**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 Na2CO3 и кислотой можно рассматривать как реакцию, протекающую в две стадии. В первой стадии карбонат превращается в бикарбонат, при этом расходуется только половина всего объёма кислоты, необходимого для нейтрализации Na2CO3. Поэтому при анализе карбонатов можно вести титрование до превращения их в NaHCO3, удваивая при расчете объем израсходованного рабочего раствора кислоты.

**1. Приборы и реактивы**

1. pН-метр с погрешностью определения не более ± 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 Na2B4O7\*10H2O 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 0,1н.

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 рН после каждого добавления титранта. Титрование продолжают до незначительного изменения рН. 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 рН. Титрование проводят не менее трех раз.

Данные заносятся в таблицу:

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  | *рН* | *рН* | *рН* |
| 1 | 2 | 3 |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |

При помощи МS Excel cтроят кривую потенциометрического титрования для каждой аликвоты установочного вещества, откладывая по оси абсцисс объем соляной кислоты, а по оси ординат – рН

Графически находят точку эквивалентности и рассчитывают коэффициент поправки.

К =

где К - 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 ± 0,03

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

где С1 – заданная молярная концентрация соляной кислоты, моль/дм3;

К – 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 рН. 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 рН 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 рН.

Титрование проводят 2 раза.

2.4 Расчет результатов определений

Содержание Na2CO3 в образце (%) рассчитывают по формуле

=

где – содержание карбоната натрия, %;

СHCl – концентрация соляной кислоты; моль/дм3;

VHCl – объем соляной кислоты, пошедший на титрование пробы; см3;

– молярная масса эквивалента карбоната натрия, г/моль-экв;

m н – масса навески пробы, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, ѡ1 и ѡ2 при выполнении условия

200‧|ѡ1-ѡ2| ≤ r‧(ѡ1 +ѡ2)

где r – предел повторяемости, %, таблица 1.

Таблица 1

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Содержание  Na2CO3, % | Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученных в условиях повторяемости при Р= 0,95) r,% | Показатель точности (границыотносительной погрешности при вероятности Р=0,95) ±δ,% |
| Не менее 99,8 | 5 | 4 |

**Оформление результатов измерений**

Результат измерения представить в виде

± ∆, % при доверительной вероятности Р=0,95

- средняя массовая доля Na2CO3 в образце

Δ= 0,01\*δ \* (δ из таблицы 1).