

KULOMETRIJSKA TITRACIJA

Sekundarna kulometrijska titracija askorbinske kiseline (vitamina C) elektrolitički izdvojenim jodom

m - masa proizvoda izdvojenog na elektrodi,
 I - jačina struje,
 z - broj razmenjenih elektrona,

M - molarna masa izdvojenog proizvoda,
 t - ukupno vreme trajanja elektrolize,
 F - Faradejeva konstanta.



Teorijske osnove

Prinudni procesi u elektrohemijskoj ćeliji koji se odvijaju pod uticajem spoljašnjeg izvora električne struje predstavljaju **elektrolizu**. Elektrohemijaska ćelija u takvom režimu zove se **elektrolitička ćelija**.

I Faradejev zakon elektrolize

Masa proizvoda izdvojenog na elektrodi tokom elektrolize direktno je srazmerna vremenu elektrolize, odnosno količini proteklog naelektrisanja.

II Faradejev zakon elektrolize

Odnosi masa elemenata izdvojenih istom količinom naelektrisanja jednaki su odnosu njihovih hemijskih ekvivalenata (M/z)

Njihova kombinacija: masa proizvoda izdvojenog na elektrodi može se izračunati kao:

$$m = \frac{Mit}{zF} \quad (1)$$

Primena

Kulometrijska titracija je metoda kojom se na osnovu količine proteklog elektriciteta tokom elektrolize određuje masa ispitivane supstancije prisutne u rastvoru pomoću jednačine (1).

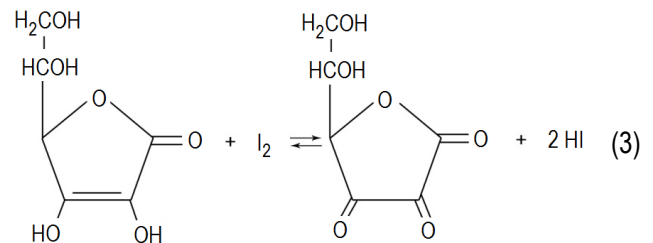
Kod **sekundarne kulometrijske titracije** u toku elektrolize se elektrodnom reakcijom stvara supstancija koja dalje hemijski reaguje sa ispitivanom supstancijom. Ova metoda je značajna u slučajevima kada se ispitivana supstancija ne može direktno oksidovati ili redukovati na elektrodi.

Sekundarna kulometrijska titracija askorbinske kiseline (vitamina C) elektrolitički izdvojenim jodom

Ispitivana supstancija je askorbinska kiselina, čiju zapreminu treba odrediti. Za vreme titracije električnom strujom na anodi se vrši oksidacija jodidnih jona (I^-) do molekuskog joda:



Askorbinska kiselina odmah redukuje molekuli jod do I^- , a pri tom se sama oksiduje do dehidroaskorbinske kiseline, prema jednačini:



Kada se sva količina askorbinske kiseline prevede u njen oksidovani oblik, prvi višak joda gradi sa skrobom plavo obojeno jedinjenje. Na taj način se određuje završna tačka titracije.

Elektrolitički (soni) most

Elektrolitički most obezbeđuje električni kontakt između dva elektrolita, sprečavajući njihovo mešanje difuzijom.

To je staklena U-cev ispunjena hemijski inertnom vlažnom želatinoznom masom (npr. prirodni polimer agar-agar) u kojoj je rastvorena neka jonska so ($NaCl$, KCl , KNO_3 , K_2SO_4 i sl.).

Potrebne konstante

Molarna masa joda, $M(I) = (126,90447 \pm 0,00003) \text{ g mol}^{-1}$

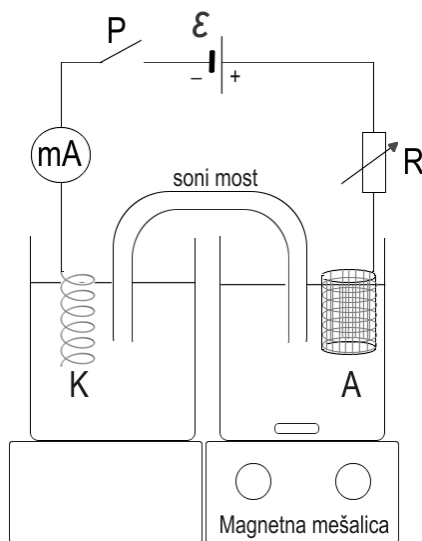
F - Faradejeva konstanta, predstavlja naelektrisanje jednog mola elektrona, $F = N_A \cdot e$, $F = (96.485,3329 \pm 0,0006) \text{ C mol}^{-1}$

KULOMETRIJSKA TITRACIJA

Sekundarna kulometrijska titracija askorbinske kiseline (vitamina C) elektrolitički izdvojenim jodom

Postupak

1. Pripremiti 50 ml rastvora askorbinske kiseline koncentracije $5 \cdot 10^{-3}$ M;
2. Sklopiti aparaturu prema slici:
3. Pripremiti dva anolita u normalnim sudovima od 50 ml:



3.1. **Probni anolit**

(za podešavanje potrebne jačine struje):

- 2 ml 10% KI,
- oko 15 kapi rastvora skroba,
- dopuniti rastvorom 0,1 M K_2SO_4 do crte.

3.2. **Anolit za sekundarnu kulometrijsku titraciju vitamina C:**

- nepoznata zapremina $5 \cdot 10^{-3}$ M vodenog rastvora askorbinske kiseline,
- 2 ml 10% KI,
- oko 15 kapi rastvora skroba,
- dopuniti rastvorom 0,1 M K_2SO_4 do crte.

Katolit je 0,1 M K_2SO_4 .

4. Katolit i probni anolit sipati u odgovarajuće čaše i povezati ih elektrolitičkim (sonim) mostom. Uključiti izvor jednosmerne struje, i pomoću njega i otporne dekade podestiti jačinu struju na 10 mA. Isključiti izvor.
5. Probni anolit zameniti anolitom sa nepoznatom količinom vitamina C. Uključiti izvor i vršiti elektrolizu strujom jačine ~ 10 mA uz mešanje, sve do pojave plavog obojenja čitavog rastvora. Vreme trajanja elektrolize meriti hronometrom. Zapisivati eventualne veće promene jačine struje (i odgovarajuća vremena) tokom elektrolize.
6. Na osnovu izmerenog vremena, izračunati masu elektrolitički izdvojenog I_2 (reakcija (2)), koristeći jednačinu (1).
7. Na osnovu stehiometrije reakcije (3) izračunati masu askorbinske kiseline
8. Izračunati nepoznatu zapreminu početnog $5 \cdot 10^{-3}$ M rastvora askorbinske kiseline.

Obrada rezultata:

Za apsolutnu grešku izmerenog vremena uzeti 1 s.

Za apsolutnu grešku izmerene jačine struje uzeti 0,1 mA.