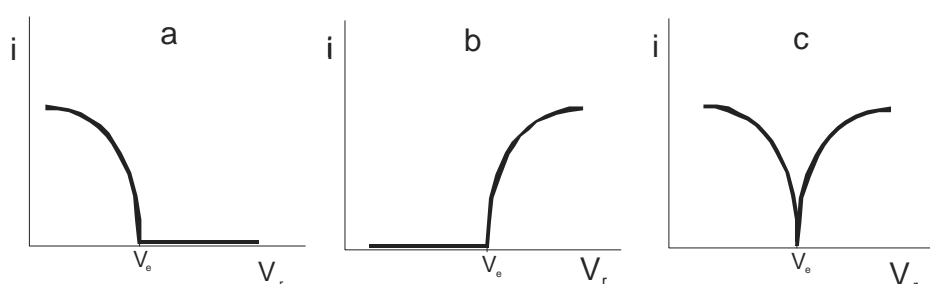


Biamperometrična titracija

Amperometrične titracije z dvema polariziranimi elektrodama imenujemo biamperometrične oz. "dead-stop" titracije. Temeljijo na določitvi končne točke titracije s pomočjo merjenja toka, ki teče med dvema inertnima elektrodama (največkrat platinastima), med katerima vzpostavimo neko majhno napetost (10–100 mV). Tok med elektrodama teče, ko je v raztopini oksidacijsko-redukcijski par, ki na elektrodah reagira reverzibilno in dovolj hitro. Tok med elektrodama teče tako dolgo, dokler sta v raztopini prisotni obe elektroaktivni komponenti redoks para (pred in/ali po ekvivalentni točki). Tok v ekvivalentni točki ne teče.

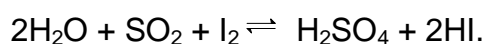


Slika: Primeri titracijskih krivulj pri biamperometričnih titracijah;

- reverzibilen redoks par je v raztopini prisoten pred ekvivalentno točko;
- reverzibilen redoks par je v raztopini prisoten po ekvivalentni točki;
- pred ekvivalentno točko je v raztopini en reverzibilen redoks par, po ekvivalentni točki pa drug reverzibilen redoks par.

8b. vaja: Določitev vode v instant pripravku za čaj po metodi Karla Fischerja

Vsebnost vode v snoveh določamo z biamperometrično titracijo po Karl – Fischerjevi metodi. Karl-Fischerjev reagent vsebuje jod (oksidant), žveplov dioksid (reducent) in imidazol, ki so raztopljeni v dietilenglikol monometil etru. Jod oksidira žveplov dioksid le v prisotnosti vode:



Ko je v vzorcu porabljena vsa voda, je v raztopini jod v presežku, zato je prisoten reverzibilen redoks par I_2/I^- . Med elektrodama steče tok. Titracijska krivulja ima enako obliko kot na sliki b (glej zgoraj).

Karl-Fischerjev reagent ni stabilen, zato moramo titer določati od nekajkrat dnevno do nekajkrat tedensko. Določimo ga s titracijo znane množine vode ali trdnega vzorca z znano množino kristalno vezane vode (npr. natrijev tartrat dihidrat).

Končno točko titracije prepoznamo po temnorjavem obarvanju raztopine zaradi presežka joda. Bolj natančna je biamperometrična indikacija. Delovanje nekaterih avtomatiziranih titratorjev je modificirano tako, da kažejo tok pri titraciji pred dosego končne točke, po njej pa je tok nič. To je sicer ravno obratno od dejanskega dogajanja, vendar pa olajša določitev končne točke.



Eksperimentalni del

Aparatura:

Instrument za biamperometrično titracijo

Postopek:

Določitev titra Karl - Fischerjevega reagenta

V titracijsko celico, kjer je metanol (kazalec titratorja naj bo na ničli), kapnite 3–4 kapljice vode iz plastičnega kapalnika. Maso kapljic določite z diferenčnim tehtanjem. Titrirajte, dokler kazalec titratorja ponovno ne obstane na ničli. Titracijo ponovite trikrat in izračunajte povprečen titer v mg H₂O/mL reagenta.

Določitev vsebnosti vode v vzorcu

Natehtajte 150-200 mg zrnč instant pripravka in jih prenesite v titracijsko celico. Počakajte približno 10 minut, da se vzorec raztopi, in nato titrirajte. Kot rezultat podajte masni delež vode v instant pripravku (v %).

Računska naloga:

Po Karl - Fischerjevem postopku smo za titracijo kristalno vezane vode v 0,1572 g MnSO₄·H₂O porabili 5,5 mL reagenta. Kakšen je titer KFR reagenta?

$$m(\text{H}_2\text{O}) = n(\text{H}_2\text{O}) \cdot M(\text{H}_2\text{O}) = n(\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}) \cdot M(\text{H}_2\text{O})$$

$$m(\text{H}_2\text{O}) = \frac{0,1572 \text{ g}}{168,9 \text{ g/mol}} \cdot 18 \text{ g/mol} = 1,675 \cdot 10^{-2} \text{ g}$$

$$t_{\text{KFR}} = \frac{m(\text{H}_2\text{O})}{V_{\text{KFR}}} = \frac{1,675 \cdot 10^{-2} \text{ g}}{5,5 \text{ mL}} = 3,05 \text{ mg/mL}$$

Titer KFR reagenta je 3,05 mg/mL H₂O.