

Лабораторная работа № 5 Электрохимические методы анализа. Потенциометрическое титрование смеси сильной и слабой кислот

Потенциометрическое титрование основано на определении точки эквивалентности по результатам потенциометрических измерений. Вблизи точки эквивалентности происходит резкое изменение (скачок) потенциала индикаторного электрода. При потенциометрическом титровании могут быть использованы следующие типы химических реакций, в ходе которых изменяется концентрация потенциалопределяющих ионов: реакции кислотно-основного взаимодействия, реакции окисления–восстановления, реакции осаждения и комплексообразования.

При кислотно-основном титровании используют, как правило, стеклянный электрод с Н-функцией (измерительный) и хлорсеребряный (вспомогательный).

Потенциал измерительного электрода в процессе титрования изменяется в соответствии с уравнением Нернста. Если графически изобразить зависимость потенциала электрода от количества добавленного титранта, то получится кривая, по которой можно найти конечную точку (или точки) титрования.

Для нахождения точки эквивалентности часто строят дифференциальную кривую в координатах $\Delta E / \Delta V - V$. На точку эквивалентности указывает максимум полученной кривой, а отсчет по оси абсцисс, соответствующий этому максимуму, дает объем титранта, израсходованного на титрование до эквивалентности. Определение точки эквивалентности по дифференциальной кривой значительно точнее, чем по простой зависимости $E - V$.

В простом и удобном методе Грана точка эквивалентности определяется по графику в координатах $\Delta V / \Delta E - V$. Перед точкой эквивалентности и после нее кривая Грана линейна, а сама точка эквивалентности находится как точка пересечения этих прямых. Достоинства и удобства метода Грана особенно заметны при анализе разбавленных растворов, позволяя определить точку эквивалентности с достаточной точностью вследствие линейности графика.

Потенциометрический метод анализа позволяет провести количественное определение компонентов в смеси кислот, если константы диссоциации различаются не менее чем на три порядка. Например, при титровании смеси, содержащей соляную и уксусную кислоты, на кривой титрования обнаруживаются два скачка. Первый свидетельствует об окончании – титрования HCl , второй скачок наблюдается при оттитровывании CH_3COOH .

Главное преимущество потенциометрического метода, по сравнению с другими методами анализа, быстрота и простота проведения измерений. Он позволяет проводить определение в мутных и окрашенных растворах, вязких пастах, в водных и неводных растворителях используя микроэлектроды. Можно проводить измерения в пробах при потенциометрическом титровании 0,5–1,0 % веществ.

Цель работы – определение содержания соляной и уксусной кислот в

их смеси методом потенциометрического титрования. Титрант – 0,1 н. раствор NaOH.

Выполнение работы:

1. Получите в два стаканчика раствор для титрования.
2. В первом стаканчике проведете приближенное титрование. Для этого установите стаканчик с раствором на магнитную мешалку, опустите в него магнит и погрузите в исследуемый раствор стеклянный и хлорсеребряный электроды, соединенные с рН–121. Включите магнитное перемешивание и, убедившись, что магнит не задевает электроды, измерьте первое значение ЭДС. Опустите носик бюретки, заполненной 0,1 Н раствором NaOH в стаканчик (так, чтобы он не касался раствора кислот) и порциями по 1 мл добавляйте щелочь в раствор. После добавления каждой порции титранта производите измерение Э.Д.С., дав предварительно установиться показаниям прибора. Данные титрования записываются в таблицу 3.1. По достижении второго скачка потенциала продолжайте титрование до тех пор, пока не убедитесь, что дальнейшее изменение Э.Д.С. незначительно.
3. Во втором стаканчике проведите точное титрование. Установив первый скачок при приближенном титровании (например, после 4 мл NaOH) добавьте в стаканчик сразу 3 мл титранта и измерьте ЭДС. После этого титрант добавляйте порциями по 0,5 мл, записывая каждый раз показания прибора в таблицу 2.

Таблица 1. Данные приближенного титрования
(наносить на график синими точками)

<i>N точки</i>	1	2	3	4	5	6	
V NaOH, мл							
<i>E, мВ</i>							
$\Delta E / \Delta V$							
$\Delta V / \Delta E$							

Таблица 2. Данные точного титрования
(наносят на график красными точками)

<i>N точки</i>	1	2	3	4	5	6	
V NaOH, мл							
<i>E, мВ</i>							
$\Delta E / \Delta V$							

$\Delta V/\Delta E$							
---------------------	--	--	--	--	--	--	--

4. Построить два графика: $\Delta E/\Delta V - V$; $\Delta V/\Delta E - V$. На каждый график нанести данные приближенного и точного титрования. Определить графически точки эквивалентности, соответствующие концу титрования HCl и CH_3COOH , обозначенные соответственно V_1 и V_2 .

6. Рассчитать массу (мг) HCl и CH_3COOH в исследуемом растворе (объем раствора кислот – 10 мл), по формулам:

$$m(HCl) = 36,5 V_1 C_{NaOH}$$

$$m(CH_3COOH) = 60(V_2 - V_1)C_{NaOH}$$

7. Сделать вывод по лабораторной работе.