

**Учреждение образования
«БЕЛОРУССКАЯ ГОСУДАРСТВЕННАЯ
СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННАЯ АКАДЕМИЯ»**

Кафедра химии

ХИМИЯ

Лабораторный практикум

Лабораторная работа

**Кислотно-основное титрование. Метод
нейтрализации**

Лабораторная работа

Кислотно-основное титрование. Метод нейтрализации

Метод нейтрализации применяется для определения кислот и оснований. В качестве реагентов в этом методе используются растворы сильных минеральных кислот (при анализе оснований) и щелочей (при анализе кислот). Основу метода составляет реакция нейтрализации. В методах кислотно-основного титрования основной является реакция передачи протона от титранта титруемому веществу или от титруемого вещества титранту. Реакции кислотно-основного взаимодействия характеризуются высокой скоростью, протекает строго стехиометрически. При этом происходит реакция нейтрализации $\text{H}^+ + \text{OH}^- \rightarrow \text{H}_2\text{O}$.

В методах кислотно-основного титрования основной является реакция передачи протона от титранта титруемому веществу или от титруемого вещества титранту. Реакции кислотно-основного взаимодействия характеризуются высокой скоростью, протекает строго стехиометрически. В качестве рабочих растворов используют растворы сильных кислот (HCl , H_2SO_4 и т. д.) концентрации от 0,05 до 1,0 моль/л или сильных оснований (NaOH , KOH , $\text{Ba}(\text{OH})_2$ и т. д.) той же концентрации. Растворы кислот устойчивы и могут храниться без изменения сколь угодно долго. Растворы щелочей также устойчивы, однако их рекомендуется хранить в парафинированной или фторопластовой посуде, чтобы не допустить взаимодействия со стеклом. Необходимо также учитывать, что растворы щелочей поглощают углекислый газ из воздуха.

Точную концентрацию титрованных растворов кислот и щелочей устанавливают по одному из первичных стандартных (установочных) веществ. Для стандартизации раствора кислоты часто используется карбонат натрия Na_2CO_3 (сода) или декагидрат тетрабората натрия $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ (бура). Бура при растворении взаимодействует с водой: $\text{B}_4\text{O}_7^{2-} + 3\text{H}_2\text{O} = 2\text{H}_3\text{BO}_3 + 2\text{BO}_2^-$

и образовавшийся метаборат титруют кислотой: $\text{BO}_2^- + \text{H}^+ + \text{H}_2\text{O} = \text{H}_3\text{BO}_3$

Таким образом, на 1 моль буры при титровании расходуется 2 моль H^+ : $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 + 2\text{HCl} + 5\text{H}_2\text{O} = 2\text{NaCl} + 4\text{H}_3\text{BO}_3$ и молярная масса эквивалента буры равна:

$M(1/2\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = 1/2M(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = 381,42/2 = \mathbf{190,71}$
г/моль

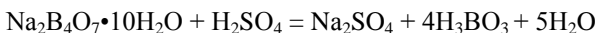
Достоинством буры как вещества для установки титра является большая молярная масса эквивалента. Значительно сокращает затраты времени на приготовление титрованных растворов применение специальных ампул, выпускаемых промышленностью (фиксаналов). Фиксаналы содержат точно известное количество вещества. Растворение или разбавление содержимого фиксанала в мерной колбе позволяет сразу получить титрованный раствор.

1. Приготовление стандартизированного раствора серной кислоты

Лабораторная работа проводится в несколько этапов. Сначала из рассчитанной навески готовят стандартный раствор тетрабората натрия (буры). Затем делают расчет и готовят раствор серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента $\sim 0,1$ моль/л. Наконец, стандартизируют полученный раствор кислоты по буре.

1. Приготовление стандартного раствора буры

Водные растворы буры вследствие гидролиза имеют щелочную реакцию среды, поэтому наиболее удобны для стандартизации серной кислоты.



и молярная масса эквивалента буры для данной реакции равна:

$$M(1/2\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = 1/2M(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = 381,42/2 = 190,71 \text{ г/моль}$$

Масса навески буры для приготовления 250 мл раствора с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/л равна: $m = C_{\text{экв}} \cdot M_{\text{экв}} \cdot V = 0,1 \cdot 190,71 \cdot 0,25 = 4,7678$ (г).

Для приготовления 200 или 100 мл этого же раствора необходимо:

$$m = 0,1 \cdot 190,71 \cdot 0,2 = 3,8142 \text{ (г)};$$

$$m = 0,1 \cdot 190,71 \cdot 0,1 = 1,9071 \text{ (г)}.$$

Навеску буры не обязательно брать точно по расчету (уходит много времени на взвешивание). Можно брать навески в пределах расчетных масс, но с точностью до 0,0002 г. Соответствующую навеску берут на аналитических весах в стаканчик или бюкс и переносят через воронку в мерную колбу, для объема которой велся расчет (250, 200 или 100 мл). Струей горячей воды из промывалки смывают всю буру в мерную колбу. Растворив буру, колбу охлаждают под краном, доводят дистиллированной водой объем раствора до метки по нижнему мениску и тщательно перемешивают раствор.

Вычисляют титр приготовленного раствора делением массы навески на объем раствора. Например, для приготовления 250 мл раствора с

молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/л взяли навеску массой 4,7475 г.

Тогда титр раствора равен $T = m/V = 4,7475/250 = 0,01899$ г/мл

Молярная концентрация эквивалента буры равна $S_{\text{экв}} = 0,01899 \cdot 1000/190,71 = 0,09957$ моль/л

2. Приготовление 250 мл раствора серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента ~0,1 моль/л

Молярная масса эквивалента серной кислоты в ее реакции с бурой равна $98/2 = 49$ г/моль.

В 250 мл раствора серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента ~0,1 моль/л. должно содержаться:

$$m = S_{\text{экв}} \cdot M_{\text{экв}} \cdot V = 0,1 \cdot 49 \cdot 0,25 = 1,225 \text{ г.}$$

$$\text{Для 200 мл раствора } m = 0,1 \cdot 49 \cdot 0,2 = 0,98 \text{ г.}$$

Наливают в высокий мерный цилиндр (например, на 500 мл) имеющийся концентрированный раствор H_2SO_4 и, опустив в нее соответствующий ареометр (денсиметр), определяют плотность. Если она, например, оказалась $1,20 \text{ г/см}^3$, то по таблице плотностей находят, что раствор содержит 27,72% H_2SO_4 .

Вычисляют, в каком количестве 27,72%-ного раствора этой кислоты содержится нужное число граммов (1,225 г для 250 мл или 0,98 г для 200 мл раствора) чистой H_2SO_4 .

27,72 г H_2SO_4 содержится в 100 г раствора

1,225 г H_2SO_4 — x г

$$x = 4,419 \text{ г (для 250 мл раствора) } V = m/\rho = 4,419/1,20 = 3,68 \approx 3,7 \text{ мл}$$

или 27,72 г H_2SO_4 — 100 г раствора

0,98 г H_2SO_4 — x г

$$x = 3,535 \text{ г (для 200 мл раствора) } V = m/\rho = 3,535/1,20 = 2,95 \approx 3,0 \text{ мл}$$

По определенному значению плотности вычисляют требуемые объемы 27,72%-ной кислоты для приготовления 250 мл и 200 мл раствора кислоты с молярной концентрацией эквивалента ~0,1 моль/л.

С помощью бюретки или узким маленьким цилиндром отмеривают вычисленные объемы 27,72%-ного раствора серной кислоты в мерные колбы на 250 или 200 мл, разбавляют дистиллированной водой до метки по нижнему мениску и перемешивают полученный раствор H_2SO_4 с молярной концентрацией эквивалента ~0,1 моль/л.

3. Стандартизация приготовленного раствора серной кислоты по стандартному раствору буры

Ход определения. Вынутую из штатива и тщательно вымытую бюретку дважды ополаскивают небольшими порциями приготовленной

серной кислоты и с помощью воронки заполняют бюретку раствором кислоты так, чтобы его мениск был несколько выше нулевого деления. Затем, убрав воронку и несколько наклонив бюретку, подставляют под нее стакан для отходов. Потом отгибают стеклянный наконечник на резиновой трубочке вверх и, приоткрыв зажим, полностью удаляют из резиновой трубочки и наконечника пузырьки воздуха. Закрепляют бюретку в штативе и доводят уровень раствора до нулевого деления, держа глаза на одном уровне с делением.

Затем предварительно вымытой и дважды ополоснутой раствором буры пипеткой отмеривают 25, 20 или 10 мл раствора буры из мерных колб на 250, 200 или же 100 мл соответственно и переносят в коническую колбу, прибавляют 2 или 1 каплю метилового оранжевого (раствор при этом окрасится в желтый цвет).

В другой конической колбе готовят так называемый «свидетель». Для этого в такую же коническую колбу отмеряют 50 или 20 мл дистиллированной воды, прибавляют 2-1 капли метилового оранжевого и 2 или 1 каплю (в зависимости от взятого объема воды) приготовленного раствора H_2SO_4 , отчего раствор окрасится в бледно-розовый цвет.

Далее на основание штатива кладут лист белой бумаги, подставляют колбу с раствором буры под бюретку и приливают из нее в колбу вначале небольшими порциями, а затем по каплям раствор H_2SO_4 , непрерывно перемешивая содержимое колбы плавными круговыми движениями. Титрование заканчивают, когда желтая окраска раствора буры перейдет в бледно-розовую, сходную с окраской раствора «свидетеля», от одной избыточной капли кислоты. Затем записывают затраченный на титрование объем кислоты (отсчет по бюретке). Титрование повторяют до сходящихся отсчетов, т. е. когда они будут отличаться не более чем на 0,1 мл. Из сходящихся отсчетов берут среднее арифметическое и получают средний объем раствора кислоты, пошедший на титрование буры. Титрование проводят 3 раза. По полученному усредненному значению объема $V_{\text{ср}}$ проводят расчет концентрации приготовленного раствора серной кислоты.

Расчёт. Молярную концентрацию эквивалента H_2SO_4 вычисляют из соотношения $C_{\text{эkv1}} \cdot V_1 = C_{\text{эkv2}} \cdot V_2$;

$$C_{\text{эkv}}(1/2 H_2SO_4) = 0,1 \cdot 10 \text{ (или } 20,25) / V_{\text{ср}} = A$$

Пример. Если на титрование 25 мл раствора буры с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/л пошло 24,56 мл серной кислоты, то $25 \cdot 0,1 = 24,56 \cdot C_{\text{эkv}}$; $C_{\text{эkv}}(1/2 H_2SO_4) = 0,1018$ моль/л

Аналогично производится расчет молярной концентрации эквивалента кислоты и для объемов 20 и 10 мл.

Стандартизированный раствор серной кислоты необходим для дальнейшей работы.

II. Определение содержания щелочи (KOH) в растворе

Определение содержания щелочи в растворе выполняется аналогично установке молярной концентрации эквивалента серной кислоты по тетраборату натрия.

Ход определения. Взять выданную преподавателем мерную колбу на 100 мл (200 или 250 мл) с определенным количеством раствора щелочи (например KOH), довести объем раствора дистиллированной водой до метки, тщательно перемешать и приступить к титрованию, заполнив бюретку стандартизированным раствором H_2SO_4 . Пипетку промыть водой, ополоснуть анализируемым раствором щелочи; в колбу для титрования отмерить и перенести 10 мл (20 или 25 мл, если раствор брался из мерных колб на 200 или 250 мл), прибавить 2 или 1 каплю метилоранжа (в зависимости от взятого объема щелочи) и титровать до перехода желтой окраски индикатора в бледно-розовую. Титрование проводят 3 раза. По полученному усредненному значению объема V_{2cp} проводят расчет концентрации щелочи и ее массы в растворе, выданном для анализа.

$$C_{эkv1} \cdot V_1 = C_{эkv2} \cdot V_2 ;$$

$$C_{эkv(KOH)} = V_{2cp} \cdot A / 10 = B \text{ моль/л}$$

Содержание KOH в мерной колбе емкостью 100 мл :

$$m(KOH) = C_{эkv(KOH)} \cdot M_{эkv(KOH)} \cdot V = B \cdot 56,1 \cdot 0,1 = C \text{ г.}$$

Аналогично рассчитывают и содержание KOH, если раствор щелочи выдавался в мерных колбах емкостью 200 или 250 мл.

Расчёт погрешностей анализа

а) абсолютная погрешность $\Delta x = m(KOH) - \mu$,

где μ – истинное содержание анализируемого компонента (данные у преподавателя).

б) относительная погрешность $s = (\Delta x / \mu) \cdot 100\%$

ЛИТЕРАТУРА

Основная

1. Ахметов, Н. С. Общая и неорганическая химия: Учебник для вузов/ Н. С. Ахметов. – М.: Высш. шк., 2006. – 743. .
2. Барковский, Е. В. Аналитическая химия: Учеб.пособие/ Е. В. Барковский. – Мн.: Высш. шк., 2004. – 351 с.
3. Барковский, Е. В. Введение в химию биогенных элементов и химический анализ: Учеб.пос./ Е. В. Барковский, С. В. Ткачев и др. – М.: Высш. шк., 1997. –126 с.
4. Гольбрайх, З. Е. Сборник задач и упражнений по химии: Учеб. пособие/ З. Е. Гольбрайх.–М.:ООО«Издательство Астрель»,2004.–383с
5. Ким, А.М. Органическая химия: Учеб.пособие/ А. М. Ким. – 3-е изд., испр. и доп. – Новосибирск: Сиб. унив. изд-во, 2002. – 971 с.
6. Князев Д. А. Неорганическая химия: Учебник для вузов/ Д. А. Князев, С. Н. Смартыгин. – М.: Высш. шк., 1990. – 430 с.
7. Руководство к изучению курса “Общая и неорганическая химия”: Пособие для студентов нехимических специальностей / И. Е. Шиманович [и др.]; под ред. И.Е. Шимановича. – 3-е изд. – Минск: РИВШ, 2008. – 112 с.
8. Угай Я. А. Общая и неорганическая химия: Учебник для вузов/ Я. А. Угай. 4-е изд. – М.: Высш. шк., 2004. – 440 с.
9. ХИМИЯ. Неорганическая химия:Учебно-методический комплекс: О. В. Поддубная, И.В. Ковалева. –Горки: БГСХА, 2010. – 169 с.
10. Цитович, Н. К. Курс аналитической химии: Учебник для вузов/ Н. К. Цитович. – М.: Высш. шк., 1987. – 403 с.
11. Цыганов, А. Р. Сборник задач и упражнений по химии: Учеб.пособие / А. Р. Цыганов, О. В. Поддубная. – Минск: ИВЦ Минфина, 2013. – 236 с.

Дополнительная:

1. Алешин, В.А. Практикум по неорганической химии/ В.А. Алешин[и др.] –М.: Издат. Центр”академия”, 2004. – 384 с.
2. Волков А.И.Метод молекулярных орбиталей: Учеб.пособие / А.И. Волков. – Минск : Новое знание, 2006. – 133 с.
3. Введение в лабораторный практикум по неорганической химии: Учеб.пособие / В.В. Свиридов, Г.А.Попкович и др. – Мн : Высш. шк., 2003. – 96 с.
4. Дорохова, Е. Н. Аналитическая химия. Физико-химические методы анализа: Учебник для почвенно-агрохимических специальностей / Е. Н. Дорохова, Г. В. Прохорова. – М.: Высш. шк., 1991. – 354 с.
5. Жарский, И. М.Теоретические основы химии: сборник задач: Учеб.пособие. – Минск.: Аверсев, 2004. – 397 с.
6. Зайцев, О. С. Исследовательский практикум по общей химия: Учеб.пособие. / О. С. Зайцев. – М.: Изд-во МГУ, 1994. – 480 с.
7. Общая химия. Биофизическая химия. Химия биогенных элементов: Учебник для вузов/ Ю.А. Ершов, В.А. Попков и др. 6-е изд.,стер. М.: Высш. шк., 2007. – 560с.
- 8.Практикум по общей и биоорганической химии: Учеб.пособие для студ. высш. учеб. заведений / под ред. В. А. Попкова. – 3-е изд. – М.: Изд. центр «Академия», 2008. – 240 с.
- 9.Слесарев, В. И. Химия: основы химии живого: Учебник для вузов / В. И. Слесарев. – СПб: Химиздат, 2001. – 784 с.
10. Степин, Б. Д. Неорганическая химия: Учебник для вузов/ Б. Д. Степин, А.А. Цветков. – М.: Высш. шк., 1994. – 608 с.

Составители
Поддубная Ольга Владимировна
Ковалева Ирина Владимировна
Мохова Елена Владимировна