

ВЫСОКОЧАСТОТНОЕ ТИТРОВАНИЕ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФЛОУРЕНКАРБОНОВОЙ, СЕРНОЙ И АЗОТНОЙ КИСЛОТ В СМЕСИ

В. Т. СЛЮСАРЧУК, А. Н. НОВИКОВ

(Представлена научным семинаром кафедр и лабораторий органического синтеза)

Для количественного определения неорганических и органических соединений кислого характера при их совместном присутствии использован метод высокочастотного титрования, основанный на регистрации изменений электрических характеристик раствора в процессе титрования [1—4]. Этот метод получает все большее развитие, так как он имеет ряд преимуществ по сравнению с другими методами объемного анализа. Позволяет титровать растворы окрашенные, загрязненные выпа-

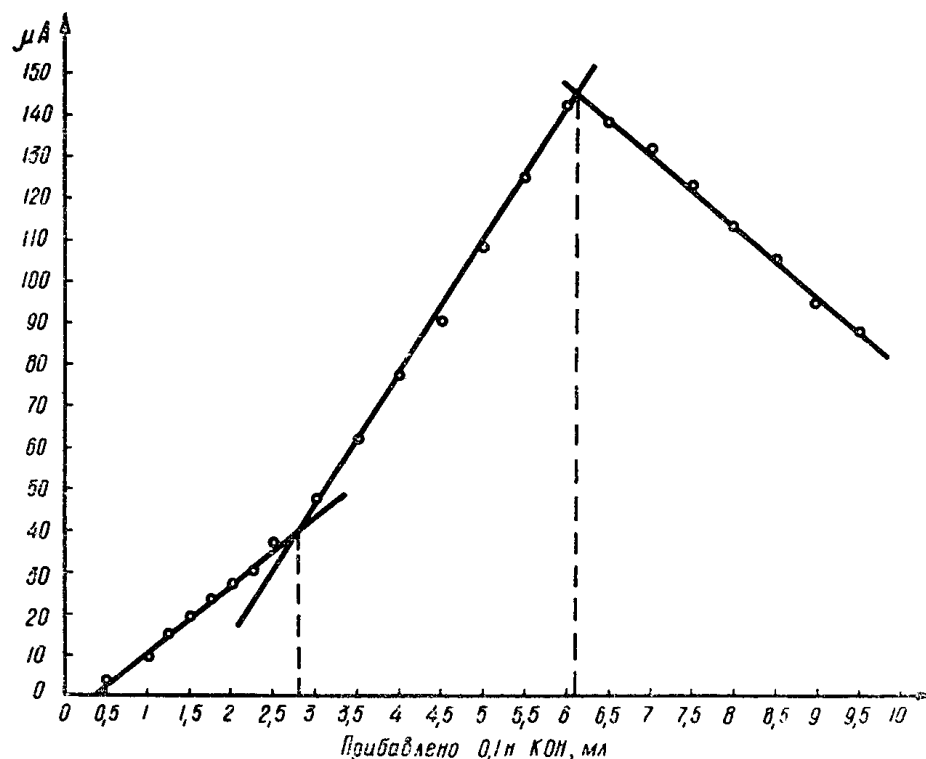


Рис. 1. Кривая высокочастотного прямого титрования водного раствора азотной и серной кислот 0,1N КОН

дающими осадками, эмульсии. Можно проводить титрование в неводных средах, в связи с чем отпадает необходимость в подборе подходящего индикатора [5]. К числу преимуществ относят его точность [6].

Нами проводилось титрование смеси, содержащей флуоренкарбоновую, серную и азотную кислоты на высокочастотном титраторе ТВ-6Л1. Точку эквивалентности определяли графически. На ось ординат нанесли изменения напряжения на сопротивлении, последовательно включенного с датчиком в измерительной цепи, на ось абсцисс — израсходованный объем титрующего реагента.

В ячейку прибора вносили разбавленную водой до 70—75 мл смесь из 0,06 г флуоренкарбоновой, 0,025 мл азотной и 0,01 мл концентрированной серной кислот. Минеральные кислоты титровали 0,1 н водным раствором гидроокиси калия. Отчет по шкале прибора брали после прибавления 0,5 мл раствора КОН. Время выдержки для снятия показания 5—10 секунд. На кривой титрования (рис. 1) получаются два перегиба: первый соответствует окончанию нейтрализации серной кислоты, второй — азотной кислоты. Из хода кривой видно, что при титровании кислот раствором КОН электропроводность в ячейке падает, что обуславливает повышение сопротивления, которое используется для измерения.

Флуоренкарбоновую кислоту определяли обратным титрованием. Для этого после нейтрализации азотной и серной кислот добавляли избыток щелочи для переведения флуоренкарбоновой кислоты в калиевую соль. Смесь оставляли в ячейке 1,5 часа и затем титровали 0,1 н водным раствором соляной кислоты. Время выдержки 50 секунд. На кривой титрования (рис. 2) получаются два перегиба: первый соответствует

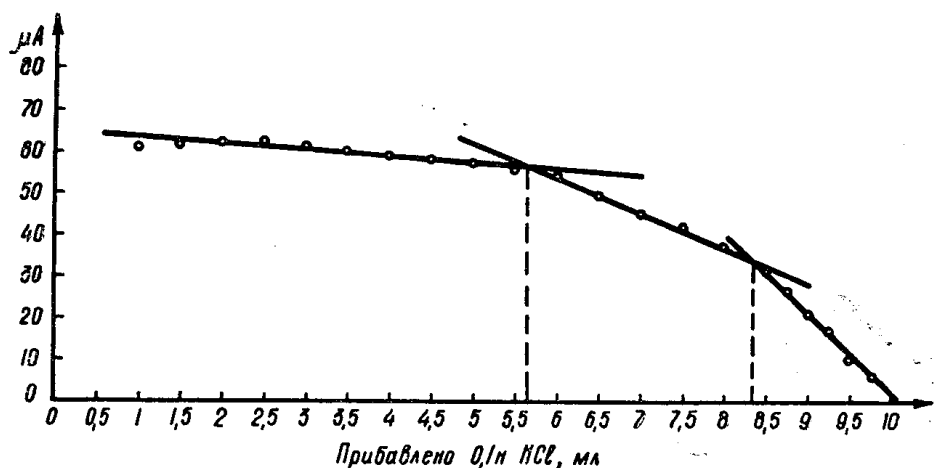


Рис. 2. Кривая высокочастотного обратного титрования флуоренкарбоновой кислоты 0,1 N HCl

окончанию титрования свободной КОН, второй — связанной гидроокиси калия, что отвечает определенному количеству флуоренкарбоновой кислоты. Ошибка метода не превышает 1%, применим в пределах электропроводности в ячейке от $1 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3}$ ом.

Выводы

Показано, что высокочастотное титрование можно применять для раздельного определения находящихся в смеси серной, азотной и флуоренкарбоновой кислот.

ЛИТЕРАТУРА

1. В. А. Заринский, И. Р. Мандельберг. Зав. лаб., 22, 3, 262 (1956).
2. В. А. Заринский, Д. И. Кошкин. ЖАХ, 10, 2 (1955).
3. А. Г. Шафигуллин. Применение физических методов в химической кинетике, Таткнигиздат, 113, 1965.
4. Г. Шарло. Методы аналитической химии, Издательство «Химия», 411, 1966.
5. W. F. Wagner, W. B. Kaufman, Anal., chim., 25, 538 (1953).
6. О. Л. Капцани. ЖАХ, 8, 8, 131 (1953).