

C Laboratory task 6 in TMT4110

Oppgave 6: Titrering av sterk og svak syre

Hensikten med oppgaven er å bestemme konsentrasjonen av en ukjent syre med stor nøyaktighet.

I del 1 skal konsentrasjonen av en NaOH-løsning først bestemmes (løsningen standardiseres) ved å titrere mot en løsning av KHfT ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$) hvor konsentrasjonen er nøyaktig kjent. I del 2 skal NaOH-løsningen brukes til titrering av to ukjente syrer, som det dermed er mulig å finne konsentrasjonen til.

HMS

- I denne oppgaven skal dere bruke relativt mye 0,1 M NaOH, så vis aktsomhet selv om løsningen ikke er konsentrert.
- Pass spesielt på når dere fyller byretten og bruk trakt!

Læringsmål

Oppgaven skal gi kunnskaper om og trening i:

- Syre-basereaksjoner
- Titrering
- Dissosiasjonskonstanten for en svak og sterk syre
- Å bestemme pH i en løsning ved hjelp av indikatorer
- Å arbeide nøyaktig på lab

6.1 Teori

6.1.1 Titrering

En løsning av en syre og en base vil nøytralisere hverandre når de blandes. Hvis konsentrasjonen i den ene løsningen er kjent, kan konsentrasjonen i den andre løsningen bestemmes dersom man klarer å avgjøre når støkiometrisk ekvivalente mengder er tilsatt av begge løsningene. Fremgangsmåten kalles titrering.

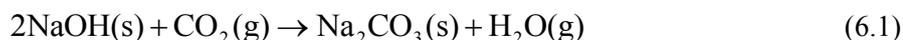
Om man starter med en løsning av en syre og tilsetter en base, vil blandingens surhetsgrad (pH) endre seg etter hvert som basen tilsettes. Det punktet der tilsatt mengde base er akkurat lik opprinnelig mengde syre (samme antall mol), kalles ekvivalenspunktet. Dersom syren er saltsyre og basen er natronlut, vil man ved ekvivalenspunktet ha en løsning av natriumklorid, som er en nøytral saltoppløsning med $\text{pH} = 7$. Ekvivalenspunktet kan i dette tilfellet bestemmes ved hjelp av en pH-indikator med omslag rundt $\text{pH} = 7$.

Om en svak syre, f.eks. eddiksyre, titreres med natronlut, vil man ved ekvivalenspunktet ha en løsning av natriumacetat, NaAc, som vil være svakt basisk (acetationet er en svak base). I dette tilfelle bør en indikator med omslag i det svakt basiske området brukes. For 0,1 M NaAc kan omslaget beregnes til å skje ved $\text{pH} = 8,9$ (noe lavere verdi for mer fortynnede løsninger), og indikatoren bør dermed ha omslag i pH-området mellom 8 og 10. *Nøkkelen til en vellykket titrering er altså å velge en indikator som slår om så nært ekvivalenspunktet som mulig.*

Oppgave 6: Titrering av sterk og svak syre

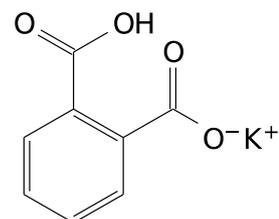
6.1.2 Standardisering av NaOH-løsning

Den enkleste måten å lage en kjent konsentrasjon på er å veie ut et tørt salt, for så å løse det opp i vann til et kjent volum. Dette er imidlertid problematisk med NaOH(s) (natriumhydroksid), siden det lett tar til seg vann fra atmosfæren, og i tillegg reagerer med CO₂ i luften etter ligningen:



Natriumhydroksid som har vært eksponert for luft vil derfor inneholde fuktighet samt noe natriumkarbonat. I en vannløsning vil NaOH(aq) ta opp CO₂(g) fra atmosfæren på samme måte og endre seg over tid. Dette gjelder spesielt om løsningen står uten lokk. Det er derfor viktig å standardisere konsentrasjonen av natriumhydroksid i løsningen samme dag som den skal brukes til titrering.

Som syre for standardiseringen er det valgt kaliumhydrogenftalat (forkortet KHfT, egentlig formel KHC₈H₄O₄, se figur 14). KHfT egner seg godt til å brukes som primær standard da det kan fremstilles i meget ren form og er lite hygroskopisk, og er dermed egnet for nøyaktig utveiging. En KHfT-løsning vil også ha en relativt stabil pH-verdi over tid. Ved oppløsning i vann dissosierer saltet fullstendig:



Figur 14:
Kaliumhydrogenftalat

Hydrogenftalationet, HFt⁻, er en relativt svak syre som dissosierer etter likevekten:



Syrekonstanten for denne dissosiasjonen er $K_2 = 3.9 \cdot 10^{-6}$. Ved titrering med NaOH-løsning nøytraliseres syren:



Ved ekvivalenspunktet vil blandingen tilsvare en løsning av saltet NaKFt. Ft²⁻-ionet er en svak base, så ved ekvivalenspunktet vil løsningen være svakt basisk. En passende indikator for titreringen er fenolftalein, som har omslag ved pH 8,3 til 10,0 (pK_a = 9,6).

6.1.3 Innflytelse av CO₂

Karbondioksid løser seg i vann (løselighet ved 20 °C ca. 0,04 mol l⁻¹ i likevekt med 10⁵ Pa CO₂(g), dette er signifikant i forhold til 0,1 M NaOH), og løsningen blir svakt sur fordi karbondioksid reagerer med vann til karbonsyre:



(Denne likevekten er egentlig sterkt forskjøvet mot venstre, siden kun en liten andel av den oppløste CO₂-gassen blir til H₂CO₃ som kan dissosiere. I syrekonstanten som oppgis for karbonsyre er det tatt hensyn til dette, slik at man kan regne som om all oppløst CO₂ foreligger som H₂CO₃.)

Ved f.eks. omslagspunktet for metylrødt (pH ≈ 5) vil protolysesystemet H₂CO₃ – HCO₃⁻ – CO₃²⁻ i all hovedsak foreligge som udisosiert H₂CO₃ fordi denne syren er meget svak allerede i første trinn ($K_1 = 4,2 \cdot 10^{-7}$). Ved videre tilsats av base vil følgende reaksjon finne sted:

Oppgave 6: Titrering av sterk og svak syre



Ved pH = 9 (omtrentlig omslagspunkt for fenolftalein), vil systemet i alt vesentlig foreligge som HCO_3^- . Ved titrering av sterk syre med sterk base (uten innhold av karbonat) trengs det bare en dråpe 0,1 M lut for å endre løsningsens pH-verdi fra 5 til 9. Med en svak syre til stede, f.eks. oppløst CO_2 , vil det være nødvendig med et «ekstra» titrervolum som er ekvivalent med karbonatinnholdet. pH vil endre seg gradvis mens dette ekstra volumet tilsettes, og omslaget blir mindre skarpt.

Tips!

Om overgangen ikke er skarp vil de ulike indikatorene i oppgaven gi ulikt titrervolum. En bør derfor bruke samme indikator ved standardisering av titranten som ved selve målingen. Dette vil ideelt sett gi riktig resultat til tross for CO_2 i titranten.

Ved titrering av en svak syre må en som tidligere nevnt bruke en indikator med omslag i det basiske pH-området. Hvis en titrerer med en indikator med omslag ved høyere pH-verdi enn 9, kan hydrogenkarbonationet HCO_3^- delvis reagere videre:



I ethvert tilfelle vil innhold av karbonat føre til at omslaget blir mer uskarpt enn i et karbonatfritt system.

6.1.4 Valg av indikator

Over ble det forklart at ekvivalenspunktet ved titrering av **sterk** syre med sterk base vil ligge rundt pH = 7 (nøytral løsning). En nærmere undersøkelse viser også at løsningsens pH i dette tilfellet vil endre seg fire til fem pH-enheter ved tilsats av en eneste dråpe 0,1 M titrervæske ved ekvivalenspunktet. Ved titrering av sterk syre vil derfor resultatet være tilnærmet uavhengig av valget av indikator så lenge denne har omslag innenfor pH-området ca. 4,5–9,5.

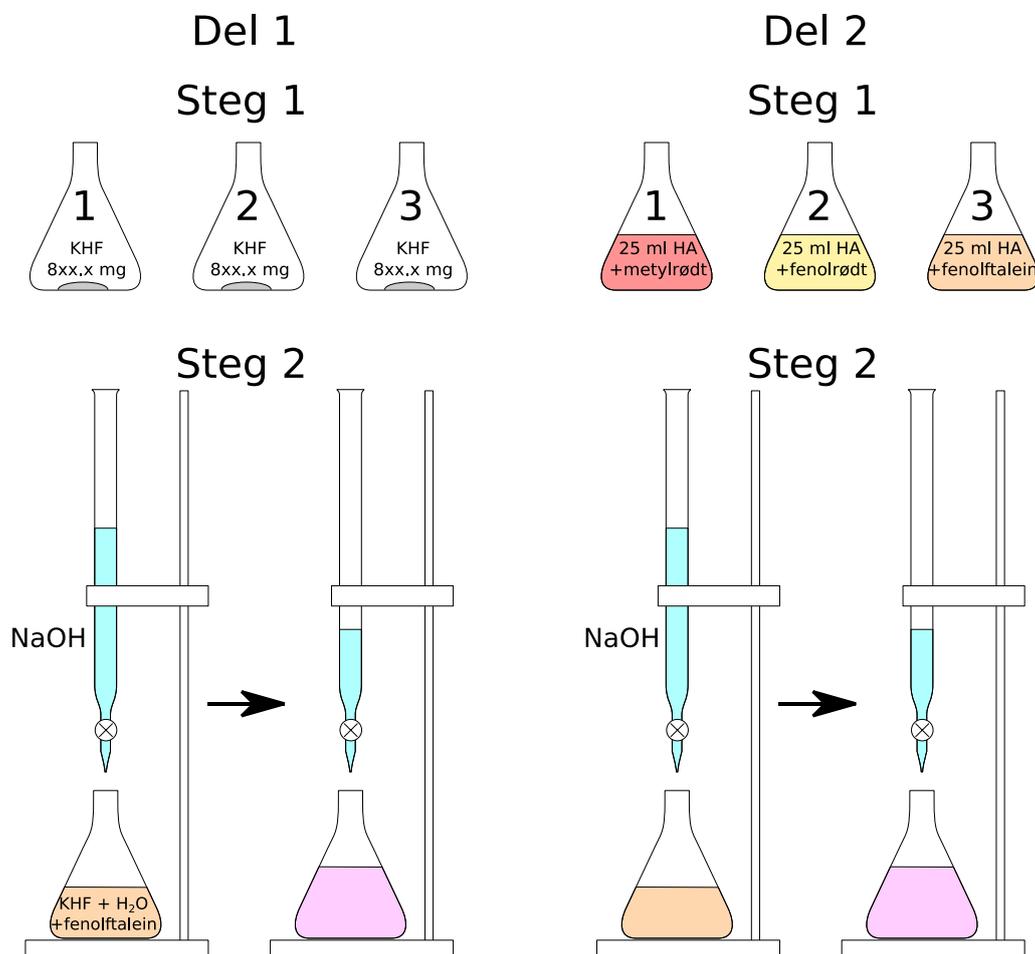
Det ble videre forklart at ved titrering av en **svak** syre med sterk base vil løsningen ved ekvivalenspunktet være basisk, pH > 7. I dette tilfellet må titreringen utføres med en indikator med omslag i det basiske området valgt med sikte på at pH ved omslag skal ligge nærmest mulig pH ved ekvivalenspunktet. Hvis en her isteden bruker en indikator med omslag i det sure området, vil en observere omslag **før** ekvivalenspunktet er nådd, det vil si at en får for lite titrervolum.

Den ene utleverte prøven inneholder en sterk syre (saltsyre), den andre inneholder en svak syre (med oppgitt syrekonstant). Fra hver prøve tas det ut tre paralleller som titreres med henholdsvis metylrødt (omslagsområde 4,4–6,2), fenolrødt (6,8–8,4) og fenolftalein (8,3–10,0). På denne måten vil vi se om vi eksperimentelt kan bekrefte det som er sagt ovenfor.

Oppgave 6: Titrering av sterk og svak syre

6.2 Del 1 – Standardisering av NaOH

I del 1 skal en ferdiglaget NaOH-løsning standardiseres. Oppgaveflyten for begge deler av forsøket er skjematisk illustrert i figur 15.



Figur 15: Skjematisk illustrasjon av del 1 og del 2 av forsøket. I del 1 skal konsentrasjonen av en NaOH-løsning bestemmes ved titrering mot en kjent mengde KHFt. I del 2 titreres først en ukjent sterk syre med NaOH-løsningen ved bruk av tre ulike indikatorer, og deretter gjentas dette med en ukjent svak syre.

6.2.1 Utstyr

- Plastflaske (500 ml). Fylles med 500 ml 0,1 M NaOH, som skal standardiseres og deretter brukes til titrering av sterk og svak syre. Hold plastflasken lukket når den ikke er i bruk.

Tips!

Beholderen med NaOH er lufttett, og skrues opp på toppen for å få noe ut.

- Veieskip og spatel til å veie ut KHFt.
- Erlenmeyerkolber (300 ml), til å titrere i. Merk dem 1, 2 og 3 med sprittusj.
- Urglass, til å bruke som lokk på erlenmeyerkolbene som ikke er i bruk.

Oppgave 6: Titrering av sterk og svak syre

- Målekolbe (250 ml), skal stå på plassen med den ukjente syren i.
- Pipette (25 ml) og pelesballong for å overføre den ukjente syren til erlemeyerkolbene i del 2.
- Byrette og magnetrører for titreringen.

Tips!

Alt glassutstyr må være rent. Når det er rent danner vann en hinne, heller enn dråper på overflaten.

Følgende kjemikalier vil brukes:

0,1 M NaOH, KHFt(s), ukjent sterk og svak syre.

6.2.2 Vei ut KHFt

Kaliumhydrogenftalat ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ eller KHFt) skal brukes som primær standard i oppgaven. Ca. 0,8 g skal veies ut i hver av de tre erlenmeyerkolbene. Dette kan gjøres på følgende måte:

1. Ta med veieskip og spatel til grovvektene inne på laben, og vei ut ca. 2,4 g KHFt.

Tips!

Ved vektene er det satt frem KHFt, som på forhånd er tørket ved 110 °C, og er derfor klar til direkte utveiling. Den vil ta til seg fuktighet fra luften og endre vekt om den oppbevares i vanlig atmosfære.

2. Ta med veieskipet (med 2,4 g KHFt), spatel, og de tre erlenmeyerkolbene (merket 1, 2 og 3) til veierommet.
3. Vei veieskipet på finvekt, og noter svaret.
4. Overfør ca. 1/3 av pulveret til den første erlenmeyerkolben, vei veieskipet på nytt og noter svaret. Bruk minst 4 siffer.
5. Gjenta punktet over for den andre og den tredje erlenmeyerkolben. Husk å notere vekten etter hver veiing, også på det tomme veieskipet.
6. Ta med alt tilbake til labplassen, og regn ut vekten til KHFt i hver av de tre kolbene.

6.2.3 Titrering

Løs opp syren i hver av de tre kolbene med 50 ml kokt vann, og tilsett tre dråper fenolftalein i hver kolbe. Bruk urglass som lokk på kolbene, slik at det ikke kommer så mye CO_2 til.

Tips!

Kokt vann benyttes i denne oppgaven fordi det inneholder mindre CO_2 enn destillert vann eller springvann. Det oppbevares på lukket beholder, fordi det ellers vil ta til seg CO_2 fra luften. Av samme grunn blir NaOH-løsningen oppbevart på lukket beholder.

Byretten må være ren før titreringen kan starte. Skyll også igjennom med litt NaOH-løsning så det ikke er noen rester av rent vann i byretten, og fyll byretten med NaOH-løsningen.

Tips!

Sørg for at det alltid står noe under byretten for å unngå søl. Bruk glasstrakt når byretten fylles.

Sett den første kolben på magnetrøreren og slipp magneten nedi. Les av nivået og begynn titreringen. Ut i fra mengden KHFt i hver kolbe og den omtrentlige konsentrasjonen av NaOH-løsningen (0,1 M),

Oppgave 6: Titrering av sterk og svak syre

så kan titrervolumet anslås slik at titreringen kan gjøres raskere i starten, og langsommere i nærheten av ekvivalenspunktet.

Tips!

Om det er en luftboble under hanen på byretten må denne fjernes før titreringen kan begynne. Gjør dette ved å åpne hanen helt, og la det renne fort ut, eller ved å knipse forsiktig på byretten.

Tips!

Når en nærmer seg ekvivalenspunktet vil rødfargen som danner seg omkring dråpens nedslag forsvinne langsommere. Nå bør det tilsettes dråpe for dråpe inntil det dannes en svak, permanent rødfarge som ikke forsvinner ved røring og holder seg ett minutt eller mer. En hvit bakgrunn (papir) gjør det lettere å se fargen.

Vaskeflasken kan brukes til å få med væsken som sitter på spissen av byretten og på veggene i kolben. Ved å slippe ut litt væske fra byretten og så skylle dette ned i kolben ved hjelp av vaskeflasken, så er det mulig å tilsette mindre enn en dråpe fra byretten.

Når titreringen er ferdig leses nivået i byretten av.

Gjenta for kolbe 2 og 3.

6.3 Del 2 – Titrering av ukjent syre

6.3.1 Sterk syre

Den sterke syren er utlevert i en 250 ml kolbe, og målet med denne deloppgaven er å finne hvor mange mol syre den inneholder. Det enkleste er å fortynne løsningen opp til merket med kokt vann, for så å bruke en 25 ml pipette til å overføre 25 ml av løsningen tre rene erlenmeyerkolber. Da inneholder hver kolbe 10 % av utlevert mengde syre.

Tilsett så tre dråper av metylrødt, fenolrødt og fenolftalein til henholdsvis kolbe 1, 2 og 3. Titrer deretter som i del 1.

Tips!

For å finne en helt ukjent konsentrasjon lønner det seg å titrere to ganger, en gang raskt så man vet omtrent hvor mye som behøves, og en gang hvor man titrerer raskt i begynnelsen, for så å titrere dråpe for dråpe når omslagspunktet nærmer seg. Av tidshensyn kan i dette tilfellet kolben med metylrødt titreres raskt, og de to andre mer nøyaktig.

Noter resultatene.

Tips!

Etter titreringen med fenolftalein, når løsningen er så vidt rødlig, prøv å blåse vedvarende mot kolbeåpningen mens kolben ristes. Dette vil føre til at løsningen blir avfarget. Tilsett deretter et par dråper NaOH, og gjenta forsøket så mange ganger som ønskelig. Dette gir kanskje noe innsikt i hvorfor vi bruker kokt vann og lukkede beholdere.

6.3.2 Svak syre

Gjenta forsøket med den svake syren.

Oppgave 6: Titrering av sterk og svak syre

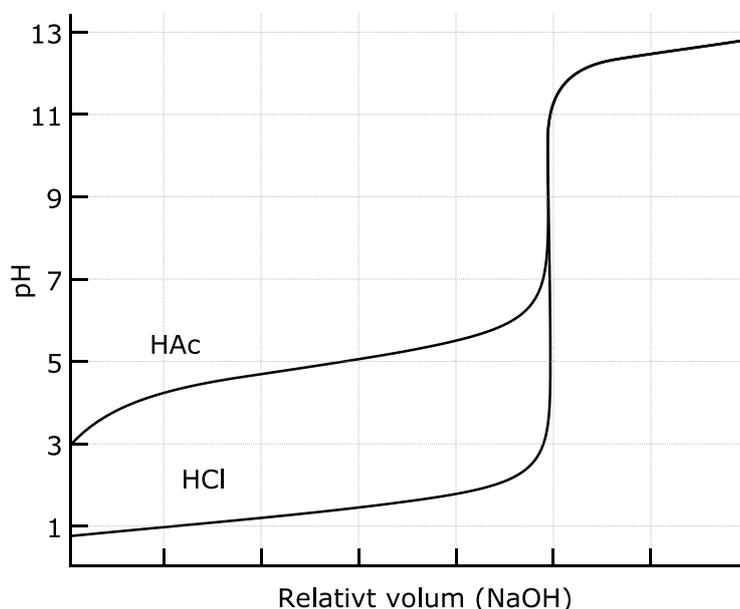
Tips!

De tre indikatorene har begynnende omslag ved pH = 6 for metylrødt, 7,0 for fenolrødt og 8,5 for fenolftalein. Dette gjør at de vil gi noe ulike resultater ved titrering mot svak syre.

Titreringen med fenolftalein vil gi best resultat, da denne har omslag i det basiske området, samt at det var denne indikatoren vi brukte til å standardisere NaOH-løsningen.

6.4 Forarbeid og rapportering av resultater

- Følgende spørsmål skal besvares som en del av forhåndsrapporten som skrives inn i labjournalen *før* oppmøte på lab:
 - Konsentrasjonen av KHFt dersom 0.8 g løses opp i 50 ml vann
 - Hvor mange ml 0,1 M NaOH som må til for å nøytralisere dette
 - Den nederste streken på byretten er 50 ml (men det anbefales at den ikke fylles helt full). Hvor mange gram KHFt kan 50 ml 0,1 M NaOH nøytralisere?
 - Hvorfor blir nøyaktigheten bedre om mengden KHFt er så høy som mulig, men ikke over den utregnet i forrige oppgave?
 - Til høyre er det skissert titrerkurver for NaOH som titreres mot HAc og HCl. Skisser figuren i labjournalen og tegn inn omslagsområde for de tre indikatorene som skal benyttes i del 2.



- På labben må følgende resultater føres inn i labjournalen, og det er foreslått oppsett av tabeller for å rapportere resultatene. Det er anbefalt at dere skriver tabellene inn i labjournalen som en del av forarbeidet.
 - Resultater fra utveing:

Fullt veieskip	2/3 fullt	1/3 fullt	Tomt veieskip

	1	2	3
Vekt KHFt			
mol KHFt		mol	mol

Oppgave 6: Titrering av sterk og svak syre

- Resultater fra standardisering:

	1	2	3
Nivå før:	ml	ml	ml
Nivå etter:	ml	ml	ml
Titrent:	ml	ml	ml
Molaritet:	M	M	M
Gjennomsnitt:			M
% avvik fra snitt:			

- Del 2: Sterk syre:

	Metlyrødt	Fenolrødt	Fenoftalein
Nivå før:	ml	ml	ml
Nivå etter:	ml	ml	ml
Titrent:	ml	ml	ml
Molaritet syren (etter fortynning):	M	M	M
Antall mol i utlevert kolbe:	mol	mol	mol

- Del 2: Svak syre:

	Metlyrødt	Fenolrødt	Fenoftalein
Nivå før:	ml	ml	ml
Nivå etter:	ml	ml	ml
Titrent:	ml	ml	ml
Molaritet syren (etter fortynning):			M
Antall mol i utlevert kolbe:			mol

- Kommenter forskjell i titrervolum for de tre indikatorene, og forskjellen i oppførsel på sterk og svak syre.