

Аналитическая химия.

Количественный анализ кондуктометрического титрования

Кондуктометрическое титрование раствора соляной кислоты с измерением рН.

Цели эксперимента

Знакомство с кислотно-щелочным титрованием с использованием двух разных методов измерения.

Идентификация точки эквивалентности сильных кислот с основаниями в качестве нейтральной точки при выполнении титрования. Понимание взаимодействия ионов гидроксида и гидроксония и их реакции с водой.

Понимание воды как амфолита, который может реагировать как на кислоту, так и на основание.

Введение

Во время кондуктометрического титрования с измерением рН, измерение проводимости и рН проводятся параллельно, так что точка эквивалентности может быть определена одновременно с двумя методами измерения.

С помощью измерения проводимости можно отслеживать как титрование кислотной основы, так и титрование осадка. Для титрования кислотной основы возможно кондуктометрическое отслеживание, так как ионы гидрона и гидроксида обладают очень высокой проводимостью по сравнению с другими ионами (Механизм гротгуса, описание см. С3.5.2.1).

Соляная кислота титруется раствором гидроксида натрия. Начнем с того, что в растворе соляной кислоты имеется большое количество ионов гидрония, что значительно увеличивает проводимость этого раствора. Если ионы с противоположным зарядом, такие как гидроксидные ионы, добавить через добавление раствора гидроксида натрия, получается вода, так как ионы гидрония нейтрализуются ионами гидроксида.



Проводимость уменьшается электролит раствор. Количество гидроксония и гидроксид-ионов уравнивается точно в точке эквивалентности и электропроводности раствора проходит через минимум. Происходит следующие: $n(H_3O^+) = n(OH^-)$

При добавление раствора гидроксида натрия, проводимость увеличивается, так как там избыток гидроксид-ионов. Используя измеренные значения, полученные при измерении электропроводности, по двум линиям регрессии можно установить, что пересечение на минимальном уровне, в точке эквивалентности.

Параллельно с этим отслеживается изменение значения рН. В разбавленных растворах значение рН определяется отрицательным десятичным логарифмом концентрации ионов гидриона с (H_3O^+) следующим образом:

$$pH = -\lg(c(H_3O^+)), \text{ следовательно } c(H_3O^+) = 10^{-pH}$$

При измерении рН точка эквивалентности представляет собой точку перегиба кривой титрования, так как скорость изменения значения рН находится на максимуме в этой точке. Если сильные кислоты и основания титруют друг против друга в водном растворе, точка эквивалентности находится в нейтральной точке, а значение рН равно 7.

Степень риска

Раствор гидроксида натрия в используемой концентрации не классифицируется как опасные грузы. Соляная кислота может вызвать раздражение кожи. По этой причине во время эксперимента все еще нужно носить защитные очки и защитные перчатки.

Соляная кислота, 0.1 мол/л	
	<p>Предостережения об опасности H290: Может вызывать коррозию металлов.</p> <p>Меры предосторожности</p> <p>P234: Хранить только в оригинальной упаковке(контейнере).</p> <p>P390: В случае разлива сообщите инженеру для предотвращения утечки.</p>

Оборудование и химикаты

1	Сенсор-CASSY 2.....	524 013
1	CASSY Lab 2.....	524 220
1	«Проводимость» адаптер S.....	524 0671
1	Датчик проводимости.....	529 670
1	pH адаптер S.....	524 0672
1	pH сенсор с пластиковой ручкой, BNC.....	667 4172
1	Магнитная мешалка маленькая.....	607 105
1	Взбалтывающий магнит , 40 мм x 20 мм ..	604 592
1	Стакан Дюрана, 250 мл, squat?.....	664 103
1	Измерительный цилиндр, 100 мл, 665 754	
1	Bulb pipette Boro 3.3, 10 мл.....	665 975
1	Шарик для пипеток.....	666 003
1	Бюретка, из стекла, 25 мл.....	665 845
1	Воронка, PP, 25 мм диам.....	665 816
1	Зажим для 1 бюретки, рол. зажим.....	666 559
1	Опорная база, V-образная, маленькая.....	300 02
1	Оpronный стержень, 450 мм, 12 мм диам..	666 523
1	Седловое основание.....	300 11
1	Опорный стержень, 25 см, 12 мм Ø.....	300 41
2	Двойная скрещенная головка, 0-16 мм.....	666 543
2	Универсальный зажим, 0-80 мм.....	666 555
1	Соляная кислота, 0.1 мол/л, 500 мл.....	674 6950
1	Раствор гидроксида натрия, 0.1 мол/л, 500мл .	673 8410
1	Буферный раствор pH 4.00, 250 мл.....	674 4640
1	Буферный раствор pH 7.00, 250 мл.....	674 4671

Настройка и подготовка эксперименту

Настройка оборудования

Для кондуктометрического титрования с измерением pH собрано устройство для титрования, состоящее из магнитной мешалки, стакана (250 мл), бюретки, зажимов бюретки и стенов (см. Рис.1). Для этого зажим для бюретки крепится к подставке с подставкой, а бюретка зажимается в зажим. pH-электрод также фиксируется на стенде с использованием двойной, перекрестной зажима и универсального зажима. Датчик проводимости фиксируется аналогично. Оба сенсора подсоединяются с сенсором-Cassy-2. Для этого подключите pH электрод с помощью переходника pH-S к входному каналу А и датчик проводимости с помощью переходника электропроводности к входному каналу В.

Примечание: При сборке необходимо следить, чтобы электроды были погружены в жидкость таким образом, чтобы они были достаточно погружены, но не вступали в контакт с перемешивающим магнитом.

Подготовка растворов

При помощи измерительного цилиндра измерьте 100 мл воды и вылейте их в 250-мл стакан, добавьте 10 мл 0,1 М соляной кислоты, используя пипетку. Бюретку заполните 20 мл 0,1 М раствора гидроксида натрия при помощи воронки.

Подготовка к измерению с помощью CASSY

1. [Загрузите настройки CASSY Lab 2.](#)

2. Для точного измерения pH-электрод должен быть откалиброван перед проведением нового измерения:

3. В настройках pH_{A1}, выберите **Correct**.

4. Промойте pH-электрод дистиллированной водой, погрузите в буферный раствор pH 7,00 и помешайте им воду.

5. Введите 7,00 в качестве первого опорного значения, и после достижения стабильного измеренного значения, нажмите **Correct offset**.

6. Промойте электрод дистиллированной водой и погрузите в буферный раствор с pH 4,00 и помешайте им воду.


7. Введите 4,00 в качестве второго опорного значения и, после короткого периода ожидания подтверждения с **Correct factor**.

8. Электрод pH теперь откалиброван. Теперь его можно погрузить в раствор соляной кислоты, так же как датчик проводимости.

Примечание: Для достижения более точных результатов измерения рН-электрод может быть повторно откалиброван после длительного хранения.

Выполнение эксперимента

1. Сначала включите магнитную мешалку и отрегулируйте скорость вращения перемешивающего магнита. Затем запишите начальное значение, нажав на кнопку . Или нажмите F9.

2. Запишите первое измеренное значение, нажав /F9.

3. Теперь добавьте раствор гидроксида натрия с шагом 0,5 мл и после установки постоянного значения рН и проводимости вручную запишите измеренное значение для каждого приращения.

Заметка: Скорость вращения магнитика следует установить достаточно высокой, чтобы растворы тщательно перемешивались и чтобы она быстро выравнивалась до постоянной измеряемой величины.



Рис.1: Экспериментальная установка для кондуктометрического титрования с измерением рН.

Наблюдения

Во время титрования как проводимость, так и значение рН записывается в зависимости от добавленного объема раствора гидроксида натрия (см. Рисунок 2).

Во время кондуктометрического титрования проводимость раствора сначала неуклонно уменьшается с добавлением раствора гидроксида натрия. После добавления ~10 мл раствора NaOH достигается минимальный уровень проводимости. Когда добавляется дополнительный раствор основания, проводимость раствора неуклонно возрастает, хотя рост сейчас более постепенный. Когда значение рН наблюдается во время титрования, оно сначала незначительно увеличивается при начальном значении рН 1,9. Наклон кривой наклоняется все более круто, пока он не пройдет через точку перегиба при значении рН 6,1, затем сглаживается и достигает значения рН 11,3 в качестве конечного значения.

Оценка

Во время титрования раствором гидроксида натрия измеряются как по проводимости, так и по значению рН раствора соляной кислоты (см. Рисунок 2).

Определение точки эквивалентности из проводимости

Чтобы определить точку эквивалентности из измерения проводимости, две линии наилучшего соответствия сначала устанавливаются через измеренные значения. Для этого нажмите на диаграмму правой кнопкой мыши и выберите **Perform adjustment Line of best fit**

Для создания первых линий регрессии отметьте левую ветвь кривой проводимости. Повторите настройку для второй линии регрессии для правой ветви измерения. Точка эквивалентности, которая может быть отмечена через **Place marker** Вертикальная линия лежит в точке пересечения обеих линий. Описанная здесь точка эквивалентности находится в объеме 9,9 мл раствора NaOH и проводимости 1,07 мС / см.

Определение точки эквивалентности из измерения величины рН

Чтобы определить точку эквивалентности по измерению значения рН, щелкните по диаграмме правой кнопкой мыши, выберите **Further assessments Determine equivalence point** и отметьте желаемую область кривой. Определенная точка эквивалентности отображается в строке состояния и может быть перетащена на диаграмму

в виде текста. Экспериментально определенное значение составляет объем 10 мл гидроксида натрия и значение рН 6,12.

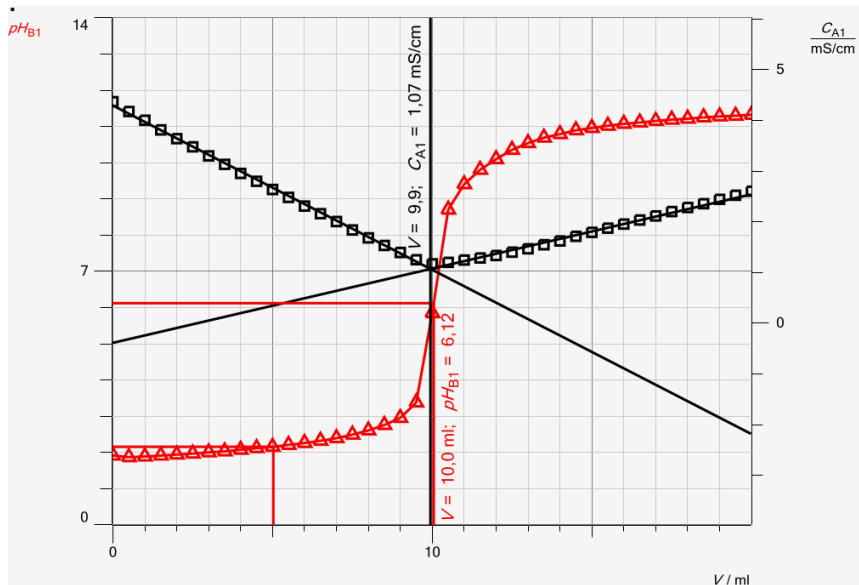


Рис.2: Иллюстрация проводимость(черная кривая) и значение рН(красная кривая) в зависимости от добавления раствора гидроксида натрия.

Результаты

Как с проведением кондуктометрического измерения, так и с измерением значения рН можно определить ту же самую точку эквивалентности кислотно-основного титрования. Это связано с тем, что один и тот же химический процесс можно проверить по-разному. В точке эквивалентности число гидроксония ионов и ионов гидроксида равны и система нейтральна. В измерении проводимости также можно показать, что ионы гидроокиси и гидроксидные ионы обладают высокой проводимостью. При измерении проводимости точка эквивалентности характеризуется минимальным уровнем проводимости. При измерении рН точкой перегиба кривой титрования является точка эквивалентности. В этот момент скорость изменения значения рН находится на максимуме.

В этом эксперименте можно было проверить, используя два разных метода измерения, что точка эквивалентности в нейтральной точке равна $pH = 7$ во время титрования сильных кислот и бас в водном растворе.

Очистка и утилизация

Утилизируйте раствор в большом количестве воды и слейте в канализацию.