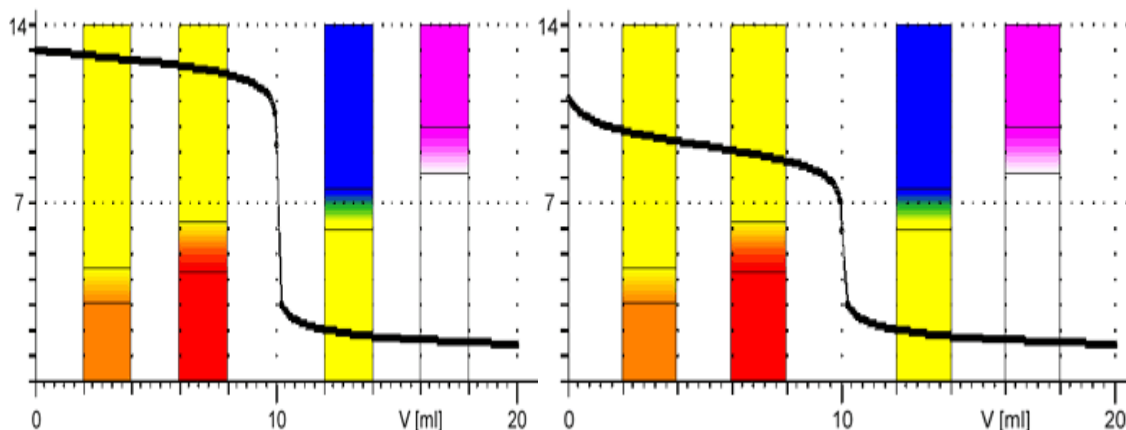
K indikaci ekvivalentního bodu používáme nejčastěji barevné acidobázické indikátory:

Indikátor	pH barevný přechod	zbarvení kys-zás
 Fenolftalein – 0,1 g v 50%ním ethanolu	8,2 – 10	bezb. – červ.fial.
 Methylčerveň – 0,1 g 60%ním ethanolu	4,4 – 6,2	červ. – žlutý
 Methyloranž – 0,1 g ve vodě.	3,0 – 4,4	červ. – oranžový
 Thymolová modř – 0,1 g v ethanolu	8,0 – 9,6	žlutý – modrý

Výše uvedené hodnoty pH barevného přechodu ukazují na vhodné použití jednotlivých indikátorů – *fenolftalein* pro titrace silné kyseliny silným hydroxidem a opačně, příp. slabé kyseliny silným hydroxidem (bod ekvivalence leží v neutrální, příp. zásadité oblasti), *methylčerveň* a *methyloranž* pro titrace slabé zásady silnou kyselinou (bod ekvivalence leží v kyselé oblasti).

Poznámka 2: jiné acidobázické indikátory lze najít v příslušných analytických nebo laboratorních tabulkách.

Neutralizační titrační křivky

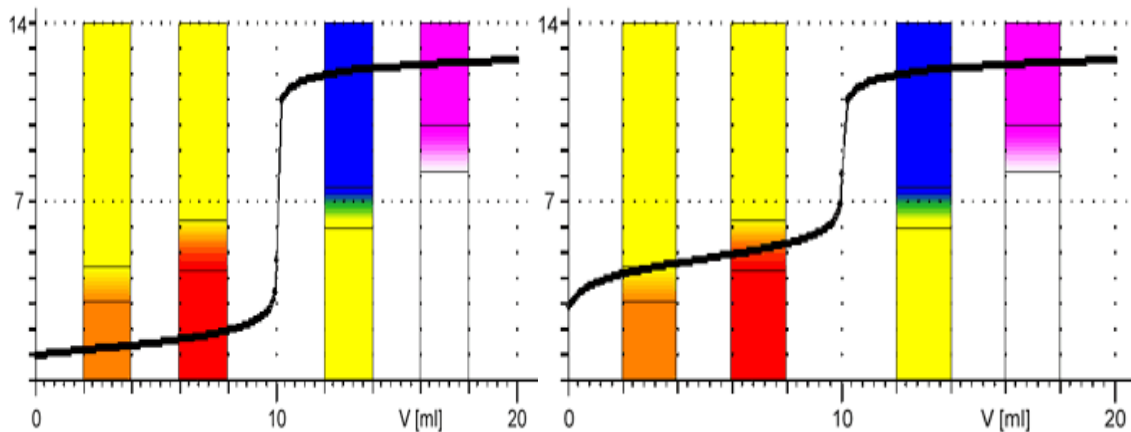


Obr. 1

Titrace silného hydroxidu silnou kyselinou

Obr. 2

Titrace slabého hydroxidu silnou kyselinou



Obr. 3
Titrace silné kyseliny silným hydroxidem

Obr. 4
Titrace slabé kyseliny silným hydroxidem

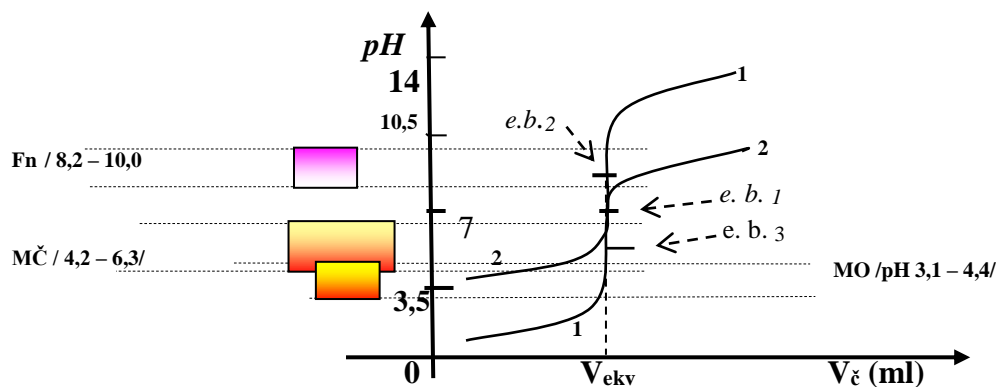
Z obrázků je patrné, že při titraci silných kyselin a zásad můžeme k indikaci bodu ekvivalence použít všechny vyznačené indikátory. Pro titraci slabé zásady jsou vhodnými indikátory methyloranž nebo methylčerveně. Pro titraci slabé kyseliny je vhodným indikátorem fenolftalein.

Poznámka 3: Bod ekvivalence a příslušnou spotřebu odměrného činidla lze zjistit rovněž konduktometricky vyhodnocením odpovídající konduktometrické titrační křivky (viz kapitola Instrumentální analytické metody, oddíl Konduktometrie)

Titrace se zpravidla provádí ve vodném prostředí. Někdy se za účelem prohloubení síly kyselosti nebo zásaditosti látek titrace provádí v jiném než vodném prostředí. Tak např. slabé zásady, které disociují ve vodě jen nepatrně lze snadno stanovit v prostředí kyseliny octové. Naopak slabé a velmi slabé kyseliny je možno titrovat v prostředí organické zásady pyridinu C_6H_5N .

Princip : Neutralizační titrační křivky znázorňují závislost pH na množství odměrného roztoku (v ml) při neutralizační titraci. Z těchto křivek lze vyčíst polohu ekvivalentního bodu a spotřebu činidla v tomto bodě. Hodnoty pH nanášíme zpravidla na svislou osu (y), spotřebu činidla na osu vodorovnou (x).

Poznámka: Zhotovení neutralizačních titračních viz Kapitola **Instrumentální analytické metody**, Laboratorní úlohy z potenciometrie, úloha č.1.



Křivka 1 – 1 znázorňuje změny pH při titraci silné kyseliny silnou zásadou,
Křivka 2 – 2 znázorňuje změny pH při titraci slabé kyseliny slabou zásadou,
Křivka 1 – 2 znázorňuje změny pH při titraci silné kyseliny slabou zásadou,
Křivka 2 – 1 znázorňuje změny pH při titraci slabé kyseliny silnou zásadou.

e.b.₁ – ekvivalentní bod pro křivku 1 – 1 a 2 – 2, leží v neutrální oblasti, těsně v okolí $pH = 7$,

e. b.₂ – ekvivalentní bod pro křivku 2 – 1, leží v zásadité oblasti, $pH > 7$,

e. b.₃ – ekvivalentní bod pro křivku 1 – 2, leží v kyselé oblasti, $pH < 7$.

Poloha e.b. je důležitá z hlediska použití a uplatnění barevného indikátoru pro zjištění e.b. a tudíž pro zjištění momentu ukončení titrace. Každý barevný neutralizační indikátor má svůj charakteristický tzv.

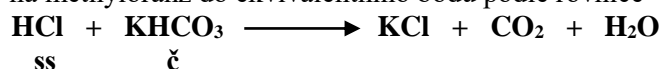
barevný přechod, tj. rozmezí pH, při kterém dochází k barevné změně. Proto ke zjištění e.b. při neutralizační titraci volíme vždy ten acidobázický indikátor, jehož barevný přechod leží v oblasti pH daného e.b. Tak např. fenolftalein má barevný přechod 8,2 až 10,0 pH, proto je vhodný pro titrace silné kyseliny silnou zásadou nebo slabé kyseliny silnou zásadou, a obráceně (křivka 1 – 1 a 2 – 1, e.b. je v neutrální a zásadité oblasti). Methyloranž má barevný přechod 3,1 až 4,4 pH, proto je vhodný pro titrace silné kyseliny slabou zásadou nebo silné kyseliny silnou zásadou, a obráceně (křivka 1 – 2 a 1 – 1, e.b. je v neutrální a kyselé oblasti). Methylčervená má barevný přechod v oblasti pH 4,2 – 6,3.

Laboratorní úlohy pro neutralizační titrace

Téma: Stanovení přesné koncentrace odměrných roztoků (standardizace roztoků).

Úloha 1. Stanovení přesné látkové koncentrace 0,1 molárního roztoku HCl

Princip: Jedná se o titraci přesného množství zásady KHCO_3 kyselinou chlorovodíkovou o konc. cca $0,1 \text{ mol/dm}^3$ na methyloranž do ekvivalentního bodu podle rovnice

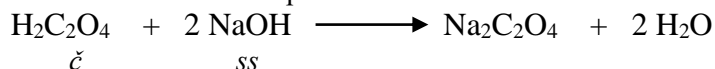


Pomůcky: pevný KHCO_3 , methyloranž, roztok HCl o konc. asi 0,1 M, byreta (50 ml), titrační baňka (100 ml).

- Postup:**
- vypočítáme hmotnost KHCO_3 , která teoreticky zreaguje s 30 ml 0,1 M HCl (asi 0,3 g),
 - přesnou navážku KHCO_3 kvantitativně vpravíme do titrační baňky (100 ml) a rozpustíme v malém množství vody (20 – 30 ml) a přidáme 2 – 3 kapky indikátoru (methyloranž),
 - byretu naplníme po rysku **označ. 0** roztokem kyseliny chlorovodíkové HCl,
 - za stálého promíchávání titrujeme roztok KHCO_3 roztokem kyseliny až se žlutý roztok v baňce změní oranžově červený,
 - roztok v titrační baňce opatrně zahřejeme k varu (vypuzení CO_2),
 - dojde-li k opětovnému sežloutnutí roztoku, po vychladnutí roztok dotitrujeme opět do oranžově červeného zbarvení,
 - ze zjištěné spotřeby roztoku HCl vypočítáme přesnou látkovou koncentraci sledované HCl.
 - celý postup (body b – g) opakujeme ještě 2krát (celkem 3krát) a vypočítáme průměrnou hodnotu koncentrace.

Úloha 2. Stanovení přesné hodnoty koncentrace 0,1 molárního roztoku NaOH

Princip: Jedná se o titraci přesného množství kyseliny roztokem hydroxidu o konc. cca $0,1 \text{ mol/dm}^3$ na methyloranž do ekvivalentního bodu podle rovnice



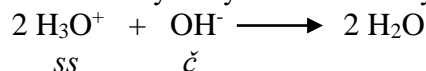
Pomůcky: roztok kyseliny šťavelové o přesné koncentraci (odměrný roztok) cca 0,05 M, methyloranž, roztok NaOH o konc. asi 0,1 M, 20 %ní roztok CaCl_2 , byreta (50 ml), titrační baňka (100 ml).

- Postup:**
- naplníme byretu zkoumaným roztokem NaOH
 - do titrační baňky (100 ml) odměříme přesně 20,00 ml kyseliny šťavelové přesné koncentrace (asi 0,05 M, máme předem připravenou) a přidáme methyloranž (roztok se zbarví oranžově červeně),
 - roztok v baňce titrujeme roztokem NaOH a po přidání ekvivalentního množství (asi 20 ml) přidáme 10 ml 20%ního roztoku CaCl_2 ,
 - vzniklý zákal dotitrujeme do žlutého zbarvení.
 - spotřebu roztoku NaOH si poznamenáme (V_1 ml).
 - stanovení v bodech b) – e) provedeme ještě 2krát – získáme spotřeby V_2 a V_3 ml NaOH.
 - z hodnot V_1 , V_2 a V_3 určíme průměr V (na 2 des. místa) a vypočítáme přesnou koncentraci roztoku NaOH (na 4 des. místa).

Téma: Stanovení obsahu složky (přesné koncentrace roztoků, hmotnosti složky)

Úloha 1: Stanovení procentové koncentrace technické kyseliny chlorovodíkové).

Princip: Neutralizační titrace kyseliny na acidobázický indikátor (fenolftalein)



Pomůcky: kyselina chlorovodíková neznámé konc., odměrný roztok NaOH, indikátor (fenolftalein), váženka, odměrná baňka (100 ml), titrační baňka, pipeta (20 nebo 25 ml), byreta (50 ml).

Postup: Ve váženke se zábrusovým víčkem odvážíme přesně asi 4,5 ml vzorku (pro prodejnou HCl) nebo asi 2 ml (pro koncentrovanou HCl). Kvantitativně spláchneme do 100 ml odměrné baňky a doplníme destilovanou vodou po rysku. Po důkladném promíchání odpipetujeme 20 nebo 25,00 ml roztoku do titrační baňky (možno ještě zředit 20 – 25 ml vody), přidáme 3 – 4 kapky fenolftaleinu a titrujeme 0,5 M NaOH do trvale zbarveného fialového roztoku. Titraci provedeme celkem 3krát a určíme průměrnou hodnotu spotřeby. Ze zjištěných údajů vypočítáme procentový obsah kyseliny HCl (hmotnostní procentovou koncentrací) v původním vzorku.

$$m_{ss} = m_n =$$

$$V_{\check{c}} = \quad (V_1 = \quad , V_2 = \quad V_3 = \quad)$$

$$c_{\check{c}} =$$

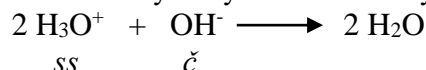
$$F_t =$$

$$z =$$

Výpočet:

Úloha 2: Stanovení procentové koncentrace technické kyseliny octové nebo octa.

Princip: Neutralizační titrace kyseliny na acidobázický indikátor (fenolftalein)



Pomůcky: kyselina octová neznámé konc., odměrný roztok NaOH, indikátor (fenolftalein), váženka, odměrná baňka (100 ml), titrační baňka, pipeta (20 nebo 25 ml), byreta (50 ml).

Postup: Ve váženke se zábrusovým víčkem odvážíme přesně asi 6 ml vzorku (pro ocet). Vzorek kvantitativně spláchneme do 100 ml odměrné baňky a doplníme po rysku. Po důkladném promíchání odpipetujeme 25,00 ml roztoku do titrační baňky, přidáme 3 – 4 kapky fenolftaleinu a titrujeme 0,1 M NaOH do trvale zbarveného fialového roztoku. Titraci provedeme celkem 3krát a určíme průměrnou hodnotu spotřeby. Ze zjištěných údajů vypočítáme procentový obsah kyseliny octové (hmotnostní procentovou koncentrací) v původním vzorku.

$$m_{ss} = m_n =$$

$$V_{\check{c}} = \quad (V_1 = \quad , V_2 = \quad V_3 = \quad)$$

$$c_{\check{c}} =$$

$$F_t =$$

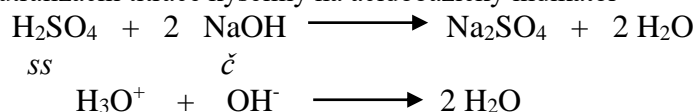
$$z =$$

Výpočet:

Poznámka: Pro stanovení koncentrovanějších roztoků kyseliny octové (příp. mravenčí) odvažujeme přesně asi 2 g a titrujeme 0,5 M NaOH. Jinak postupujeme jak je uvedeno výše.

Úloha 3: Stanovení procentové koncentrace kyseliny sírové (technické).

Princip: Neutralizační titrace kyseliny na acidobázický indikátor



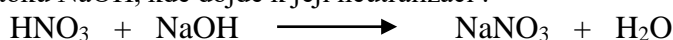
Pomůcky: vzorek zkoumané kyseliny, odměrný roztok 0,5 M NaOH, indikátor fenolftalein nebo methyloranž, skleněná váženka, titrační baňky (100 ml), odměrná baňka (100ml), pipeta, byreta.

Postup: Do skleněné váženky se zábrusovou zátkou, jejíž hmotnost předem přesně zjistíme zvážením na analytických váhách, odvážíme přesně přiměřené množství kyseliny (u konc. kyseliny asi 2,4 g nebo 1,2 – 1,5 ml; u akumulátorové kyseliny asi 5 ml). Hmotnost kyseliny (navážku) určíme z rozdílu obou hmotností (na 4 des. místa). Navážku kvantitativně vpravíme do odměrné baňky (100 ml), ve které je něco destilované vody, doplníme vodou po rysku a promícháme. K jednotlivým titracím odměřujeme pipetou 20 nebo 25 ml roztoku kyseliny a titrujeme roztokem NaOH přesné koncentrace (asi 0,5 mol/dm³) na fenolftalein (jednou kapkou se roztok zbarví trvale červenofialově) nebo na methyloranž (jednou kapkou se roztok zbarví trvale žlutě). Titrujeme celkem 3x a určíme průměrnou spotřebu hydroxidu sodného NaOH. Zjištěné hodnoty uvedeme v zápisu.

Úkol: Proved'te zápis hodnot pro výpočet a vypočítejte procentovou koncentraci sledované kyseliny sírové p(H₂SO₄).

Úloha 4: Stanovení hmotnostní procentové koncentrace kyseliny dusičné

Princip: Kyselinu dusičnou nelze stanovit přímo, protože kyselina dusitá v ní obsažená nevratně rozrušuje indikátor. Stanovuje se tedy nepřímou. Navážka vzorku se převede do známého nadbytku odměrného roztoku NaOH, kde dojde k její neutralizaci :



Nspotřebovaný NaOH se stanoví titrací odměrným roztokem HCl na indikátor methyloranž :



Postup : Do tenkostěnné (předem zvážené) baničky se nasaje vzorek HNO₃ (maximálně do 1/3 objemu). Kapilárka se zataví a banička se vzorkem se opět zváží. Do titrační baňky se odpipetuje 50 ml odměrného roztoku NaOH a přidají se 3 kapky MO. Banička se vzorkem se vpraví do titrační baňky a pomocí tloučku nebo pilníku se rozbije. Nezareagovaný NaOH se titruje odměrným roztokem HCl do vzniku oranžového zbarvení.

Úkol : Stanovte obsah HNO₃ ve vzorku v hm.%.

Úloha 5: Alkalimetrická titrace kyseliny trihydrogenfosforečné.

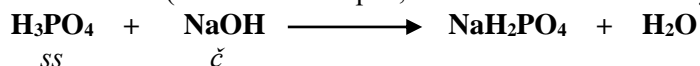
(stanovení hmotnostní procentové koncentrace)

Princip: Neutralizace kyseliny trihydrogenfosforečné hydroxidem sodným probíhá postupně do tří stupňů. Ekvivalentní body při titraci do 1. a 2. stupně lze snadno identifikovat indikátory s rozdílným barevným přechodem – methyloranž v oblasti kyselé (1. stupeň), fenolftalein v oblasti zásadité (2. stupeň).

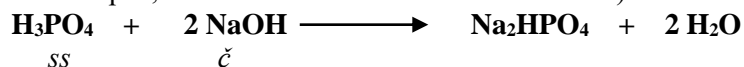
Pomůcky: kyselina trihydrogenfosforečná H₃PO₄, odměrný roztok NaOH (cca 0,1 M), fenolftalein a methyloranž (indikátory), pipeta (10 ml), odměrná baňka (250 ml), titrační baňky (100 ml), byreta (50 ml).

Postup:

- 1) Do skleněné váženky odpipetujeme asi 2 ml konc. H₃PO₄, přesně zvážíme, kvantitativně převedeme do odměrné baňky (250 ml) a doplníme destilovanou vodou po rysku. (zásobní roztok).
- 2) Z připraveného roztoku odpipetujeme do tří připravených titračních baněk po 10 ml roztoku, přidáme asi 20 ml destilované vody, několik kapek methyloranže a titrujeme do světle žlutého (cibulového) zbarvení roztoku (titrace do 1. stupně, bod ekvivalence leží v kyselé oblasti).



- 3) Titraci opakujeme podle 2) s indikátorem fenolftaleinem. Titrujeme do trvalého světle fialového zbarvení (titrace do 2. stupně, bod ekvivalence leží v zásadité oblasti).



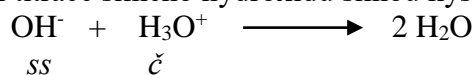
- 4) Ze zjištěných spotřeb určíme průměrnou spotřebu pro jednotlivé titrace v bodech 2) a 3) a vypočítáme procentové koncentrace.

Do protokolu uveďte:

- přesnou koncentraci odměrného roztoku,
- navážku kyseliny fosforečné,
- dílčí spotřeby a průměrnou spotřebu odměrného roztoku NaOH v bodech 2) a 3),
- titrační faktory a výpočet procentové koncentrace z jednotlivých průměrných spotřeb v bodech 2) a 3).
- Porovnejte a vysvětlete spotřebu odměrného roztoku při titracích do 1. a 2. stupně.

Úloha 6: Stanovení procentové koncentrace technického louhu sodného (draselného)

Princip: Neutralizační titrace silného hydroxidu silnou kyselinou



Pomůcky: technický louh (ss), odměrný roztok kyseliny HCl o konc. 0,5 M, methyloranž, pipeta (25 ml), odměrná baňka (100 ml), byreta (50 ml).

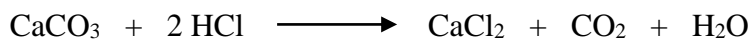
Postup: V uzavřené váženke odvážíme přesně asi 2,5 g vzorku, rozpustíme ve vodě a převedeme kvantitativně do odměrné baňky o objemu 100 ml. Po rozpuštění doplníme vodou po rysku a dobře promícháme. Odtud odpipetujeme 25,00 ml roztoku do titrační baňky, přidáme 2 – 3 kapky methyloranže a titruje odměrným roztokem kyseliny až do růžového zbarvení. Titraci provádíme celkem 3krát. Ze získaných měření (jednotlivých objemů odměrného roztoku) určete průměrnou spotřebu a vypočítejte hm. procentový obsahu hydroxidu v původním vzorku.

Poznámka: Titrujeme-li roztoky o konc. 0,1 navážíme asi dvojnásobek vzorku a ten rozpustíme a zředíme na 1000 ml zásobního roztoku.

Úkol: Proveďte zápis hodnot pro výpočet a vypočítejte hm. procentový obsahu hydroxidu v původním vzorku z vzorců a z chemické rovnice.

Úloha 7: Stanovení CaCO₃ ve vápenci

Princip : Vápeneč nelze stanovit přímo, protože je málo rozpustný ve vodě. Stanovuje se tedy nepřímou metodou. Navážka vzorku se převede do známého nadbytku odměrného roztoku HCl, kde proběhne jeho rozklad podle rovnice:



Uvolněný CO₂ se z roztoku vypudí mírným zahřátím, roztok se ochladí a množství HCl nespotřebované na rozklad se stanoví titrací odměrným roztokem NaOH na indikátor methyloranž:

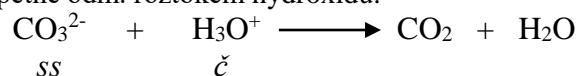


Postup : Na analytických vahách se diferenčně naváží 0,3 g vzorku vápence. Navážka se převede do titrační baňky, vpipetuje se 50 ml odměrného roztoku HCl a baňka se ponechá chvíli stát zakrytá hodinovým sklíčkem. Rozklad se provádí za chladu. Poté se roztok mírně zahřeje, aby se vypudil uvolněný CO₂. Roztok se ochladí a nespotřebovaná kyselina se titruje odměrným roztokem NaOH do vzniku oranžového zbarvení.

Úkol : Stanovte obsah CaCO₃ ve vzorku v hm.%.

Úloha 8: Stanovení obsahu CaCO₃ ve vaječné skořápce.

Princip: Nerozpustné uhličitany rozložíme silnou kyselinou v nadbytku a množství nezreagované kyseliny stanovíme zpětně odm. roztokem hydroxidu.



Pozn. : Objem kyseliny (č) stanovíme zpětnou titrací odm. roztokem hydroxidu (poměr roztoků kyselina : hydroxid je 1 : 1 za předpokladu stejných molárních koncentrací).

Pomůcky : vaječná skořápka zbavena vnitřní blány nebo jiný přírodní materiál obsahující uhličitan, 0,5 M roztok HCl (přesná konc.), 0,5 M NaOH (přesné konc.), methyloranž, titrační baňky (100 ml), byreta (50 ml).

Postup : Odvážíme přesně asi 0,5 g vzorku, který předem rozdrtíme a rozetřeme v porcelánové třecí misce. Navážku spláchneme do kádinky nebo titrační baňky, přidáme *přesně* odměřené množství kyseliny chlorovodíkové, které je asi o ¼ větší než činí vypočítané množství, tj asi 25 ml. Roztok krátce povaříme, abychom vypudili uvolněný CO₂. Po vychladnutí přidáme několik kapek methyloranže a po promíchání titrujeme roztokem hydroxidu až se roztok zbarví trvale žlutě. Za předpokladu, že c(NaOH) = c(HCl) je celková spotřeba odměrného roztoku kyseliny HCl při reakci s uhličitanem dána rozdílem přidané kyseliny a spotřebou 0,5 M NaOH. Vše provedeme celkem 3krát. Procentový obsah uhličitanu vypočítáme pro jednotlivá stanovení. Výsledný obsah je průměrem dílčích stanovení.

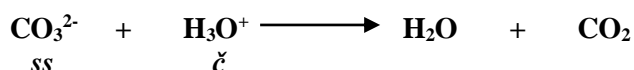
Úkol: Určete procentový obsah uhličitanů ve vzorku.

Poznámka: Není-li c(NaOH) = c(HCl) přepočítáme spotřebu roztoku NaOH na spotřebu (objem) roztoku NaOH o stejné konc. jako je koncentrace HCl.

(Přírodní vědy ve škole č. 7/1988/89, str. 263).

Úloha č. 9: Stanovení uhličitanů alkal. kovů vedle hydroxidů (podle Winklera)

Princip: Dvěma titracemi stanovíme nejdříve celkovou alkalitu (NaOH a Na₂CO₃) a pak po vysrážení uhličitanů stanovíme pouze NaOH. Spotřeba kyseliny pro titraci Na₂CO₃ se zjistí z rozdílu obou spotřeb.



Pomůcky: vzorek (technický NaOH), odm. roztok 0,5 M HCl, 0,5 M BaCl₂.2 H₂O, fenolftalein, methyloranž, odměrná baňka 250 ml, titrační baňky.

Postup: Na analytických váhách odvážíme přesně asi 0,5 g vzorku, rozpustíme v malém množství H₂O v odměrné baňce (250 ml) a doplníme po rysku.

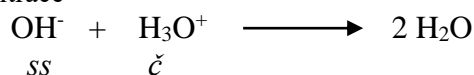
- 1) K 1. titraci odměříme 25,00 ml zásobního roztoku do titrační baňky a titrujeme odměrným roztokem 0,5 M HCl na methyloranž do trvale růžového zbarvení (V₁ ml kyseliny pro reakci NaOH a Na₂CO₃).
- 2) K 2. titraci odměříme také 25 ml roztoku, přidáme 0,5 M BaCl₂.2 H₂O, až sraženina uhličitanu nevzniká a titrujeme odm. roztokem HCl na fenolftalein do červenofialového zbarvení (V₂ ml kyseliny pro reakci s NaOH)
- 3) Objem V = V₁ - V₂ odpovídá reakci přítomného uhličitanu.
- 4) Ze zjištěných hodnot V vypočítáme procentový obsah uhličitanu ve vzorku-

Výpočet :

Zápis: $m_n =$
 $V_1 =$ $V_2 =$ $V = V_1 - V_2$
 $M(\text{Na}_2\text{CO}_3) =$
 $z =$

Úloha č. 10: Stanovení Ca(OH)₂ ve vápenné vodě

Princip: Neutralizační titrace



Pomůcky: zkoumaný roztok Ca(OH)₂ – čerstvý nasycený roztok Ca(OH)₂, odm. roztok 0,1 M HCl, methyloranž, titrační baňka (250 ml), pipeta (25 ml), byreta (50 ml).

Postup: Do titrační baňky (250 ml) odměříme přesně 50,00 ml zkoumaného roztoku (vzorku), přidáme několik kapek methyloraže a titrujeme 0,1 M HCl do trvale růžového zbarvení. Titraci provedeme celkem 3krát a určíme průměrnou spotřebu kyseliny. Současně pyknometricky stanovíme hustotu vápenné vody ρ (vzorku) a vypočítáme hmotnost (navážku) 50 ml vzorku. Ze zjištěných hodnot vypočítáme:

- a) hmotnost čitého Ca(OH)₂, které zreaguje s 1 ml odměrného roztoku kyseliny HCl – **m₁**
- b) hmotnost čitého Ca(OH)₂ obsaženého v 50,00 ml roztoku – **m₅₀**

- c) hmotnost čístejho Ca(OH)_2 ve 100 g roztoku čili $\rho(\text{Ca(OH)}_2) - m_{100}$
(tabulková hodnota rozpustnosti je 0,16 g /100 g vody při 20° C)

Výpočet :

Zápis: $V_1 =$, $V_2 =$, $V_3 =$,

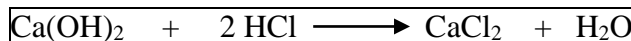
$$V = V_1 + V_2 + V_3 =$$

$$\rho =$$
 ,

$$M_{\text{Ca(OH)}_2} =$$

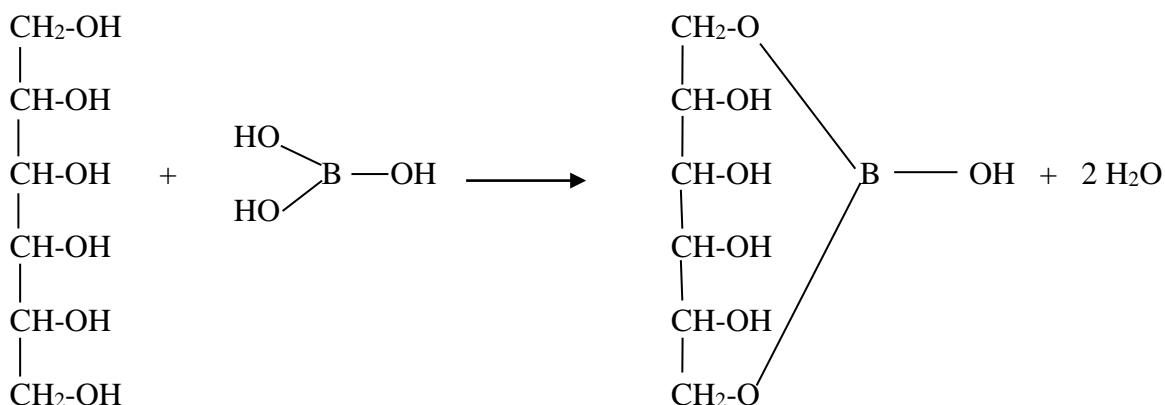
$$c(\text{HCl}) =$$

rovnice



Úloha č. 11: Stanovení kyseliny borité

Princip : Kyselina boritá patří mezi velmi slabé kyseliny ($\text{p}K_{\text{a1}} = 9,23$). Bod ekvivalence tedy nelze spolehlivě určit. Proto se před titrací převádí na silnější kyselinu. Při tom se využívá schopnosti kyseliny borité tvořit s některými organickými látkami komplexní kyseliny. Používá se například mannit (šestifunkční alkohol), který s H_3BO_3 tvoří silnější jednosytnou kyselinu mannitoboritou.



Vzniklá jednosytná kyselina mannitoboritá se titruje odměrným roztokem NaOH (ve stechiometrii 1 : 1) na indikátor fenolftalein.. Koncentraci použitého NaOH je nutno stanovit titrací roztokem HCl na stejný indikátor, tj. na fenolftalein.

Uvedený postup se používá pro stanovení obsahu kyseliny borité v borové masti a borové vodě. Mast se předem rozpouští v petroléteru.

Postup :

1) Stanovení koncentrace NaOH

Do titrační baňky se odpipetuje 25 ml odměrného roztoku HCl, přidají se 3 kapky fenolftaleinu a roztok se titruje odměrným roztokem NaOH do vzniku prvního fialového zbarvení.

2) Příprava zásobního roztoku vzorku

Na analytických vahách se diferenčně naváží 1 g vzorku kyseliny borité, navážka se převede do 250 ml odměrné baňky a po rozpuštění a vytemperování se roztok v baňce doplní destilovanou vodou po rysku.

3) Vlastní stanovení

Do titrační baňky se odpipetuje 25 ml zásobního roztoku vzorku, obsahujícího kyselinu boritou, přidá se 20 ml roztoku mannitu (20g mannitu rozpuštěného ve 100 ml vody) předem zneutralizovaného roztokem NaOH na FF. Přidají se 3 kapky fenolftaleinu a roztok se ihned titruje roztokem NaOH do fialového zbarvení.

Úkol : Stanovte procentový obsah H_3BO_3 v pevném vzorku.