

Лабораторна робота № 12. Визначення N-цинамонілфенілгідроксиламіну методом кулонометричного титрування з біамперометричною індикацією точки еквівалентності

Ульяницький Олександр

11 лютого 2010 р.

Електрогенерація брома — іони броду на аноді окиснюються за реакцією:
 $2Br^- - 2e \rightarrow Br_2$ з виділенням броду. Такий спосіб використання броду
для титрування дозволяє обійти складності, пов'язані із виготовленням,
стандартизацією та зберіганням розчинів броду заданої концентрації.

Реакція окиснення бромід-іонів з утворенням броду, імовірно, є най-
більш широко вживаною реакцією кулонометричного титрування. Найбільш
зручним для проведення цього процесу є платиновий або золотий інертний
анод.

Вихід реакції за струмом становить 100%.

Приклад застосування броду можна знайти в методі аналізу, рекомен-
дованому для кількісного визначення представника ряду органічних амінів,
що випускається хімічною промисловістю, N-цинамонілфенілгідроксиламіну
(ЦФГА). Взаємодія відбувається за схемою (Рис. 1): Для визначень вико-
ристовують комірку, що зображена на рисунку. Катодна і анодна частини
генеруючого ланцюгу розділені пористою скляною перегородкою (4). Анод
(2) — платинова пластинка з великою площею поверхні, катод (3) — плати-
нова спіраль. Для індикації к.т.т. застосовують біамперометричний аналі-
затор АУ-4М з двома спіралеподібними платиновими електродами (7), що
занурені в анодну частину електролізної комірки.

Умови проведення електролізу: $E = 100\text{ В}$, $I = 10\text{ мА}$, $R = 10\text{ кОм}$.

Спеціальні прилади, реактиви, посуд

1. Установка для кулонометричного титрування.
2. Установка для біамперометричної індикації к.т.т. АУ-4М.
3. Стандартний розчин ЦФГА, 0,1 М.
4. Розчин KBr , 3 М.

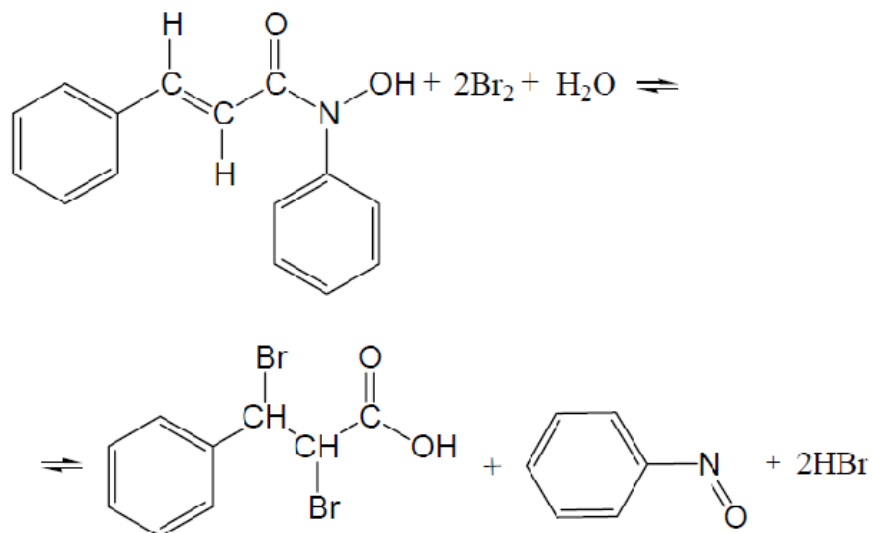


Рис. 1: Взаємодія ЦФГА з бромом

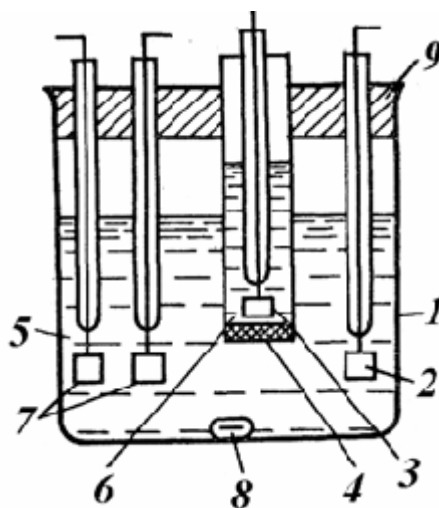


Рис. 2: Чотириелектродна комірка для кулонометричного титрування в гальваностатичному режимі: 1 — корпус електролізера; 2 — робочий електрод; 3 — допоміжний електрод; 4 — розділююча порувата мембрана; 5 — досліджуваний розчин; 6 — допоміжний розчин; 7 — індикаторний електрод; 8 — якір магнітної мішалки; 9 — кришка електролізера

5. Розчин Na_2SO_4 , нас.

Порядок виконання роботи

Проведення титрування. Учбову задачу одержують в мірній колбі об'ємом 25,0 мл, розбавляють водою до мітки, ретельно перемішують. До аліквотної частини задачі (5,0 мл) додають 15,0 мл 3 моль/л розчину KBr та розбавляють водою приблизно до 50 мл і заливають у комірку. Туди ж занурюють електроди (обидва електроди індикаторного ланцюга (7, Рис. 2) та анод генеруючого ланцюга (2, Рис. 2).

Наповнену насиченим розчином Na_2SO_4 посудину з поруватим дном (4, 6, Рис. 2) закривають пробкою з вставленою Pt -спіраллю (катод генеруючого ланцюга (3, Рис. 2)) і вміщують в електролізер через відповідний отвір у пробці. Комірку встановлюють на магнітну мішалку та вмикають індикаторний ланцюг.

Суміш витримують до встановлення постійного значення E в індикаторному ланцюгу.

Включають струм в генеруючому ланцюгу одночасно з пуском секундоміра. Показання гальванометра в індикаторній системі записують через кожні 10 с.

Процес електролізу продовжують ще 1–2 хвилини після різкого зростання I в індикаторному ланцюгу.

Відключають електричні ланцюги.

Результати

За перегином на графіку знаходять ткінця електролізу. Вміст ЦФГА розраховують за формулою:

$$g = \frac{E \cdot I \cdot t \cdot V_{\text{заг}}}{F \cdot V_{\text{ал}}}$$

де E — маса еквівалента ЦФГА, г/моль; I — сила струму в генеруючому ланцюгу, А; t — час електролізу, с; F — число Фарадея, Кл; $V_{\text{заг}}$ та $V_{\text{ал}}$ — загальний об'єм розчину задачі та об'єм її аліквотної частини, мл.

Висновок

Отже, за даними отриманими із кривих кулонометричного титрування вміст ЦФГА у пробі становить $0,0062 \pm 0,0006$ г.

Табл. 1: Результати кулонометричного титрування N-цинамонілфенілгідроксиламіну бромом

$t, \text{ c}$	$I_1, \text{ A}$	$I_2, \text{ A}$	$I_3, \text{ A}$
10	0,0	0,0	0,0
20	0,0	0,0	0,0
30	0,0	0,0	0,0
40	0,0	0,0	0,0
50	0,0	0,0	0,0
60	0,0	0,0	0,0
70	0,0	0,0	0,0
80	0,0	0,0	0,0
90	0,0	0,5	0,0
100	0,0	0,8	0,0
110	0,0	1,0	0,0
120	0,0	1,1	0,0
130	0,5	1,6	1,2
140	1,0	2,0	1,9
150	1,2	2,2	2,1
160	1,9	2,5	3,0
170	2,1	3,0	3,5
180	3,0	3,2	4,0

Табл. 2: Результати кулонометричного титрування ЦФГА

№ досліду	$t_{\text{кінця електролізу}}, \text{ c}$	$g, \text{ г}$
1	202	0,00630
2	208	0,00649
3	186	0,00581

Табл. 3: Статистична обробка результатів кулонометричного титрування ЦФГА розчином броду $P = 0,95, n = 3$

g	$\langle x \rangle$	S^2	S	S_x	Δx
0,00630 0,00649 0,00581	0,00620	$1,231 \cdot 10^{-7}$	$3,51 \cdot 10^{-4}$	$2,03 \cdot 10^{-4}$	$6,44 \cdot 10^{-4}$

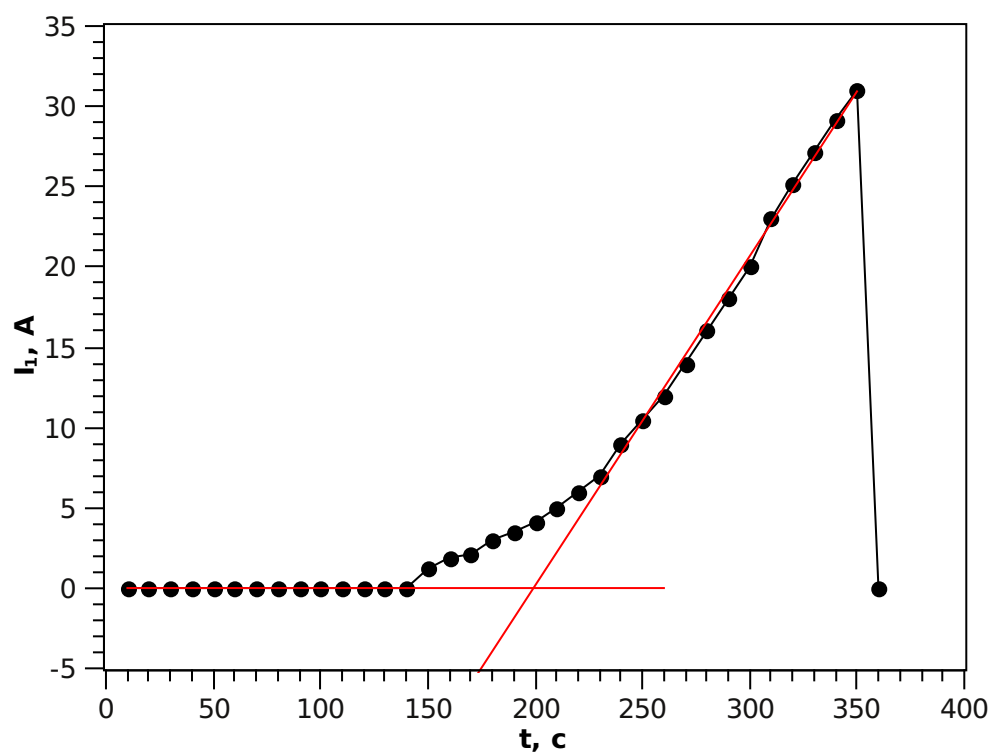


Рис. 3: Крива кулонометричного титрування N-цинамонілфенілгідроксиламіну бромом з його регенерацією (дослід 1.)

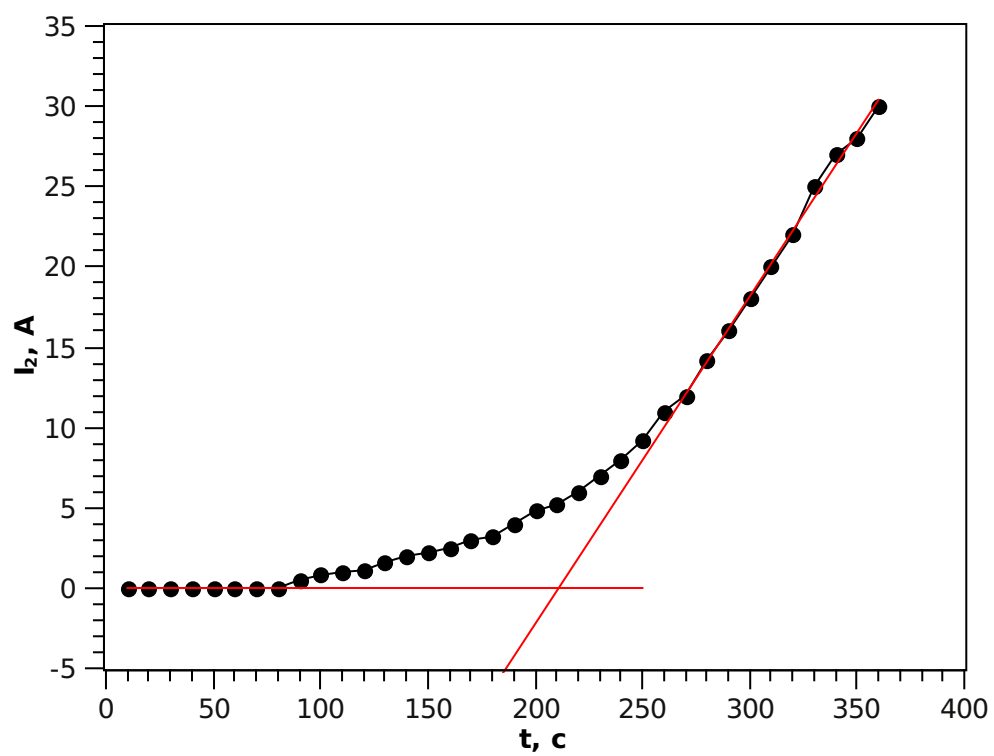


Рис. 4: Крива кулонометричного титрування N-цинамонілфенілгідроксиаміну бромом з його регенерацією (дослід 2.)

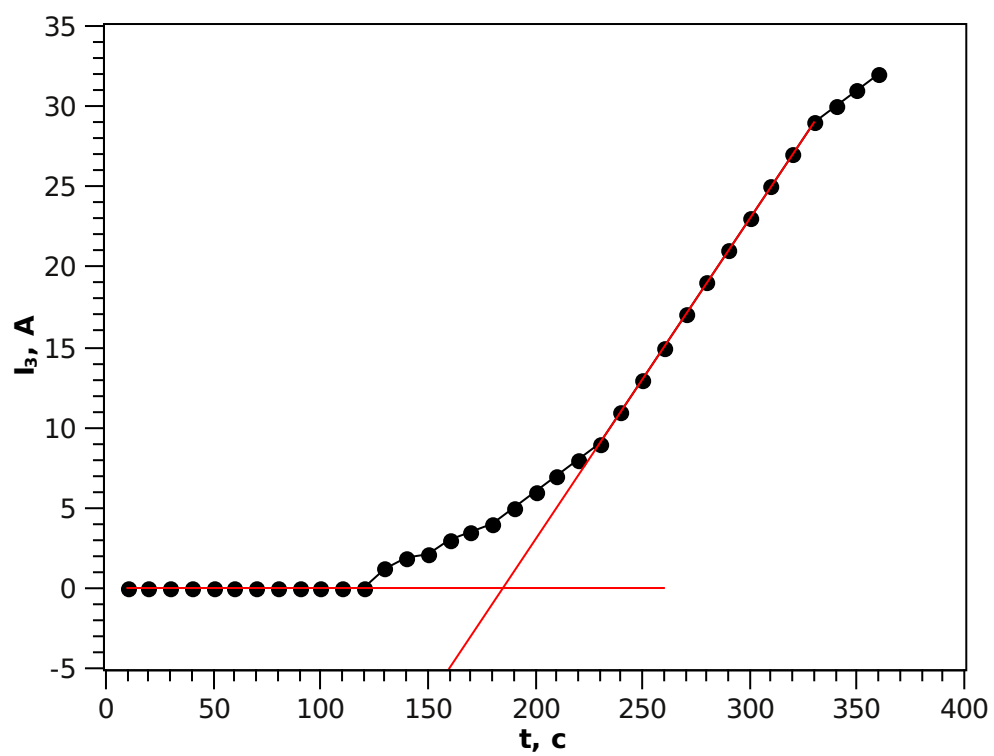


Рис. 5: Крива кулонометричного титрування N-цинамонілфенілгідроксиаміну бромом з його регенерацією (дослід 3.)