# **Лабораторне заняття № 9**

**Тема: МЕТОД КИСЛОТНО-ОСНОВНОГО ТИТРУВАННЯ.**

**Мета:** засвоїти теоретичні основи методу кислотно-основного титрування. Вміти готувати титранти, виконувати їх стандартизацію, а також проводити кількісні визначення методом кислотно-основного титрування.

**3.1. Загальна характеристика методу кислотно–основного титрування**

До методу кислотно-основного титрування відносяться об’ємні методи визначення, в основі яких лежить реакція:

Н3О++ОН-2Н2О

Цим методом визначають кислоти, основи, солі слабких кислот і солі слабких основ, а також іноді речовини, які реагують з такими солями. Можливе роздільне визначення компонентів, які мають різні кислотно-основні властивості в їх суміші. Застосування неводних розчинників (спирт, ацетон та ін.), в яких ступінь дисоціації кислот і основ дуже змінюється, дає можливість збільшити число речовин, які можна визначити титруванням кислотами або лугами.

***Основними титрантами методу кислотно-основного титрування є розчини сильних кислот НСІ або Н2SО4 і розчини лугів NаОН або КОH.***

**3.2. Індикатори методу нейтралізації. Вибір рН-індикаторів**

***Точку еквівалентності***в методі кислотно-основного титрування визначають за допомогою кислотно-основних індикаторів, тобто рН-індикаторів*.*

***рН-індикатори***– це органічні речовини, які мають характер кислот, основ або амфолітів, що змінюють своє забарвлення залежно від рН розчину. Індикатор підбирають для титрування враховуючи основні характеристики: інтервал переходу й показник титрування.

***Інтервал переходу рН-індикатора***– це інтервал значень рН, в якому різко змінюється забарвлення індикатора. Інтервал переходу розраховується за формулою:

*рНінд**= рКінд ± 1*

де *рКінд* – силовий показник індикатора;

*рКінд* = *-1g* *Кінд*

***Показник титрування (рТ)***– це значення рН, при якому спостерігається різка зміна забарвлення індикатора і закінчується титрування з ним.

***Вибір індикатора****.* Індикатор підбирають таким чином, щоб зміна забарвлення індикатора відбувалась в межах стрибка титрування (0,1% в той чи інший бік від точки еквівалентності), або в точці еквівалентності.

Щоб вибрати індикатор, необхідно:

- написати рівняння реакції;

- розрахувати значення рН розчину в межах стрибка титрування,

- визначити рН розчину в точці еквівалентності.

***рН-індикатор вибирають таким чином, щоб інтервал переходу індикатора знаходився в межах стрибка титрування.***

Якщо обчислюють рН розчину в точці еквівалентності для титрування ***вибирають той індикатор, у якого величина рТ дорівнювала б величині рН розчину в точці еквівалентності, або знаходилася в межах рТ±0,3****.*

Таким чином, для вибору індикатора дуже важливо вміти розрахувати рН розчину в процесі титрування, або визначати рН в точці еквівалентності.

**3.3. Характеристика кривих титрування методу кислотно-основного титрування**

***Кривою титрування***називається графічне зображення зміни рН розчину залежно від об'єму доданого розчину титранту (або відсотків відтитрованості) в процесі поступового титрування. Криві титрування характеризуються різкою зміною рН розчину поблизу точки еквівалентності – стрибком титрування.

***Стрибок титрування***розраховується в інтервалі 0,1 % невідтитрованої речовини і 0,1 % надлишку титранту.

Величина стрибка титрування залежить:

* від сили кислоти й основи, тобто їх здатності дисоціювати (Кд): чим сильніше кислота, тим більший стрибок;
* від концентрації: чим більша концентрація, тим більший стрибок;
* від температури: з підвищенням температури стрибок зменшується.

Останнє обумовлено тим, що іонний добуток води (КН2О) дорівнює 10-14 при 25°С. З підвищенням температури іонний добуток води зростає і при 80°С, наприклад, дорівнює 2,4·10-13.

При титруванні розчину сильної кислоти лугом при 80°С рН розчину в точці еквівалентності дорівнює не 7, а 6,31:

рН = -lg  = 6,31

До точки еквівалентності рН розчину від температури не залежить, в точці ж еквівалентності і після точки еквівалентності – чим вища температура, тим менша величина рН розчину, тим вужчий стрибок титрування.

***Криві титрування використовуються для вибору рН-індикатора. Інтервал переходу і рТ індикатора повинні знаходитись в межах стрибка титрування.***

**3.4. Приготування титранту HCl (вторинного стандартного розчину) та його стандартизація**

***Прилади та реактиви:*** аналітичні терези, піпетки, циліндри, штативи, лійки, бюретки, конічні колби, мірні колби (250 мл, 500 мл), натрію тетраборат (Na2B4O7·10H2O).

***Розчини:*** хлоридна кислота (конц.), метиловий оранжевий чи метиловий червоний.

**Теоретичні положення**

Хлоридна кислота являє собою розчин газу гідроген хлориду НСl у воді. Гідроген хлорид дуже добре розчиняється у воді і його масова частка у розчині може досягати 37 %. Масова частка НСl у технічній хлоридній кислоті може становити 30-35 %. Хлоридна кислота концентрована «димить» − виділяється НСl з дрібними крапельками води, внаслідок того її концентрація змінюється.

Виходячи з особливостей хлоридної кислоти, приготувати робочий титрований розчин з технічного продукту неможливо. Крім того, хлоридна кислота – рідина, а об’єми рідин у більшості випадків можна виміряти з точністю тільки до 0,1 см3, тоді як молярна концентрація еквівалента титрованого робочого розчину повинна бути визначена з точністю до 0,0001 моль/дм3.

З технічної хлоридної кислоти спочатку готують розчин з приблизною концентрацією 0,1 моль/дм3.

Хлоридна кислота містить один гідроген-іон, отже в усіх випадках fекв(НСl) = 1/1 або 1. Отже, молярна маса еквівалента НСl і молярна маса чисельно співпадають, а С(1/1 НСl) = С(НСl).

***Хід роботи***

1. Розраховують, який об'єм технічної HCl потрібно взяти для приготування 500 мл 0,1н розчину?

а) визначають еквівалентну масу соляної кислоти:



б) визначають масу HCl, необхідну для приготування 500 мл 0,1н розчину:

;

в) визначають масу концентрованого розчину HCl (ω=36 %), необхідну для приготування 500 мл 0,1н розчину:

;

г) об’єм розчину обчислюють за формулою:



2. У витяжній шафі технічну хлоридну кислоту наливають у високий циліндр і за допомогою відповідного ареометра визначають її густину. Користуючись довідником, встановлюють, яка масова частка чи молярна концентрація НСl відповідає встановленій густині розчину.

3. Визначений таким чином об’єм технічної кислоти відміряють у витяжній шафі мірною пробіркою («пальчиком»), вносять у мірну колбу на 500 см3, доводять дистильованою водою до риски.

4.Далі стандартизують отриманий розчин хлоридної кислоти, тобто встановлюють її молярну концентрацію еквівалента з точністю до 0,0001 моль/дм3. Як первинний стандарт використовують кристалічну буру − Na2B4O7∙10H2O. Кристалічна бура відповідає всім вимогам до первинних стандартів. З хлоридною кислотою бура взаємодіє стехіометрично і однозначно:

2НСl + Na2B4O7 + 5H2O = 2NaCl + 4H3BO3.

**3.5. Приготування розчину натрію тетраборату (первинного стандартного розчину) і його стандартизація**

1. Титрований установочний розчин бури готують за точною наважкою кристалічної бури. Розраховують масу наважки кристалічної бури для приготування заданого об’єму розчину заданої точної концентрації. Оскільки розчин хлоридної кислоти приготований з С(1/1 НСl)~0,1 моль/дм3, то і розчин бури потрібно приготувати з молярною концентрацією еквівалента теж порядку 0,1 моль/дм3, але з великою точністю. Це необхідно для того, щоб співвідношення об’ємів розчинів при титруванні теж було відповідним, одного порядку. У противному разі через помилки у визначенні об’ємів будуть значні похибки визначення досліджуваної речовини.

1. Готують 100 мл 0,1н розчину натрію тетраборату (установчий розчин). Для цього розраховують масу кристалогідрату.



Отже, щоб приготувати 100 см3 розчину бури з молярною концентрацією еквівалента точно 0,1000 моль/дм3, треба зважити на аналітичних терезах точно 1,9070 г кристалічної бури. Але практично зважити речовину з точністю до четвертого знаку після коми неможливо, оскільки найменший кристалик буде змінювати значення в третьому і четвертому знакові.

1. Зважування проводять попередньо на технохімічних терезах; а потім на аналітичних:

маса натрію тетраборату з тиглем – m1;

маса пустого тигля – m2;

наважка наважки – m = m1-m2;

Нехай вдалося зробити наважку бури 1,9038 г. Тоді розраховують, яка точна концентрація розчину буде:

; ; .

Таким чином, якщо отримана наважка бури 1,9038 г буде у розчині об’ємом 100 см3, то точна молярна концентрація еквівалента розчину бури буде 0,0998 моль/дм3.

4. Наважку розчиняють в дистильованій воді і доводять до мітки.

1. Установлюють нормальну концентрацію титранту HCl. Для цього бюретку промивають дистильованою водою, а потім ополіскують робочим розчином хлоридної кислоти. Остання операція необхідна для того, щоб не змінювалась концентрація титранту. При промиванні бюретки водою на внутрішній стінці може залишитися якась частина води, що призведе до зміни концентрації того розчину, яким буде проводитись титрування. Через лійку заповнюють бюретку робочим розчином хлоридної кислоти вище нульової відмітки і лійку зразу ж знімають. Заповнюють розчином носик бюретки, щоб не було бульбашок повітря в ньому. Після цього встановлюють розчин у бюретці на нульовий рівень. Бюретка готова до роботи. Під час титрування лійка не повинна бути в бюретці, оскільки біля лійки залишається якась частина розчину, що вноситься у бюретку, і цей розчин, стікаючи, змінить показання бюретки, рівень рідини в якій вже був встановлений на нуль.
2. У конічну колбу для титрування вносять піпеткою точно 10 см3 розчину бури, 2-3 краплі розчину індикатора (метилоранжу або метилового червоного). Подають у колбу для титрування краплинами із бюретки при постійному перемішуванні вмісту колби розчин хлоридної кислоти до зміни забарвлення індикатора від однієї краплі титранту до рожевого кольору. Відмічають по бюретці об’єм розчину хлоридної кислоти, що пішов на титрування. Для порівняння готують розчин «свідок»: 20 мл дистильованої води, 1-2 краплі індикатора й краплю 0,1н розчину соляної кислоти.
3. Титрування проводять 3 рази. Між двома паралельними титруваннями об’єми титранту не повинні відрізнятися більш, ніж на 0,1 см3. Усі отримані результати заносять в лабораторний журнал у вигляді таблиці

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| №  п/п | Vбури  мл | Vкислоти  мл | Vсер (кислоти)  мл |
|  |  |  |  |

Нормальну концентрацію розчину кислоти обчислюють за формулою:

