

VOLUMETRIA PRIN REACȚII DE NEUTRALIZARE

1. Principiul metodei

În volumetria prin reacții de neutralizare reacția care se utilizează este aceea dintre un acid și o bază cu formare de sare și apă. Practic, neutralizarea constă în unirea ionilor de hidroniu ai unui acid, cu ionii de hidroxid ai unei baze, pentru a forma apă:



Reacția de neutralizare decurge cu viteză mare și este însoțită de degajare de căldură (- 13,7 kcal/mol).

În analiza volumetrică prin reacții de neutralizare, se trasează curba de titrare a unui acid cu o bază (sau invers), ce constă în a reprezenta într-un sistem de axe de coordonate, modificarea concentrației în ioni H_3O^+ sau a pH-ului față de procentul de acid sau bază neutralizat.

Din curbele de titrare se determină saltul de pH la punctul de echivalență și în funcție de aceasta se aleg acei indicatori a căror interval de viraj se află în domeniul de pH al punctului de echivalență. De aici rezultă că sunt posibile acele sisteme acid-bază care au la punctul de echivalență un salt de pH suficient de mare.

În tabelul următor se prezintă variația pH-ului în diferite momente ale titrării acid-bază de concentrație 0,1 n, iar în figura alăturată curbele de neutralizare corespunzătoare.

Acid neutralizat %	Acid tare* 0,1 n		Acid slab** 0,1 n	
	H_3O^+	pH	H_3O^+	pH
0	10^{-1}	1	$1,34 \times 10^{-3}$	2,87
90,0	10^{-2}	2	$2,00 \times 10^{-6}$	5,70
99,0	10^{-3}	3	$1,82 \times 10^{-7}$	6,75
99,9	10^{-4}	4	$1,80 \times 10^{-8}$	7,75
100,0	10^{-7}	7	$1,35 \times 10^{-9}$	8,87
Exces bază%	0,1	10^{-10}	$1,00 \times 10^{-10}$	10,0
	1,0	10^{-11}	$1,00 \times 10^{-11}$	11,0

* $\text{HCl} + \text{NaOH} \Rightarrow \text{NaCl} + \text{H}_2\text{O}$

** $\text{CH}_3\text{COOH} + \text{NaOH} \Leftrightarrow \text{CH}_3\text{COONa} + \text{H}_2\text{O}$

Se observă că la titrarea acidului tare cu baza tare, punctul de echivalență coincide cu cel de neutralizare, iar a acidului slab cu baza tare se formează în soluție o sare hidrolizabilă -punctul de echivalență este la pH = 8,87, deci deplasat spre domeniul bazic (la titrarea unei baze slabe cu acid tare, pH-ul la punctul de echivalență este deplasat spre domeniul acid pH < 7)

Exemplu: la titrarea acidului oxalic (acid slab) cu NaOH (bază tare) conform cu saltul de pH la punctul de echivalență, indicatorul potrivit este fenolftaleina, cu interval de viraj 8,8 - 10,2.

Se observă că la titrarea unui acid tare cu o bază tare și chiar acid slab ($K_a = 1,8 \times 10^{-5}$) cu o bază tare, saltul de pH este suficient de mare (4 - 6 unități pH) pentru a alege un indicator care să vireze în domeniul respectiv.

La titrarea acizilor slabi cu baze slabe, saltul de pH la punctul de echivalență este mic și deci face imprecisă determinarea acestuia cu ajutorul unui indicator. În acest caz se recomandă folosirea unui amestec de indicatori sau sisteme tampon.

Factorii care influențează virajul indicatorului sunt: temperatură, solvenții neapoși și concentrația indicatorului.

PARTEA EXPERIMENTALĂ

2. Prepararea soluției etalon, exact 0,1 n de $H_2C_2O_4 \times 2 H_2O$

Conform datelor prezentate în tabelul prezentat pentru prepararea a 1000 cm³ soluție 0,1 n sunt necesari 0,1echivalenți, adică 6,3024 g. Soluția etalon astfel obținută, servește la determinarea factorului soluției de hidroxid de potasiu ~ 0,1 n.

3. Prepararea soluției aproximativ 0,1 n KOH

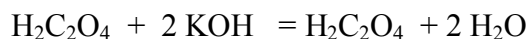
Hidroxidul de potasiu nu este o substanță etalon, deoarece nu este stabilă, absorbind ușor bioxidul de carbon și vaporii de apă din atmosferă.

Din aceste motive din KOH se prepară o soluție de normalitate aproximativă. Masa moleculară a KOH fiind 56, pentru prepararea unei soluții de 0,1n, se cântăresc pe o sticlă de ceas, la balanța tehnică circa 6 g. hidroxid care se spală repede de 1-2 ori cu apă distilată fiartă și răcită (liberă de CO₂), pentru a îndepărta stratul de carbonat format la suprafața granulelor. Granulele se introduc apoi prin intermediul unei pâlnii într-o sticlă de 1 litru. Se agită bine până la completa dizolvare a substanței, apoi se completează cu apă până la aproximativ 1 litru. Se astupă sticla cu dop de cauciuc sau masă plastică și se răstoarnă de circa 10-15 ori pentru omogenizarea soluției.

4. Stabilirea factorului soluției ~ 0,1 n de KOH

Se măsoară 10 cm³ soluție de $H_2C_2O_4$ 0,1 n, se diluează la dublu cu apă distilată, se încălzește pe sită până la ~ 70⁰C, se adaugă câteva picături indicator, fenolftaleină apoi se titrează proba cu soluție de KOH ~ 0,1 n, din altă biuretă.

Reacția care are loc este următoarea:



Titarea este terminată atunci când, la adăugarea unei picături de KOH peste punctul de echivalență, soluția se colorează în roz slab. Se măsoară volumul de KOH folosit la titrare, apoi se repetă titrarea de câteva ori, pentru determinarea cât mai corectă a factorului soluției bazice, se alcătuiește un tabel ca cel prezentat în continuare și se face calculul erorilor.

Nr. Titrării	Volumul soluției etalon	Normalitatea (echiv-g/l) soluției etalon	Vol.sol. folosit la titrare	Media volumelor	Normalitatea (echiv-g/l)	Titrul g/cm ³	Factorul
1	10 cm ³	0,1					
2	10 cm ³	0,1					
3	10 cm ³	0,1					

5. Calculul și interpretarea rezultatelor.

Se pleacă de la legea echivalențelor: $n_1 V_1 = n_2 V_2$

În cazul concret avem: $n_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4} V_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4} = n_{\text{KOH}} V_{\text{KOH}}$

De unde rezultă $n_{\text{KOH}} = n_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4} V_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4} / V_{\text{KOH}}$

$$n_{\text{KOH}} = 0,1 \cdot 10 / V_{\text{KOH}}$$

unde V_{KOH} este volumul de KOH folosit la titrare

Pentru calcularea titrului soluției se folosește relația între titru și normalitate:

$$t = n \cdot E_g / 1000$$

unde $E_{g\text{KOH}} = 56$

Factorul soluției reprezintă raportul între titrul practic și cel teoretic sau între normalitatea practică și cea teoretică.

$$f = n_p / n_t = t_p / t_t$$