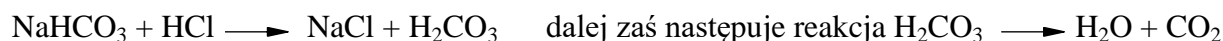
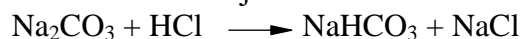


# Analiza ilościowa

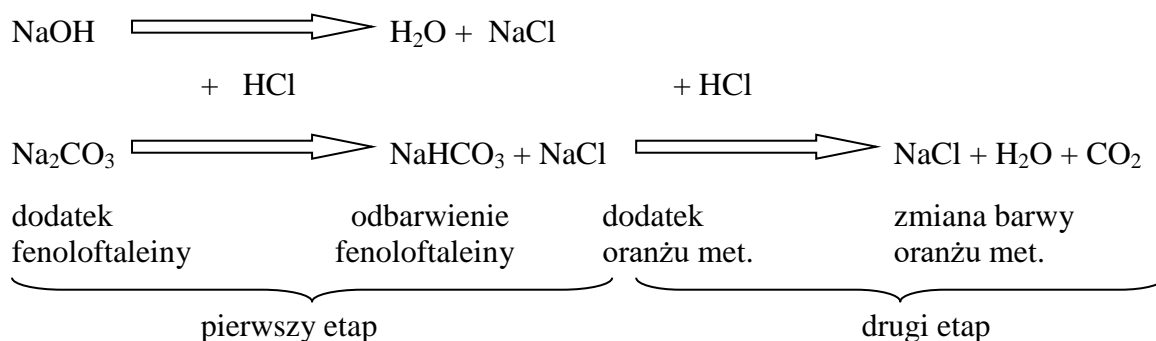
## Ćwiczenie 5

### Klasyczne miareczkowanie alkacymetryczne, oznaczanie NaOH i Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> obok siebie

Roztwory NaOH stykające się z powietrzem praktycznie zawsze zawierają w sobie niewielkie ilości węglanu sodu, stąd tak istotna jest znajomość metod pozwalających na dokładne wyznaczenie ilości obydwu tych substancji w badanym roztworze. Alkacymetrycznie oznaczenie zawartości wodorotlenku i węglanu sodu obok siebie można wykonać dwoma sposobami – metodą Wardera lub Winklera. Na pracowni wykorzystamy tę pierwszą metodę polegającą na stopniowym miareczkowaniu badanego roztworu za pomocą mianowanego roztworu kwasu solnego najpierw w obecności fenoloftaleiny, a dalej, po jej odbarwieniu – w obecności oranżu metylowego. Wykorzystuje się tu dwustopniową reakcję Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> z titrantem, dającą najpierw wodorowęglan sodu (NaHCO<sub>3</sub>), a następnie nietrwały kwas węglowy H<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, który ulega rozkładowi z wydzieleniem CO<sub>2</sub> zgodnie z następującymi równaniami reakcji:



Zatem schemat miareczkowania mieszaniny NaOH i Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> można przedstawić w następujący sposób:



Pierwszy etap reakcji kończy się po odbarwieniu fenoloftaleiny przy pH równym około 8.3. Jak widać ze schematu, w punkcie tym zobojętnieniu ulega cała ilość NaOH i dodatkowo zachodzi reakcja z połową ilości Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>. Drugi etap – miareczkowanie wobec oranżu metylowego – to jedynie reakcja kwasu solnego z wodorowęglanem sodu, przy której zakończeniu pH roztworu osiąga wartość równą około 4.

Należy pamiętać, iż metoda Wardera daje satysfakcjonujące wyniki w przypadku, gdy zawartość węglanu sodu jest znacznie niższa niż zawartość samego wodorotlenku.

## Wykonanie oznaczenia

Po otrzymaniu zadania uzupełnić kolbkę miarową wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać roztwór. Następnie pipetą jednomiarową (20 lub 25 mL) pobrać zadanie i przenieść je do kolbki stożkowej. Roztwór należy rozcieńczyć wodą destylowaną do objętości około 100 mL, a następnie dodać 2–3 krople fenoloftaleiny i miareczkować mianowanym roztworem HCl aż do odbarwienia wskaźnika. Zanotować objętość zużytego kwasu ( $a$  mL). Następnie, nie uzupełniając biurety, należy dodać 2–3 krople oranżu metylowego i miareczkować dalej roztworem HCl do zmiany barwy wskaźnika z żółtej na cebulkową. Zanotować objętość kwasu jaka została zużyta na drugi etap miareczkowania ( $b$  mL). Miareczkowanie należy powtórzyć trzykrotnie.

Z rozważań w części wstępnej ćwiczenia wynika, że na zmiareczkowanie wodorotlenku sodu zużywa się  $(a-b)$  mL roztworu kwasu, zaś na całkowite zmiareczkowanie węglanu sodu  $2b$  mL HCl. Zatem jeżeli wstawimy objętości w jednostkach mL, to liczbę milimoli NaOH możemy obliczyć ze wzoru:

$$x_{\text{NaOH}} = (a-b) \cdot c \cdot w \text{ (mmol)}$$

W przypadku węglanu(IV) sodu z reakcji wynika, że z 1 molem związku reagują 2 mole HCl zatem liczbę moli  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  obliczymy ze wzoru:

$$x_{\text{Na}_2\text{CO}_3} = \frac{2 \cdot b \cdot c \cdot w}{2} = b \cdot c \cdot w \text{ (mmol)}$$

gdzie:  $a$  – objętość roztworu HCl zużyta na zmiareczkowanie wobec fenoloftaleiny (mL),  
 $b$  – objętość roztworu HCl zużyta na zmiareczkowanie wobec oranżu metylowego (mL),  
 $c$  – stężenie roztworu kwasu solnego (mmol/mL),  
 $w$  – współmierność kolby z pipetą (gdy do odmierzenia zadania użyto pipety 20 mL, wówczas przyjmujemy wartość  $w = 5$ , zaś gdy 25 mL,  $w = 4$ ).

Zawartość badanych substancji w miligramach obliczamy mnożąc otrzymane liczby milimoli przez masę molową związku – dla NaOH –  $M = 40.0$  mg/mmol dla  $\text{Na}_2\text{CO}_3 = 106.0$  mg/mmol.

## Wyniki

Objętość  $a$  dla 1 próbki ..... objętość  $b$  .....

Objętość  $a$  dla 2 próbki ..... objętość  $b$  .....

Objętość  $a$  dla 3 próbki ..... objętość  $b$  .....

*Uwaga: jeśli któraś z objętości wyraźnie odstaje od pozostałych, należy ją pominąć lub wykonać dodatkowe miareczkowanie.*

Średnie wartości objętości  $a$  ..... i  $b$  ..... wzięte do obliczeń

*Uwaga: Wyniki obliczonych mas podajemy w mg z dokładnością do 4 cyfr znaczących*

masa NaOH  $m =$  .....

Sumaryczna masa

NaOH i  $\text{Na}_2\text{CO}_3$   $m =$  .....

masa  $\text{Na}_2\text{CO}_3$   $m =$  .....

Zaliczenie – data i podpis prowadzącego .....