

PRACOWNIA nr 5

WSTĘP DO ANALIZY MIARECZKOWEJ. KOMPLEKSOMETRIA.

CHEMIA SANITARNA.

Zagadnienia do kartkówki:

1. Podstawy analizy miareczkowej, PK i PR miareczkowania, miareczkowanie bezpośrednie, odwrotne, pośrednie.
2. Kompleksy – budowa, nazewnictwo, stała trwałości i stała nietrwałości; pojęcia: ligand, jon centralny, liczba koordynacyjna; obliczanie liczby koordynacyjnej.
3. Kompleksometria, kompleksometria, wskaźniki kompleksometryczne.
4. Twardość wody - definicja, źródła twardości, rodzaje twardości, jednostki twardości.
5. Metody usuwania twardości wody - reakcje ilustrujące każdą metodę.
6. Metoda wersenianowa oznaczania twardości wody.

Analiza objętościowa (miareczkowa) polega na ilościowym oznaczaniu substancji (**analitu**) na podstawie dokładnego pomiaru objętości roztworu dodawanego odczynnika miareczkującego (**titranta**) o ściśle określonym stężeniu (**mianie**), odmierzanego za pomocą biurety, reagującego ilościowo z analitem. Roztwór titranta dodaje się z biurety stopniowo, małymi porcjami (miarami), stąd nazwa – analiza miareczkowa.

Operacja dodawania titranta z biurety do naczynia zawierającego miareczkowany roztwór nazywa się **miareczkowaniem**. Natomiast roztwór titranta o znanym stężeniu nosi nazwę **roztworu mianowanego**.

Metodami miareczkowymi w zależności od stężenia titranta i wielkości stosowanej biurety, można oznaczyć zawartość oznaczanych substancji w zakresie 10^{-3} - 10^{-1} .

Ze względu na typ reakcji zachodzącej podczas miareczkowania, pomiędzy oznaczaną substancją a roztworem titranta, metody miareczkowe zostały podzielone na cztery grupy:

- **kompleksometrię** – opartą na tworzeniu rozpuszczalnych, słabo zdysocjowanych związków kompleksowych; najważniejszym jej działem jest **kompleksometria**, w której titrantami są roztwory kompleksonów tworzących z metalami kompleksy chelatowe,
- miareczkowanie strąceniowe – oparte na reakcjach wytrącania trudno rozpuszczalnych osadów jonów titranta i substancji oznaczanej,
- **alkacymetrię** – opartą na reakcjach zobojętnienia (kwas – zasada) i obejmuje dwa działy: **alkalimetrię** (oznaczanie substancji przez miareczkowanie mianowanym roztworem zasady oraz **acydymetrię** (oznaczanie substancji przez miareczkowanie mianowanym roztworem kwasu),
- **redoksymetrię** – opiera się na reakcjach utlenienia i redukcji; obejmuje dwa działy: **oksydymetrię** (oznaczanie substancji przez miareczkowanie mianowanymi roztworami utleniaczy) i **reduktometrię** (oznaczanie substancji przez miareczkowanie mianowanymi roztworami reduktorów).

W analizie miareczkowej stosuje się przede wszystkim środowisko wodne. Można także wykorzystać metody miareczkowe do oznaczeń w środowiskach niewodnych lub mieszanych.

Punkt miareczkowania, w którym oznaczany składnik przereagował ilościowo i stechiometrycznie z titrantem nosi nazwę **punktu równoważnikowego (PR) miareczkowania**. Miareczkowanie uznaje się praktycznie za zakończone po osiągnięciu punktu końcowego (PK), określanego na podstawie widocznych zmian zachodzących w roztworze miareczkowanym (pojawienie się zabarwienia lub jego zmiana). PK powinien znajdować się jak najbliżej PR. Różnica objętości titranta pomiędzy PR a PK nazywa się błędem systematycznym miareczkowania.

Ze względu na sposób prowadzenia miareczkowania wyróżnia się miareczkowanie bezpośrednie i pośrednie. **Miareczkowanie bezpośrednie** polega na tym, że oznaczana substancja reaguje bezpośrednio – stechiometrycznie i szybko z dodawanym titrantem. W tym miareczkowaniu używa się tylko jednego roztworu mianowanego. Natomiast **miareczkowanie pośrednie** polega na dobraniu takiej substancji trzeciej, która reagując stechiometrycznie i ilościowo z oznaczanym składnikiem tworzy nowy związek, reagujący następnie stechiometrycznie z titrantem. Szczególnym rodzajem miareczkowania pośredniego jest **miareczkowanie odwrotne** – polega ono na tym, że do badanego roztworu dodaje się odmierzoną ilość roztworu titranta I i w nadmiarze, a następnie nadmiar tego odczynnika odmiareczkuje się innym odpowiednio dobranym roztworem titranta II. Potrzebne są więc dwa roztwory mianowane. Taki typ miareczkowania stosuje się w przypadku gdy reakcja przebiega wolno lub gdy trudno jest dobrać odpowiedni wskaźnik do miareczkowania bezpośredniego.

Technika pipetowania roztworów

Suchą od zewnątrz pipetę zanurza się w cieczy na taką głębokość, aby podczas pobierania roztworu nie zassać powietrza. Następnie pobiera się roztwór trzymając pionowo pipetę. Po ustaleniu się dolnego menisku na wysokości kreski na szyjce pipety (oko powinno być na wysokości kreski) dotyka się końcem pipety suchego pomocniczego naczynia szklanego w celu usunięcia zwisającej kropli i przenosi pipetę nad przygotowane naczynie. Trzymając pionowo pipetę opróżnia się jej zawartość do nachylonego naczynia. Końcówka pipety powinna dotykać ściankę naczynia. Nie wolno wydmuchiwać ani wytrząsać pozostałości roztworu z pipety. Nie powinno się również dotykać końcem pipety cieczy znajdującej się w naczyniu.

Technika miareczkowania

Dokładnie umytą biuretę, tak aby woda spływała z niej równomiernie nie pozostawiając kropeł, przepłukuje się 2 – 3 krotnie niewielkimi ilościami roztworu mianowanego i umieszcza się w statywie. Do biurety wlewa się bezpośrednio z butelki roztwór mianowany powyżej kreski zerowej. Następnie należy usunąć z końcówki biurety powietrze, odkręcając kran tak, aby z biurety wypłynął mocny strumień titranta. Pozostawione w biurecie powietrze może być przyczyną dużych błędów podczas miareczkowania. Jeżeli na końcówce biurety pozostanie jeszcze kropla roztworu, należy ją usunąć przez dotknięcie do suchej ściany zlewki. Następnie pod biuretę podstawia się naczynie (najczęściej kolba stożkowa) z miareczkowanym roztworem. Palcami lewej ręki otwiera się kurek biurety a prawą ręką trzyma się kolbę stożkową jednocześnie mieszając ruchem wirowym zawartość kolby. Roztwór mianowany spuszcza się ostrożnie z biurety, a w miarę zbliżania się do PK miareczkowania coraz wolniej, dozując go kroplą po kropli. Ostatnią kroplę zbiera się poprzez dotknięcie wewnętrzną powierzchnią kolby, którą następnie spłukuje się wodą z tryskawki.