### Оглавление.

Введение. 4

Глава 1. Основы метода потенциометрического титрования. 5

1.1. Понятие потенциометрического титрования; 5

1.2. Виды потенциометрического титрования; 7

1.3. Кислотно-основное титрование. 8

1.4. Определение конечной точки титрования. 11

1.5. Дифференциальное титрование. Методы автоматического титрования. 13

Глава 2. Методика проведения потенциометрического титрования. 15

2.1. Постановка задачи; 15

2.2. Приготовление растворов; 16

2.3. Приборы потенциометрического титрования. 19

Глава 3. Потенциометрическое титрование и обработка результатов. 21

Заключение 28

Список использованной литературы. 29

### Введение.

Потенциометрическое титрование широко используется в лабораторной практике. Оно применяется в тех случаях, когда надо провести экспресс-анализ вещества, а необходимых реактивов и оборудования нет или оно недостижимо в данное время. Создание новых моделей рН-метров, более компактных, надежных и удобных только повышает его востребованность.

Потенциометрическое титрование позволяет решать как аналитические задачи – определение концентрации веществ, так и физико-химические – определение произведений растворимости, констант устойчивости, протолитической диссоциации.

Задачей данной работы будет разобраться, что же являет собой метод потенциометрического титрования и каковы его границы применения, рассмотреть как устанавливается точка эквивалентности в данном методе, каковы ошибки при его применении.

В практической части работы мы рассмотрим потенциометрическое титрование раствора серной кислоты гидроксидом натрия и рассмотрим построение графиков зависимости рН от объема титранта.

**Глава 1. Основы метода потенциометрического титрования.**

Рассмотрим основные понятия потенциометрического титрования, его виды и методы проведения, способы установления точки эквивалентности при титровании.

### 1.1. Понятие потенциометрического титрования;

Потенциометрический метод – это метод качественного и количественного анализа, основанный на измерении потенциалов, возникающих между испытуемым раствором и погруженным в него электродом. Данный метод рекомендуется для проведения анализов окрашенных растворов или малых концентраций веществ, для количественного анализа некоторых фармакопейных препаратов. Используя потенциометрическое титрование, можно более объективно устанавливать точку эквивалентности, поэтому метод находит широкое практическое применение, особенно в заводских лабораториях и экспресс-анализе. Помимо аналитических целей метод может быть использован для изучения кинетики химических процессов.

Потенциометрическое титрование основано на определении точки эквивалентности по результатам потенциометрических измерений. Вблизи точки эквивалентности происходит резкое изменение (скачок) потенциала индикаторного электрода. Это наблюдается, конечно, лишь тогда когда хотя бы один из участников реакции титрования является участником электродного процесса. Так, например, титрование по методу кислотно-основного взаимодействия может быть выполнено со стеклянным электродом. Определение хлорида - с хлорсеребряным и т.д. Так же, как и в других титриметрических методах, реакции потенциометрического титрования должны протекать строго стехиометрически, иметь высокую скорость и идти до конца.

Главной особенностью потенциометрического титрования есть использование различных видов электродов от выбора которых напрямую зависит точность проведенных исследований. Поэтому при проведении титрования надо учитывать некоторые особенности электродов:

* Если есть возможность выбора – предпочтение следует отдавать электродам с наименьшим электрическим сопротивлением, т.к. это позволит снизить электростатические наводки и сделать измерения более точными, быстрыми и комфортными;
* При анализе щелочных растворов с высоким содержанием ионов натрия следует применять высокоомные электроды;
* Для анализа растворов имеющих повышенную температуру (>50°С) предпочтительны высокоомные электроды, т.к. в этих условиях их сопротивление значительно снижается, и они приобретают все положительные свойства низкоомных электродов, но при этом имеют более широкий диапазон измерений и больший ресурс работы.

### 1.2. Виды потенциометрического титрования;

Классификация потенциометрических методов анализа такова, как и обычного объемного анализа. В ее основу положены типы химических реакций: нейтрализации, осаждения, комплексобразования, окисления – восстановления и т. п.

Кислотно-основное титрование используют для нахождения концентраций сильных кислот и оснований, слабых кислот и их солей во всех случаях, когда использование цветных индикатор затруднено.

Принцип метода осаждения и комплексообразования состоит в получении исследуемых ионов в виде нерастворимых веществ или в виде стойких растворимых комплексных соединений. В этом случае при титровании изменяется концентрация иона металла в растворе. Как индикаторные используют серебряный и ртутный электроды.

Для комплексонометрических титрований может быть использован универсальный электрод Hg|HgY2- или Au(Hg)|HgY2- где Au(Hg) - амальгамированное золото; HgY2- - комплекс ртути с анионом этилендиаминтетрауксусной кислоты. С помощью ртутного электрода этого типа могут быть оттитрованы любые ионы, которые образуют с Y4- комплексы с константой устойчивости, не превышающей константу устойчивости ртутного комплекса. Это, например, ионы магния Mg2+, кальция Ca2+, кобальта Co2+, никеля Ni2+, меди Cu2+, цинка Zn2+ и др.

Индикаторными электродами в методах потенциометрического титрования, использующих реакции осаждения, служат металлические или мембранные электроды, чувствительные к определяемому иону или иону-осадителю. Практически по методу осаждения могут быть определены катионы серебра, ртути, цинка, свинца, анионы хлора, брома, иода и некоторые другие. Смесь галогенидов, например I- и Cl-, может быть оттитрована без разделения нитратом серебра. Серебряный электрод позволяет фиксировать два скачка в ходе такого титрования. Первый скачок свидетельствует об оттитровывании иодид-иона и может быть использован для расчета содержания этого иона, второй скачок относится к окончанию осаждения хлорид-иона. По второму скачку можно рассчитать суммарное содержание галогенидов или концентрацию хлорид-иона, если концентрация иодид-иона будет известна из данных по титрованию до первого скачка.

При окислительно-восстановительном титровании индикаторными электродами будут индиффирентные металлы: платина. Палладий и золото. Наиболее часто т в потенциометрии используют гладкий платиновый электрод. Переход потенциала индикаторного электрода от одной окислительно-восстановительной системы к другой сопровождается скачком потенциала и свидетельствует об окончании процесса титрования.

Кривые окислительно-восстановительного титрования могут быть построены в координатах или pM – V (титранта) или E – V (титранта), E – потенциал системы, V (титранта) – объем титранта. Кривые титрования первого типа представляют практический интерес, когда имеется индикаторный электрод, чувствительный к данному веществу. Кривые второго типа имеют более общее значение, так как любое окислительно-восстановительное титрование может быть проведено по измерению E с использованием индикаторного электрода из благородного металла.

### 1.3. Кислотно-основное титрование.

Кислотно-основное титрование получило также название ацидиметрии и алкалиметрии. В основе этих методов лежат протолитические реакции, в результате которых происходит связывание ионов Н3О+ и ОН- в воду:



В кислотно-основном титровании в качестве индикаторного обычно используют стеклянный электрод, как правило, входящий в комплект серийно выпускаемых промышленностью pH-метров. Потенциометрический метод позволяет провести количественное определение компонентов в смеси кислот, если константы диссоциации различаются не менее чем на три порядка. Например, при титровании смеси, содержащей хлороводородную (HCl) и уксусную кислоты, на кривой титрования обнаруживается два скачка. Первый свидетельствует об окончании титрования HCl, второй скачок наблюдается при титровании уксусной кислоты. Также несколько скачков имеют кривые титрования многоосновных кислот, константы диссоциации которых существенно различаются (хромовая, фосфорная и др.).

Ниже мы детально рассмотрели теоретические кривые для различных случаев кислотно-основного титрования. Форма этих кривых может быть близка к форме экспериментальных кривых. Часто, однако, экспериментальные кривые смещены относительно теоретических, поскольку при построении последних, обычно, оперируют концентрациями, а не активностями. Изучение теоретических кри­вых показывает, что небольшая погрешность потенциометрического определения рН не имеет значения при определении конечной точки титрования.

Потенциометрическое кислотно-основное титрование особенно удобно при анализе смесей кислот или многоосновных кислот (оснований), поскольку оно часто позволяет достичь разделения конечных точек титрования. Из кривых потенциометрического титрования можно также определить приближенные значения констант диссоциации реагирующих веществ. Теоретически эту величину можно рассчитать из любой точки на кривой титрования, практически же ее легче найти из значения рН в точке полунейтрализации. Например, при титровании слабой кислоты НА в средней точке можно предположить, что



и поэтому



рКа = рН .

Важно заметить, что константы диссоциации, определенные этим способом, отличаются от констант, приводимых в таблицах, поскольку последние включают активности, в то время как пер­вые – концентрации. Так, если мы запишем выражение для кон­станты диссоциации в более точном виде, то получим



Примем, что , поэтому



Прологарифмировав обе части уравнения и изменив знак, получим, что:



Затем после приведения к р-функции и преобразования получаем:



Таким образом, истинное значение рКа будет отличаться от экспериментального на величину логарифма отношения коэффициентов активности. Обычно при титровании ионная сила равна 0,1 или больше, следовательно, отношение должно быть по крайней мере 0,75, если НА не заряжена. Для та­ких соединений, как или это отношение должно



быть даже выше.

Из одного-единственного потенциометрического титрования можно получить и величину эквивалентной массы, и приблизитель­ное значение константы диссоциации очищенной пробы неизвест­ной кислоты; часто эта информация достаточна для идентифика­ции кислоты.

### 1.4. Определение конечной точки титрования.

Для определения конечной точки потенциометрического титро­вания можно использовать различные способы. Наиболее простой состоит в построении графика зависимости потенциала или рН от объема реагента (рис. 2.1. а). Затем визуально определяют среднюю точку участка, соответствующего вертикальному подъему кривой, и принимают ее за конечную точку. Предложены различные механические способы установления средней точки, но они ненамного улучшают точность ее нахождения.

Второй способ состоит в расчете изменения потенциала на еди­ницу изменения объема реагента (т. е. нахождение ΔЕ/ΔV). График, построенный с использованием этого параметра как функции относительно объема, имеет острый максимум в конечной точке (рис. 2.1. б). С другой стороны, это отношение можно вычислить во время титрования и записать вместо потенциала. Как следует из данных, максимум находится между 24,3 и 24,4 мл; выбор 24,35 мл будет пригоден для большинства случаев.

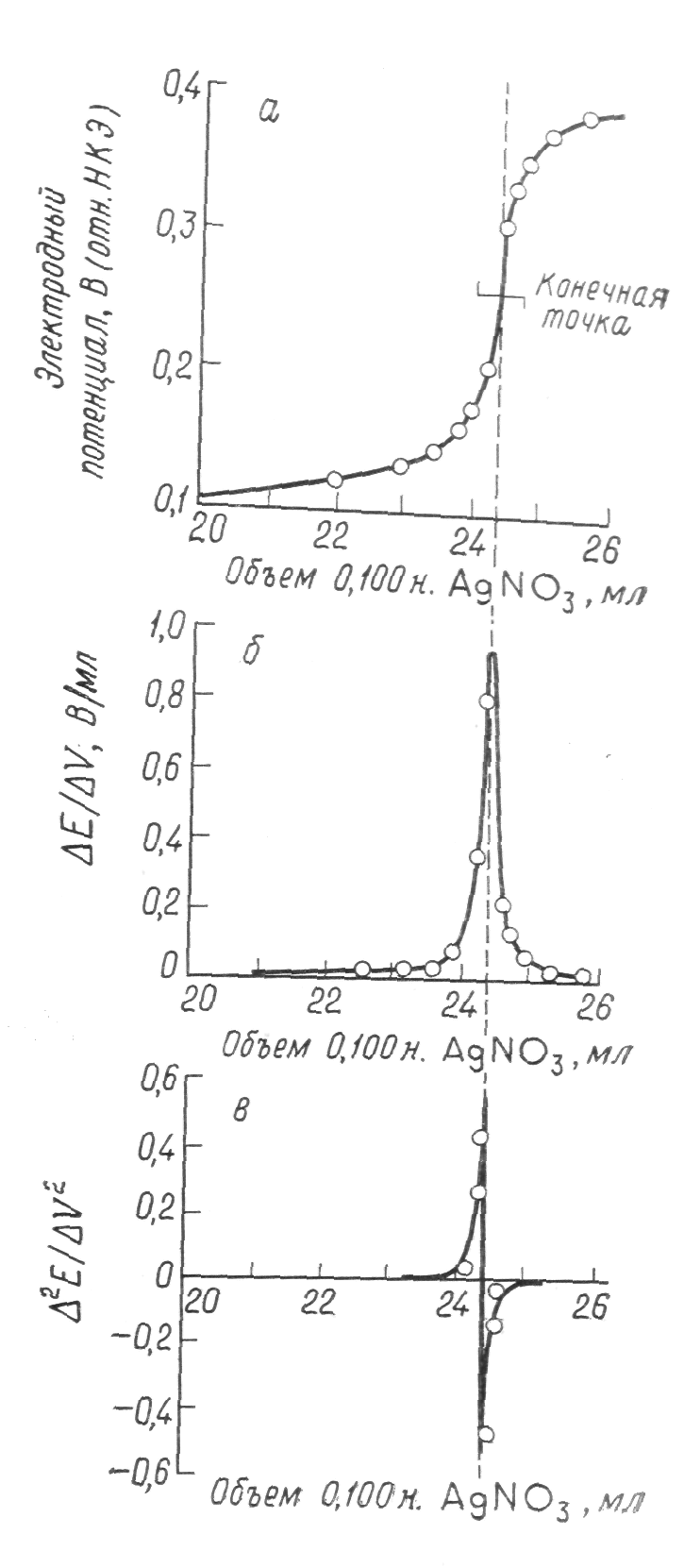


Рис. 2.1. Кривая потенциометрического титрования.

а) титрование 2,433 мэкв СІ- 0,1 н рас твором AgCI; б) кривая по первой производной; в) кривая по второй производной.

Лингейн [6] показал, что объем реагента можно зафиксировать более точно, определив точку, в которой вторая производная потенциала по объему (т. е. Δ2Е/ΔV2) равна нулю. Эти вычисления несложны, если вблизи точки эквивалентности добавляют равные порции раствора реагента.

Эта функция должна обратиться в нуль в некоторой точке между двумя объемами, где происходит перемена знака. Соответствующий этой точке объем получают интерполированием. Кривая в на рис. 2.1 представляет собой график зависимости Δ2Е/ΔV2.

Рассмотренные выше способы основаны на предположении, что кривая титрования симметрична относительно точки эквивалентности и перегиб кривой соответствует этой точке. Это допущение совершенно справедливо при условии, что вещества, участвующие в химической реакции, взаимодействуют друг с другом в эквимолярных соотношениях и что электродный процесс полностью обратим. Если эти условия не выполняются, получается асимметричная кривая титрования. Отметим, что кривая титрования железа (II) раствором церия (IV) симметрична относительно точки эквивалентности. С другой стороны, каждый моль перманганата окисляет пять молей железа (II), что приводит к получению совершенно асимметричной кривой титрования. Обычно вблизи точки эквивалентности этих кривых изменения потенциала достаточно велики, и поэтому если за конечную точку принять среднюю точку круто восходящего участка кривой титрования, то ошибка титрования будет незначительна. Только в том случае, если требуется чрезвычайно высокая точность или, если работают с очень разбавленными растворами, следует учитывать этот источник ошибок. При необходимости можно ввести эмпирическую поправку, проведя титрование стандартного раствора. С другой стороны, когда ошибка обусловлена несимметричностью реакции, точное положение точки эквивалентности можно рассчитать теоретически [6].

Другие способы обнаружения конечной точки включают титрование до теоретически рассчитанного значения потенциала электрода или, лучше, до потенциала, эмпирически установленного при титровании стандартных растворов.

### 1.5. Дифференциальное титрование. Методы автоматического титрования.

Мы уже видели, что на производной кривой, построенной по данным обычного потенциометрического титрования (рис. 2.2), вблизи точки эквивалентности возникает отчетливый максимум. С помощью специального прибора данные титрования можно получить непосредственно в форме производной.

Для проведения дифференциального титрования требуются два идентичных индикаторных электрода, один из которых экранирован от массы раствора. Типичная установка для дифференциального титрования показана на рис. 3.1.

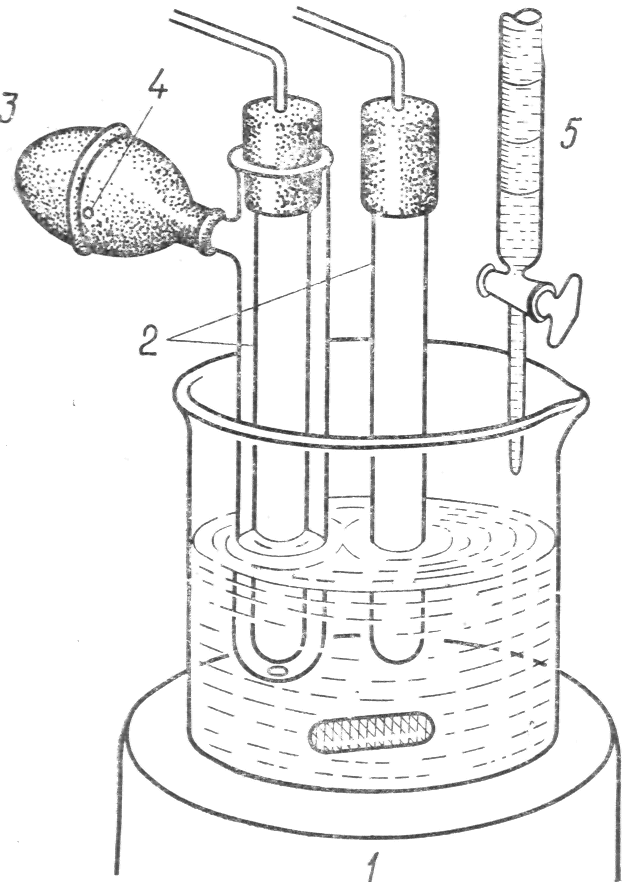


Рис. 3.1. Установка для дифференциального потенциометрического титрирования.

1 – магнитная мешалка;

2 – идентичные индикаторные электроды;

3 – резиновая груша;

4 – отверстие;

5 – бюретка.

Здесь один из электродов помещен в пробирку с боковым смесителем. Контакт с массой раствора осуществляется через маленькое отверстие (~1 мм) в дне пробирки. Вследствие этого состав раствора, окружающего экранированный электрод, после добавления титранта к основной массе раствора будет изменяться постепенно. Различие в составе растворов приводит к появлению разности потенциалов ΔΕ между электродами. После каждого измерения потенциала раствор гомогенизируют, сжимая в течение некоторого времени резиновую грушу, и поэтому ΔЕ опять становится равной нулю. Если объел раствора в пробирке, экранирующей электрод, будет небольшим (скажем, 1 – 5 мл), то ошибка, возникающая из-за того, что последняя порция титранта не сможет прореагировать с этой частью раствора, будет пренебрежимо мала.

Для окислительно-восстановительного титрования можнопользовать два проволочных платиновых электрода, один из которых помещен в обычный медицинский шприц.

Главное достоинство метода дифференциального титров состоит в отсутствии электрода сравнения и солевого мостика. В конечной точке обычно наблюдается четко выраженный максимум, подобный изображенному на рис. 2.2.

В последние годы в продаже появились различные автоматические титраторы, основанные на потенциометрическом принципе. Они удобны, если нужно выполнять большое число серийных анализов. Эти приборы не могут дать более точных результатов, по сравнению с результатами, полученными ручным способом, но они сокращают необходимое для анализа время и поэтому обладают некоторыми экономическими преимуществами.

По существу, имеются автоматические титраторы двух типов. Первые записывают кривую титрования в координатах потенциал – объем реагента, или в некоторых случаях ΔЕ/ ΔV, пли Δ2Е/ Δ2V – объем. Конечную точку находят затем из кривой титрования. В приборах второго типа титрование прекращается, как только потенциал системы электродов достигнет заданной величины; объем израсходованного реагента затем рассчитывается с прибора или печатается на ленте.

В автоматических титраторах обычно применяют систему бюреток с электромагнитными клапанами для контроля потока реагента или шприц, плунжер которого приводится в рабочее состояние электродвигателем, соединенным с микрометром. В обоих случаях скорость добавления реагента в течение всего времени титрования во избежание перетитровывания должна быть мала или по мере приближения конечной точки необходимо любыми способами уменьшать объем порций реагента. Последний метод предпочтителен, поскольку в этом случае для титрования требуется более короткое время. Сконструирован ряд приборов, которые предвидят конечную точку и добавляют реагент порциями, как это делает оператор.

**Глава 2. Методика проведения потенциометрического титрования.**

Рассмотрим процесс потенциометрического титрования сильной кислоты раствором сильной щелочи.

### 2.1. Постановка задачи;

На примере раствора H2SO4 с концентрацией 0.1н проведем потенциометрическое титрование раствором NaOH с концентрацией 0.1н.

Из начальной пробы объемом 200 мл серной кислоты отбираем пробу 30 мл и подвергаем исследованию. В пробирку добавляем по 2 мл NaOH 0.1н и отмечаем изменение рН c помощью рН-метра, отмечаем скачок рН и титруем до 30 мл NaOH.

Во втором случае во время скачка прибавляем NaOH по 0.2 мл, что поможет более точно провести измерения.

Результаты измерений заносим в таблицу. По результатам работы строим графики зависимости между PH раствора и V(NaОH).

### 2.2. Приготовление растворов;

Для проведения потенциометрического титрования необходимо приготовить растворы H2SO4 с концентрацией 0,1н и NaOH с той же концентрацией.

Рассмотрим методику их приготовления и стандартизации.

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

Чистый едкий натр в количестве 4г помещают в фарфоровую чашку и растворяют в 50 мл дистиллированной воды. Дают осадку карбоната натрия осесть и осторожно сливают раствор щелочи с осадка в чистую колбу. Если осадка много, лучше отфильтровывать через фильтр Гуча. Добавляют 950 мл свежеперегнанной дистиллированной воды. Полученный раствор будет приблизительно 0,1 н.

Существует другой способ приготовления раствора NaOH, не содержащего Na2CO3. Отвешивают на технико-химических весах количество едкого натра, на 50% больше рассчитанного для приготовления 0,1 н. раствора. Кусочки щелочи помещают в стакан и быстро ополаскивают два раза маленькими порциями воды для растворения карбонатов, покрывающих сверху кусочки едкого натра. Оставшийся едкий натр растворяют в нужном количестве воды. Затем к полученному раствору добавляют несколько миллилитров 2 н. ВаС12 для осаждения иона СОз2-:

Na2CO3 + ВаСІ2 = ВаСО3 + 2NaCl.

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 ведут по 0,1 н. раствору соляной кислоты. В качестве исходного раствора берут 0,1 н. раствор соляной кислоты, приготовленный из фиксанала. Определение ведут по двум индикаторам: метиловому оранжевому и фенолфталеину.

А. Титрование по фенолфталеину.

Приготовленным раствором щелочи заполняют бюретку емкостью 25 мл. В две конические колбы емкостью 250 мл отбирают пипеткой по 10 мл 0,1 н. раствора соляной кислоты. К раствору кислоты добавляют 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 нормальность раствора щелочи и титр по соляной кислоте.

V(HCI) = 10 мл

N(HС1) = 0,1 н.

V1(NаОН) = 10,70 мл

V2(NaOH) =10,75 мл

Vcp(NaOH)= 10,73 мл



Б. Титрование по метиловому оранжевому.

При титровании с индикатором метиловым оранжевым применяется титрование со «свидетелем». В качестве «свидетеля» применяют 0,1 н. раствор NaCl. Можно применять дистиллированную воду.

В две конические колбы отбирают пипеткой по 10 мл 0,1 н. 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».

Запись и расчеты такие же, как при титровании с фенолфталеином.

Определение точной концентрации раствора ще­лочи по 0,1 н. раствору щавелевой кислоты.

Готовят 0,1 н. раствор щавелевой кислоты. Навеску 0,6304г 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.

Раствор соляной кислоты можно приготовить из фиксаналов. Если же их нет, то надо приготовить раствор из обычной соляной кислоты. Поскольку соляная кислота вещество довольно летучее, то надо точно установить концентрацию кислоты.

Для приготовления приблизительно 0.1 нормального раствора соляной кислоты 8 мл концентрированной кислоты растворяют в 1 литре дистиллированной воды. Раствор тщательно перемешивают и хранят в закрытом стеклянном сосуде.

Отличным первичным стандартом для кислот является карбо­нат натрия.

Стандартизация 0,1 н. раствора Н2SO4.

Высушите некоторое количество карбоната натрия, отвечающего по степени чистоты первичному стандарту, в течение 2 ч при 110°С и охладите в эксикаторе. Взвесьте 0,2 - 0,25г препарата (с точностью до 0,1 мг), поместите в коническую колбу на 250 мл и растворите приблизительно в 50 мл дистиллированной воды. Добавьте 3 капли бромкрезолового зеленого и титруйте до перехода окраски индикатора из голубой в зеленую. Прокипятите раствор в течение 2 – 3 мин, охладите до комнатной температуры и закончите титрование.

Установите поправку на индикатор, оттитровав приблизительно 100 мл 0,05М раствора сульфата натрия в присутствии 3 капель индикатора. Вычтите объем холостого опыта из данных титрования.

При нагревании индикатор должен изменить окраску из зеленой в голубую. Если этого не произошло, первоначально был добавлен избыток кислоты. Этот избыток можно оттитровать щелочью при условии, что он будет учтен при вычислении соотношения объемов кислоты и щелочи; в противном случае эту пробу следует отбросить.

### 2.3. Приборы потенциометрического титрования.

Для проведения потенциометрического титрования используют рН-метры различной конструкции. В работе мы используем pH-метр - милливольтметр pH-150M. Рассмотрим его технические характеристики.

pH-метр – милливольтметр pH-150M предназначен для оперативного измерения активности ионов водорода pH, окислительно-восстановительного потенциала Eh и температуры растворов и систем.



Рис. 4.1. pH-метр – милливольтметр pH-150M.

pH-метр – милливольтметр pH-150M применяется в стационарных и передвижных лабораториях предприятий и научно-исследовательских учреждений химической, металлургической, фармацевтической и медико-биологической промышленности, агропромышленном комплексе. Его отличают портативность, универсальность, быстрота отклика, точность, простота использования и обслуживания, возможность измерения непосредственно в точке контроля в различных климатических условиях. Малые габариты и вес, автономное питание обеспечивают значительные удобства в работе.

В основу работы pH-метра положен потенциометрический метод измерений pH и Eh контролируемого раствора.

рН-метр имеет следующие характеристики:

Диапазон измерения активности ионов водорода - -19,99...+19,99 pH

Цена единицы младшего разряда - 0,01 pH

Диапазон измерения окислительно-восстановительного потенциала - -1999...+1999 мВ

Цена единицы младшего разряда - 1,0 мВ

Диапазон измерения температуры - -10...100° С

Цена единицы младшего разряда - 1,0°С

Предел допускаемой основной абсолютной погрешности:

- при измерении активности ионов водорода - + 0,05 pH;

- при измерении окислительно-восстановительного потенциала - +3 мВ;

- при измерении температуры - +2°С

Масса - 1,6 (преобразователь), кг.

Размер - 215×172×65 (преобразователь), мм.

Энергопитание – 220 В, 50 Гц, а также от автономного источника питания 5,4...9 В.

В промышленности выпускают также и другие модели рН-метров и ионометров, но данный прибор является довольно надежной и неприхотливой, что самое главное, точной моделью для быстрого измерения рН среды.

**Глава 3. Потенциометрическое титрование и обработка результатов.**

Общие указания при потенциометрическом титровании применимы для большинства потенциометрических титрований, но в отдельных случаях можно вносить небольшие изменения.

1. Растворите пробу в 50 – 250 мл воды. Промойте электроды дистиллированной водой и погрузите их в анализируемый раствор. Приспособьте магнитную или механическую мешалку. Установите бюретку так, чтобы при добавлении реагента не происходило его разбрызгивания.
2. Подсоедините электроды к потенциометру, включите мешалку, измерьте и запишите начальный потенциал.
3. Измеряйте и записывайте потенциал после каждого добавления реагента. Сначала вводите реагент довольно большими порциями (0-5 мл). Не добавляйте следующую порцию, пока не установится практически постоянное значение потенциала (изменение не более 1-2 мВ или 0,05 единицы рН за 30 с). Иногда электродвигатель мешалки становится источником ошибочных значений потенциала; в таких случаях целесообразно выключать ме­шалку при измерении потенциала. Прикиньте, какой объем реагента надо добавить, и рассчитайте приблизительную величину ΔE/ΔV после каждого добавления. В непосредственной близости от точки эквивалентности вводите реагент порциями точно по 0,1 мл. После достижения точки эквивалентности добавьте еще 2 – 3 мл титранта. Как только ΔE/ΔV станет малым, вновь увеличьте объем добавляемого реагента.
4. Определите конечную точку одним из методов рассмотренных выше.

Проведем потенциометрическое титрование.

Два химических стакана объемом 100 мл ополоснем дистиллированной водой. После этого их ополоснем анализированным раствором серной кислоты. В подготовленные таким образом химические стаканы внесем при помощи мерного цилиндра или если стаканы мерные, то без помощи цилиндра 30 мл серной кислоты. После внесения кислоты мы имеем подготовленные растворы для потенциометрического анализа.

Подготовим рН-метр. Установим его на лабораторный стол, подготовим электроды. Как привило, для рН-метрии используют хлорсеребряный электрод. В цепи стеклянный электрод с водородной функцией будет индикаторным электродом, а хлорсеребряный – электродом сравнения. Хлорсеребряные электроды хранят опущенными в раствор соляной кислоты или дистиллированной воды. Стандартный потенциал стеклянного электрода зависит от сорта стекла и кроме того он изменяется со временем, поэтому рН растворов находят при помощи калибровальных графиков или используют калибровку прибора, что чаще. Для калибровки прибора используют дистиллированную воду, в которую опускают электроды и выставляют рН раствора равное 0, после этого прибор готов к работе.

Введем в химический стакан держатель с электродами от рН-метра. Установим бюретку со стандартизированным раствором NaOH 0,1 н. Установка для проведения анализов готова.

Для проведения анализа включаем рН-метр в сеть и устанавливаем переключатель в режим измерения рН. В химический стакан опускаем запаянный в стекло металлический стержень от магнитной мешалки, который предварительно ополоснули дистиллированной водой и исследуемым раствором кислоты и включаем магнитную мешалку на малые обороты. Подождем, пока не установится конечное значение рН среды. После чего можно начинать потенциометрическое титрование.

В первом анализе мы вводим раствор NaOH 0,1 н согласно поставленной задаче по 2 мл. ждем около 20 -30 секунд пока не установится окончательное значение рН среды и записываем его в таблицу 1.

Таблица 1. Данные предварительного титрирования.

| V(NaOH),  мл | 2,0 | 4,0 | 6,0 | 8,0 | 10,0 | 12.0 | 14,0 | 16,0 |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| рН | 1,36 | 1,42 | 1,48 | 1,54 | 1,6 | 1,67 | 1,74 | 1,82 |
| V(NaOH),  мл | 18,0 | 20,0 | 22,0 | 24,0 | 26,0 | 28,0 | 30,0 | 32,0 |
| рН | 1,9 | 2 | 2,11 | 2,26 | 2,45 | 2,76 | 7 | 11,51 |
| V(NaOH),  мл | 34,0 | 36,0 | 38,0 | 40,0 | 42,0 | 44,0 | 46,0 | 48,0 |
| рН | 11,8 | 11,96 | 12,1 | 12,16 | 12,22 | 12,28 | 12,32 | 12,36 |

Во втором анализе проводим добавление порций щелочи NaOH также по 2 мл, но около точки эквивалентности порции уменьшаем до 0,2 мл с целью получения более точной информации о реакции. Полученные данные титрования заносим в таблицу 2.

Таблица 2. Данные окончательного титрирования.

| V(NaOH),  мл | 2,0 | 4,0 | 6,0 | 8,0 | 10,0 | 12.0 | 14,0 | 16,0 |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| рН | 1,36 | 1,42 | 1,48 | 1,54 | 1,6 | 1,67 | 1,74 | 1,82 |
| V(NaOH),  мл | 18,0 | 20,0 | 22,0 | 24,0 | 26,0 | 28,0 | 28,2 | 28,4 |
| рН | 1,90 | 2,0 | 2,11 | 2,26 | 2,45 | 2,76 | 2,81 | 2,86 |
| V(NaOH),  мл | 28.6 | 28,8 | 29,0 | 29,2 | 29,4 | 29,6 | 29,8 | 30,0 |
| рН | 2,92 | 2,99 | 3,07 | 3,17 | 3,3 | 3,47 | 3,78 | 7 |
| V(NaOH),  мл | 30,2 | 30,4 | 30,6 | 30,8 | 31.0 | 31,2 | 31,4 | 31,6 |
| рН | 10,52 | 10,82 | 11,0 | 11,12 | 11,22 | 11,30 | 11,36 | 11,42 |
| V(NaOH),  мл | 31,8 | 32,0 | 34,0 | 36,0 | 38,0 | 40,0 | 42,0 | 44,0 |
| рН | 11,46 | 11,51 | 11,8 | 11,96 | 12,1 | 12,16 | 12,22 | 12,28 |

Полученные результаты анализа используем для построения кривых титрования и выявления точки эквивалентности и рН раствора в точке эквивалентности.

На рисунке 5.1 приведена кривая чернового титрования серной кислоты гидроксидом натрия. По кривой титрования мы можем оценить величину скачка титрования и вычислить необходимые концентрации.



Рис. 5.1. Кривая чернового титрования 0.1 н. раствора серной кислоты 0.1 н. раствором гидроксида натрия.

Наведем также график более точного титрования раствора серной кислоты, когда около точки эквивалентности мы уменьшили дозы титранта до 0,2 мл. уменьшение дозы титранта около точки эквивалентности позволяет увеличить точность полученных данных и более точно построить кривую титрования. В общем случае около точки эквивалентности объемы добавляемого титранта составляют 0,1 – 0.05 мл.



Рис. 5.2. Кривая титрования 0.1 н. раствора серной кислоты 0.1 н. раствором гидроксида натрия.

Рассмотрим рис. 5.2. по рисунку можно сделать вывод о точке эквивалентности.



Рис. 5.3. кривая титрования о обозначение скачка титрования.

На рисунке 5.3. обозначен прыжок титрования. Поэтому

.



При рН = 6.9 объем титранта равен по рисунку 5.2 30 мл. Мы практически провели потенциометрическое титрование раствора серной кислоты раствором щелочи.

**Заключение**

При написании работы был изучен метод потенциометрического титрования. В результате можно выделить несколько основных преимуществ данного метода титрования перед методом кислотно-основного титрования, где точку эквивалентности выявляют при помощи индикаторов.

1. Метод потенциометрического титрования отличается высокой точностью и чуткостью, с его помощью можно производить анализы в более разбавленных растворах, чем в растворах с использование индикаторов.
2. Потенциометрический анализ дает возможность выявлять в растворе концентрации нескольких веществ в одном растворе без их предварительного разделения, а также производить титрование мутных и цветных растворов.
3. Использование неводных растворителей дает возможность проводить анализ веществ, которые разлагаются водой, или нестойки в ней, или нерастворимы в воде. Например, определение содержания хлороводородной и монохлоруксусной кислот в смеси титрованием водного раствора является сложной задачей в связи с трудностью обнаружения двух скачков титрования. При титровании в ацетоне оба скачка выражены достаточно четко и содержание каждой кислоты в смеси может быть рассчитано. Используя необходимый растворитель можно изменить силу электролита и найти содержание компонентов, которые в водном растворе отдельно не титруются.

К недостаткам потенциометрического метода можно отнести то, что потенциал индикаторного электрода не всегда устанавливается быстро после добавления титранта и во многих случаях во время титрования надо производить большое количество отсчетов.

Но возможность провести быстрое выявлений концентрации вещества перевешивает недостатки потенциометрического титрования, и этот метод занял свое место и лабораторной практике.

**Список использованной литературы.**

1. Глинка Н. Л. Общая химия. – Л.: Химия, 1988. – 702 с.
2. Полеес М. Э. Аналитическая химия. – М.: Медицина, 1981. – 286 с.
3. Крешков А. П., Ярославцев А. А. Курс аналитической химии. – М.: Химия, 1964. – 430 с.
4. Мороз А. С., Ковальова А. Г. Физическая и коллоидная химия. – Л. : Мир, 1994. – 278 с.
5. Физическая химия. Практическое и теоретическое руководство. Под ред. Б. П. Никольского, Л.: Химия, 1987. – 875 с.
6. Скуг Д., Уэст Д. Основы аналитической химии. В 2 т. Пер с англ. М.: Мир, 1979, - 438 с.
7. Васильев В. П. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. Физико-химические методы анализа: Учеб. для студ. вузов, обучающихся по химико-технологическим специальностям – 2-е изд., перераб. и доп. - М.: Дрофа, 2002. - 384 с.