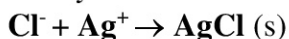


Úloha č. 3

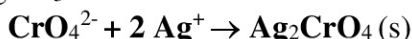
Argentometrické stanovení chloridů

Princip

Argentometrické stanovení chloridů je založeno na reakci chloridů se stříbrnými ionty za vzniku bílé sraženiny chloridu stříbrného:



K vizuální indikaci bodu ekvivalence se používá jako indikátor K_2CrO_4 , který vytvoří s prvním nadbytkem AgNO_3 červenohnědou sraženinu chromanu stříbrného:



Bod ekvivalence se tedy projeví červenohnědým zbarvením původně bílé sraženiny chloridu stříbrného. Podmínkou pro vznik chromanu stříbrného je hodnota pH titrovaného roztoku v rozmezí 6,5 až 10,5.

Odměrný roztok AgNO_3 není stálý. Rozkládá se působením světla, a proto je nutno jej uchovávat v tmavé lahvi. AgNO_3 tedy není primárním standardem, přesnou koncentraci jeho roztoku musíme zjistit pomocí standardizace. V této úloze se provádí standardizace na roztok primárního standardu NaCl . Způsob indikace bodu ekvivalence a chemické reakce probíhající při standardizaci jsou stejné, jako při výše uvedené titraci vzorku.

Chemikálie a činidla:

- odměrný roztok AgNO_3 o koncentraci cca 0,05 mol/l
- NaCl p.a. (primární standard)
- 5% vodný roztok K_2CrO_4 (indikátor)

Pracovní postup

1. Příprava 100 ml 0,05M roztoku NaCl

Vypočítá se navážka NaCl potřebná pro přípravu 100 ml 0,05M roztoku NaCl . Naváží se s přesností ± 0.1 mg (tj. na analytických vahách) navážka primárního standardu NaCl blízka vypočtené navážce, rozpustí se v potřebném množství destilované vody a kvantitativně se převede do 100ml odměrné baňky. Odměrná baňka se doplní destilovanou vodou po rysku a dokonale promíchá. Z hodnoty skutečné navážky NaCl se vypočítá skutečná koncentrace připraveného odměrného roztoku:

$$c_{\text{NaCl}} = \frac{m_{\text{NaCl}}}{M_{\text{NaCl}} \cdot V}$$

kde:

- m_{NaCl} - navážka primárního standardu NaCl [g],
- M_{NaCl} - molární hmotnost NaCl [g/mol],
- V - objem připraveného odměrného roztoku [$100 \cdot 10^{-3}$ l],
- c_{NaCl} - koncentrace chloridu sodného v připraveném odměrném roztoku [mol/l].

2. Standardizace cca 0,05M AgNO₃

Dusičnan stříbrný je sekundárním standardem a je proto nezbytné provádět standardizaci odměrného roztoku dusičnanu stříbrného bezprostředně před nebo po jeho použití. Odpipetuje se 10 ml roztoku primárního standardu NaCl (připraveného v bodě 1) do 100ml titrační baňky, zředí se vodou asi na 25 ml a přidá 3-5 kapek 5% K₂CrO₄. Žlutě zbarvený roztok se titruje za stálého míchání odměrným roztokem AgNO₃, až do vzniku prvního postřehnutelného trvalého zbarvení titrovaného roztoku červenohnědou sraženinou Ag₂CrO₄.

Standardizace se provede 3x a z průměrné hodnoty spotřeby odměrného roztoku AgNO₃ se vypočítá jeho skutečná koncentrace:

$$c_{\text{Ag}} = \frac{V_{\text{NaCl}} \cdot c_{\text{NaCl}}}{A}$$

kde:

V_{NaCl} - pipetovaný objem odměrného roztoku NaCl [10 ml],

c_{NaCl} - skutečná koncentrace odměrného roztoku NaCl vypočtená v bodě 1 [mol/l],

A - průměrná spotřeba odměrného roztoku AgNO₃ při standardizaci [ml],

c_{Ag} - koncentrace odměrného roztoku AgNO₃ [mol/l].

3. Vlastní stanovení obsahu chloridů ve vzorku

Zadaný roztok vzorku ve 100ml odměrné baňce se doplní destilovanou vodou po rysku a dokonale promíchá. Další postup je obdobný jako při standardizaci odměrného roztoku AgNO₃. K titraci se odpipetuje 10 ml roztoku vzorku, zředí se na asi 25 ml, přidá 3-5 kapek 5% K₂CrO₄ a titruje odměrným roztokem AgNO₃ do prvního postřehnutelného trvalého červenohnědého zbarvení.

Titrace vzorku se provádí rovněž 3x a z průměrné hodnoty spotřeby odměrného roztoku AgNO₃ se vypočítá obsah Cl⁻ ve vzorku:

$$m_{\text{Cl}} = M_{\text{Cl}} \cdot B \cdot c_{\text{Ag}} \cdot f$$

kde:

m_{Cl} - obsah chloridů ve vzorku [mg],

M_{Cl} - molární hmotnost Cl [g/mol],

B - průměrná spotřeba odměrného roztoku AgNO₃ při titraci vzorku [ml],

c_{Ag} - koncentrace odměrného roztoku AgNO₃, vypočtená v bodě 2 [mol/l],

f - podílový faktor [100 ml / 10 ml = 10].

Výsledek analýzy se uvádí v **mg** chloridu v analyzovaném vzorku.

Doplňkové příklady:

1. Vypočtete rozpustnost (= koncentrace nasyceného roztoku, který je v rovnováze s pevnou fází málo rozpustného elektrolytu) v **mol/l** a **mg/l**:

a) AgCl ($S_{\text{AgCl}} = 1,8 \cdot 10^{-10}$)

b) Ag₂CrO₄ ($S_{\text{Ag}_2\text{CrO}_4} = 1,1 \cdot 10^{-12}$)

(Způsob výpočtu je uveden ve skriptech v kapitole 3.3 str. 81-84)

2. Vypočítejte, zda při smíšení 10 ml 0,05M NaCl, 16 ml H₂O a jedné kapky (cca 0,03 ml) 0,05M AgNO₃ vznikne sraženina AgCl (s); (viz skripta str. 83).
3. Absolvovali jste úlohu "argentometrické stanovení chloridů" a měli byste tedy rozumět podstatě vizuelní indikace bodu ekvivalence. Předpokládejme, že se k titrovanému roztoku přidá přibližně 0,15 ml 5% roztoku K₂CrO₄ (to je asi 3 - 5 kapek), a že objem roztoku v titrační nádobce v okolí bodu ekvivalence se pohybuje kolem 40 ml. Vypočítejte na základě těchto údajů, při jaké koncentraci Cl⁻ iontů ([Cl⁻]=?) se začne srážet červenohnědá sraženina nerozpustného Ag₂CrO₄.
 $S_{\text{AgCl}} = 10^{-10}$; $S_{\text{Ag}_2\text{CrO}_4} = 10^{-12}$ (přesné hodnoty jsou v tabulkách - pro náš výpočet zcela postačují hodnoty přibližné). Návod na řešení naleznete v kap. 3.3 (str. 39 - 45) doporučených skript.
4. Vypočítejte rozpustnost síranu barnatého (v jednotkách mol/l a mg/l) ve vodném roztoku síranu sodného o koncentraci 71 mg/l.
5. V dnešní úloze jste spotřebovali přibližně 100 ml odměrného roztoku AgNO₃. Vypočítejte, kolik gramů stříbra bylo obsaženo v těchto 100 ml cca 0,05M roztoku AgNO₃. Při výpočtu použijte skutečnou koncentraci odměrného roztoku AgNO₃ zjištěnou při standardizaci.
6. Na základě hodnot součinů rozpustnosti příslušných málo rozpustných halogenidů stříbrných určete, v jaké pořadí by vznikaly jednotlivé sraženiny, pokud by vzorek při argentometrickém stanovení obsahoval směs halogenidů Cl⁻, Br⁻ a I⁻.
7. Pokuste se navrhnout jiný indikátor, který by bylo možné použít při argentometrickém stanovení chloridů.