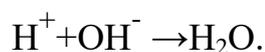


## Тема «Методы кислотно-основного титрования в водных средах»

### План

1. Основное уравнение метода. Использование метода при анализе лекарственных веществ.
2. Ацидиметрия:
  - а) рабочие растворы;
  - б) стандартные растворы.
3. Алкалиметрия:
  - а) рабочие растворы;
  - б) стандартные растворы.
4. Индикаторы, подбор индикаторов.
5. Порядок и техника титрования в методе нейтрализации.
6. Расчеты в кислотно-основном методе.

В основе метода кислотно-основного титрования лежит реакция нейтрализации:



Метод кислотно-основного титрования применяется для количественного определения кислот и щелочей. При помощи этого метода проводят также ряд других объемных определений, связанных с реакцией нейтрализации, например, определение некоторых солей, образованных сильными основаниями и слабыми кислотами ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ), или солей аммония. Метод кислотно-основного титрования применяется в клинических лабораториях для определения кислотности желудочного сока. В санитарно-гигиенических лабораториях кислотно-основного титрования находит самое широкое применение. При помощи этого метода определяют карбонатную жесткость воды, кислотность молочных продуктов, квашеной капусты и безалкогольных напитков.

При количественном определении кислот – *алкалиметрия* – рабочим раствором является раствор щелочи NaOH или KOH 0.1 М (0.1 моль/л).

Приготовить титрованный раствор щелочи по навеске не возможно, так как *щелочь* не отвечает требованиям, предъявляемым к веществам, из которых можно готовить раствор точной концентрации по точно взятой навеске. Кроме того, при самом тщательном хранении растворы щелочей довольно быстро меняют свой титр, поэтому титр этих рабочих растворов устанавливаются. Исходным веществом для установления титра рабочего раствора щелочи может служить щавелевая кислота  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  или янтарная кислота  $\text{H}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$ .

Часто в лабораторной практике в качестве исходного раствора употребляют 0.1 М (0.1 моль/л) раствор кислоты, приготовленный из фиксанала.

При количественном определении щелочи – *ациметрии* – рабочим раствором является раствор сильной кислоты (обычно  $\text{HCl}$  или  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) 0.1 М (0.1 моль/л). Приготовить титрованный раствор кислоты исходя из концентрированной кислоты невозможно. Как бы точно мы ни взяли навеску концентрированной кислоты, мы не будем знать истинного ее количества, так как серная кислота гигроскопична, а концентрированная соляная кислота выделяет хлористый водород. Поэтому титр рабочих растворов кислот устанавливаются. Исходным веществом для установки титра раствора кислоты служит  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$  или химически чистая сода  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ . В некоторых случаях рабочий раствор кислоты 0.1 М (0.1 моль/л) готовят из фиксанала. Титр раствора кислот не меняется довольно продолжительное время.

Точка эквивалентности при реакции нейтрализации не сопровождается каким-либо внешним изменением, поэтому для определения конца реакции применяются специальные индикаторы.

Индикаторы, применяемые в методе кислотно-основного титрования, представляют собой органические соединения, окраска которых меняется в зависимости от концентрации ионов водорода в растворе. Это так называемые кислотно-основные индикаторы, или рН-индикаторы. Интервал перехода окраски индикатора у разных индикаторов находится при разных

концентрациях ионов водорода. Область значения рН раствора, в которой происходит заметное изменение окраски индикатора, называется *областью перехода индикатора*. Например, область перехода метилового оранжевого находится при рН от 3.1 до 4.4. При рН > 4.4 метиловый оранжевый – желтый, при рН < 3.1 – розовый, в интервале рН от 3.1 до 4.4 окраска его постепенно изменяется из розовой в желтую.

Другой индикатор – фенолфталеин – при рН < 8.0 бесцветный, в интервале рН от 8.0 до 10.0 окраска из бледно-розовой постепенно переходит в ярко-малиновую. Область перехода индикатора метилового красного в пределах рН от 4.4 до 6.2. При рН < 4.4 этот индикатор красный, при рН > 6.2 – желтый.

В каждом случае титрование заканчивается в момент наиболее резкого изменения окраски индикатора. Значение рН, при котором происходит наиболее резкое изменение окраски индикатора, называется *показателем титрования*. Следовательно, показатель титрования есть значение рН, до которого мы титруем раствор с данным индикатором. Так, показатель титрования для фенолфталеина при рН 9, т. е. при этом значении рН мы особенно четко замечаем изменение окраски и: заканчиваем титрование. Показатель титрования метилового оранжевого при рН 4.0.

Так как конец реакции определяется с помощью индикаторов, необходимо для каждого определения выбрать правильно индикатор, чтобы его показатель титрования был как можно ближе к рН точки эквивалентности в данном определении. Необходимо помнить, что если мы производим определение какого-либо вещества по методу нейтрализации, титр рабочего раствора должен быть установлен с тем индикатором, с каким будет производиться определение.

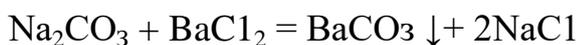
##### 5. Приготовление рабочего раствора 0.1 М (0.1 моль/л) гидроксида натрия.

Раствор NaOH нельзя приготовить точно заданной концентрации по точно взятый навеске, так как твердая щелочь всегда содержит воду и карбонаты; следовательно, количества NaOH не будет соответствовать взятой

навеске.

Чистый гидроксид натрия в количестве 45 г помещают в фарфоровую чашку и растворяют в 60 мл дистиллированной воды. Дают осадку карбоната натрия осесть и осторожно сливают раствор щелочи с осадка в чистую колбу. (Если осадка много, лучше отфильтровать через фильтр Гуча). Добавляют 950 мл свежеперегнанной дистиллированной воды. Полученный раствор будет приблизительно 1 М (1 моль/л); 0.1 М (0.1 моль/л) раствор щелочи получают разбавлением в 10 раз.

Существует другой способ приготовления раствора NaOH, не содержащего Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>. Отвешивают на технико-химических весах количество гидроксида натрия, на 50% больше рассчитанного для приготовления 0.1 М (0.1 моль/л) раствора. Кусочки щелочи помещают в стакан и быстро ополаскивают два раза маленькими порциями воды для растворения карбонатов, покрывающих сверху кусочки гидроксида натрия. Оставшийся гидроксид натрия растворяют в нужном количестве воды. Затем к полученному раствору добавляют несколько миллилитров 2 моль/л BaCl<sub>2</sub> для осаждения иона CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>:



Осадку дают отстояться. Прозрачный раствор NaOH сливают в приготовленную склянку. Вода должна быть свежеперегнанная.

Приготовленный тем или иным способом раствор NaOH необходимо защищать от поглощения диоксида углерода из воздуха. Для этого склянку закрывают пробкой с поглотительной трубкой, заполненной натронной известью.

Определение точной концентрации раствора щелочи по 0.1 М (0.1 моль/л) раствору соляной кислоты. В качестве исходного раствора берут 0.1 М (0.1 моль/л) раствор соляной кислоты, приготовленный из фиксанала. Определение ведут по двум индикаторам: метиловому оранжевому и фенолфталеину.

При титровании с индикатором метиловым оранжевым применяется

титрование со «свидетелем». В качестве «свидетеля» применяют 0.1 М (0.1 моль/л) раствор NaCl. Можно применять дистиллированную воду.

В две конические колбы отбирают пипеткой по 10 мл 0.1 М (0.1 моль/л) раствора соляной кислоты. В третью колбу помещают количество «свидетеля», примерно равное количеству раствора, получающегося в колбе в конце титрования. К раствору кислоты и к «свидетелю» добавляют по 3-4 капли водного раствора метилового оранжевого. Титруют раствором щелочи, пока окраска титруемого раствора не станет такой же, как окраска «свидетеля».

В данном случае титровать вблизи эквивалентной точки надо особенно осторожно, так как здесь легко пропустить точку конца титрования: в нейтральной среде и в щелочной метиловый оранжевый имеет одинаковую окраску.

Поэтому, как только раствор из розового станет оранжевым, раствор щелочи из бюретки надо прибавлять не более чем по одной капле и после каждой капли тщательно перемешивать раствор, сравнивая его окраску с окраской «свидетеля».

Точную концентрацию раствора щелочи определяют по 0.1 М (0.1 моль/л) раствору щавелевой кислоты. Готовят 0.1 М (0.1 моль/л) раствор щавелевой кислоты; навеску 0.6304 г щавелевой кислоты отвешивают на аналитических весах и в мерной колбе на 100 мл готовят раствор.

В две конические колбы объемом 250 мл отбирают пипеткой по 10 мл приготовленного раствора щавелевой кислоты. К раствору кислоты добавляют 1-2 капли раствора фенолфталеина и титруют раствором щелочи до появления бледно-розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с. Результаты титрования записывают и рассчитывают точную концентрацию раствора щелочи. При тщательной работе результаты определений по щавелевой кислоте и соляной с одним индикатором должны давать очень близкие результаты. Более или менее значительные расхождения указывают на допущенную ошибку.

Зная титр приготовленного раствора щелочи, можно использовать его для определения концентрации соляной кислоты или количества ее в контрольной задаче.

Полученную для анализа кислоту разбавляют в мерной колбе на 100мл до метки и тщательно перемешайте. Для титрования отбирают в коническую колбу 10 мл полученного раствора и титруют рабочим раствором щелочи. Титрование можно производить с фенолфталеином или метиловым оранжевым. При расчете следует пользоваться той величиной титра раствора щелочи, которая была получена с тем же индикатором, с каким производится титрование в контрольной задаче. Титрование повторяют, пока не получат три сходящихся результата.

Рассчитывают количество кислоты в определенной пробе по формуле.

$$C\% = \frac{V_{\text{NaOH}} \cdot K_{\text{п}} \cdot T_{\text{NaOH/HCl}} \cdot V_1 \cdot 100}{a \cdot V_2}$$

где

$V_{\text{NaOH}}$  – среднее арифметическое значение объема раствора гидроксида натрия, пошедшего на титрование;

$T_{\text{NaOH/HCl}}$  и  $K_{\text{п}}$  – титр NaOH по HCl и поправочный коэффициент к нему

$a$  – аликвота - объем раствора хлороводородной кислоты, выданный для анализа;

$V_1$  – объем колбы для разбавления исходного раствора;

$V_2$  – объем разбавленного раствора хлороводородной кислоты, взятая для титрования.