

4.09.24.

35 гр.

Основи техніки лабораторних робіт.

ЛПР "Технологія проведення процесу титрування"

Мета: ознайомитися з сутністю титриметричного аналізу

Титрування - це процес, при якому один розчин додають до іншого розчину таким чином, що він реагує в умовах, в яких доданий обсяг може бути точно виміряний. Він використовується в кількісній аналітичній хімії для визначення невідомої концентрації ідентифікованого аналіту. Титрування найчастіше пов'язані з кислотно-лужними реакціями, але вони можуть включати і інші типи реакцій.

Титрування також відоме як титриметрія або об'ємний аналіз. Хімічна речовина невідомої концентрації називається аналітом або титрандом. Стандартний розчин реагенту відомої концентрації називається титрантом або титратором. Об'єм титранту, який реагує (зазвичай для зміни кольору), називається об'ємом титрування.

Як виконується титрування

Типове титрування проводиться за допомогою колби Ерленмейера або склянки, що містять точно відомий об'єм аналіту (невідома концентрація) та індикатор зміни кольору. Піпетку або бюретку, що містить відому концентрацію титранту, поміщають над колбою або склянкою аналіту. Початковий об'єм піпетки або бюретки реєструється. Титрант капають у розчин аналіту та індикатора, поки реакція між титрантом та аналітом не завершиться, викликаючи зміну кольору (кінцева точка). Остаточний об'єм бюретки реєструється, тому можна визначити загальний об'єм, що використовується.

Потім концентрацію аналіту можна розрахувати за формулою:

$$C_a = C_t V_t M / V_a$$

Де:

- C_a - концентрація аналіту, як правило, в молярності
- C_t - концентрація титруючого речовини в тих же одиницях
- V_t - об'єм титранту, як правило, в літрах
- M - мольне співвідношення між аналітом та реагентом із збалансованого хімічного рівняння
- V_a - об'єм аналіту, як правило, в літрах

Загальна характеристика методу кислотно-основного титрування

Основна реакція методу кислотно-основного титрування у водних розчинах: $H_3O^{1+} + OH^{1-} \cdot 2H_2O$, або $H^{1+} + OH^{1-} \cdot H_2O$.

Робочими розчинами методу кислотно-основного титрування є стандартні розчини сильних

кислот (HCl , H_2SO_4) і сильних основ (NaOH , KOH , рідше $\text{Ba}(\text{OH})_2$). Речовини для приготування робочих розчинів у кисло-основному титруванні не задовольняють вимоги до стандартних речовин: кислоти “димлять” на повітрі, тверді натрій гідроксид і калій гідроксид поглинають воду та карбон(IV) оксид. Тому робочі розчини в кисло-основному титруванні спочатку готують приблизної концентрації, а потім стандартизують і одержують вторинні стандартні розчини.

Для стандартизації кислот використовують первинні стандартні речовини: безводний динатрій карбонат (Na_2CO_3), динатрій гептаоксотетраборат-вода (1/10) ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), калій йодат(V) (KIO_3), меркурій(II) оксид (HgO) або вторинний стандартний розчин натрій гідроксиду; для стандартизації розчинів сильних основ використовують первинні стандартні речовини: оксалатну кислоту ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), янтарну (бурштинову) кислоту ($\text{H}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$), бензойну кислоту ($\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH}$) та інші [2, табл. 2.1] або вторинний стандартний розчин хлоридної кислоти.

Методом кисло-основного титрування визначають вміст різних неорганічних і органічних кислот та основ, а також оксиди і солі, які реагують у стехіометричних співвідношеннях з кислотами і основами. Наприклад, карбонати, гідрогенкарбонати, солі амонію, цинк оксид та інші. У залежності від титранту розрізняють *ацидиметричне* та *алкаліметричне* титрування. Кисло-основне титрування, при якому в якості титранту використовують стандартний розчин кислоти, називається ацидиметричним титруванням (лат. *acidum* – кислота), кисло-основне титрування, при якому в якості титранту використовують стандартний розчин сильної основи, називається алкаліметричним титруванням (лат. *alkalis* – луг).

У порівнянні з іншими методами титриметричного аналізу методи кисло-основного титрування відрізняються більшою складністю у визначенні точки еквівалентності. Для фіксування кінцевої точки титрування додають кисло-основний індикатор, зміну забарвлення якого спостерігають візуально. *Кисло-основні індикатори* – це органічні речовини, здатні оборотно змінювати своє забарвлення в розчині при зміні pH середовища. Щоб правильно вибрати індикатор, необхідно знати: 1) яке значення pH буде в точці еквівалентності та наскільки різко зміниться pH розчину, який титрують, поблизу точки еквівалентності; 2) як правильно підібрати індикатор, здатний зафіксувати точку еквівалентності. Відповідь на перше питання можна отримати шляхом розрахунку, побудови та аналізу кривих титрування. Зробити правильний вибір індикатора в кисло-основному титруванні можна лише знаючи теорії індикаторів.

Криві кисло-основного титрування

Процес титрування можна передати кількісно, побудувавши експериментальну або теоретичну криву титрування. *Крива кисло-основного титрування* – це графічне зображення зміни pH в процесі титрування від об'єму добавленого титранту (в cm^3).

У кисло-основному титруванні розрізняють чотири типи кривих титрування:

1. Титрування сильної кислоти сильною основою (або навпаки);
2. Титрування слабкої кислоти сильною основою (або навпаки);
3. Титрування слабкої основи сильною кислотою (або навпаки);
4. Титрування слабкої кислоти слабкою основою (або навпаки)*.

Четвертий тип кривої титрування практичного застосування не має.

Для побудови теоретичних кривих титрування розраховують значення pH до точки

еквівалентності, в точці еквівалентності і за точкою еквівалентності за формулами для обчислення рН у розчинах сильних кислот, сильних основ, слабких кислот, слабких основ, буферних систем, розчинах солей, що гідролізують, тощо.

Поблизу точки еквівалентності різко змінюється рН. *Різка зміна рН поблизу точки еквівалентності при додаванні невеликого об'єму титранту називається стрибком титрування* (рис. 1).

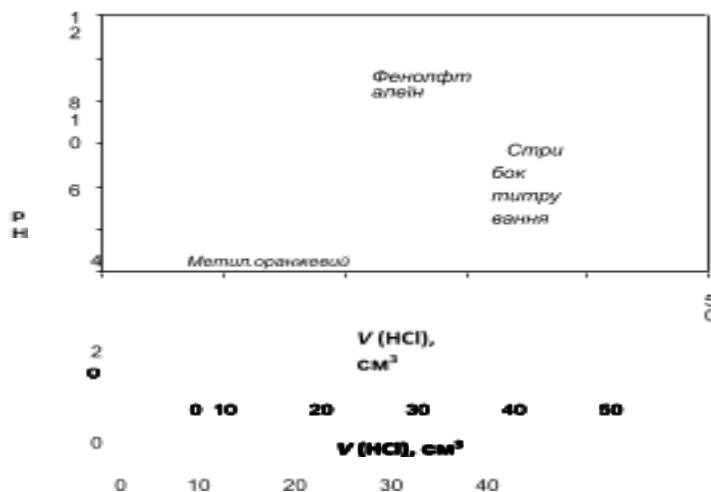


Рис. 1. Криві титрування 0,1 М розчинів різних слабких основ

0,1 М розчином хлоридної кислоти: ● – $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ($\text{pK} = 4,76$); ○ – основа з $\text{pK} = 6$

Стрибок титрування (в одиницях рН) вимірюють висотою вертикальної ділянки на кривій титрування. Початок стрибка титрування відповідає значенню рН розчину, коли не відтитровано 0,1 % кислоти (або основи). Кінець стрибка титрування відповідає 0,1 % надлишку основи (або кислоти). Ширина стрибка титрування, тим більша можливість вибору індикатора. На ширину стрибка титрування впливають величини концентрацій розчину, який титрують, і титранту, температура. При титруванні слабких кислот або слабких основ (рис. 1) значний вплив на ширину стрибка титрування має також pK слабого електроліту (кислоти чи основи).

На кривій титрування слабкої кислоти слабкою основою (або навпаки) відсутній стрибок титрування. При поступовій зміні рН у процесі титрування забарвлення індикатора буде змінюватися не різко, а поступово, і ми не зможемо встановити кінцеву точку титрування. Отже, в кислотно-основному титруванні по меншій мірі одна з реагуючих речовин повинна бути сильним електролітом. Тому, незалежно від того, що титрують, сильні чи слабкі кислоти, титрантом є сильна основа і навпаки, якщо титрують сильні або слабкі основи, титрантом є сильна кислота.

Індикатори кислотно-основного титрування

Індикатори, які використовують в кислотно-основному титруванні, змінюють своє забарвлення в залежності від рН середовища. Є кілька теорій, які пояснюють зміну забарвлення кислотно-основних індикаторів при зміні величини рН розчину: йонна, хромофорна, йонно-хромофорна тощо.

Зміна забарвлення кислотно-основного індикатора відповідно йонної теорії індикаторів (В. Оствальд, 1894 р.) зв'язана з оборотним зміщенням рівноваги дисоціації індикатора під впливом гідроген- або гідроксид-іонів.

Забарвлення індикатора (у даному прикладі кислоти) залежить від співвідношення концентрацій неіоногенної (не здатної до дисоціації) форми (HInd^A) і аніонів індикатора (Ind^{1-}), а це співвідношення визначається величиною рН розчину.

Інтервал ΔpH , в якому індикатор змінює своє забарвлення, називається інтервалом переходу забарвлення індикатора або спрощено інтервалом переходу індикатора.

Значення рН у межах інтервалу переходу індикатора, при якому візуально сприймається рівність забарвлення обох форм індикатора, називається *показником титрування індикатора* (рТ) і ототожнюється з кінцевою точкою титрування, тобто титрування закінчують при $pH = pT$. Характеристики найважливіших кислотно-основних індикаторів наведені в таблиці 1.

Таблиця 1

Найважливіші кислотно-основні індикатори

Індикатор	Інтервал переходу, одиниці рН	рТ	Забарвлення індикатора	
			кислотна форма	основна форма
Метилловий оранжевий	3,1 – 4,4	4,0	червоне	жовте
Метилловий червоний	4,2 – 6,2	5,5	червоне	жовте
Фенолфталеїн	8,2 – 10,0	9,0	безбарвне	малинове
Тимолфталеїн	9,3 – 10,5	10,0	безбарвне	синє

Індикатор підбирають таким чином, щоб показник титрування (рТ) був якомога ближчим до значення рН розчину у точці еквівалентності. Внаслідок розбіжності показника титрування індикатора зі значенням рН розчину у точці еквівалентності виникає індикаторна похибка титрування. Індикаторна похибка титрування вважається припустимою, якщо вона не перебільшує 0,2%. При цій умові інтервал переходу індикатора хоча б частково знаходиться в області стрибка рН на кривій титрування.

Контрольні питання з теми

„Загальна характеристика кислотно-основного титрування”

1. Назвіть основну реакцію кислотно-основного титрування.
2. Як приготувати стандартні розчини хлоридної кислоти та натрій гідроксиду? Які первинні стандартні речовини використовують для стандартизації розчинів кислот і основ?