

Определение содержания карбонатов в пробе потенциометрическим методом

Теоретические основы метода

Потенциометрическое титрование по методу нейтрализации основывается на измерении величины рН в процессе титрования.

Изменение концентрации ионов водорода в процессе титрования влечет за собой изменение электродного потенциала индикаторного электрода. По данным измерения рН раствора строится кривая титрования.

Взаимодействие между Na_2CO_3 и кислотой можно рассматривать как реакцию, протекающую в две стадии. В первой стадии карбонат превращается в бикарбонат, при этом расходуется только половина всего объема кислоты, необходимого для нейтрализации Na_2CO_3 . Поэтому при анализе карбонатов можно вести титрование до превращения их в NaHCO_3 , удваивая при расчете объем израсходованного рабочего раствора кислоты.

1. Приборы и реактивы

1. рН-метр с погрешностью определения не более $\pm 0,05$
2. Магнитная мешалка
3. Якорь магнитной мешалки
4. Измерительный электрод комбинированный
5. Весы аналитические, дискретность 0,0002 г
6. Бюретка, вместимостью 50,00 см³
7. Стакан, вместимостью 50,00; 100,00; 400,00; 600,00 см³
8. Пипетка, вместимостью 15,00 см³
9. Бюкс; стакан для взвешивания
10. Кислота соляная раствор 0,1 М
11. Натрий тетраборнокислый $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ раствор 0,1 н
12. Буферные растворы рН 4,01; 6,86; 9,18

2. Проведение испытания

2.1 Проверка прибора по буферному раствору 6,86, при необходимости прибор калибруется.

Калибровка рН-метра по двум точкам (4,01 и 9,18) в соответствии с инструкцией производителя оборудования, проверка рН контрольного раствора (6,86)

2.2 Определение коэффициента поправки раствора соляной кислоты молярной концентрации эквивалента 0,1 моль/дм³ по раствору 10-водного тетраборнокислого натрия 0,1 н.

Аликвоты 10 - водного тетраборнокислого натрия объемом 15,00 см³ помещают в ячейку для титрования, добавляют 40 см³ воды и титруют потенциометрически из бюретки раствором

соляной кислоты. Первое титрование является ориентировочным. Титрант добавляют равномерными порциями по 0,50 см³ и записывают результаты измерения pH после каждого добавления титранта. Титрование продолжают до незначительного изменения pH. При последующих титрованиях добавляют раствор соляной кислоты приблизительно на 2,0-5,0 см³ меньше, чем пошло на достижение точки эквивалентности первого титрования, тщательно перемешивают и титруют (дотитровывают) до незначительного изменения pH. Титрование проводят не менее трех раз.

Данные заносятся в таблицу:

$V_{HCl}, \text{см}^3$	pH	pH	pH
	1	2	3

При помощи MS Excel строят кривую потенциометрического титрования для каждой аликвоты установочного вещества, откладывая по оси абсцисс объем соляной кислоты, а по оси ординат – pH

Графически находят точку эквивалентности и рассчитывают коэффициент поправки.

$$K = \frac{V}{V_1}$$

где K - коэффициент поправки;

V – объем аликвоты 10- водного тетраборнокислого натрия, см³;

V₁ – объем соляной кислоты, определенный по кривой титрования, см³;

Коэффициент поправки вычисляют с точностью до четвертого знака по каждой пробе установочного вещества. Расхождение между коэффициентами не должно превышать 0,001. Из вычисленных значений коэффициентов берут среднее арифметическое. Если один из коэффициентов не укладывается в требования расхождения, допускается рассчитать среднее значение по двум результатам. Значение коэффициента поправки должно быть равным $1,00 \pm 0,03$

Точную молярную концентрацию C моль/дм³ с коэффициентом поправки вычисляют по формуле:

$$C = C_1 \cdot K$$

где C_1 – заданная молярная концентрация соляной кислоты, моль/дм³;

K – коэффициент поправки.

2.3 Выполнение определения

Навеску образца соды массой 0,1000-0,2000 г растворяют в 40,00 см³ дистиллированной воды в стакане, вместимостью 100,00-150,00 см³, перемешивают при помощи магнитной мешалки. Погружают электроды, записывают результаты измерения pH. Используют в качестве измерительного электрода - комбинированный. Пробу титруют раствором соляной кислоты 0,1 М. Титрант добавляют из бюретки равномерными порциями по 0,5 см³ при перемешивании раствора магнитной мешалкой, записывают результаты измерения pH после каждого добавления титранта. При последующих титрованиях добавляют раствор соляной кислоты приблизительно на 2,0-5,0 см³ меньше, чем пошло на достижение точки эквивалентности первого титрования, тщательно перемешивают и титруют (дотитровывают) до незначительного изменения pH.

Титрование проводят 2 раза.

2.4 Расчет результатов определений

Содержание Na₂CO₃ в образце (%) рассчитывают по формуле

$$w_{Na_2CO_3} = \frac{C_{HCl} \cdot V_{HCl} \cdot M_{э}(Na_2CO_3)}{10 \cdot m_n}$$

где $w_{Na_2CO_3}$ – содержание карбоната натрия, %;

C_{HCl} – концентрация соляной кислоты; моль/дм³;

V_{HCl} – объем соляной кислоты, пошедший на титрование пробы; см³;

$M_{э}(Na_2CO_3)$ – молярная масса эквивалента карбоната натрия, г/моль-экв;

m_n – масса навески пробы, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, w_1 и w_2 при выполнении условия

$$200 \cdot |w_1 - w_2| \leq r \cdot (w_1 + w_2)$$

где r – предел повторяемости, %, таблица 1.

Таблица 1

Содержание Na_2CO_3 , %	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученных в условиях повторяемости при $P=0,95$) r, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности $P=0,95$) $\pm\delta$, %
Не менее 99,8	5	4

Оформление результатов измерений

Результат измерения представить в виде

$\bar{w} \pm \Delta$, % при доверительной вероятности $P=0,95$

$\bar{w}$ - средняя массовая доля Na_2CO_3 в образце

$\Delta = 0,01 * \delta * \bar{w}$ (δ из таблицы 1).