



ВСЕРОССИЙСКОЕ
ЧЕМПИОНАТНОЕ
ДВИЖЕНИЕ
ПО ПРОФЕССИОНАЛЬНОМУ
МАСТЕРСТВУ

Задание

1. Подготовить рабочее место.
2. Собрать установку для кондуктометрического титрования.
3. Построить кривые титрования, используя ПО MS Excel; графически найти точки эквивалентности.
4. Определить коэффициент поправки раствора соляной кислоты.
5. Определить содержание гидроксида натрия и карбоната натрия в смеси.
6. Провести обработку результатов анализа, определить приемлемость.
7. Представить результат с учетом погрешности определения.
8. Все расчеты и результаты представить в виде протокола.

Определение соды и щелочи в их смеси кондуктометрическим методом

1. Сущность метода

Определение основано на последовательном титровании сильной кислотой сильного основания и соли слабой кислоты. В первую очередь взаимодействует сильное основание, что вызывает резкое понижение электропроводности раствора вследствие связывания высокоподвижных гидроксид-ионов. После того как сильное основание будет нейтрализовано, происходит нейтрализация карбоната натрия. Электрическая проводимость при этом практически не изменяется. После окончания реакции в растворе появляется избыток кислоты, и электрическая проводимость быстро возрастает. На кривой фиксируются две точки перегиба: объем кислоты в первой точке перегиба соответствует титрованию гидроксида натрия, а во второй – титрованию суммы гидроксида натрия и карбоната натрия.

2. Реактивы и оборудование

1. Кондуктометр
2. Весы аналитические
3. Кондуктометрическая ячейка
4. Магнитная мешалка с якорем
5. Электроплитка
6. Термометр
7. Пипетка Мора вместимостью 10,00 см³
8. Бюретка вместимостью 25,00 см³
9. Цилиндр вместимостью 100,0 см³
10. Бюкс
11. стакан химический, вместимостью 50; 100; 250; 500 см³
12. Тетраборат натрия десятиводный
13. Соляная кислота 0,1 н

3. Установление коэффициента поправки раствора соляной кислоты

Навеску массой 0,2000 г 10-водного тетрабората натрия помещают в стакан на 250 мл, растворяют при энергичном перемешивании в 90 мл теплой (50–60 °С) дистиллированной воды и охлаждают до комнатной температуры. Помещают в раствор кондуктометрический датчик так, чтобы уровень раствора полностью покрыл рабочую часть электрода, и титруют кондуктометрически из бюретки раствором соляной кислоты. Титрант добавляют равномерными порциями, по 0,50 мл, дают установиться показаниям прибора и записывают результаты измерения электропроводности после каждого добавления титранта. Титрование продолжают до тех пор, пока не обнаружат излом на кривой титрования, после чего измеряют удельную электропроводность еще не менее чем в 5 точках. Титрование проводят три раза. Полученные значения заносят в таблицу:

V _{HCl} , мл	κ_1	κ_2	κ_3

При помощи ПО MS Excel строят кривую кондуктометрического титрования для каждой навески установочного вещества, откладывая по оси абсцисс объем соляной кислоты, а по оси ординат – κ . Графически находят точку эквивалентности. Коэффициент поправки раствора соляной кислоты вычисляют

по формуле:

$$K = \frac{m \cdot 1000}{M \cdot V \cdot C1}$$

где m – навеска установочного вещества, г,

V – объем раствора соляной кислоты, израсходованного на титрование, мл,

M – молярная масса эквивалента установочного вещества, 190,68 г/моль,

$C1$ – заданная молярная концентрация эквивалента соляной кислоты, моль/л.

Коэффициент поправки вычисляют по каждой из трех навесок установочного вещества. Расхождение между максимальным и минимальным значениями коэффициента не должно превышать 0,01. Если один из коэффициентов не укладывается в требования расхождения, допускается рассчитать среднее значение по двум результатам. Из вычисленных значений берут среднее арифметическое значение, которое должно быть равно $1,00 \pm 0,03$.

Точную молярную концентрацию эквивалента C , моль/л, соляной кислоты вычисляют по формуле:

$$C = C1 \cdot K$$

C – молярная концентрация эквивалента соляной кислоты, моль/л,

$C1$ – заданная молярная концентрация эквивалента соляной кислоты, моль/л,

K – коэффициент поправки.

Точная молярная концентрация эквивалента вещества в растворе выражается четырьмя значащими цифрами.

4. Проведение анализа

Анализируют две параллельные пробы.

В ячейку для титрования пипеткой переносят 10,0 мл анализируемой пробы, приливают 90,0 мл дистиллированной воды так, чтобы уровень раствора полностью покрыл рабочую часть электрода и при непрерывном перемешивании титруют раствором соляной кислоты порциями по 0,5 мл, не прекращая перемешивание. Регистрируют значения удельной электропроводности раствора по показаниям прибора после введения каждой порции титранта. После того, как будут обнаружены два скачка титрования – от резкого падения показаний к плавному, а затем к резкому росту значений, измеряют удельную электропроводность еще не менее, чем в 5 точках

Данные титрования занести в таблицу:

V_{HCl} , мл	κ_1	κ_2

Строят кривую титрования в координатах удельная электропроводность – объем раствора HCl, используя ПО MS Excel. По изломам кривой находят объёмы HCl ($V1$ и $V2$) в первой и второй точках эквивалентности: $V1$ соответствует нейтрализации NaOH, а $(V2-V1)$ – нейтрализации Na_2CO_3 .

5. Обработка результатов

По формулам титриметрического анализа рассчитывают содержание гидроксида натрия и карбоната натрия в анализируемой пробе (г/л).

За результат определения принимаются среднее арифметическое двух определений, относительное расхождение между которыми не превышает 15 %.

Сходимость результатов анализа А, %, вычисляют по формуле:

$$A = \frac{2(X1 - X2)}{X1 + X2} \cdot 100 \%$$

где: X1 – больший результат из двух параллельных измерений

X2 – меньший результат из двух параллельных измерений.

Относительная погрешность анализа составляет 25 % при доверительной вероятности Р = 0,95.

Результат измерения представить в виде:

$$(\bar{X} \pm \Delta) \text{ г, } P = 0,95; n = 2$$

Результаты округляют в соответствии с ГОСТ Р 8.736-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Методы обработки результатов измерений. Основные положения. Приложение Е.

Приложение Е

Правила округления при обработке результатов измерений

Точность результатов измерений и точность вычислений при обработке результатов измерений должны быть согласованы с требуемой точностью получаемой оценки измеряемой величины.

Погрешность оценки измеряемой величины следует выражать не более чем двумя значащими цифрами

Две значащие цифры в погрешности оценки измеряемой величины сохраняют:

- при точных измерениях;
- если первая значащая цифра не более трех.

Число цифр в промежуточных вычислениях при обработке результатов измерений должно быть на две больше, чем в окончательном результате.

Сохраняемую, значащую цифру в погрешности оценки измеряемой величины при округлении увеличивают на единицу, если отбрасываемая цифра не указываемого младшего разряда больше либо равна пяти, и не изменяют, если она меньше пяти.