

Определение кислотности (значение pK_a) путем титрования

Цели эксперимента

- Научиться пользоваться бюреткой.
- Выполнить титрование кислотой.
- Определить кислотность кислоты.
- Вычислить значения pK_a кислоты.

Введение

Первой известной в древности кислотой была уксусная кислота. Дальнейшие кислоты были добавлены в средние века: соляная, азотная и серная кислоты. Кислоты были известны тем, что они могут даже растворять металлы.

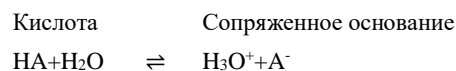
Противоположными кислотам являются основания. Кислоты могут быть нейтрализованы основаниями. Они могут быть получены из оксидов металлов путем добавления воды. Гидроксид натрия и гидроксид калия являются известными представителями.

Кислоты и основания – это соединения, которые играют важную роль в повседневной жизни. Например, их можно найти в продуктах питания, бытовых чистящих средствах и лекарствах.

Различные описания и определения терминов кислоты и основания существовали на протяжении всей истории. Самое простое определение заключается в том, что все, что на вкус кисло, классифицируется как кислота, а все, что на вкус горькое, классифицируется как основание. Однако со временем возникла необходимость в разработке более точных определений кислот и оснований.

В соответствии с концепцией Бренстеда-Лоури, кислоты описываются как протонные доноры, а основания, соответственно, как протонные акцепторы. Предпосылкой для основания является существование пары свободных электронов. Кислота характеризуется существованием водородного протона. При высвобождении протонов кислота становится его сопряженным основанием; основание, принимающее протоны, становится его сопряженной кислотой.

Между кислотой HA и ее основанием A^- в водном растворе существует следующая равновесная реакция:



В соответствии с законом действия массы положение равновесия описывается константой скорости K_a :

$$K = \frac{[\text{H}_3\text{O}^+] \cdot [\text{A}^-]}{[\text{HA}] \cdot [\text{H}_2\text{O}]}$$
$$K_s = K \cdot [\text{H}_2\text{O}] = \frac{[\text{H}_3\text{O}^+] \cdot [\text{A}^-]}{[\text{HA}]}$$




Рисунок 1 Экспериментальная установка.

Аналогично значению pH, значение pK_a выражается как отрицательный логарифм по основанию 10 числового значения K_a . Значение pK_a является мерой кислотности. Чем ниже значение pK_a , тем больше кислотность. Когда протонированная и депротонированная формы присутствуют в равных концентрациях, значение pK_a численно равно значению pH раствора. В этом эксперименте будет определена кислотность (pK_a значение) уксусной кислоты.

Меры предосторожности

Кислоты и основания оказывают коррозионное действие. В этом эксперименте используется небольшое количество кислоты с низкой концентрацией, поэтому присутствует лишь небольшая опасность. Носите защитные очки и лабораторную защиту.

Раствор гидроксида натрия, 0,1 моль/л	
 <p>Опасно</p>	<p>Факторы опасности</p> <p>H290 Может вызвать коррозию металлов</p>
	<p>Меры предосторожности</p> <p>P234 Хранить только в контейнере завода-изготовителя</p>
	<p>P390 Absorbировать пролившееся вещество, чтобы не допустить повреждение материалов</p>

Оборудование и химикаты

- 1 Pocket-CASSY 2 Bluetooth
 - 1 CASSY Lab 2
 - 1 pH Адаптер S
 - 1 pH электрод с пластиковым валом, BNC
 - 1 Магнитная мешалка mini
 - 1 Магнитная мешалка 25 мм x 6 мм
 - 1 Прозрачное стекло бюретки 25 мл
 - 1 Держатель для бюретки на 1 бюретку
 - 1 Воронка, PP, диам 25 мм
 - 1 Основание подставки, V-образная, маленькая300
 - 1 Стержень стенда 75 см, диам 12 мм
 - 1 Стержень стенда 25 см, диам 10 мм
 - 1 Суппорт
 - 1 Регулируемый зажим S
 - 1 Универсальный зажим0...80 мм
 - 1 Градуированная пипетка 10 мл
 - 1 Пипетка
 - 1 Мензурка, Воро 3.3, 250 мл
 - 1 Бутылка для мытья, PE, 500 mL
 - 1 Вода дистиллированная, 1л
 - 1 Уксусная кислота, 0,1 моль/л, 500 мл
 - 1 Раствор гидроксида натрия 0,1 моль/л, 500 мл
 - 1 Фенолфталеин раствор, 100 мл
 - 1 pH буферного раствора 4,00, 250 мл
 - 1 Буферный раствор pH 7,00, 250 мл
 - 1 Смазка
- Также требуется:
- 1 КОМПЬЮТЕР с ОС Windows XP, 7 или 8
- Также необходимо для беспроводного измерения:
- 1 Bluetooth-ключ
 - 1 Аккумулятор для карманного-CASSY 2 Bluetooth

Подготовка к эксперименту

Настройка эксперимента

Титрующей аппарат построен из имеющихся материалов стенда вместе с магнитной мешалкой, мензуркой и бюреткой (см. рис.1).

Используя воронку, заполните бюретку до нулевой отметки 0,1 моль раствором гидроксида натрия (измерительным раствором).

Примечание: Убедитесь, что кран бюретки можно свободно поворачивать перед началом титрования. При необходимости смазываем небольшим (!) количеством смазки кран. Убедитесь, что бюретка не капает и что кончик бюретки заполнен раствором. Градации на бюретке должны быть четко читаемыми по всей длине.

Отрегулируйте высоту pH-электрода так, чтобы стеклянная мембрана, с одной стороны, полностью погружалась в раствор, но с другой стороны не повреждалась вращающимся магнитом мешалки. Чтобы было легче определить точку перехода (точку эквивалентности), добавьте несколько капель фенолфталеина в качестве индикатора.

Подключите pH-электрод к pH адаптеру S. Подключите адаптер S к карманному CASSY. С помощью кабеля USB подключите его к компьютеру, на котором запущено программное обеспечение CASSY Lab. Запустите программное обеспечение CASSY Lab.


Примечание: в качестве альтернативы, Pocket-CASSY также может быть подключен к компьютеру через Bluetooth. Для этого дополнительно требуется аккумуляторная батарея для карманного CASSY и Bluetooth-ключ.

Подготовка к измерению с помощью CASSY

1. Загрузите параметров CASSY Lab.
2. Для точных измерений pH-электрод должен быть сначала откалиброван:
3. Выберите настройку коррекции pH.
4. Промойте pH-электрод дистиллированной водой, погрузите его в буферный раствор pH 7,00.
5. Введите 7,00 для первого целевого значения и нажмите кнопку «Правильное смещение», когда будет достигнуто стабильное значение измерения.
6. Промойте pH-электрод дистиллированной водой, погрузите его в буферный раствор pH 4,00.
7. Введите 4,00 для второго целевого значения и нажмите кнопку правильный коэффициент, когда будет достигнуто стабильное значение измерения.

Примечание: Сохраненная калибровка может быть использована снова для того же CASSY, электрода pH и адаптера pH S. Для этого все детали должны быть маркированы, чтобы их можно было использовать снова позже на том же входе (только тогда сохраняется верная калибровка).

Проведение эксперимента

1. Загрузите откалиброванные настройки.
2. Поместите приблизительно 100 мл дистиллированной воды в мензурку, а затем ровно 10 мл 0,1 моль уксусной кислоты с помощью пипетки.
3. Теперь можно начинать титрование. Дайте 0,2 мл вытечь из бюретки. Закройте бюретку и запишите значение, нажав кнопку  на 1 Pocket-CASSY или в программном обеспечении. Продолжайте этот процесс с шагом 0,2 мл до тех пор, пока кривая титрования не будет завершена.

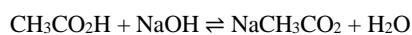
Примечание: Объем будет рассчитан по количеству точек измерения с использованием формулы. В этом примере значение pH измеряется на этапах добавления 0,2 мл раствора гидроксида натрия. Если требуются шаги, отличные от 0,2 мл, значение по умолчанию может быть изменено в программном обеспечении с помощью настроек в поле Формула. В поле V (дата, время, ном., t. pH1, U1, V) введите, например, "0,5*ном.-0,5" для шагов 0,5 мл.



Наблюдение

Исследуемый раствор бесцветен в начале эксперимента. Раствор содержит несколько капель фенолфталеинового индикатора, который бесцветен при низких значениях pH. В диапазоне pH 8,3 – 10,0 показатель красный. Значение pH медленно увеличивается при добавлении раствора NaOH по каплям. В диапазоне около pH 8 при добавлении раствора NaOH образуются красные полосы, которые снова исчезают при дальнейшем перемешивании. В точке эквивалентности раствор внезапно становится красным и остается красным до конца титрования.

Оценка

В точке эквивалентности ($V = V_{eq}$) уксусная кислота была полностью преобразована гидроксидом натрия:



Чтобы определить точную точку эквивалентности с помощью CASSY Lab, щелкните правой кнопкой мыши на диаграмме, в контекстном меню . Дальнейшие оценки выберите подпункт "Определить точку  эквивалентности". После маркировки диапазона кривой точка эквивалентности получается графически, а также значение pKa, вычисляемое из точки полуживалентности ($V = V_{pKa}$).

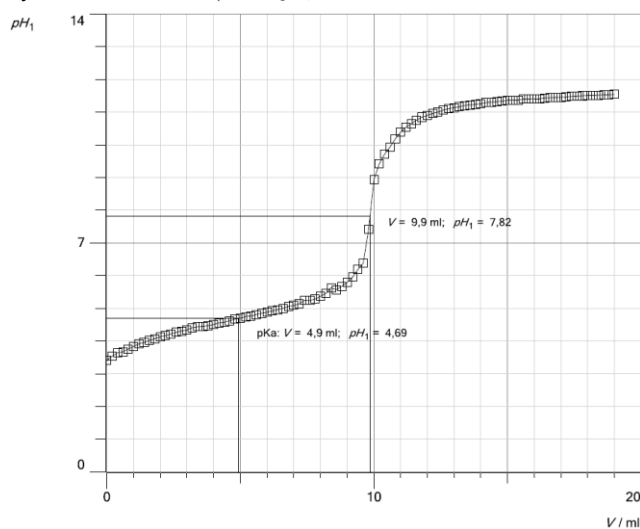


Рисунок 2 Кривая титрования для уксусной кислоты. Отмечены точка эквивалентности и точка полуживалентности.

Результаты

Полученная кривая имеет точку перегиба. Эта точка перегиба представляет собой точку эквивалентности. Точкой эквивалентности в кислотно-щелочном титровании является точка, в которой определенное количество кислоты нейтрализуется эквивалентным количеством основания. До добавления раствора гидроксида натрия присутствует только чистая уксусная кислота. Добавляя раствор гидроксида натрия, молекулы уксусной кислоты превращаются в ионы ацетата.

Когда точка эквивалентности достигнута, все количество уксусной кислоты было точно нейтрализуется и получается раствор чистого ацетата натрия. Если добавить больше гидроксида натрия, значение pH еще больше увеличивается. Раствор теперь содержит избыток Na^+ и OH^- частиц.

Из графика получены следующие результаты измерений: Нейтрализация 10 мл 0,1 моль/л уксусной кислоты требует 9,9 мл 0,1 моль/л гидроксида натрия. Здесь значение pH в точке эквивалентности равно 7,8. Он не нейтральный (pH 7), а щелочной, так как уксусная кислота является слабой кислотой, а NaOH сильным основанием. Тот факт, что уксусная кислота является слабой кислотой, можно узнать по форме кривой. Когда слабые кислоты титруются, они показывают только слабое увеличение значения pH до достижения точки эквивалентности, а также второй точки перегиба. В этом диапазоне мы имеем дело с буферным раствором.

Точка полуживалентности в кислотно-щелочном титровании — это точка, в которой половина присутствующей кислоты нейтрализуется титруемым основанием. Значение pH в точке полуживалентности в случае слабых кислот равно значению pK кислоты. В случае слабых оснований точка равна pK значению сопряженной кислоты.

Для определения pK значения кислоты используется уравнение Хендерсона-Хассельбальха. В соответствии с этим значения pKa и pH связаны следующим образом:

$$\text{pH} = \text{pK}_a + \log_{10} \frac{c(\text{A}^-)}{c(\text{HA})}$$

Поскольку слабая кислота присутствует в водном растворе лишь частично диссоциированной, путем добавления половины количества основания, необходимого для полной нейтрализации, кислота и основание присутствуют в равных концентрациях.

$$c(\text{A}^-) = c(\text{HA})$$

Тогда уравнение Хендерсона-Хассельбальха можно упростить до:

$$\text{pH} = \text{pK}_a + \log_{10} 1$$

$\log_{10}(1) = 0$ из этого следует, что:

$$\text{pH} = \text{pK}_a$$

Более низкие значения pK а указывают на большую кислотность и большие значения pKa на слабые кислоты. Значение pK для уксусной кислоты составляет около 4,7. Объем использованного NaOH составил 4,9 мл. При pK значение 4,75 (литературное значение) уксусная кислота является слабой кислотой.

Очистка и утилизация

Слейте содержимое пакета титрованным раствором в лабораторный слив и хорошо промойте водой. Дайте оставшемуся содержимому бюретки стечь в мензурку и вылейте его также в лабораторный слив и хорошо промойте. Промойте бюретку несколько раз дистиллированной водой и дайте ей высохнуть. Промойте pH-электрод дистиллированной водой и поместите его в колпачок с раствором KCl для хранения.

Примечания по поддержанию pH-электродов: нельзя допускать высыхания pH-электродов. Они всегда должны храниться в растворе KCl. Контейнеры для хранения (например, 667 4195) больше подходят для этого, чем пластиковые колпачки.