

# POTENCIOMETRIE

## Acidobazická titrace



Inovace předmětu probíhá v rámci projektu  
CZ.1.07/2.2.00/28.0302 Inovace studijních programů AF a ZF MENDELU směřující k vytvoření  
mezioborové integrace.  
Projekt je spolufinancován z Evropského sociálního fondu a státního rozpočtu České republiky

## Teorie:

### Přímá potenciometrie

Přímá potenciometrie je elektrochemická metoda, při níž měříme elektromotorické napětí článku (*EMN*) tvořeného měrnou (indikační) a referentní (srovnávací) elektrodou, přičemž potenciál měrné elektrody závisí na koncentraci stanovovaného iontu a potenciál referentní elektrody má konstantní hodnotu.

### Měření pH

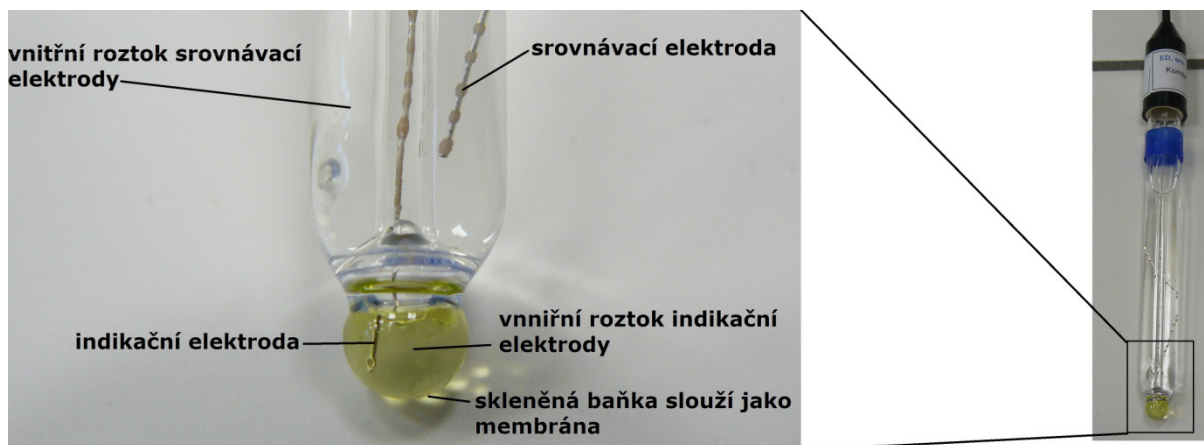
Články používané k měření pH jsou tvořeny nejčastěji skleněnou elektrodou a elektrodou referentní. S ohledem na vlastnosti skleněné elektrody je nutné ji vždy kalibrovat s použitím vhodných standardních tlumivých roztoků. Protože změna potenciálu elektrody připadající na změnu pH o jednotku nemusí odpovídat u skleněné elektrody teoretické hodnotě, je třeba provádět kalibraci na 2 - 3 tlumivé roztoky.

### Potenciometrické titrace

Při potenciometrických titracích neboli titracích s potenciometrickou indikací bodu ekvivalence se sleduje závislost elektromotorického napětí článku (*EMN*), složeného z vhodné indikační elektrody (elektroda, která reaguje změnou svého potenciálu na změnu složení titrovaného roztoku vzorku) a referentní elektrody, na objemu přidávaného titračního činidla.

Indikační elektroda se volí dle typu analytických reakcí, přičemž potenciometrické titrace lze užít pro všechny typy analytických reakcí (acidobazické, oxidačně-redukční, srážecí i komplexotvorné). Zvolená indikační elektroda musí reagovat změnou svého potenciálu na změnu koncentrace stanovované složky či titračního činidla.

U acidobazických titrací se využívá článku tvořeného ze skleněné elektrody (indikační) a referentní elektrody. V kombinované elektrodě je spojena indikační a srovnávací elektroda do jednoho těla elektrody.



Obrázek č. 1: Detail spodní části kombinované skleněné elektrody

Potenciometrické titrace se provádějí tak, že se po každém přidavku určitého objemu titračního činidla zaznamená hodnota *EMN* článku, popř. *pH*. Grafickým znázorněním je pak titrační křivka a bod ekvivalence je určen jejím inflexním bodem.

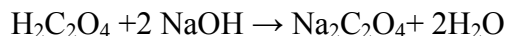
Titrační křivka má obecně esovitý tvar a k jejímu vyhodnocení se používají grafické, popř. výpočetní metody.

### Úkoly:

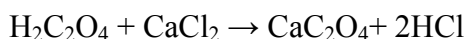
- 1) Standardizace 0,1 mol/l odměrného roztoku NaOH na dihydrát kyseliny šťavelové
- 2) Stanovení H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> ve vzorku s potenciometrickou indikací bodu ekvivalence

## 1. Standardizace 0,1 mol/l odměrného roztoku NaOH

### Princip:



Roztok kyseliny šťavelové se titruje odměrným roztokem NaOH na indikátor methyloranž tak, že se do titrovaného roztoku přidá CaCl<sub>2</sub> a titruje se uvolněná HCl:



### Výpočet navážky standardní látky:

Na vahách odvážíme na desetinu mg přibližně takové množství dihydrátu kyseliny šťavelové, aby po převedení navážky do odměrné baňky na 100 ml, doplnění baňky po značku destilovanou vodou a po odpipetování 10 ml tohoto roztoku kyseliny šťavelové do titrační baňky byla při titraci spotřeba odměrného roztoku 0,1 mol/l NaOH 10 ml.

### Postup:

Navážku dihydrátu kyseliny šťavelové rozpustíme v kádince asi v 50 ml destilované vody, převedeme kvantitativně do odměrné baňky na 100 ml, baňku doplníme destilovanou vodou po značku a obsah baňky promícháme.

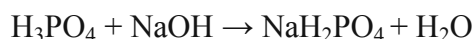
Do titrační baňky odpipetujeme 10 ml takto připraveného roztoku kyseliny šťavelové, odměrným válcem přidáme 10 ml 10% roztoku CaCl<sub>2</sub> a 2-3 kapky methyloranže. Titrujeme odměrným roztokem 0,1 mol/l NaOH do žlutého zbarvení.

Titraci provedeme třikrát. Z průměrné spotřeby odměrného roztoku vypočteme jeho přesnou koncentraci v mol/l (na 4 desetinná místa).

## 2. Stanovení H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> ve vzorku potenciometrickou titrací

### Princip:

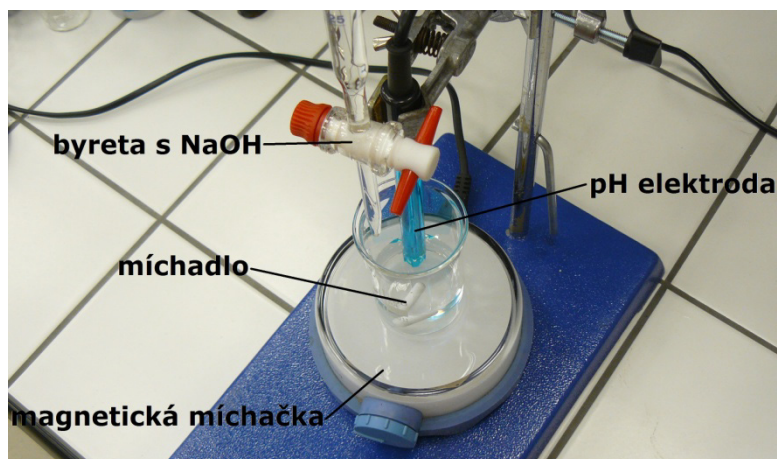
Kyselina fosforečná je dvojsytná kyselina a při její titraci odměrným roztokem hydroxidu sodného probíhají postupně tyto reakce:



Vyneseme-li do grafu závislost pH roztoku na objemu přidávaného titračního činidla získáme titrační křivku. V okolí bodů ekvivalence je změna pH na objemu titračního činidla největší. Pro každou z uvedených reakcí najdeme v křivce jeden bod ekvivalence.

### Pracovní postup:

Vzorek v odměrné baňce doplníme po rysku destilovanou vodou a obsah baňky promícháme. Do kádinky na 100 ml vložíme míchadlo, napipetujeme 10 ml vzorku a 30 ml destilované vody. Kádinku postavíme na elektromagnetickou míchačku a do roztoku ponoříme destilovanou vodou opláchnutou kombinovanou elektrodu.



Obrázek č. 2: Titrace s potenciometrickou indikací bodu ekvivalence

Zapneme míchání a titrujeme odměrným roztokem NaOH o  $c = 0,1 \text{ mol/l}$ , který přidáváme ke vzorku po 0,5 ml. Po každém přidavku odměrného roztoku vždy odečítáme hodnotu pH roztoku na pH-metru. Titraci ukončíme po přidavku 25 ml odměrného roztoku NaOH.

Z těchto údajů vyneseme do grafu titrační křivku (závislost pH na objemu titračního činidla  $V$  v ml) a ze spotřeby titračního činidla v prvním bodě ekvivalence vypočítáme obsah  $\text{H}_3\text{PO}_4$  v mg (na 1 desetinné místo) v původním vzorku.

### Protokol:

- 1) Tabulka s hodnotami pH a příslušných objemů přidávaného odměrného roztoku NaOH.
- 2) Titrační křivka (grafická závislost pH na objemu odměrného roztoku NaOH).
- 3) Určení bodu ekvivalence (viz Příloha).
- 4) Ze spotřeby odměrného roztoku NaOH v prvním bodě ekvivalence  $V_{\text{ekv}}$  (zjištěné z titrační křivky) a z přesné látkové koncentrace odměrného roztoku NaOH (zjištěné v úkolu 1) vypočítat obsah  $\text{H}_3\text{PO}_4$  v mg (na 1 desetinné místo) v původním vzorku.