

Министерство образования Республики Беларусь
Учреждение образования «Витебский государственный
университет имени П.М. Машерова»
Кафедра химии и естественнонаучного образования

В.П. Быстряков

ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ КОЛИЧЕСТВЕННОГО АНАЛИЗА

*Методические рекомендации к выполнению
лабораторных и практических работ*

*Витебск
ВГУ имени П.М. Машерова
2025*

УДК 54:001.8(076.5)
ББК 24в631я73
Б95

Печатается по решению научно-методического совета учреждения образования «Витебский государственный университет имени П.М. Машерова». Протокол № 6 от 27.06.2025.

Автор: доцент кафедры химии и естественнонаучного образования ВГУ имени П.М. Машерова, кандидат химических наук, доцент **В.П. Быстрыков**

Р е ц е н з е н т :
заведующий кафедрой химии и естественнонаучного образования
ВГУ имени П.М. Машерова,
кандидат педагогических наук, доцент *И.С. Борисевич*

Быстрыков, В.П.
Б95 Химические методы количественного анализа : методические рекомендации к выполнению лабораторных и практических работ / В.П. Быстрыков. – Витебск : ВГУ имени П.М. Машерова, 2025. – 59 с.

Методические рекомендации подготовлены в соответствии с учебной программой по дисциплине «Аналитическая химия» для студентов, обучающихся по специальности 6-05-0113-03 Природоведческое образование (биология и химия).

Учебное издание содержит алгоритмы выполнения лабораторных работ и образцы расчетов в химических методах количественного анализа. Предназначено для использования студентами дневной формы получения образования при продолжении изучения аналитической химии в третьем семестре 2 курса на лабораторных и практических занятиях, а также при самостоятельной работе.

УДК 54:001.8(076.5)
ББК 24в631я73

© Быстрыков В.П., 2025
© ВГУ имени П.М. Машерова, 2025

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	4
Модуль 1(3). Титриметрические методы определения	6
Лабораторное занятие 1. Титриметрический анализ	6
Лабораторные занятия 2–3. Приготовление стандартных растворов для кислотно-основного титрования.....	14
Лабораторные занятия 4–5. Кислотно-основное титрование	20
Практическое занятие 1. Расчеты в кислотно-основном титровании	26
Лабораторное занятие 6. Окислительно-восстановительное титрова- ние	30
Лабораторные занятия 7–8. Перманганатометрия	33
Практическое занятие 2. Расчеты в окислительно-восстановительном титровании	41
Практическое занятие 3. Итоговое занятие по модулю 1	43
Модуль 2(4). Титриметрические и гравиметрические методы определения	44
Лабораторные занятия 9–10. Комплексонометрическое титрование	44
Лабораторное занятие 11. Осадительное титрование	49
Практическое занятие 4. Расчеты в комплексонометрическом и оса- дительном титровании	52
Лабораторные занятия 12–13. Гравиметрический анализ	54
Практическое занятие 5. Итоговое занятие по модулю 2	58

ВВЕДЕНИЕ

Учебное издание подготовлено для студентов второго курса, обучающихся по специальности 6-05-0113-03 Природоведческое образование (биология и химия). Предназначено для использования при продолжении изучения аналитической химии в третьем семестре 2 курса на лабораторных и практических занятиях и при самостоятельной работе. Излагаются методики выполнения лабораторных работ количественного анализа неорганических соединений и образцы соответствующих расчетов.

Химический анализ – совокупность действий, целью которых является получение информации о химическом составе объекта. Методика анализа – подробное описание выполнения анализа данного объекта с использованием выбранного метода, которое обеспечивает регламентированные характеристики правильности и воспроизводимости.

Преподавание аналитической химии и других химических дисциплин, должно быть ориентировано не на подготовку специалиста-химика, а будущего преподавателя химии, и прежде всего для школы. Школьный курс химии содержит значительную долю вопросов, относящихся к аналитической химии. Экспериментальный материал школьного курса химии включает около 20% работ, которые можно отнести к аналитической химии. Начиная с III этапа Республиканской олимпиады, предъявляются более серьезные требования к экспериментальному мастерству участников, чем это предусмотрено школьной программой. Для преподавания химии на повышенном уровне для проведения факультативных занятий и для подготовки учащихся к олимпиадам по химии учитель должен обладать конкретными компетенциями в области количественного химического анализа. В соответствии с вышеизложенными особенностями преподавания аналитической химии будущим преподавателям являются: доминирующая роль лабораторного практикума, наличие работ прикладного, экологического, исследовательского характера, повышенное внимание к выполнению расчетов.

Часть лабораторных работ и образцов расчетов, входящих в данное издание, отражают задания Республиканской олимпиады школьников по химии прошлых лет. Эти работы имеют т.о. учебно-исследовательский характер.

Общие указания по работе на занятиях.

На занятии ознакомьтесь с содержанием лабораторного или практического занятия, изучите теоретическое введение, методику лабораторной работы, образцы выполнения расчетов.

Данное издание может использоваться и как рабочая тетрадь, для лабораторных занятий дополнительную тетрадь использовать не обязательно. При выполнении лабораторной работы в ней записываете concentra-

цию раствора титранта, результаты титрования, расчеты, результат определения, а также ответы на вопросы.

Расчеты на практических занятиях выполняются в отдельной тетради.

Охрана труда и техника безопасности.

В химической лаборатории можно работать только в халате.

Будьте аккуратны при работе со стеклянной посудой. В случае если стеклянная посуда разбилась, не собирайте осколки руками – используйте для сбора осколков совки, метелки.

При выполнении опытов необходимо использовать только целую и чистую лабораторную посуду. Вещества не должны попадать на кожу лица и рук. Твердые химические реактивы можно брать только шпателем, пинцетом или ложечкой. При разбавлении концентрированных кислот и щелочей необходимо небольшими порциями при постоянном перемешивании приливать кислоту (или концентрированный раствор щелочи) в воду, а не наоборот. При ожоге кислотой необходимо промыть пораженное место большим количеством воды, а затем раствором соды. Работы с токсичными, легковоспламеняющимися или горючими веществами необходимо проводить в вытяжном шкафу с включенной вытяжкой.

Запрещается набирать растворы реактивов в пипетки ртом. Для набора жидкости в пипетку используется специальная груша.

После завершения работы необходимо привести рабочее место в порядок, использованную лабораторную посуду следует помыть.

В лаборатории запрещается принимать пищу.

МОДУЛЬ 1(3)

ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

ЛАБОРАТОРНОЕ ЗАНЯТИЕ 1

ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

Цель занятия: приобрести навыки работы с точной мерной аналитической посудой: мерными колбами, лабораторными макробюретками, мерными пипетками.

В титриметрическом анализе **содержание аналита** определяют путем **точного измерения объемов растворов аналита и титранта**, вступивших в реакцию. Для расчета содержания аналита необходимо знать **точную концентрацию раствора титранта**. Соответственно используемая мерная посуда должна быть точной.

Лабораторная работа. Техника работы с аналитической мерной посудой

Начинающим работать в лаборатории предлагается для приобретения навыков использовать вначале вместо растворов реагентов дистиллированную воду.

Задание 1. Заполнение мерной колбы и перемешивание.

Теоретическое введение.

Мерные колбы. Мерные колбы служат *для приготовления стандартных растворов и для разбавления анализируемых растворов до определенного объема.* Это плоскодонные колбы с длинным узким горлом, на котором нанесена круговая метка.

Для точных работ мерные колбы имеют пришлифованные стеклянные пробки. или пробки из полиэтилена или полипропилена. Часто применяют более дешевые мерные колбы без специальных пробок. В таких случаях используют резиновые пробки. Резиновые пробки можно применять почти во всех случаях приготовления растворов. Однако *ими нельзя пользоваться, когда раствор может оказывать химическое действие на резину (раствор иода и др.).* В таких случаях резиновую пробку можно обернуть полиэтиленовой или тефлоновой пленкой.

Различают узкогорлые и широкогорлые мерные колбы. Диаметр горла последних приблизительно в полтора раза больше по сравнению с узкогорлыми.

На горле колбы имеется круговая метка, а на самой колбе вытравлено число, указывающее ее емкость в см³ (миллилитрах) при определенной температуре, обычно при 20°C. Приведенная емкость означает, что *при данной температуре объем жидкости, налитой в колбу до метки, точно соответствует указанному.*

Объем вылитой из колбы жидкости будет несколько меньше помеченного, так как часть ее останется на стенках. Поэтому **мерные колбы с одной меткой не пригодны для отмеривания точного объема жидкости с целью последующего ее переливания в другую посуду.** Существуют мерные колбы, предназначенные для выливания. Они имеют две метки

Емкость, указанная на колбе, соответствует объему жидкости (при температуре калибрования), если колба наполнена так, что **нижняя часть мениска жидкости касается метки (совпадает с меткой).**

Мерную колбу можно держать только за горлышко большим и средним пальцами руки, одновременно прижимая пробку указательным пальцем. **Недопустимо при приготовлении раствора держать мерную колбу за шар,** так как это вызывает нагревание колбы с жидкостью и изменение объема жидкости. **Мерные колбы, как и другую мерную посуду нельзя нагревать.**

Ход работы

Запишите емкость мерной колбы (4 значащих цифры) $V_k = \text{_____} \text{ см}^3$

1. **Научитесь заполнять мерную колбу жидкостью точно до метки.** Обычно в лаборатории имеется емкость (бутыль) с дистиллированной водой снабженная шлангом (пластиковой или резиновой трубкой) для выливания. Возможны два варианта. Можно приливать воду прямо из бутылки, вставив конец шланга в отверстие колбы. Но при таком способе можно случайно перелить воду выше метки, что не допустимо при приготовлении растворов. Поэтому так можно добавить основной объем воды, чтобы ее уровень остался ниже метки, т. е. немного недоливать (на 0,5–1 см ниже метки). Затем немного воды наливают в стаканчик и добавляют из него капельной пипеткой по каплям в колбу до точного совпадения вогнутого нижнего мениска жидкости с меткой (см. рис. 1). При этом глаза наблюдателя и метка должны находиться на одном уровне (метка сливается в прямую линию). Эта процедура называется «**доведение до метки**». При этом колбу удобно приподнимать. Удобнее выполнять «доведение до метки» сидя.

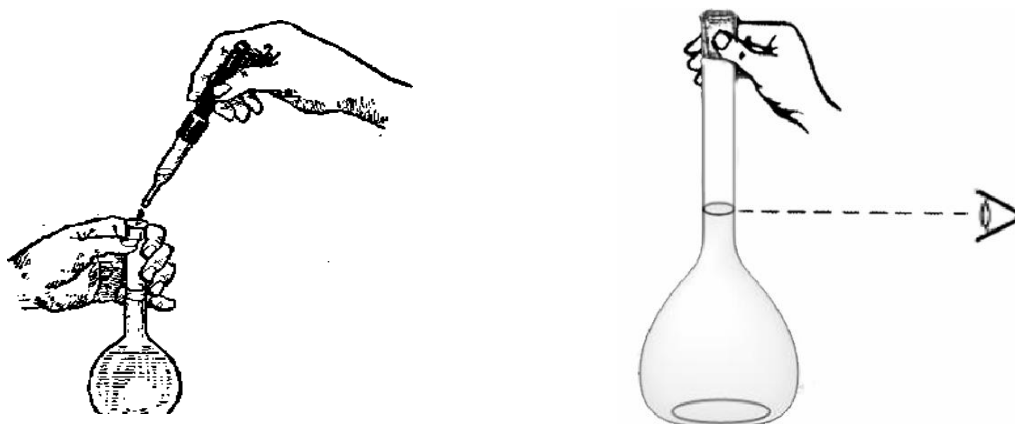


Рис. 1 - Доведение объема жидкости в мерной колбе до метки

По второму варианту сразу наливаем воду из бутылки в стаканчик, а затем из стаканчика в колбу, используя пипетку, или вначале воронку, а в конце пипетку.

Если на внутренней стороне горлышка колбы остались капли воды выше метки, их удаляют, прикасаясь к ним полоской фильтровальной бумаги.

Покажите результат «доведения до метки» преподавателю.

После проверки преподавателем, плотно закройте колбу пробкой (слегка поворачивая пробку).

2. Потренируйтесь в выполнении процедуры **«перемешивания раствора»**. Перемешивание происходит за счет движения пузырьков воздуха. Придерживая пробку пальцем, поверните колбу в горизонтальное положение, несколько раз встряхните и верните ее в вертикальное положение (или переворачивают колбу вверх-вниз). Повторите эту процедуру 4-5 раз.

Воду вылейте в стакан и используйте для выполнения следующего задания.

Задание 2. Отмеривание растворов пипетками Мора – «отбор аликвоты».

Теоретическое введение. Пипетки бывают двух типов: *градуированные (измерительные)* и *мерные*. В титриметрии как правило применяются мерные пипетки (*пипетки Мора*). Они позволяют наиболее точно отмерить определенный объем раствора (*аликвоту*) и перенести его в другой сосуд.

Мерные пипетки представляют собой узкие трубки с расширением в середине. В верхней узкой части находится круговая метка. В отличие от мерных колб, пипетки **калиброваны на выливание**: если заполнить пипетку до метки и вылить жидкость, ее объем будет соответствовать вместимости, указанной на пипетке. При этом нужно соблюдать правила обращения с пипеткой.

Перед использованием пипетку тщательно моют моющими смесями, заполняя ими пипетку с помощью специального приспособления или шприца, затем ее многократно ополаскивают сначала водопроводной, а затем дистиллированной водой. В чистой пипетке вода смачивает внутренние стенки ровным слоем, не оставляя капель.

При использовании мерных пипеток нужно придерживаться следующих правил:

1. Нельзя касаться руками нижней части пипетки, чтобы ее не загрязнить.

2. Перед отмериванием внутреннюю поверхность пипетки обычно ополаскивают 2–3 раза раствором, который будет отмериваться. Для этого часть раствора отливают в сухой чистый стакан, используют его исключительно для ополаскивания пипетки, а затем выливают.

3. Пипетка при отборе жидкости должна находиться в вертикальном положении. Закрывают пипетку как правило указательным пальцем (см. рис. 2).

4. При «установке мениска» глаз наблюдателя должен быть расположен в одной плоскости с меткой (метки на передней и задней стенках должны при этом сливаться в одну) подобно как при «доведении до метки» мерной колбы (см. рис. 2).

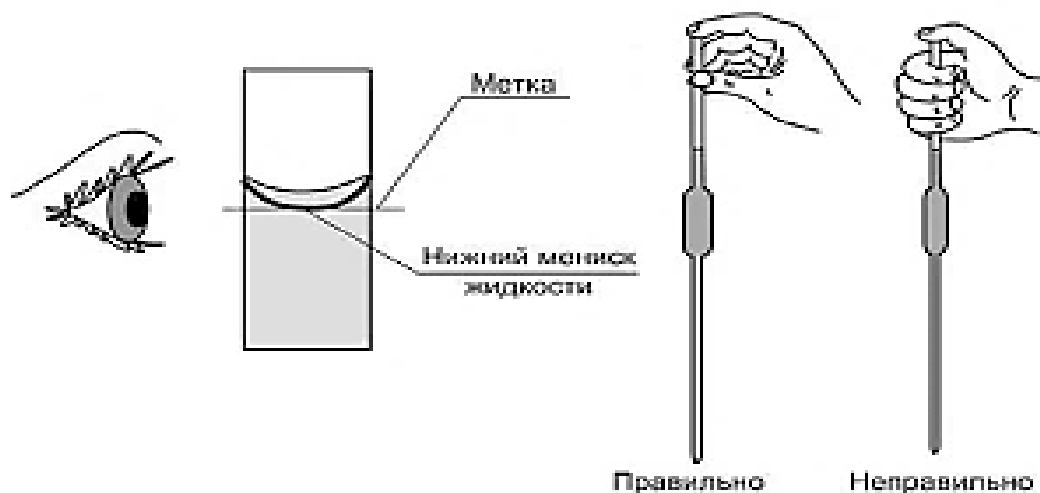


Рис 2. – Использование пипетки Мора

Ход работы

В работе используют воду, оставшуюся после выполнения задания 1.

Берут пипетку большим и средним пальцами, вытирают ее влажную внешнюю часть кусочком фильтровальной бумаги. Погружают ее нижний конец глубоко в стаканчик с жидкостью (воду). Используя грушу, засасывают раствор в пипетку так, чтобы уровень жидкости в ней оказался выше метки на 2-3 см (осторожно, не допускайте засасывания раствора в грушу!). После этого быстро удаляют грушу и зажимают верхнее отверстие пипетки указательным пальцем (см. рис. 3а,б).

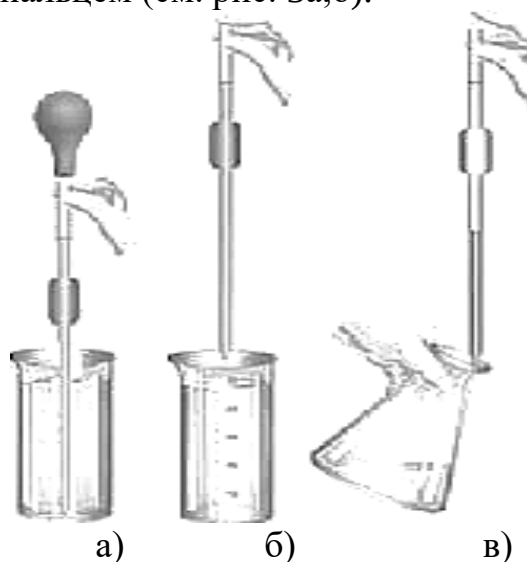


Рис 3. – Стадии отбора аликвоты пипеткой Мора

Затем, держа пипетку так, чтобы метка находилась на уровне глаз (см. рис. 2), слегка ослабляют нажим пальца, чтобы лишняя жидкость стекла назад в стакан и в результате нижний мениск жидкости совпал с меткой пипетки «установка мениска» (см. рис. 3б). Вновь плотно закрывают отверстие пальцем. Переносят пипетку внутрь конической колбы, опуская почти до дна и немного наклоняя, чтобы кончик пипетки коснулся нижней части стенки колбы (см. рис. 4). Отнимают от отверстия палец и дают жидкости вытекать по стенке. Такой прием используется, чтобы раствор стекал на дно, но не разбрызгивался (*брызги могут остаться на стенках колбы и при последующем титровании эта часть вещества не вступит в реакцию с реагентом*).

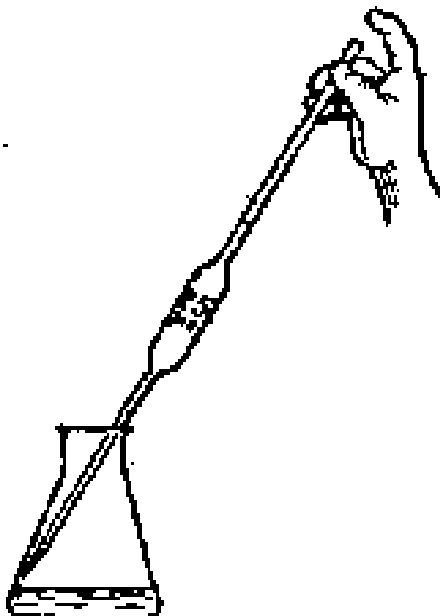


Рис 4. – Выливание раствора из пипетки в коническую колбу

Когда вся жидкость вытечет, приводят пипетку в вертикальное положение (см. рис. 3в), а колбу наклоняют, так чтобы отверстие пипетки коснулось стенки колбы, и ждут (15–20 с), пока вытекут еще 1-2 капли. Затем вынимают пипетку из колбы (*не обращают внимания на небольшое количество раствора, оставшегося в носике, которое учтено при ее калибровке*). Запишите объем отмеренной аликвоты (4 значащих цифры)

$$V_a = \text{_____} \text{ см}^3$$

Задание 3. Определение объема капли бюретки.

Бюретки. Бюретки позволяют отмерять нужные объемы жидкости, и калиброваны **на выливание**. Нулевое деление находится в верхней части бюретки. Обычные лабораторные макробюретки (25,00; 50,00 см³) представляют собой градуированные цилиндрические трубки с суженным концом, который снабжен специальным краном (см. рис. 5).

В другом типе бюреток, без крана, стеклянный носик соединен с бюреткой пластиковой или резиновой трубкой (в гибкую трубку вставлен стеклянный шарик; если нажимать на край трубки в том месте, где помещен шарик, то между трубкой и шариком образуется канал, по которому жидкость вытекает из бюретки) -см. рис 6.

Для кранов бюретки используют специальную смазку. При ее отсутствии для обычных работ кран можно смазать тонким слоем вазелина. Вынув кран, слегка смазывают его шлиф (не допуская падания смазки в отверстие), вставляют и, поворачивая взад и вперед, добиваются равномерного распределения смазки. **При дальнейшем использовании крана, поворачивая его, не допускайте его небольшого вытаскивания вбок, что приведет к подтеканию раствора.**

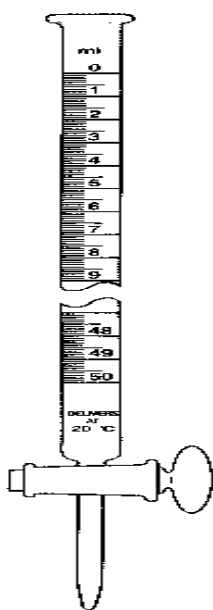


Рис 5. – Макробюретка с краном



Рис 6. – Макробюретка без крана

После работы бюретку следует вымыть водой и оставить ее в штативе, открыв кран и перевернув открытым концом вниз для лучшего высыхания.

Цифры на бюретке соответствуют объему в см^3 . Расстояние между двумя мелкими делениями соответствует объему $0,1 \text{ см}^3$. На глаз можно определить приблизительно лишь половину или четверть расстояния между мелкими делениями бюретки. Поэтому абсолютная ошибка отмеривания объемов с помощью макробюреток составляет $\pm 0,04 \text{ см}^3$.

Нередко необходимо знать объем капли для данной бюретки, чтобы можно было вводить «**поправку результатов титрования**».

Пример. В конце отмеривания мениск остановился между делениями бюретки 18,7 и 18,8, а объем капли у этой бюретки равен $0,02 \text{ см}^3$.

Для того чтобы получить более точный отсчет, жидкость лучше слить до следующего деления, т. е. до 18,8, считая капли, и затем вычесть из это-

го показания число, получающееся при умножении числа капель на объем капли. Пусть в рассматриваемом случае до 18,8 пришлось слить 4 капли. Тогда исправленный объем вылитого раствора вычисляют так:

$$18,8 - (4 \cdot 0,02) = 18,8 - 0,08 = 18,72 \text{ см}^3.$$

Ход работы

В работе используют воду, оставшуюся после выполнения заданий 1,2.

1. Подготовка бюретки. Перед работой чистую бюретку закрепляют **строго вертикально** в штативе отверстием вверх.

Проверьте, как вращается кран бюретки. Если кран сухой и туго вращается, смажьте его тонким слоем смазки. *Рекомендуется обратиться за помощью к преподавателю.*

Под бюреткой поставьте дополнительный стаканчик. Используя воронку, заполните бюретку сверху водой до уровня, превышающего нулевую отметку на 2–3 см. Воронку при этом слегка приподнимают второй рукой. Нужно заполнить всю бюретку целиком до нижнего кончика. Для этого открывают кран и спускают жидкость в стаканчик. *В бюретке не должно быть пузырьков воздуха, особенно часто они возникают внизу в носике крана.* Для удаления пузырька воздуха из бюреток с краном обычно дают вытечь части раствора **сильной струей**. Для бюреток с гибкой трубкой вместо крана, отгибают эту трубку кверху и нажав на край трубки выпускают некоторую часть жидкости в стакан (*рекомендуется обратиться за помощью к преподавателю*).

После этого вновь долейте воду в бюретку выше нулевой метки и **установите исходный нулевой уровень раствора**. Воронку обязательно снимают. Приоткройте кран так чтобы жидкость вытекала по каплям. *Для удобства наблюдения для установления мениска и при отсчетах объемов жидкости, израсходованных на титрование, удобно держать сзади бюретки лист белой бумаги.* Глядя на нулевую отметку на бюретке (*для удобства наблюдения бюретку можно смещать вертикально в лапке штатива*), выпускают жидкость до тех пор, пока край ее нижнего мениска не коснется нулевой метки. Кран закрывают.

2. Выполнение определения. Приоткройте кран так чтобы жидкость вытекала по каплям. Выпустите из бюретки 100 капель (вода должна капать равномерно со скоростью 2–3 капли/с). Примерно через 30 с после выливания воды сделайте отсчет объема вылитой воды (см. рис 7) - запишите объем с точностью до 0,01 см³. *Например $V_1(100 \text{ к}) = 4,10 \text{ см}^3$.*



Рис. 7 – Снятие отсчета со шкалы бюретки

$$V_1(100 \text{ к}) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ см}^3.$$

Процедуру повторите еще 2 раза. *Расхождение между итоговыми измерениями в идеале не должно превышать $0,01 \text{ см}^3$* Такие результаты называют *сходящиеся*. $V_2(100 \text{ к}) = \underline{\hspace{2cm}}$; $V_3(100 \text{ к}) = \underline{\hspace{2cm}}$

Вычислите среднее из трех, или двух сходящихся результатов измерений (если один результат отличается от других более, чем на $0,01 \text{ см}^3$ его не включают в сумму для расчета среднего результата):

$$V(100 \text{ к}) = \underline{\hspace{2cm}}$$

Полученный объем разделите на 100 (*округлите до сотых*) – это объем 1 капли бюретки:

$$V(1 \text{ к}) = \underline{\hspace{2cm}}$$

Зачтено

ЛАБОРАТОРНЫЕ ЗАНЯТИЯ 2–3

ПРИГОТОВЛЕНИЕ СТАНДАРТНЫХ РАСТВОРОВ ДЛЯ КИСЛОТНО-ОСНОВНОГО ТИТРОВАНИЯ

Цель занятий: приобрести навыки приготовления стандартных растворов для титриметрического анализа.

Теоретическое введение.

Для расчета содержания аналита необходимо знать **точную концентрацию раствора титранта** – рабочий раствор титранта должен быть **стандартным (титрованным)**.

Метод кислотно-основного титрования основан на **кислотно-основных (протолитических) реакциях**. В ацидиметрии в качестве титрантов используют сильные кислоты (хлороводородную или серную), в алкалиметрии щелочи (гидроксиды натрия или калия). Из концентрированных растворов кислот рабочие растворы готовят как **вторичные стандартные**. Сначала готовят раствор с концентрацией близкой к требуемой, но с недостаточной точностью (одна значащая цифра), затем его **стандартизируют** – устанавливают точную концентрацию (обычно с четырьмя значащими цифрами). Для этого проводят титрование, используя дополнительно приготовленные стандартные растворы **первичных стандартных веществ**. Для стандартизации раствора хлороводородной кислоты можно использовать раствор слабого основания, например декагидрата тетрабората натрия (буры) – $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$.

Уравнение реакции титрования: $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 + 2\text{HCl} + 5\text{H}_2\text{O} = 2\text{NaCl} + 4\text{B}(\text{OH})_3$.

Соответственно уравнению, фактор эквивалентности тетрабората натрия в этой реакции 1/2.

Титрант должен быть сильным электролитом, поэтому надо титровать раствор буры раствором хлороводородной кислоты. рН в точке эквивалентности определяется образующейся слабой борной кислотой.

рН раствора борной кислоты обычно находится в пределах от 3.8 до 4.8. Для определения ТКТ можно использовать индикатор **метиловый оранжевый (или метиловый красный)**. **Переход окраски индикатора метиловый-оранжевый от жёлтой к красной (при низкой концентрации индикатора - розовая окраска)** наблюдается в области рН 4,4–3,1, т.е. ниже 3,1 – красная окраска, выше 4,4 – желтая. (в кислой среде красный, в щелочной - жёлтый). Титрование рекомендуется заканчивать при достижении **оранжево-красной окраски** (рН = рТ=4,0 -показатель титрования).

Техника безопасности. Соблюдайте осторожность при работе с концентрированной хлороводородной кислотой. При ее отмеривании включаем тягу. В случае попадания концентрированной кислоты на кожу нейтрализуйте ее раствором соды и смойте большим количеством воды. Будьте аккуратны при работе со стеклянной посудой и электроплиткой.

Лабораторная работа. Приготовление и стандартизация 0,1 м раствора хлороводородной кислоты

Ход работы (методика).

1. Приготовление рабочего раствора хлороводородной кислоты

Работа выполняется подгруппой (половиной) студентов.

Расчет: Раствор HCl готовят из концентрированной кислоты.

1) **Рассчитайте** (с точностью 2 значащих цифры) **массу хлороводорода, которую надо взять для приготовления 1000 0,1 М HCl.**

Запишите формулу расчёта: $m(\text{HCl}) = \underline{\hspace{5cm}}$

$M(\text{HCl}) = 36,5 \text{ г/моль}$. *Пример расчёта:* для приготовления 250 см^3 ($0,25 \text{ дм}^3$) 0,1 М HCl надо $m(\text{HCl}) = 36,5 \cdot 0,1 \cdot 0,25 = 0,91 \text{ г}$.

Расчет: $m(\text{HCl}) = \underline{\hspace{5cm}} = \underline{\hspace{5cm}} \text{ г HCl}$.

2) **Плотность концентрированного раствора HCl измерьте ареометром(под тягой).**

Ареометр (денсиметр) - закрытый цилиндрический стеклянный «поплавок» с нанесенной шкалой плотности. По глубине его погружения определяют плотность жидкости (см. рис. 8).

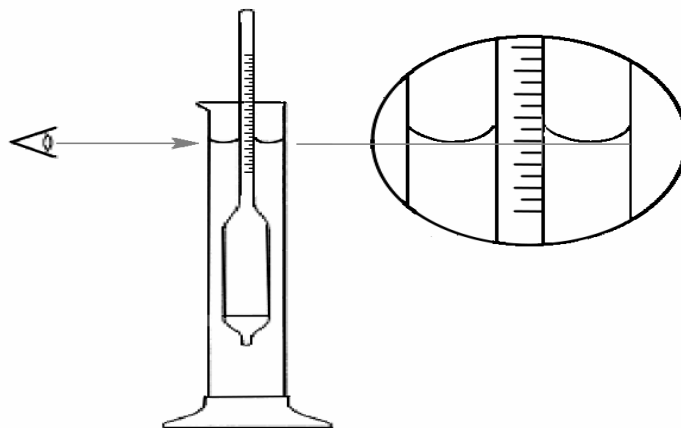


Рис. 8. - Измерение плотности раствора ареометром

Исследуемую жидкость наливают в цилиндр и в нее погружают ареометр. При этом жидкость должна выливаться из цилиндра, а ареометр не должен касаться дна и стенок цилиндра.

Отсчет показаний ареометра проводят сверху вниз с точностью до половины цены деления по верхнему делению шкалы, выступающему на уровне поверхности жидкости.

В высокий стеклянный цилиндр наливаем примерно 50 см^3 концентрированного раствора кислоты и осторожно опускаем в кислоту ареометр (ρ 1,12-1,18). Запишите плотность раствора $\rho = \underline{\hspace{5cm}} \text{ г/см}^3$.

Перелейте кислоту из мерного цилиндра назад в склянку. Цилиндр, обмойте раствором соды. Затем обмойте раствором соды ареометр (в стакане), затем водой

По таблице ρ - ω для HCl (в интернете) найдите массовую долю HCl в используемом концентрированном растворе HCl.

Пример: допустим, $\rho = 1,18 \text{ г/см}^3$, тогда $\omega(\text{HCl}) = 36\% = 0,36$.

Из таблицы: $\omega =$ _____ HCl.

3) Рассчитайте, какую массу конц. раствора HCl необходимо взять для приготовления 0,1М раствора. Пример: $m(\text{HCl}) = 0,91 \text{ г} / 0,36 = 2,53 \text{ г}$.

Запишите формулу расчёта: $m(\text{HCl}_к) =$ _____

Расчет: $m(\text{HCl}_к) =$ _____ = _____ г.

4) Взвешивать летучую концентрированную HCl неудобно. Пересчитайте массу на объем этого раствора. Пример: $V = 2,53 / 1,18 = 2,14 \text{ см}^3$.

Запишите формулу расчёта: $V =$ _____

Расчет: $V =$ _____ = _____ см^3

Методика приготовления раствора. В мерный стакан соответствующего объема налейте примерно $\frac{1}{2}$ дистиллированной воды.

Перенесите стакан под тягу и включите вытяжку. **Осторожно** отмерьте мерной пробиркой или цилиндром (можно использовать воронку) рассчитанный объем концентрированного раствора кислоты, перенесите (перелейте) его в стакан и разбавьте водой до необходимой метки. Разлейте приготовленный раствор по склянкам с этикетками, закройте пробкой, перемешайте. Подпишите этикетки.

Посуду, на которой осталась концентрированная кислота поместите в кристаллизатор и обмойте раствором соды, затем помойте как обычно.

Приготовленные растворы используются в третьей части работы.

2. Приготовление 0,1 М стандартного раствора тетрабората натрия.

Работа выполняется второй подгруппой студентов. Объем раствора указывается преподавателем: $V =$ _____ $\text{см}^3 =$ _____ дм^3 .

Молярная масса эквивалента декагидрата тетрабората натрия (буры) $M(1/2\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = 191 \text{ г/моль}$.

Пример расчета. Для приготовления 200 см^3 0,1 М $(1/2\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O})$ раствора буры требуется $191 \cdot 0,1 \cdot 0,2 = 3,8 \text{ г}$ буры.

Запишите формулу расчёта: $m(\text{буры}) =$ _____

Расчет: $m(\text{буры}) =$ _____ = _____ г.

Методика приготовления раствора. В холодной воде бура малорастворима, поэтому заранее в стакане на плитке подогревается дистиллированная вода (необходимый объем) примерно до 40-50 °С.

Вначале на обычных весах отвешивают (в бюксе или на часовом стекле) рассчитанную навеску буры с точностью 0,1 г: $m =$ _____ г буры. Затем

взвешивают бюкс с навеской на аналитических весах с точностью 0,0002 г: $m_1 =$ _____ г. Навеску переносят (*пересыпают*) через воронку в мерную колбу.

Взвешивают пустой бюкс на аналитических весах: $m_2 =$ _____ г.

Точная навеска буры $m = m_1 - m_2 =$ _____ - _____ = _____ г.

Вначале в мерную колбу приливают примерно 2/3 горячей воды, смывая одновременно остатки вещества с воронки в колбу. Убрав воронку, перемешиванием добиваются полного растворения. Колбу охлаждают (водой под краном до комнатной температуры). Затем доливают дистиллированную воду комнатной температуры, «доводят объем раствора до метки» (рис.1), закрывают и перемешивают переворачиванием. *Если воды будет прилито больше, чем следует, то отливать ее нельзя, приготовление раствора придется повторить!*

Расчет: Титр полученного первичного стандартного раствора буры вычислите делением навески на объем раствора. Затем вычислите молярную концентрацию, умножив Т на 1000 и разделив на М эквивалента буры. Величины концентрации стандартного раствора должны иметь **четыре значащих цифры**. Пример расчета. Если навеска составляла 1,8764 г, а объем 100,0 см³, то $T = 1,8764 \text{ г} / 100,0 \text{ см}^3 = 0,01876 \text{ г/см}^3$. Тогда молярная концентрация $C(1/2\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = 0,01876 \cdot 1000 / 190,7 = 0,09837 \text{ моль/дм}^3$.

Запишите формулы расчёта: $T(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) =$ _____
 $C(1/2\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) =$ _____

Результат:

$T(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) =$ _____ = _____ г/см³.

$C(1/2\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) =$ _____ = _____ моль/дм³.

Приготовленный раствор используется в третьей части работы всеми студентами. Разлейте раствор по склянкам, подпишите этикетки.

3. Стандартизация раствора хлороводородной кислоты по декагидрату тетрабората натрия.

Уравнение реакции титрования (в ионном виде):

Титрант – _____.

Используется приготовленный согласно Ч.1 0,1М раствор HCl.

Ход работы.

1. Заполнение бюретки раствором титранта. Проверьте, как вращается кран бюретки. При необходимости смажьте кран. Заполните бюретку раствором HCl. Если кислота налита в большую склянку, для удобства отливаем раствор из нее в стаканчик. Если бюретка внутри влажная, дважды промойте ее небольшими (примерно 5 см³) порциями приготовленного раствора кислоты, сливая кислоту во второй стаканчик (раствор из

второго стакана не используем, сливаем в раковину). После ополаскивания бюретки заполните ее полностью раствором кислоты и доведите уровень раствора до нулевой метки. В нижней части бюретки не должно быть пузырьков воздуха.

Для точного определения точки конца титрования в конической колбе приготовьте «свидетель» для сравнения окраски: отмерьте в нее мерным цилиндром примерно 20 см^3 дистиллированной воды, прибавьте 1 каплю раствора метилового оранжевого и каплю раствора HCl . При этом раствор приобретет слабое, но заметное красно-оранжевое окрашивание. Поставьте «свидетель» рядом с установкой для титрования.

2. Отбор пипеткой аликвоты для титрования. Поставьте перед собой коническую колбу, в которую будете отмеривать аликвоту. Из склянки с раствором буры отливают необходимый объем (примерно 40 см^3) раствора в стакан. Отбирают пипеткой аликвоту $10,00\text{ см}^3$ раствора буры и переносят в коническую колбу для титрования (см. рис. 2,3).

3. Методика титрования. К аликвоте раствора буры добавьте 1 каплю метилового оранжевого. Поместите колбу под бюреткой, откройте кран, так чтобы раствор вытекал в колбу со скоростью 2-3 капли/с. (Рис. 9).

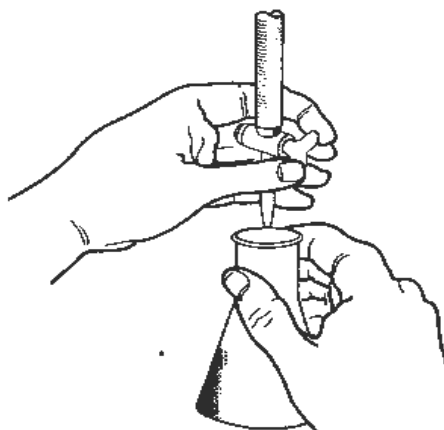


Рис. 9. – Проведение титрования

Возьмите колбу за горлышко, приподымите ее так, чтобы раствор падал на дно колбы, а не на стенки. Раствор в колбе перемешивайте вращательным движением кисти. Пальцы второй руки должны касаться крана бюретки, чтобы быстро его закрыть в ТКТ – когда желтая окраска раствора изменится на красно-оранжевую. *Первое титрование может быть ориентировочным – менее точным. Но затем, уже зная результат первого титрования, добивайтесь того, чтобы окраска переходила в красно-оранжевую от одной избыточной капли раствора титранта.*

Повторите титрование с новыми аликвотами раствора буры до получения 2-3-х **сходящихся результатов**, т.е. пока отсчеты объема будут отличаться друг от друга не более чем на $0,1\text{ см}^3$. Все результаты титрования (объемы раствора титранта) записывайте.

Результаты титрования: $V_1(\text{HCl}) = \quad \text{см}^3$ $V_2(\text{HCl}) = \quad \text{см}^3$

$V_3(\text{HCl}) = \quad \text{см}^3$.

Если не получится 2 сходящихся результата, то повторите титрование еще раз $V_4(\text{HCl}) = \quad \text{см}^3$. Отметьте сходящиеся результаты.

Из сходящихся результатов вычислите **результат титрования** как среднее арифметическое:

$V_{\text{HCl}} = \quad \text{см}^3$.

Расчет результата определения. Выведите формулы расчета и вычислите молярную концентрацию и титр приготовленного стандартного раствора HCl.

Пример расчета. Допустим, что на аликвоты $10,00 \text{ см}^3$ $0,09837 \text{ M}$ раствора буры при четырех титрованиях было израсходовано: $9,90$, $9,70$; $9,70$ и $9,60 \text{ см}^3$ хлороводородной кислоты. Сходящиеся результаты $2,3$ 4 . Отбрасываем несходящийся результат $9,90$ (перетитровано).

Результат титрования $V(\text{HCl}) = (9,70 + 9,70 + 9,60)/3 = 9,67 \text{ см}^3$.

Расчет: по закону эквивалентов $C_1V_1 = C_2V_2$:

$C(\text{HCl}) = 0,09837 \cdot 10,00 / 9,67 = 0,102 \text{ моль/дм}^3$

По молярности вычисляем титр раствора:

Например, $T(\text{HCl}) = 0,102 \cdot 36,46 / 1000 = 0,00372 \text{ г/см}^3$.

Результат определения:

$C(\text{HCl}) = \frac{\quad}{\text{формула расчета}} = \frac{\quad}{\text{расчет}} = \quad \text{моль/дм}^3$

$T(\text{HCl}) = \frac{\quad}{\text{формула расчета}} = \frac{\quad}{\text{расчет}} = \quad \text{г/см}^3$.

Зачтено _____

ЛАБОРАТОРНЫЕ ЗАНЯТИЯ 4–5

КИСЛОТНО-ОСНОВНОЕ ТИТРОВАНИЕ

Цель занятий: приобрести навыки проведения определений методом кислотно-основного титрования.

Лабораторная работа 1. Определение карбонатной жесткости воды (*щелочности по метиловому оранжевому*)

Теоретическое введение.

Жесткостью воды называется совокупность ее свойств, обусловленных содержанием в ней ионов кальция и магния. «Карбонатная жесткость» обусловлена растворенными в воде гидрокарбонатами кальция и магния. Присутствие карбонат-ионов в концентрациях, определяемых аналитически, возможно лишь в водах, рН которых более, чем 8,0–8,2. Карбонаты и гидрокарбонаты представляют собой компоненты, определяющие природную «щелочность воды». Их содержание в воде обусловлено процессами растворения атмосферной CO_2 , взаимодействия воды с находящимися в прилегающих грунтах известняками и, конечно, протекающими в воде жизненными процессами дыхания всех водных организмов.

Карбонатная жесткость почти полностью устраняется кипячением. При кипячении гидрокарбонат-ионы разлагаются до карбонат-ионов, которые образуют с ионами кальция и магния малорастворимые соли, выпадающие в осадок. Поэтому карбонатную жесткость называют также **временной**. В действительности катионы и других некоторых металлов, в частности, железа и марганца также могут присутствовать в воде и соответственно теоретически могут образовывать осадок при кипячении. Однако, чаще они оказывают на свойства воды, называемые «жесткостью» небольшое влияние - на практике их содержание обычно количественно не учитывают.

В экологических целях, а также в практике хозяйственной водоподготовки карбонатную жесткость вод называют **щелочность по метиловому оранжевому** или **карбонатная щелочность** (ГОСТ 31957-2012). Суммарное содержание карбонат- и гидроксид-ионов – называют **щелочность по фенолфталеину**. Сумма этих двух показателей - **общая щелочность**. При отсутствии в воде карбонат- и гидроксид-ионов карбонатная жесткость = общей щелочности.

Жесткость в единицах системы СИ выражают количеством **ммоль эквивалентов** растворимых солей кальция и магния, содержащихся в 1дм^3 воды - **ммоль/дм³**, (или в **моль/м³**). Поскольку количество этих солей маленькое, для удобства выражения (меньше незначащих нулей) размер-

ность количества, моль, переводят в ммоль. Для этого результат умножают на 1000 (1 моль = 1000 ммоль).

Карбонатную жесткость определяют **методом кислотно-основного титрования** - титрованием определенного объема воды стандартным раствором хлороводородной кислоты с индикатором метиловым оранжевым.

Химизм процесса титрования выражается ионным уравнением:

Т.о. титруются гидрокарбонат-ионы, но их количество эквивалентно количеству эквивалентов ионов кальция и магния, содержащихся в воде. Соответственно результаты титрования характеризуют одновременно как содержание в воде гидрокарбонат-ионов (щелочность по метиловому оранжевому), так и эквивалентное содержание гидрокарбонатов кальция и магния (карбонатная жесткость). Переход окраски индикатора метиловый-оранжевый в водных растворах от желтой к розовой наблюдается в области рН 4,4-3,1. Титрование рекомендуется заканчивать при достижении **оранжево-красной** окраски (рТ=4,0). Объясните выбор индикатора для данной работы

Ход определения (методика определения)

Запишите: объект анализа - _____

Концентрация титранта $C(\text{HCl}) =$ _____ М

Бюретку к работе готовят и заполняют раствором титранта как обычно.

Проба воды должна характеризовать действительный ее состав, поэтому для отбора пробы воды из водопровода воду, вначале спускают в раковину, чтобы ее состав был идентичен составу воды в водопроводе (до 15 мин в зависимости от того, как давно ее спускали перед этим). Затем, наберите пробу воды на группу в 2 фарфоровых стакана (кружки) объемом по 1 дм³ (когда стакан наполнится, воду некоторое время переливают через край). Это «**лабораторная проба**». Для удобства потом можно отливать себе из этого большого стакана часть воды в стеклянный стакан меньшей емкости, из которого уже отмеривайте аликвоту – «**анализируемую пробу**». Аликвоты можно отбирать и из самой лабораторной пробы (в этом случае осторожно опускайте пипетку на дно фарфорового стакана, чтобы не отбить ее носик!).

Удобно выполнять титрование со «свидетелем»: поставьте рядом со штативом колбу, содержащую красно-оранжевый раствор (100 см³ дистиллированной воды + 2-3 капли раствора метилового оранжевого + раствор кислоты по каплям до красно-оранжевой окраски).

Сделайте отсчет по шкале бюретки и запишите результат $V_{1\text{ (HCl)}}$ с точностью $\pm 0,05\text{ см}^3$. Повторите титрование сначала еще 2-3 раза и из 2-3-х сходящихся результатов $V_{i\text{ (HCl)}}$ вычислите среднее - V_{HCl} .

$V_1(\text{HCl}) = \text{см}^3$ $V_2(\text{HCl}) = \text{см}^3$ $V_3(\text{HCl}) = \text{см}^3$
 $V_{\text{HCl}} = \text{см}^3$ - результат титрования.

Формула расчета в ммоль на 1 дм³ воды (моль/м³):

Пример. Допустим, что на титрование 100 см^3 воды пошло в среднем $4,05 \text{ см}^3 0,1000 \text{ M}$ раствора хлороводородной кислоты, тогда:

$$J_{\text{карб}} = \underline{\hspace{10em}} = \underline{\hspace{10em}}$$

Лабораторная работа 2. Определение гидроксид – и карбонат-ионов (гидроксида и карбоната натрия) при совместном присутствии в растворе

Гидроксид натрия (и калия, как и другие щелочи) при хранении поглощает из воздуха оксид углерода (IV) и частично превращается в карбонат: $2\text{NaOH} + \text{CO}_2 = \text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{H}_2\text{O}$.

Поэтому, с целью контроля изменения состава раствора гидроксида натрия, отдельно определяют содержание NaOH и Na_2CO_3 . Кроме того с экологическими целями, а также в практике хозяйственной водоподготовки, по *ГОСТ 31957-2012* определяют суммарное содержание карбонат- и гидроксид-ионов - **щелочность по фенолфталеину**, а также **общую щелочность** природных и сточных вод. *Присутствие карбонат-ионов в концентрациях,*

определяемых аналитически, возможно лишь в водах, рН которых более 8,0–8,2. Присутствие свободных гидроксид-ионов в заметных количествах обычно возможно только в сточных или загрязненных водах, поэтому показатель щелочности используется в Беларуси, России чаще при исследовании сточных вод. В некоторых других странах (США, Канаде, Швеции и др.) щелочность определяется и при оценке качества природных вод.

Титрование кислотой раствора, содержащего карбонат- и гидроксид-ионы можно рассматривать как процесс, протекающей в две стадии:

1. **Титрование по фенолфталеину** - в реакции с кислотой участвуют ионы OH^- и CO_3^{2-} : $\text{OH}^- + \text{CO}_3^{2-} + 2\text{H}^+ = \text{HCO}_3^- + \text{H}_2\text{O}$

2. **Титрование по метиловому оранжевому** - в реакции с кислотой участвуют ионы HCO_3^- : $\text{HCO}_3^- + \text{H}^+ = \text{H}_2\text{O} + \text{CO}_2$

Первая стадия завершается, когда изменяет окраску фенолфталеин, а вторая – в области перехода окраски метилового оранжевого.

Используя эти два индикатора, удастся наблюдать две точки эквивалентности: в первой точке (рН 8,0–8,2) в присутствии фенолфталеина полностью завершается титрование гидроксид-ионов и карбонат-ионов, а во второй (рН 4,1–4,5) – гидрокарбонат-ионов.

По результатам титрования можно определить концентрации в анализируемом растворе основных ионных форм: гидроксид-, карбонат- и гидрокарбонат-ионов, а также величины свободной и общей щелочности воды. Следует иметь в виду, что, если титровать только по метилоранжу ($V_{\text{МО}}$), то происходит последовательное титрование и карбонатов, и гидрокарбонатов. По этой причине получаемый объем кислоты $V_{\text{МО}}$ содержит соответствующую долю, обусловленную присутствием в исходной пробе карбонатов, перешедших после реакции с катионом водорода в гидрокарбонаты, и не характеризует полностью концентрацию гидрокарбонатов в исходной пробе. Следовательно, при расчете концентраций основных ионных форм, обуславливающих потребление кислоты, необходимо учесть относительное потребление кислоты при титровании по фенолфталеину ($V_{\text{Ф}}$) и метилоранжу ($V_{\text{МО}}$).

Рассмотрим несколько возможных вариантов титрования, сопоставляя величины $V_{\text{Ф}}$ и $V_{\text{МО}}$.

1. $V_{\text{Ф}} = 0$. Карбонаты, а также гидроксид-ионы в исходной пробе отсутствуют, и потребление кислоты при титровании по метилоранжу может быть обусловлено только присутствием гидрокарбонатов.

2. $2V_{\text{Ф}} < V_{\text{МО}}$. В исходной пробе отсутствуют гидроксид-ионы, но присутствуют гидрокарбонаты и карбонаты (доля карбонатов эквивалентно оценивается как

$$V_{\text{К}} = 2V_{\text{Ф}}, \text{ а гидрокарбонатов – как } V_{\text{ГК}} = V_{\text{МО}} - 2V_{\text{Ф}}).$$

3. $2V_{\text{Ф}} = V_{\text{МО}}$. Гидрокарбонаты, а также гидроксид-ионы в пробе отсутствуют. Потребление кислоты обусловлено содержанием только карбонатов, которые при титровании количественно переходят в гидрокарбонаты. Именно этим объясняется удвоенное, по сравнению с $V_{\text{Ф}}$, потребление кислоты $V_{\text{МО}}$.

4. $V_{\text{Ф}} = V_{\text{МО}}$. В исходной пробе отсутствуют карбонаты и гидрокарбонаты, и потребление кислоты обусловлено только присутствием сильных щелочей, содержащих гидроксид-ионы.

5. $2V_{\text{Ф}} > V_{\text{МО}}$. В данном случае в исходной пробе гидрокарбонаты отсутствуют, но присутствуют карбонаты и гидроксид-ионы.

Результаты титрования по фенолфталеину и метилоранжу позволяют считать показатели щелочности воды, которые численно равны количеству эквивалентов кислоты, израсходованной на титрование пробы объемом 1 дм³. При этом потребление кислоты при титровании по фенолфталеину характеризует свободную щелочность, а по метилоранжу – общую щелочность, которые, как и жесткость воды), измеряются в ммоль/дм³.

Фенолфталеин - это кислотно-основный индикатор, который меняет цвет в зависимости от pH раствора. В кислой среде он бесцветный, а в щелочной – имеет окраску от слабо-розового до малинового (красно-фиолетового).

Методика определения.

Получите исследуемый раствор №__ (в мерной колбе). Отлейте часть раствора в стаканчик для удобства отмеривания аликвоты.

Отберите и перенесите мерной пипеткой аликвоту 10,00 см³ исследуемого раствора в коническую колбу. Прибавьте 4-5 капель фенолфталеина. В случае, если раствор окрасится в малиновый (розовый) цвет, титруйте его раствором HCl до обесцвечивания, которое должно произойти от одной избыточной капли кислоты. Сделайте «отсчет по бюретке», запишите $V_{\Phi 1}$. Затраченный объем раствора кислоты V_{Φ} эквивалентен количеству гидроксид-ионов и карбонат-ионов (если они присутствуют).

После этого прибавьте к титруемому раствору 1-2 капли метилового оранжевого. Если в растворе присутствуют гидрокарбонат-ионы, то он окрасится в желтый цвет. В этом случае, не доливая кислоту в бюретку, продолжите титровать раствор до перехода желтой окраски в красно-оранжевую. Запишите второй отсчет (от нуля) - V_{MO1} - расход раствора кислоты на титрование образовавшихся при титровании с фенолфталеином гидрокарбонат ионов.

Титрование с фенолфталеином и метиловым оранжевым повторите методом пипетирования 2-3 раза и из сходящихся результатов рассчитайте «результаты титрования» V_{Φ} и V_{MO} .

Результаты титрования

$V_{\Phi 1} =$	см ³	$V_{\Phi 2} =$	см ³	$V_{\Phi 3} =$	см ³
$V_{\Phi} =$	см ³				
$V_{MO1} =$	см ³	$V_{MO2} =$	см ³	$V_{MO3} =$	см ³
$V_{MO} =$	см ³				

Расчет результатов определения для раствора №__

В исходной смеси гидрокарбонат-ионы должны практически отсутствовать. (Из чего это следует? Ответ: _____)

Тогда, на титрование карбонат-ионов пошло ($V_{MO} - V_{\Phi}$) раствора титранта.

Соответственно, по закону эквивалентов **молярную концентрацию карбонат-ионов (и карбоната натрия)** рассчитывают по формуле:

$$C(\text{CO}_3^{2-}) = C(\text{HCl}) \cdot (V_{\text{MO}} - V_{\phi}) / 10,00$$

$$C(CO_3^{2-}) = \frac{[CO_3^{2-}]}{[CO_3^{2-}] + [HCO_3^-] + [H_2CO_3^*]} = \frac{10^{-5.6}}{10^{-5.6} + 10^{-6.3} + 10^{-6.35}} = 0.97$$

Соответственно формула расчета массовой концентрации карбоната натрия в г/дм³: $\rho * (\text{Na}_2\text{CO}_3) = C(\text{Na}_2\text{CO}_3) \cdot 106,0$

$$\rho^*(\text{Na}_2\text{CO}_3) = \underline{\hspace{2cm}} = \underline{\hspace{2cm}}$$

Для взаимодействия с гидроксид-ионами расходуется объём раствора титранта $V_{\text{Ф-}} (V_{\text{МО}} - V_{\text{Ф}}) = 2V_{\text{Ф}} - V_{\text{МО}}$. Соответственно, **молярную концентрацию гидросид-ионов (и NaOH)** рассчитывают по формуле:

$$C(OH^-) = C(HCl) \cdot (2V_{\Phi} - V_{MO}) / 10,00$$

$$C(OH^-) = \underline{\hspace{2cm}} = \underline{\hspace{2cm}}$$

Массовая концентрация NaOH: $\rho^*(\text{NaOH}) = C(\text{NaOH}) \cdot 40,00$

$$\rho^*(\text{NaOH}) = \underline{\hspace{2cm}} = \underline{\hspace{2cm}}$$

Зачтено _____

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 1

РАСЧЕТЫ В КИСЛОТНО-ОСНОВНОМ ТИТРОВАНИИ

Цель занятия: приобрести умение проводить расчеты при проведении определений методом кислотно-основного титрования.

Основные формулы для расчетов в титриметрии

1. $V = m / \rho$
2. Расчет массы вещества В по его концентрации:
 $m(B) = M(B) \cdot C(B) \cdot V$;
 $m(B) = m(\text{раствора}) \cdot \omega$
3. Закон эквивалентов для реагирующих веществ B_1 и B_2 :
 а) в общем виде

$$n(f_{\text{экв}_1} B_1) = n(f_{\text{экв}_2} B_2);$$

 б) для титриметрии $C_1 V_1 = C_2 V_2$
4. Расчет концентрации: а) молярной $C = n / V$;
 $C_2 = C_1 \cdot V_1 / V_2$;
 б) титра $T = C \cdot M / 1000$;
 в) для смеси гидроксида и карбоната

$$C(\text{CO}_3^{2-}) = C(\text{HCl}) \cdot (V_{\text{МО}} - V_{\text{Ф}}) / 10,00;$$

$$C(\text{OH}^-) = C(\text{HCl}) \cdot (2V_{\text{Ф}} - V_{\text{МО}}) / 10,00$$

 $\rho * (\text{Na}_2\text{CO}_3) = C(\text{Na}_2\text{CO}_3) \cdot 106,0$; $\rho * (\text{NaOH}) = C(\text{NaOH}) \cdot 40,00 \text{ (г/дм}^3\text{)}$
5. Расчет массы вещества в анализируемом объекте.
 - 5.1 Метод пипетирования
 - а) Способ прямого титрования (либо косвенного, либо титрования заместителя): $m(B) = C(T) V(T) 10^{-3} \cdot M_3(B) \cdot V_{\text{К}} / V_{\text{П}}$
 - б) Способ обратного титрования

$$m(B) = (C(T_1) V(T_1) - C(T_2) V(T_2)) 10^{-3} \cdot M_3(B) \cdot V_{\text{К}} / V_{\text{П}}$$
 - 5.2 Метод отдельных навесок
 - а) Способ прямого титрования (либо косвенного, либо титрования заместителя): $m(B) = C(T) V(T) 10^{-3} \cdot M_3(B)$
 - б) Способ обратного титрования

$$m(B) = (C(T_1) V(T_1) - C(T_2) V(T_2)) 10^{-3} \cdot M_3(B)$$
6. Расчет массовой доли вещества в анализируемом объекте:
 - 6.1 Метод пипетирования
 - а) Способ прямого титрования (косвенного, титрования заместителя)

$$\omega = \frac{C(f_{\text{экв},T} B_T) \cdot V_T \cdot 10^{-3} \cdot f_{\text{экв}} \cdot M(B)}{g} \cdot \frac{V_{\text{К}}}{V_{\text{П}}} \cdot 100$$

б) Способ обратного титрования

$$\omega = \frac{(C(f'_{\text{ЭКВ},T} B'_T) \cdot V'_T - C(f''_{\text{ЭКВ},T} B''_T) \cdot V''_T) \cdot 10^{-3} \cdot f_{\text{ЭКВ}} \cdot M(B)}{g} \cdot \frac{V_K}{V_{\Pi}} \cdot 100$$

6.2 Метод отдельных навесок

а) Способ прямого титрования (косвенного, титрования заместителя)

$$\omega = \frac{C(f_{\text{ЭКВ},T} B_T) \cdot V_T \cdot 10^{-3} \cdot f_{\text{ЭКВ}} \cdot M(B)}{g} \cdot 100$$

б) Способ обратного титрования

$$\omega = \frac{(C(f'_{\text{ЭКВ},T} B'_T) \cdot V'_T - C(f''_{\text{ЭКВ},T} B''_T) \cdot V''_T) \cdot 10^{-3} \cdot f_{\text{ЭКВ}} \cdot M(B)}{g} \cdot 100$$

В приведенных формулах 5-6 предполагается, что плотность раствора в пределах погрешности 1. Если плотность отличается от 1, то она добавляется в формулу.

Примеры выполнения типовых расчетов

1. Из навески $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ($M(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 63,04$) массой 0,5500 г приготовили 100,0 см³ раствора. На титрование аликвоты 10,00 см³ этого раствора с фенолфталеином (рТ 9,0) израсходовали 9,17 см³ раствора NaOH. Рассчитайте концентрацию раствора NaOH.

Решение. $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ – двухосновная кислота, реагирующая с NaOH в две ступени. Поскольку в качестве индикатора использовался фенолфталеин, титрование проводили до конца, по двум ступеням до рН 9. На это также указывает то, что приведена молярная масса эквивалента и фактор эквивалентности $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ равен 1/2. Молярную концентрацию $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ рассчитываем по формуле $C=n/V$, используя для расчета количества эквивалентов массу и молярную массу эквивалента $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$.

Поскольку указан объем аликвоты, использовали мерную пипетку – анализ проводили методом пипетирования. Указан один титрант, соответственно использовался способ прямого титрования. Для расчета можно использовать формулу 4а: $C_2 = C_1 \cdot V_1 / V_2$, где 1 - $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$, 2- NaOH. Поскольку все исходные данные даны с точностью 4 значащих цифры, конечный результат должен быть округлен до 4-х значащих цифр.

2. Навеску 0,1040 г соды растворили в воде, добавили 25,00 см³ 0,0950 М раствора HCl. На титрование избытка кислоты пошло 12,42 см³ 0,0500 М раствора NaOH. $M(\text{Na}_2\text{CO}_3)$ 105,99. Рассчитайте массовую долю (%) примесей в соде.

Решение. Здесь не указан объем исходного раствора, а только масса навески – использовался метод отдельных навесок. Способ титрования – обратное, поскольку указано, что титранта - 2 и избыток первого оттитрован вторым. Соответственно, массовую долю (%) Na_2CO_3 можно рассчитать по формуле 6.1б, где B'_T – HCl, B''_T – NaOH, B - Na_2CO_3 .

Поскольку Na_2CO_3 прореагировала с избытком HCl уравнение реакции: $\text{CO}_3^{2-} + 2 \text{H}^+ = \text{H}_2\text{O} + \text{CO}_2$. Из стехиометрии этого уравнения делаем вывод о величине $f_3 \text{Na}_2\text{CO}_3$. f_3 остальных веществ всегда 1.

Рассчитав массовую долю (%) Na_2CO_3 , рассчитываем массовую долю (%) примесей в соде, принимая соду за 100%.

3. Навеску смеси Na_2SO_4 и Na_2CO_3 массой 0,1032 г обработали 50,00 см³ 0,09496 М раствора HCl . Избыток кислоты оттитровали 24,90 см³ 0,1298 М раствора NaOH . Найдите массовую долю (%) Na_2CO_3 в смеси.

Решение. Из двух компонентов смеси с кислотой реагирует 1 - Na_2CO_3 .

Массовую долю (%) Na_2CO_3 можно рассчитать по формуле 6.1б, как и в предыдущем примере.

Задания для расчетов на занятии и самостоятельной работы.

1. Какой объём раствора HCl с массовой долей растворённого вещества 16,5% и плотностью 1,08 г/см³ необходимо взять для получения 500 см³ 0,1 М HCl ?

2. Навеску мрамора массой 0,2834 г растворили в 30,00 см³ 0,03933 М раствора HCl . На титрование избытка кислоты пошло 14,10 см³ 0,4400 М раствора NaOH . Найдите массовую долю (%) примесей в образце.

Ответ: 1,19%.

3. Навеску соли аммония массой 0,7200 г обработали избытком концентрированного раствора NaOH . Выделившийся аммиак поглотили 25,00 см³ 0,2040 М раствора HCl и избыток кислоты оттитровали 12,70 см³ 0,1030 М раствора NaOH . Найдите массовую долю (%) NH_3 в образце.

Ответ: 89,53%.

4. Из навески технического гидроксида натрия массой 3,1496 г, содержащего в качестве основной примеси карбонат натрия, приготовили 1,00 л раствора. На титрование 10,00 см³ полученного раствора в присутствии фенолфталеина (рТ 9,0) израсходовали 7,36 см³ 0,1000 М раствора HCl , а на титрование такого же объема раствора в присутствии метилового оранжевого (рТ 4,0) – 7,52 см³ HCl . Найдите массовые доли (%) NaOH и Na_2CO_3 в образце. Молярная масса (Na_2CO_3) 105,99; (NaOH) 40,00.

Ответ: 77,86%.

5. Из навески массой 4,1200 г гидроксида натрия, содержащего примесь карбоната натрия, приготовили 1,0 дм³ раствора. В аликвоте 25,00 см³ осадил карбонат-ион в виде BaCO_3 и на титрование с фенолфталеином (рТ 9,0) израсходовали 21,95 см³ 0,1030 М раствора HCl . Найдите массовую долю (%) NaOH в образце. $M(\text{NaOH})$ 40,00.

Ответ: 87,89% (NaOH).

6. Из навески технического гидроксида натрия массой 4,1200 г приготовили 1,0 дм³ раствора. На титрование 25,00 см³ этого раствора с метиловым оранжевым (рТ 4,0) израсходовали 22,65 см³ 0,1030 М раствора

HCl. В другой аликвоте осадили карбонат-ион в виде BaCO_3 и на титрование с фенолфталеином (pT 9,0) израсходовали $21,95 \text{ см}^3$ раствора HCl. Найдите массовые доли (%) NaOH и Na_2CO_3 в образце.

Ответ: 87,89% (NaOH), 3,71% (Na_2CO_3).

7. Навеску $0,6000 \text{ г}$ щавелевой кислоты $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ растворили в мерной колбе вместимостью $100,0 \text{ см}^3$. На титрование $20,00 \text{ см}^3$ полученного раствора израсходовано $18,34 \text{ см}^3$ NaOH. Определите молярную концентрацию раствора NaOH. $M(\text{NaOH}) 40,00$; $M(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) 126,07$.

Ответ: $0,1038 \text{ М}$.

8. Навеску азотной кислоты массой $1,0100 \text{ г}$ перенесли в раствор, содержащий $25 \text{ см}^3 0,502 \text{ М}$ раствора NaOH. Оставшийся после реакции избыток NaOH оттитровали $10,50 \text{ см}^3 0,101 \text{ М}$ раствора HCl. Вычислите содержание HNO_3 в кислоте (ω , %). Ответ 71,67 %.

9. Вычислите молярность раствора HCl, если на титрование 30 см^3 этого раствора израсходовано $15,8 \text{ см}^3 0,2 \text{ М}$ раствора NaOH.

Ответ $0,105 \text{ М}$.

10. Вычислите содержание K_2CO_3 (ω , %) в образце золы, если на нейтрализацию образца массой $0,4245 \text{ г}$ израсходовано $20,25 \text{ см}^3 0,2 \text{ М}$ раствора HCl.

Ответ 65,83%.

ЛАБОРАТОРНОЕ ЗАНЯТИЕ 6

ОКИСЛИТЕЛЬНО-ВОССТАНОВИТЕЛЬНОЕ ТИТРОВАНИЕ

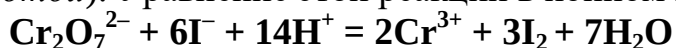
Цель занятия: приобрести навык проведения определений методом окислительно-восстановительного титрования.

Лабораторная работа. Стандартизация раствора тиосульфата натрия по дихромату калия

Теоретическое введение.

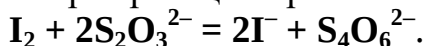
Раствор тиосульфата натрия неустойчив при хранении – тиосульфат окисляется кислородом воздуха, диспропорционирует в присутствии углекислого газа, разлагается тиобактериями. **Стандартный раствор тиосульфата - вторичный.** После приготовления раствор тиосульфата выдерживают несколько суток в защищенном от света месте, а затем стандартизуют титрованием. Используют **первичное стандартное вещество - дихромат калия (или иод)**. Первичный стандартный раствор дихромата калия можно приготовить по точной навеске (используются аналитические весы).

Реакция тиосульфата с дихроматом калия (и другими сильными окислителями) протекает нестехиометрично, поэтому **применять способ прямого титрования - титровать тиосульфат непосредственно дихроматом калия нельзя.** Применяют способ **заместительного титрования.** Вначале проводится стехиометрическая реакция между дихроматом и **йодидом калия (берется в избытке)**. Для протекания реакции применяется **умеренно кислая среда (в сильноокислой среде происходит окисление йодида серной кислотой)**. Уравнение этой реакции в ионном виде:



Затем, **йод, выделившийся в эквивалентном дихромату количестве, оттитровывают стандартизируемым раствором тиосульфата.**

Вторая реакция протекает согласно ионному уравнению:



Однако, тиосульфат неустойчив в кислой среде (в частности, *тиосульфат медленно диспропорционирует с образованием серы и диоксида серы*). Поэтому, перед этим титрованием кислотность раствора в колбе понижают разбавлением водой. *Можно и не разбавлять, но тогда титровать придется медленнее, добавляя раствор тиосульфата по одной капле.*

Индикатор можно не использовать, поскольку изменяется окраска реагирующих веществ, но обычно применяют раствор крахмала. *Раствор крахмала образует с йодом синий комплекс, что позволяет точно определить конечную точку титрования. Обесцвечивание синей окраски свидетельствует о полном израсходовании йода.*

Техника безопасности. Соблюдайте аккуратность при работе с растворами серной кислоты и дихромата калия (сильный окислитель, токсичен при попадании внутрь и адсорбции через кожу), со стеклянной посудой.

Ход работы

1. Расчеты для приготовления первичного стандартного раствора дихромата калия по точной навеске.

Задание: выполнить расчеты для приготовления _____ см³ (заданный преподавателем объем) **0,0500 М (1/6 K₂Cr₂O₇).**

Формула расчета точной навески: $m(K_2Cr_2O_7) =$ _____

$M(K_2Cr_2O_7) = 294,19.$ $M(1/6 K_2Cr_2O_7) =$ _____

Расчет навески $m(K_2Cr_2O_7) =$ _____ = _____

Расчет точной концентрации (4 значащих цифры) приготовленного раствора дихромата калия (формулы для расчета напишите самостоятельно):

$T(K_2Cr_2O_7) =$ _____ = _____ = _____
(формула)

$C(1/6 K_2Cr_2O_7) =$ _____ = _____ = _____
(формула)

2. Титрование стандартного раствора дихромата тиосульфатом.

Методика. В бюретку налейте стандартизуемый раствор тиосульфата натрия.

Используя мерный цилиндр, в три конических колбы внесите *примерно* по 10 см³ 2М серной кислоты. Отлейте в стаканчик *примерно* 40 см³ приготовленного раствора дихромата калия. Добавьте в каждую колбу мерной пипеткой по **10,00 см³** раствора дихромата калия. Затем в первую колбу добавьте *примерно* 10 см³ раствора иодида калия. Колбу прикройте стеклом и поставьте стоять 3-5 мин в темном месте (*в шкафчике стола*), для полного выделения йода. Не более чем через 5 минут, в колбу добавьте *примерно* 100 см³ дистиллированной воды и титруйте раствором тиосульфата натрия **до светло-желтой (соломенной) окраски раствора.** Затем добавьте *примерно* 0,5 см³ раствора крахмала и, в случае появления синей окраски раствора, продолжайте титрование по каплям, энергично перемешивая содержимое колбы **до сине-зеленой окраски раствора** (цвет ионов Cr³⁺).

Повторите титрование еще 1-2 раза до получения 2-х сходящихся результатов.

Результаты титрования:

$V_1 =$ _____ см³ $V_2 =$ _____ см³ $V_3 =$ _____ см³

Из сходящихся результатов титрования (отсчетов по бюретке) вычислите среднее.

$V(Na_2S_2O_3) =$ _____ см³ - результат титрования.

Расчет результата определения.

Молярную концентрацию раствора тиосульфата натрия рассчитывают по закону эквивалентов: $V(K_2Cr_2O_7) \cdot C(1/6 K_2Cr_2O_7) = V(Na_2S_2O_3) \cdot C(Na_2S_2O_3)$.

Выведите формулу расчета: $C(Na_2S_2O_3) =$

Рассчитайте $C(Na_2S_2O_3) =$ _____

По молярной концентрации, вычислите титр раствора тиосульфата натрия.

$M(Na_2S_2O_3) = 158,1$ г/моль. *Формулу расчета T напишите самостоятельно:*

$T(Na_2S_2O_3) =$ _____

Рассчитайте $T(Na_2S_2O_3) =$ _____

Вопрос к зачету по работе: какие значения фактора эквивалентности у дихромата и тиосульфата в этой реакции титрования? Почему?

Ответ: _____

Зачтено _____

ЛАБОРАТОРНЫЕ ЗАНЯТИЯ 7–8

ПЕРМАНГНАТОМЕТРИЯ

Цель занятий: приобрести умения готовить стандартные растворы из твердых фиксаналов; готовить и стандартизовать раствор перманганата калия; проводить перманганатометрические определения.

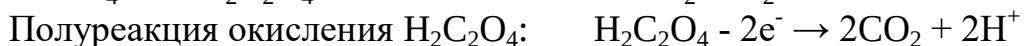
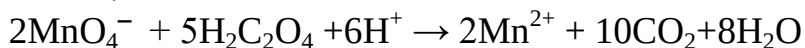
Теоретическое введение.

В перманганатометрическом титровании титрант – перманганат калия.

Перманганат-ионы, как и другие окислители, обладают наибольшим окислительно-восстановительным потенциалом в сильноокислой среде. При этом они восстанавливаются до ионов Mn^{2+} : $MnO_4^- + 5e^- + 8H^+ = Mn^{2+} + 4H_2O$. Из приведенной полуреакции видно, что в кислой среде перманганат-ион и соответственно каждая формульная единица $KMnO_4$ приобретает пять электронов. Молярная масса эквивалента будет $M(1/5 KMnO_4) = 31,61$ г/моль.

Перманганат легко восстанавливается органическими веществами (бумага, пыль, резина) до MnO_2 , поэтому его твердый реактив содержит примесь диоксида марганца. Кроме этого, после растворения перманганат реагирует с аммиаком, летучими органическими веществами и другими летучими восстановителями, которые могут присутствовать и в обычной дистиллированной воде. Соответственно его концентрация при хранении постепенно понижается. Поэтому стандартный раствор перманганата калия нельзя приготовить растворением точной навески. Точную концентрацию приготовленного раствора перманганата калия устанавливают (стандартизируют раствор) после его выдерживания (несколько дней), по щавелевой кислоте или оксалату натрия, или другому стандартному веществу - восстановителю. *Для сокращения времени выдерживания раствора после приготовления его можно прокипятить.*

Перманганат калия взаимодействует со щавелевой кислотой в серно-кислой среде по сложному механизму. Суммарно химизм соответствует уравнению:



Соответственно $f_0 = 1/2$, $M(1/2 H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O) = 63,04$ г/моль.

Титрование стандартным раствором перманганата в кислой среде, $[H_3O^+] = 1-2$ моль/дм³, применяют для определения многих восстановителей. Для создания среды используют раствор H_2SO_4 , растворы HCl и HNO_3 не используют, т.к. Cl^- -ион окисляется перманганатом, а HNO_3 сама является сильным окислителем. Индикатор не применяют, так как раствор титранта окрашен. В процессе титрования розовая окраска добавляемого в колбу с анализируемым раствором раствора перманганата обесцвечивается. После достижения точки эквивалентности первая избыточная капля

раствора перманганата окрашивает титруемый раствор в розовый цвет – точка конца титрования. *Окраска полученного раствора неустойчива и постепенно обесцвечивается вследствие реакции: $2\text{MnO}_4^- + 3\text{Mn}^{2+} + 2\text{H}_2\text{O} = 5\text{MnO}_2 + 4\text{H}^+$. Это надо иметь в виду во избежание перетитрования раствора – окраска после окончания титрования должна быть устойчива 30 секунд, а потом может обесцветиться.*

Техника безопасности. Соблюдайте правила работы с нагревательными приборами. Соблюдайте осторожность во время нагревания и при работе с горячим раствором щавелевой кислоты. Колбу с горячим раствором надо брать, используя тряпку, или захватом, изготавливаемым из бумаги. В случае попадания раствора кислоты на кожу промойте ее водой. Будьте аккуратны при работе со стеклянной посудой.

Лабораторная работа 1. Приготовление и стандартизация раствора перманганата калия

Ход работы

Часть 1. Приготовление раствора перманганата калия

1. Расчет навески. Навеску перманганата калия с точностью 0,01г рассчитывают согласно заданию преподавателя:
приготовить _____ см³ 0,05 М(1/5 KMnO₄).

Пример расчета. Для приготовления 100 см³ 0,05 М (1/5 KMnO₄) требуется

$$g = 31,6 \text{ г/моль} \cdot 0,05 \cdot 0,10 = 0,16 \text{ г перманганата калия.}$$

Навеска: $g = 31,6 \text{ г/моль} \cdot \text{_____} \text{ г KMnO}_4$.

2. Приготовление раствора

Методика. Рассчитанную согласно заданию навеску взвешивают на обычных лабораторных весах, переносят, пользуясь воронкой, в соответствующую мерную колбу, растворяют в 2/3 объема дистиллированной воды, доводят объем водой до метки, перемешивают, переливают в бутылку из темного стекла со стеклянной или пластиковой пробкой. Бутылку подписывают и оставляют в темном месте на неделю до следующего занятия.
Продолжение работы на занятии 8.

3. Фильтрация раствора перманганата калия.

Если приготовленный ранее раствор перманганата после выстаивания содержит осадок диоксида марганца, его необходимо профильтровать через стеклянный фильтр с пористой стеклянной пластинкой (*возможно, также слить раствор с осадка с помощью сифона*). Если осадок отсутствует, то эта стадия пропускается – переходим к Ч.2.

Стеклянный фильтр представляет собой пластинку из пористого стекла, впаянную в цилиндр или воронку. Стеклянные фильтры наиболее пригодны для фильтрования крупнокристаллических осадков. Аморфные, особенно студенистые, осадки быстро закупоривают их поры, поэтому для фильтрования этих осадков они не подходят. Стеклянные фильтры непригодны также для фильтрования щелочных жидкостей, так как они будут растворять стекло.

Методика. В данной работе используем обычную воронку со стеклянным фильтром с ножкой. Обычные воронки с ножкой (см. рис.1 - б) вставляют в резиновую или полимерную пробку и присоединяют к склянке для вакуумного фильтрования (колба Бунзена). Фильтрование проводим под вакуумом, создаваемым водоструйным насосом.

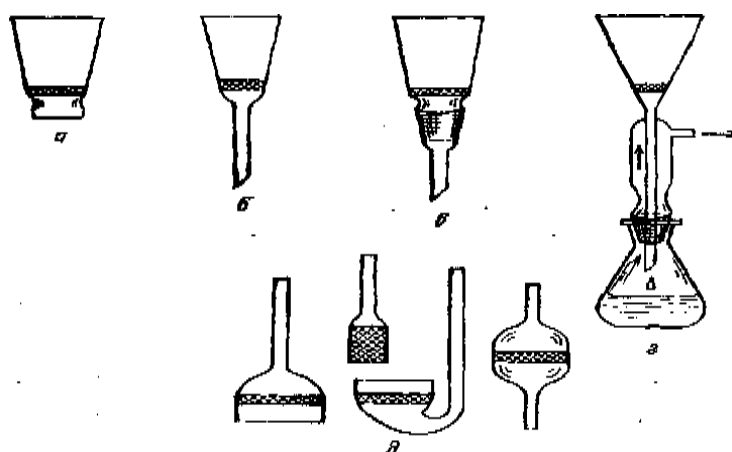


Рис. 10 - Воронки с пористой стеклянной пластинкой: тиглеобразные (а), обычные (б), со шлифом (в), с вакуумным отсосом (г) и трубчатые (д).

Отфильтрованный раствор перелейте из колбы Бунзена в чистую склянку из темного стекла со стеклянной или полимерной пробкой.

Часть 2. Стандартизация раствора перманганата калия по щавелевой кислоте.

1. Приготовление первичного стандартного раствора щавелевой кислоты.

Вариант 1. Приготовление из фиксанала.

Задание: приготовить 2000 см³ 0,0500М ($\frac{1}{2}$ C₂O₄²⁻) из фиксанала щавелевой кислоты H₂C₂O₄ · 2H₂O.

Для быстрого приготовления точных растворов наиболее удобно пользоваться фиксаналами (стандарт - титр). Фиксанал представляет собой стеклянную или пластиковую ампулу, содержащую строго определенное количество вещества в сухом (карбонат натрия, перманганат калия, щавеле-

левая кислота и др.) или в жидком (растворы кислот и оснований) виде. В каждой ампуле обычно содержится 0,1 моль эквивалента, реже - 0,01 моль эквивалента. Вещества, содержащиеся в фиксанале, соответствуют квалификации х. ч. или ч. д. а. При растворении содержимого ампулы в 1 дм³ растворителя получают соответственно 0,1000 М. или 0,01000 М (в расчете на эквивалент) растворы.

Фиксаналы изготавливают в заводских условиях в специальных лабораториях. На ампуле имеется надпись с указанием формулы и количества вещества. Фиксаналы, в которых вещество находится в сухом виде, и фиксаналы кислот хорошо сохраняются длительное время. Срок годности фиксаналов щелочей не превышает 6 мес вследствие выщелачивания стекла и образования осадка аморфной соли кремниевой кислоты.

Методика. Для приготовления стандартного раствора из фиксанала щавелевой кислоты, ампулу (1) предварительно вымывают дистиллированной водой, если надпись смывается, то ее полностью смывают, затем ампулу обтирают. Согласно рисунку 2, в мерную колбу вместимостью 1 дм³ устанавливают сухую воронку, в которую помещают боек. Ампуле с фиксаналом дают свободно падать так, чтобы тонкое дно ампулы разбилось при ударе об острый конец бойка. После этого вторым бойком или стеклянной палочкой пробивают второе (верхнее или боковое) углубление ампулы и все содержимое ее осторожным встряхиванием высыпают в колбу. Затем, не изменяя положения ампулы, ее тщательно промывают через боковое отверстие дистиллированной водой из промывалки. Для промывки рекомендуется употребить не менее чем шестикратное (по емкости ампулы) количество воды. Промыв ампулу, ее удаляют, а раствор доливают дистиллированной водой до метки, закрывают колбу пробкой и встряхивают. На колбу прикрепляют этикетку с соответствующей надписью.

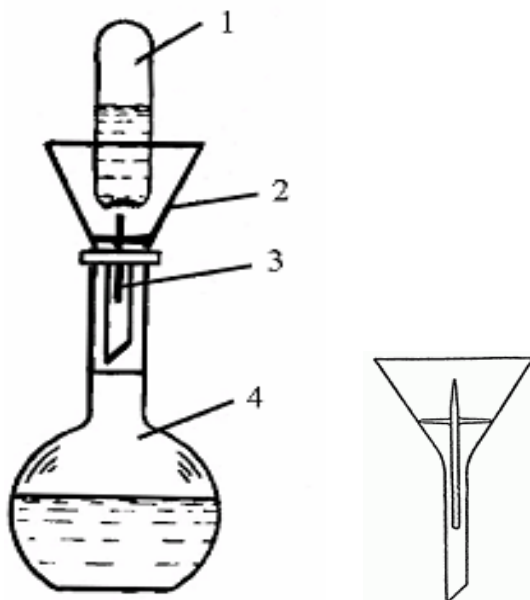


Рис. 11 - Устройство для вскрытия стеклянной ампулы фиксанала.

Вариант 2. Приготовление по точной навеске.

Задание приготовить _____ см^3 $0,05000\text{M}$ ($\frac{1}{2} \text{C}_2\text{O}_4^{2-}$) **по точной навеске** $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Рассчитывают согласно заданию навеску щавелевой кислоты с точностью 0,001г:

Пример расчета: для приготовления $100,0 \text{ см}^3$ $0,05\text{M}$ ($\frac{1}{2} \text{C}_2\text{O}_4^{2-}$) раствора нужно взять:

$$g = 63,04 \cdot 0,0500 \cdot 0,100 = 0,315 \text{ г щавелевой кислоты } \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}.$$

$$\text{Расчет навески: } g = 63,04 \cdot 0,05000 \text{ _____} = \text{ _____ г } \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}.$$

Методика. Взятие точной навески $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ проведите как в работе 1. Навеску растворяют в мерной колбе, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

Расчет. Вычисляют титр и молярную концентрацию приготовленного стандартного раствора щавелевой кислоты. Величины титра или молярной концентрации раствора должны иметь четыре значащих цифры.

Пример расчета: допустим, навеска щавелевой кислоты составила 0,2988 г,

$$\text{тогда } T = 0,2988/100,0 = 0,002988 \text{ г/см}^3,$$

$$C(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0,002988 \cdot 1000/63,04 = 0,04741 \text{ M (моль/дм}^3\text{)}.$$

$$\text{Результат: } T(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = \text{ _____ г/см}^3$$

$$C(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = \text{ _____ моль/дм}^3$$

Приготовленный раствор снабдите этикеткой с соответствующей надписью.

2. Проведение стандартизации раствора перманганата калия (методом титрования)

Методика. Заранее запомните, где 0 на бюретке. Бюретку промойте, затем заполните приготовленным раствором перманганата калия. Установите ноль.

Ополосните пипетку емкостью $10,00 \text{ см}^3$ приготовленным раствором щавелевой кислоты, используя стаканчик.

В колбу для титрования прибавьте $15\text{--}20 \text{ см}^3$ 2 M серной кислоты. Нагрейте колбу на плитке до $80\text{--}90 \text{ }^\circ\text{C}$ (не доводя до кипения, поскольку щавелевая кислота разлагается при температуре выше $60 \text{ }^\circ\text{C}$). Осторожно, используя тряпку, или бумажный захват, перенесите колбу с плитки на место для титрования и внесите в нее аликвоту $10,00 \text{ см}^3$ раствора щавелевой кислоты. Горячий раствор сразу же титруйте раствором перманганата калия. Вначале раствор титранта приливайте только по 1 капле, а каждую следующую каплю добавляйте лишь после того, как полностью обесцвети-

лась предыдущая. Первоначально реакция протекает медленно, но затем, по мере образования ионов Mn^{2+} (катализатор), ускоряется. Титрование прекратите, когда 1 избыточная капля перманганата сообщит раствору бледно-розовую окраску, не исчезающую в течение 30 секунд. Запишите объем израсходованного раствора перманганата калия. Повторите титрование 2-3 раза до получения 2-х сходящихся отсчетов. Вычислите среднее.

Результаты титрования: $V_1 =$ _____ $см^3$ $V_2 =$ _____ $см^3$ $V_3 =$ _____ $см^3$
 $V_4 =$ _____ $см^3$ $V(KMnO_4) =$ _____ $см^3$ - результат титрования.

Расчет результата единичного определения. Вычислите молярную концентрацию приготовленного вторичного стандартного раствора перманганата калия.

Например, если на титрование $10,00\text{ см}^3$ $0,04741M$ ($1/2 H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$) раствора щавелевой кислоты пошло в среднем $9,15\text{ см}^3$ раствора перманганата калия, то молярная концентрация его

$$C(1/5 KMnO_4) = 0,04741 \cdot 10,00 / 9,15 = 0,05181 \text{ моль/дм}^3.$$

Результат: $C(1/5 KMnO_4) =$ _____ $=$ _____ моль/дм^3

Зачтено _____

Лабораторная работа 2. Определение содержания железа(II) в растворе

Анализируемый объект - подкисленный серной кислотой раствор соли Мора № _____. Раствор подкислен для большей стабильности Fe^{2+} .
Состав твердой соли Мора $(NH_4)_2SO_4 \cdot FeSO_4 \cdot 6H_2O$ или $(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$.

При титровании перманганатом раствора этой соли в кислой среде, происходит ОВ реакция: $Fe^{2+} + MnO_4^- + _H^+ = Fe^{3+} + Mn^{2+} + _H_2O$
 (допишите коэффициенты).

Напишите полуреакции:

окисление: $Fe^{2+} =$ _____

восстановление: $MnO_4^- =$ _____ $+$ _____

Вывод: фактор эквивалентности железа в этой реакции $f_3 =$ _____,
 а молярная масса эквивалента железа: $M_3(Fe) =$ _____ г/моль.

Фактор эквивалентности перманганата в этой реакции $f_3 =$ _____.

Реакция окисления железа(II) перманганатом калия в кислой среде протекает быстро при комнатной температуре. Объясните почему:

Образующиеся ионы Fe^{3+} окрашивают раствор в **желтый** цвет, поэтому их **маскируют**, связывая в **бесцветные фосфатные комплексы** добавлением **фосфорной кислоты**. Переход окраски от **бесцветной** (*а не желтой*) к **розовой** (это окраска чего?) наблюдается более отчетливо.

Что означает термин «маскирование в этом случае»?

Маскирование - _____

Ход определения.

Методика. Получают у преподавателя анализируемый раствор в мерной колбе, доводят объем дистиллированной водой до метки и перемешивают. Пипетку (емкостью $10,00 \text{ см}^3$) «ополаскивают» анализируемым раствором (*используя отдельный стаканчик, раствор из которого затем выливают в раковину*). После ополаскивания пипетки, отливают $1/2 - 2/3$ раствора из мерной колбы в этот стаканчик, «отбирают» пипеткой аликвотную часть анализируемого раствора и переносят в коническую колбу (50 или 100 см^3) (*если пипетка входит в горлышко колбы, раствор можно отбирать прямо из колбы*). В коническую колбу добавляют затем $3-4$ капли концентрированной фосфорной кислоты (*из капельницы, находящейся под тягой*). **Осторожно! Не пролейте эту кислоту на руки.**

Подготовьте бюретку к титрованию.

Титруйте анализируемый раствор стандартным раствором перманганата калия до появления от одной избыточной капли раствора титранта **бледно-розовой** окраски (не исчезающей при встряхивании в течение 30 секунд). Повторите титрование несколько раз, вычислите среднее из $2-3$ -х сходящихся (на $0,05 \text{ см}^3$) результатов.

Результаты титрования анализируемого раствора № ____.

При использовании раствора титранта $C(1/5 \text{ KMnO}_4) = \underline{\hspace{2cm}}$,

$V_1 = \quad \text{см}^3 \quad V_2 = \quad \text{см}^3 \quad V_3 = \quad \text{см}^3$

$V(\text{KMnO}_4) = \quad = \quad \text{см}^3$ - результат титрования.

Расчет результата определения

Вычислите массу железа(II) в анализируемом растворе по формуле:

$$m(\text{Fe}^{2+}) = C(1/5 \text{ KMnO}_4) V(\text{KMnO}_4) 10^{-3} \cdot 55,85 \cdot V_{\text{к}} / 10,00,$$

где $V_{\text{к}}/10,00$ – пересчет объемов ($V_{\text{к}}$ – объем мерной колбы с анализируемым раствором).

Объясните, почему надо проводить пересчет объемов:

$m(\text{Fe}^{2+}) = \underline{\hspace{2cm}} = \underline{\hspace{2cm}} \text{ г} = \underline{\hspace{2cm}} \text{ мг.}$

Результат определения:

Масса железа в анализируемом растворе №__ - _____

Объясните, почему в коническую колбу не добавляли серную кислоту, хотя обычно для титрования перманганатом в кислой среде это делают.

Объяснение _____

Объясните, почему титрование проводили без индикатора.
Объяснение _____

Зачтено _____

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 2

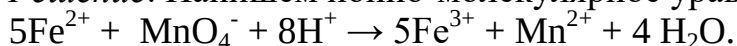
РАСЧЕТЫ В ОКИСЛИТЕЛЬНО-ВОССТАНОВИТЕЛЬНОМ ТИТРОВАНИИ

Цель занятия: приобрести умение проводить расчеты при проведении определений методом окислительно-восстановительного титрования.

Примеры выполнения типовых расчетов

1. Навеску руды массой 0,2133 г растворили в серной кислоте; образующийся сульфат железа(II) оттитровали 17,20 см³ 0,1117 М (1/5 KMnO₄) раствором KMnO₄. Определите содержание железа в руде (ω, %).

Решение. Напишем ионно-молекулярное уравнение реакции:



Объем исходного раствора не указан, а только масса навески – использовался метод отдельных навесок. Способ титрования – прямое, поскольку указан 1 титрант. Соответственно, массовую долю (%) можно рассчитать по формуле 5.2а: $m(\text{B}) = C(\text{T}) V(\text{T}) 10^{-3} \cdot M_{\text{э}}(\text{B})$, где Т – KMnO₄, В – Fe.

$$m(\text{Fe}) = 0,1117 \cdot 17,20 \cdot 55,85:1000 = 0,1073 \text{ г},$$

Последующий расчет ω(Fe) дает результат 50,30%.

2. К раствору KClO₃ объемом 2,50 см³ было прибавлено 25,00 см³ 0,12 М раствора FeSO₄, избыток которого потом оттитровали 5,00 см³ 0,11(1/5 KMnO₄)М раствора KMnO₄. Рассчитайте содержание KClO₃ (ω,%) в растворе, если его плотность равна 1,02 г/см³.

Решение. Уравнение первой реакции: $6\text{Fe}^{2+} + \text{ClO}_3^- + 6\text{H}^+ \rightarrow 6\text{Fe}^{3+} + \text{Cl}^- + 3\text{H}_2\text{O}$. Соответственно, молярная масса эквивалента $M(1/6 \text{ KClO}_3) = 20,41 \text{ г/моль}$. Используем общие формулы для расчетов при титровании, приведенные в Практическом занятии 1. Указан точный объем первого титранта FeSO₄, 2,50 см³, который очевидно добавлен пипеткой – использовался «метод пипетирования». Способ титрования – «обратное», поскольку указано, что – избыток первого титранта оттитрован вторым – KMnO₄. Соответственно, массовую долю (%) KClO₃ можно рассчитать по формуле 6.2б, где В' – FeSO₄, В'' – KMnO₄, В – KClO₃.

Используем формулу 6.1б с изменениями. Поскольку объем колбы не указан, в знаменателе объем раствора KClO₃ 2,50 см³ умножаем на плотность этого раствора. Соответственно мы делим массу KClO₃ на массу раствора: $\omega(\text{KClO}_3) = (25,00 \cdot 0,12 - 5,00 \cdot 0,11) 20,41 \cdot 100 / (2,50 \cdot 1,02 \cdot 1000) = 1,97\%$.

3. Вычислите массу навески кристаллического иода для приготовления 2,000 дм³ раствора с $T(\text{I}_2/\text{S}^{2-}) = 0,001000 \text{ г/см}^3$.

$$\text{Дано: } V(\text{I}_2) = 2,000 \text{ дм}^3$$

$$T(\text{I}_2/\text{S}^{2-}) = 0,001000 \text{ г/см}^3.$$

$$\text{Найти: } m(\text{I}_2)$$

Решение. При титровании протекает реакция: $\text{I}_2 + \text{S}^{2-} \rightarrow 2\text{I}^- + \text{S}$, которой соответствуют полуреакции: $\text{I}_2 + 2\text{e}^- \rightarrow 2\text{I}^-$, $\text{S}^{2-} - 2\text{e}^- \rightarrow \text{S}$.

$$f_{\text{экв.}}(\text{I}_2) = 1/2, f_{\text{экв.}}(\text{S}^{2-}) = 1/2$$

Рассчитываем молярную концентрацию эквивалента иода, используя формулу 4б: $C(1/2 I_2) = T(I_2/S^{2-}) \cdot 10^3 / M(1/2 S^{2-}) = 0,06238 \text{ М}$

Рассчитываем массу навески иода (формула 2):

$$m(I_2) = C(1/2 I_2) \cdot M(1/2 I_2) \cdot V(I_2) = 0,06238 \cdot 126,90 \cdot 2,000 = 15,83 \text{ г}$$

Задания для расчетов на занятии и самостоятельной работы.

1. К $2,50 \text{ см}^3$ раствора $KClO_3$ прибавили $20,00 \text{ см}^3$ $0,1500 \text{ М}$ раствора $FeSO_4$. На титрование избытка $FeSO_4$ пошло $5,00 \text{ см}^3$ $0,1089 \text{ М}$ $(1/5 KMnO_4)$ раствора перманганата калия. Рассчитайте массовую долю (%) $KClO_3$ (мол. масса $122,55$) в растворе (плотность $1,02 \text{ г/см}^3$). Ответ: $1,97\%$.

2. Для определения мочевины к анализируемой пробе добавили $30,00 \text{ см}^3$ $0,1000 \text{ М}$ $(1/2 Br_2)$ раствора брома и $60,00 \text{ см}^3$ $0,5000 \text{ М}$ $NaOH$. По окончании окисления мочевины $CO(NH_2)_2 + 3Br_2 + 6OH^- = CO_2 + N_2 + 5H_2O + 6Br^-$ раствор подкислили до pH $2,0$ и на титрование избытка брома израсходовали $5,50 \text{ см}^3$ $0,0500 \text{ М}$ $(1/2 NaAsO_2)$ раствора арсенита натрия. Рассчитайте содержание (мг) мочевины в пробе. (М мочевины $60,06$). Ответ: $27,25 \text{ мг}$.

3. Рассчитайте массовую долю (%) MnO_2 в навеске руды массой $0,3710 \text{ г}$, если на титрование иода, выделившегося при взаимодействии с раствором, содержащем избыток иодида калия и кислоты, пошло $24,41 \text{ см}^3$ $0,2217 \text{ М}$ раствора тиосульфата натрия. $M(MnO_2)$ $86,94$. Ответ: $63,41\%$.

4. На титрование раствора марганца (II) в слабощелочной среде затрачено $15,10 \text{ см}^3$ $0,1240 \text{ М}$ $(1/5 KMnO_4)$ раствора перманганата калия. Рассчитайте содержание (мг) марганца (II) в анализируемом растворе. Ответ: $30,86 \text{ мг}$.

5. Навеску феррохрома растворили и окислили хром до $Cr_2O_7^{2-}$. К полученному раствору добавили $25,00 \text{ см}^3$ $0,1000 \text{ М}$ раствора соли Мора, на титрование избытка которой пошло $3,50 \text{ см}^3$ $0,0500 \text{ М}$ $(1/5 KMnO_4)$ раствора перманганата калия. Найденное содержание хрома составляет $8,06\%$. Рассчитайте массу исходной навески сплава. Ответ: $0,4999 \text{ г}$.

6. После восстановительной обработки навески руды, содержащей $65,50\%$ Fe_2O_3 , получен раствор железа (II), на титрование которого затрачено $14,00 \text{ см}^3$ $0,1000 \text{ М}$ $(1/5 KMnO_4)$ раствора перманганата калия. Рассчитайте массу навески руды. Ответ: $0,1707 \text{ г}$.

7. Азотная кислота плотностью $1,185 \text{ г/см}^3$ содержит $30,10\%$ (мас.) HNO_3 . Рассчитайте молярную концентрацию эквивалента азотной кислоты в реакции восстановления до NO . Ответ: $16,99 \text{ М}$.

8. На титрование химически чистого оксалата натрия массой $0,1180 \text{ г}$ в кислой среде израсходовано $19,55 \text{ см}^3$ раствора $KMnO_4$. Рассчитайте молярную концентрацию эквивалента $(1/5 KMnO_4)$ этого раствора.

Ответ: $0,09009 \text{ М}$.

9. Пробу массой $0,5170 \text{ г}$, содержащую тиоционат бария, растворили в растворе гидрокарбоната натрия и добавили $50,00 \text{ см}^3$ $0,1070 \text{ М}$ $(1/2 I_2)$ раствора иода. После завершения реакции



раствор подкислили и избыток иода оттитровали, израсходовав $16,30 \text{ см}^3$ $0,0965 \text{ М}$ раствора тиосульфата натрия. Рассчитайте массовую долю (%) тиоционата бария в пробе. М тиоционата бария $253,50$. Ответ: $15,43\%$.

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 3

ИТОГОВОЕ ЗАНЯТИЕ ПО МОДУЛЮ 1

Цель занятия: приобрести навык проводить расчеты при проведении определений методами кислотно-основного и окислительно-восстановительного титрования.

МОДУЛЬ 2(4) ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЕ И ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

ЛАБОРАТОРНЫЕ ЗАНЯТИЯ 9–10 КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКОЕ ТИТРОВАНИЕ

Цель занятий: приобрести навыки проведения определений методом комплексонометрического титрования.

Лабораторная работа 1. Определение жесткости водопроводной воды.

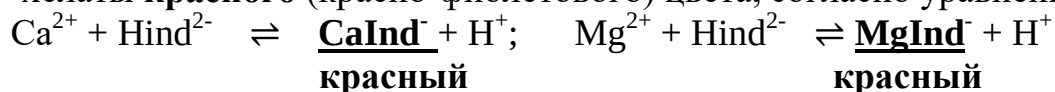
Теоретическое введение. Жесткостью воды называется совокупность ее свойств, обусловленных содержанием в ней ионов двухвалентных металлов, преимущественно кальция и магния. Количественно «жесткость воды» («общая жесткость воды») – сумма «карбонатной» и «некарбонатной» жесткости. Некарбонатная жесткость воды вызывается присутствием в природной воде ионов растворенных сульфатов (а также хлоридов) в основном кальция и магния. Кипячением она не устраняется и поэтому называется также «постоянной».

Согласно ГОСТ «Вода питьевая. Методы определения жесткости» для ее определения применяют комплексонометрическое титрование растворами органических реагентов, «комплексонов». При взаимодействии катионов металлов с комплексонами образуются хелатные комплексы (хелаты) с соотношением компонентов $Me:комплексон=1 : 1$. Для определения жесткости воды в качестве титранта применяют наиболее часто используемый комплексон трилон Б (комплексон III) - динатриевую соль этилендиаминтетрауксусной кислоты. Сокращенная формула этилендиаминтетрауксусной кислоты (ЭДТА) H_4Y . Она малорастворима в воде и, поэтому менее удобна для приготовления раствора титранта. Для приготовления раствора трилона Б используют дигидрат динатриевой соли этилендиаминтетрауксусной кислоты $Na_2H_2Y \cdot 2H_2O$ (ЭДТА- Na_2).

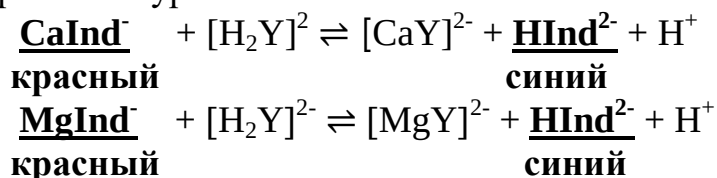
В комплексонометрии большое значение имеет постоянство pH среды, поскольку от этого зависит диссоциация комплексона (число отщепляющихся протонов от H_4Y - число атомов водорода, замещаемое ионом металла в этом лиганде – от двух и более). Поэтому рекомендуется проводить титрование в присутствии буферной системы, для обеспечения постоянства состава комплексов. Степень протекания реакции зависит также от K устойчивости образующегося комплекса. Катионы, например Fe^{3+} , образующие с комплексом очень устойчивые комплексы можно титровать практически в любой среде, в том числе и в кислой. Поскольку ионы Ca^{2+} и Mg^{2+} образуют

значительно менее устойчивые комплексы с, то их титруют в слабощелочной среде, при значениях рН от 9 и выше, когда устойчивость комплексов выше. При определении жесткости воды к ее анализируемой пробе предварительно добавляют **аммиачную буферную смесь с рН=(10±0,1)**, которая поддерживает в титруемом растворе это значение рН.

«Конечную точку титрования» в комплексометрии определяют с помощью металлоиндикаторов, органических окрашенных веществ. Из металлоиндикаторов чаще всего применяют **металлохромные индикаторы**, которые подобно комплексонам образуют с ионами металла растворимые хелаты. В отличие от бесцветных хелатов, образующихся с ионами металлов, хелаты с индикаторами интенсивно окрашены и менее устойчивы. Для определения жесткости воды используют металлохромный индикатор **эриохром черный Т**, образующий в слабощелочной среде с ионами Ca^{2+} и Mg^{2+} хелаты **красного** (красно-фиолетового) цвета, согласно уравнениям:



Константы устойчивости этих комплексов равны соответственно $2,6 \cdot 10^6$ и $1 \cdot 10^7$. Хелаты Ca^{2+} и Mg^{2+} на порядок устойчивее ($K_{\text{уст}}$ на порядок больше - $3,7 \cdot 10^7$ и $5 \cdot 10^8$). Поэтому, при добавлении в воду с индикатором раствора трилона Б, окрашенные комплексы ионов металлов с индикатором разрушаются и образуются более прочные, но бесцветные комплексы ионов металлов с комплексонам. В слабощелочной среде эта реакция выражается уравнениями:



Поэтому, в точке конца титрования **красная** окраска раствора сменяется на **синюю** – это окраска ионов индикатора.

Жесткость воды в системе **СИ** – это молярная концентрация ионов металла. Поскольку это численно небольшая величина, то единица жесткости - **милимоль на кубический дециметр (ммоль/дм³)** или моль/м³. Согласно Межгосударственному стандарту ЕврАзЭС жесткость воды выражается в других единицах, **градусах жесткости** (обозначение °Ж). **Градус жесткости** – это тоже молярная концентрация, которая соответствует содержанию в 1 дм³ воды 1/2 ммоль ионов кальция или магния (**20,04 мг Ca^{2+} или 12,16 мг Mg^{2+}**). Иногда (например, в санитарных правилах, Сан-Пин 10-124 РБ 99 «Питьевая вода») используют старую единицу **мг-экв/л**. Эта единица численно совпадает с градусом жесткости: **1 мг-экв/л=1 °Ж**. Согласно этим санитарным правилам **максимальная общая жесткость воды применяемой в качестве питьевой не должна превышать 7 мг-экв/л (7 °Ж)**. Временно, по разрешению Главного санитарного врача, может быть допущена к использованию в качестве питьевой вода с жесткостью до 10.

Ход определения.

Запишите: объект анализа - _____

Концентрация титранта С (ЭДТА- Na_2) = _____ М

Бюретку к работе готовят и заполняют раствором титранта как обычно.

Отбор проб проводится также как для определения карбонатной жесткости воды (см. занятие 4).

Методика титрования. Титрование рекомендуется проводить на фоне **контрольной пробы**. В качестве контрольной пробы можно использовать немного перетитрованную до синего цвета анализируемую пробу.

В коническую колбу 250 см³ отмерьте мерным цилиндром 100 см³ исследуемой воды. В вытяжном шкафу прилейте в нее при включенной тяге примерно 5 см³ аммиачной буферной смеси. Внесите на конце микрошпателя немного (это составит примерно 20–30 мг) сухой смеси индикатора с хлоридом натрия (добавляется для удобства отмеривания небольшого количества индикатора). Перемешайте раствор до полного растворения смеси – должна появиться устойчивая **вино-красная** окраска. Сразу же титруйте воду раствором трилона Б до перехода винно-красной окраски в **синюю** (с зеленоватым оттенком). Раствор титранта в начале титрования добавляют довольно быстро при постоянном перемешивании. Затем, когда цвет раствора начинает меняться, раствор титранта добавляют медленно, по одной капле. **Точки конца титрования достигают, когда цвет раствора перестает меняться при добавлении еще 1 капли раствора титранта (красноватый оттенок должен совершенно исчезнуть).** В случае сомнения, запишите отсчет по бюретке и добавьте еще 1 каплю раствора титранта. Если окраска изменится, титрование надо продолжить, если нет, используйте для расчетов ранее записанное значение объема раствора трилона Б. Повторите титрование 2-3 раза и из сходящихся результатов V_i (ЭДТА- Na_2), возьмите среднее $V(\text{ЭДТА-Na}_2)$.

Результаты титрования: $V_1 =$ _____ см³ $V_2 =$ _____ см³
 $V_3 =$ _____ см³ $V(\text{ЭДТА-Na}_2) =$ _____ см³

Расчет результата определения.

Общую жесткость воды (содержание ионов Ca^{2+} и Mg^{2+} в 1 дм³) вычислите в ммоль/дм³: $\text{Ж} = C(\text{ЭДТА-Na}_2) \cdot V(\text{ЭДТА-Na}_2) \cdot 1000 / V(\text{воды})$, где $V(\text{воды})$ – объем аликвоты (см³), 1000 – множитель для пересчета моль в ммоль. $\text{Ж} =$ _____ = _____

Пересчитайте полученное значение в градусы жесткости, °Ж. Для этого надо рассчитанную Ж в ммоль/ дм³ умножить на 2:

$\text{Ж} =$ _____ = _____ °Ж

Оцените, соответствует ли общая жесткость водопроводной воды ПДК по СанПин 10-124 РБ 99 Питьевая вода.

Пример. На титрование 100,0 см³ водопроводной воды пошло в среднем 15,80 см³ 0,02500 М раствора трилона Б. Тогда: $\text{Ж} = 0,02500 \cdot 15,80 \cdot 1000 / 100,0 = 3,95$ ммоль/ дм³ = 7,90 °Ж. Это значение Ж превышает ПДК, но по разрешению Главного санитарного

врача вода может быть допущена к употреблению в качестве питьевой. В домашних условиях можно снизить жесткость, используя бытовые фильтры.

Вывод: _____

Сравните полученное вами значение жесткости в °Ж с результатом определения карбонатной жесткости водопроводной воды (занятие 4):

$J_{\text{карб}} =$ _____, $J =$ _____

Дайте объяснение разным значениям этих величин:

Рассчитайте **некарбонатную жесткость воды** ($J_{\text{нк}}$) по разности:
 $J_{\text{нк}} = J - J_{\text{карб}}$. $J_{\text{нк}} =$ _____ = _____

Объясните почему для сравнения общей жесткости с карбонатной использовали значение общей жесткости в °Ж, а не в ммоль/дм³:

Зачтено _____

Лабораторная работа 2. Комплексометрическое определение цинка

Катионы металлов (как было показано в работе 1 на примере ионов кальция и магния) независимо от их заряда при взаимодействии с ЭДТА- Na_2 образуют хелаты с соотношением компонентов 1 : 1.

Взаимодействие ионов цинка с ЭДТА- Na_2 при $\text{pH}=6$, выражается уравнением: $\text{Zn}^{2+} + \text{H}_2\text{Y}^{2-} = \text{ZnY}^{2-} + 2\text{H}^+$. Следовательно, молярная масса эквивалентов ЭДТА- Na_2 и определяемого иона металла равны их молекулярным массам (фактор эквивалентности 1).

Прямое титрование цинка раствором трилона Б, как и при определении жесткости воды, возможно при $\text{pH}=10$ в присутствии эриохромового черного Т. Ионы цинка образуют с анионами ЭДТА бесцветный комплекс состава ZnY^{2-} (с константой устойчивости $3,27 \cdot 10^{16}$, что значительно больше, чем $K_{\text{уст}}$ комплекса индикатора с цинком $7,0 \cdot 10^{11}$).

Возможно также определение при $\text{pH} 4,8-5,0$ в присутствии индикатора 1-(2-пиридилазо)-2-нафтол (ПАН) ($K_{\text{уст}}$ комплекса индикатора с цинком $1,1 \cdot 10^{10}$).

Ход работы

На общем столе в мерных колбах **находятся** анализируемые растворы сульфата цинка с разным содержанием цинка. Получают у преподавателя анализируемый раствор № ____, доводят объем дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Методика титрования.

Используем метод прямого титрования (*определяемый металл оттитровывают эквивалентным количеством ЭДТА-Na₂*).

Бюретку заполните стандартным раствором трилона Б.

$C(\text{ЭДТА-Na}_2) =$ _____.

Пипетку Мора (емкостью 10,00 см³) ополосните анализируемым раствором. Аликвотную часть анализируемого раствора ($V_a = 10,00 \text{ см}^3$) перенесите пипеткой в коническую колбу на 100 см³ (*при их отсутствии можно использовать колбы большего объема*). Поскольку наблюдать за титрованием такого небольшого объема раствора неудобно, прибавьте примерно 20 см³ дистиллированной воды. В вытяжном шкафу, при включенной тяге прибавьте в колбу примерно 10 см³ аммиачного буферного раствора и прибавьте индикаторную смесь на кончике шпателя. Раствор перемешайте до полного растворения индикаторной смеси.

Титруйте раствором трилона Б до изменения окраски раствора из красной в синюю.

Титрование рекомендуется проводить на фоне контрольной пробы. В качестве контрольной пробы можно использовать немного перетитрованную до синего цвета анализируемую пробу.

Результаты титрования:

$V_1 =$ _____ см³ $V_2 =$ _____ см³ $V_3 =$ _____ см³

Сходящиеся результаты: № _____

результат титрования $V(\text{ЭДТА-Na}_2) =$ _____ см³

Расчет результата определения.

При комплексонометрическом титровании массу определяемого компонента (г) можно вычислить по общей формуле

$$m = \frac{V_1 \cdot V_K \cdot C_1 \cdot M}{V_2 \cdot 1000},$$

где V_1 – объем раствора трилона Б, пошедшего на титрование; V_2 – объем аликвоты анализируемого раствора; C_1 – молярная концентрация ЭДТА-Na₂; M – молярная масса определяемого компонента; V_K – объем мерной колбы, из которой отобрали аликвотную часть.

Выведите подобную формулу для расчета $m(\text{Zn}^{2+})$ в мг, но с уже использованными в этой работе обозначениями $C(\text{ЭДТА-Na}_2)$, $V(\text{ЭДТА-Na}_2)$, V_a и рассчитайте содержание (массу) цинка в выданном для анализа растворе с точностью до десятых мг. $M(\text{Zn}) = 65,37$.

$m(\text{Zn}^{2+}) =$ _____ = _____ = _____

Результат определения: в растворе № _____ $m(\text{Zn}^{2+}) =$ _____ мг.

Зачтено _____

ЛАБОРАТОРНОЕ ЗАНЯТИЕ 11 ОСАДИТЕЛЬНОЕ ТИТРОВАНИЕ

Цель занятия: приобрести навыки проведения определений методом осадительного титрования.

Лабораторная работа. Определение ионов хлора по методу мора

Теоретическое введение. В титриметрическом анализе к методам **осаждения** (седиметрии) относятся титриметрические методы, основанные на реакциях образования малорастворимых соединений. Методы осаждения основаны на взаимодействии аналита с титрантом- осадителем, в результате чего количественно выпадает осадок продукта.

Использование этого метода возможно в том случае, если: выделяющиеся осадки практически нерастворимы, реакция осаждения протекает быстро и результаты не искажаются побочными реакциями соосаждения. В основе образования осадков лежит закон действия масс. Произведение концентраций ионов в насыщенном растворе малорастворимых электролитов при данной температуре – постоянная величина – K_s (ПР). Если величина произведения концентраций ионов в растворе, в соответствующих стехиометрическим коэффициентам степенях, становится больше значения K_s , то малорастворимое соединение выпадает в осадок. В седиметрии используют реакции, в которых образуются продукты с K_s меньше 10^{-10} .

Аргентометрический метод основан на образовании **малорастворимого галогенида серебра**. Им чаще всего пользуются для **определения галогенид-ионов или ионов серебра**. Для определения анионов в **качестве титранта применяют нитрат серебра**, для определения катионов серебра – **хлорид натрия**. Недостаток метода - использование дорогостоящих солей серебра. В методе аргентометрии обычно применяют индикаторные способы определения конечной точки титрования. В зависимости от индикатора различают методы **Мора, Фаянса, Фольгарда** (**тиоцианатометрия**).

Метод Мора предназначен для определения **хлоридов и бромидов**. *Иодиды и тиоцианаты, которые можно определить другими методами седиметрии, этим методом не определяют. Причина в том, что осадки AgI и $AgSCN$ адсорбируют индикатор хромат калия и эти осадки окрашиваются до достижения точки эквивалентности.*

Определение ионов хлора по методу Мора основано на **прямом титровании** навески анализируемого вещества или его раствора **стандартным раствором титранта, нитрата серебра**, в присутствии **осадительного индикатора – хромата калия K_2CrO_4 (или адсорбционного индикатора)**.

Реакция титрования: $Ag^+ + Cl^- = AgCl \downarrow$

Осадительные индикаторы образуют с титрантом цветные осадки, при появлении которых заканчивают титрование. K_2CrO_4 диссоциирует в растворе с образованием хромат-иона дающего с ионами серебра осадок кирпично-красного цвета Ag_2CrO_4 . Осадок Ag_2CrO_4 начинает выпадать лишь после того, как определяемые ионы хлора (или брома) выпадут в виде $AgCl$ (или $AgBr$): $CrO_4^{2-} + Ag^+ = Ag_2CrO_4 \downarrow$
Подумайте, чем это можно объяснить? Объяснение: _____

Показатель титрования, $pT Ag_2CrO_4$, лежит в пределах скачка титрования и даже практически совпадает с точкой эквивалентности, поэтому индикаторная погрешность титрования небольшая. Она обусловлена небольшим дополнительным расходом титранта на образование осадка Ag_2CrO_4 в количестве, достаточном для визуального наблюдения.

Метод Мора неприменим в кислых растворах и сильнощелочных растворах. В кислой среде хромат калия переходит в дихромат калия, который образует с ионами серебра красный осадок, но растворимый в кислой среде. В сильнощелочном растворе образуется оксид серебра. Поэтому **pH раствора должен быть не меньше 6,5 и не больше 10. Если раствор кислый, то его предварительно нейтрализуют раствором буры или раствором бикарбоната натрия, или оксидом магния. В присутствии солей аммония водородный показатель должен лежать в области 6,5-7,2 т.к. значительные концентрации аммиака увеличивают растворимость солей серебра, мешают также ионы, образующие осадки с ионами индикатора или титранта.**

Экономьте раствор титранта - нитрата серебра. Для его экономии в методике предлагается использовать меньший объем аликвоты. *Оттитрованные растворы и суспензия в колбах, также содержат серебро, поэтому их следует выливать не в раковину, а в специальную склянку для серебряных остатков.*

Ход определения. Получают анализируемый раствор в мерной колбе, доводят объем дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Методика титрования.

Бюретку промывают небольшим объемом раствора титранта, заполняют полностью и доводят объем до 0.

Пипетку (емкостью $5,00\text{ см}^3$) ополаскивают небольшим количеством анализируемого раствора, используя отдельный стаканчик. Затем в этот стаканчик вновь наливают анализируемый раствор. В коническую колбу для титрования (на 50 или 100 см^3) отбирают аликвоту $5,00\text{ см}^3$ анализируемого раствора, добавляют примерно 5 см^3 воды, прибавляют 3-5 капель раствора хромата калия. Анализируемый раствор медленно титруют по каплям раствором $AgNO_3$. Незадолго до точки конца титрования начинает выпадать осадок хлорида серебра. С этого момента титруют еще медленнее. В точке конца титрования наблюдается переход **лимонно-желтой окраски**

суспензии в слабую красновато-коричневую. (Раствор будет иметь темно-розовую окраску). Титрование повторите еще 1-2 раза.

Результаты титрования: $V_1 =$ _____ см^3 $V_2 =$ _____ см^3 $V_3 =$ _____ см^3

Сходящиеся (на 0,1 см^3) результаты № _____. $V_{\text{ср.}} =$ _____

Из среднего результата отнимите объем 1-2-х капель раствора титранта (поправка на расход титранта на образование осадка Ag_2CrO_4).

Результат титрования: $V(\text{AgNO}_3) = V_{\text{ср.}} - 0,05 =$ _____ см^3

Рассчитайте содержание хлорида натрия в исследуемом растворе. Количественные расчеты в седиметрии, как и в большинстве методов количественного химического анализа, основаны на применении закона эквивалентов.

Расчет результата определения.

$$m(\text{NaCl}) = \frac{C(1/z * \text{AgNO}_3) \cdot V(\text{AgNO}_3) \cdot M(1/z * \text{NaCl})}{1000} \cdot \frac{V_{\text{к}}}{V_{\text{п}}},$$

где $V_{\text{п}}$ – объем аликвотной части раствора определяемого вещества, $V_{\text{к}}$ – общий объем исследуемого раствора (объем мерной колбы),

$1/z$ – фактор эквивалентности = _____. $M(\text{NaCl}) = 58,44$ г/моль.

Результат определения: В растворе № ____ содержится _____ г NaCl

Зачтено _____

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЯ 4

РАСЧЕТЫ В КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКОМ И ОСАДИТЕЛЬНОМ ТИТРОВАНИИ

Цель занятия: приобрести умение проводить расчеты при проведении определений методами комплексонометрического и осадительного титрования.

Примеры выполнения типовых расчетов

1. На титрование 10 см³ минеральной воды затрачено 10,5 см³ 0,020 М раствора ЭДТА-Na₂. Рассчитайте жёсткость анализируемой воды.

Расчет. $J = 0,020 \cdot 10,5 / 10 = 0,021$ моль/дм³

2. Определите массовую долю (%) магния в алюминиевом сплаве, если после растворения сплава массой 0,5000 г и удаления мешающих элементов объём раствора довели до 100 см³. На титрование 20,00 см³ этого раствора потребовалось 20,06 см³ 0,0100 М раствора ЭДТА-Na₂.

Расчет. Для определения использовали метод пипетирования и способ прямого титрования. Для расчета используем формулу 6.1а:

$$w(\text{Mg}) = 0,0100 \times 20,06 \times 24,3 \times 100 \times 100 / 1000 \times 0,5000 \times 20,00 = 4,87 \%$$

3. Определите массу ртути в растворе, если после прибавления к раствору 25,00 см³ 0,01 М раствора ЭДТА-Na₂ на титрование его избытка израсходовали 10,50 см³ 0,01 М MgSO₄.

Расчет. Для определения использовали метод пипетирования и способ обратного титрования. Для расчета используем формулу 6.1б:

$$m(\text{Hg}) = 25,00 \times 0,01 - 10,50 \times 0,01 \times 200,59 / 1000 = 0,0291 \text{ г,}$$

где 200,59 г/моль – молярная масса ртути.

Задания для расчетов на занятии и самостоятельной работы.

1. Вычислите молярность и титр раствора трилона Б, если на титрование 25,00 см³ его израсходовано 24,45 см³ 0,11 М раствора ZnSO₄. Ответ: 0,1076 моль/дм³; 0,02002 г/см³.

2. Какую навеску цинковой руды, содержащей около 15% Zn, следует взять для анализа, чтобы после растворения и отделения мешающих примесей на титрование Zn²⁺-ионов потребовалось 20,00 см³ 0,1 М раствора трилона Б? Ответ: 0,8700 г.

3. Сколько граммов металлического цинка следует растворить в 100,0 см³ серной кислоты, чтобы на титрование 20,00 см³ полученного раствора пошло 20,00 см³ 0,2 М раствора трилона Б? Ответ: 1,3000 г.

4. На титрование 20,00 см³ раствора NiCl₂ израсходовали 21,22 см³ 0,02063 М раствора трилона Б. Определите содержание соли никеля (г/дм³) в растворе. Ответ: 2,848 г/дм³.

5. Определите содержание MnCl₂ (г/дм³), если на титрование 20,00 см³ раствора израсходовали 17,26 см³ 0,06905 М раствора трилона Б.

Ответ: 7,5 г/дм³.

6. Определите содержание индифферентных примесей в ацетате свинца (ω , %), если на титрование раствора, полученного из навески массой 0,1000 г его, израсходовали 5,84 см³ 0,05 М раствора трилона Б. Ответ: 5,1%.

7. После соответствующей обработки стекло, содержащее Fe(II) массой 3,0340 г перевели в раствор и объём раствора довели водой до 100,0 см³. 20,00 см³ раствора оттитровали 7,06 см³ 0,005 М раствора трилона Б. Определите содержание Fe в стекле (ω , %). Ответ: 0,326%.

8. Определите содержание Mn (ω , %) в медном сплаве, если после растворения пробы массой 0,2062 г и маскировки мешающих элементов на титрование Mn²⁺-ионов пошло 15,42 см³ 0,05 М раствора трилона Б. Ответ: 20, 56%.

ЛАБОРАТОРНЫЕ ЗАНЯТИЯ 12–13

ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

Цель занятий: приобрести навык проведения определений методом гравиметрии.

1. Лабораторная работа. МЕТОД ОТГОНКИ

1. Определение влажности почвы методом отгонки

Теоретическое введение. Влажность грунта (почвы) — это количество воды, содержащейся в порах грунта, выраженное в процентах от массы грунта (почвы), высушенного до постоянной массы при температуре 105 ± 2 °С (около 5 часов). Если в грунте (почве) нет гипса, его можно сушить при температуре 150 °С около 45 мин.

Техника безопасности. Соблюдайте осторожность при работе с нагретым сушильным шкафом, нагретыми стаканчиками, используйте тигельные щипцы, не касайтесь внутренних стенок нагретого шкафа.

Методика

1. Включают сушильный шкаф, устанавливают температуру 150 °С и максимальную скорость нагрева.

2. **Взятие навески.** Разотрите образец почвы в ступке.

Взвесьте стаканчик на лабораторных весах: $m =$ _____ г.

Поместите 5-10 г почвы в этот стаканчик и вновь взвесьте.

Масса стаканчика с навеской $g =$ _____ г.

Навеска почвы: $g_n = g - m =$ _____ = _____ г.

3. Стаканчик с почвой поместите в сушильный шкаф и высушите при температуре до 150 °С в течение примерно 45 мин.

4. Стаканчик извлеките из шкафа, накройте и охладите в эксикаторе 10-20 мин.

5. Взвесьте остывший стаканчик с образцом почвы. $g_1 =$ _____ г,

6. Далее повторяют высушивание (по 30 минут) до постоянной массы (прекращения убыли массы): $g_2 =$ _____ г, $g_3 =$ _____ г, ... $g_i =$ _____ г.

6. Вычислите влажность почвы ω (в процентах) по формуле:

$$\omega_{\text{воды}} = (g - g_i) 100 / g_n,$$

где g_i — масса бюкса с навеской после последнего высушивания.

$$\omega_{\text{воды}} = \text{_____} \%$$

2. Определение кристаллизационной воды

Кристаллизационная вода — вода, входящая в структуру кристаллов кристаллогидратов веществ. Содержание кристаллизационной воды в них обычно соответствует определенным химическим формулам. При хранении некоторые

кристаллогидраты «выветриваются» – теряют часть кристаллизационной воды даже при комнатной температуре, а другие, наоборот, «расплываются», поглощая влагу из воздуха.

При нагревании кристаллогидратов происходит их обезвоживание (дегидратация) - кристаллизационная вода отщепляется. На этом явлении основано гравиметрическое **определение кристаллизационной воды.** Количество кристаллизационной воды определяют **косвенным методом отгонки** - по разности масс навески пробы до и после высушивания или прокаливания. *Метод применим не ко всем кристаллогидратам – многие кристаллогидраты при нагревании не только обезвоживаются, но и разлагаются.*

При определенной температуре проводится **высушивание** (обычно при температуре **100-150 °С** в **сушильном шкафу**) или **прокаливание** (при более высокой температуре в т.н. муфельной электропечи) до **постоянной массы** (прекращения убыли массы) **навески.**

Температура дегидратации (обезвоживания) различна для различных кристаллогидратов.

Высушиванием дигидрата щавелевой кислоты $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ при **90-100 °С** можно получить безводную щавелевую кислоту. При более высокой температуре одновременно происходит частичная возгонка щавелевой кислоты.

Дигидрат хлорида бария $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ высушивают при **120–125 °С.**

Медный купорос - пентагидрат сульфата меди $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$ (ярко-синие кристаллы) обезвоживается ступенчато. При нагревании **105-110°С** он переходит в **тригидрат (голубого цвета)** затем при **140–150 °С** в **моногидрат (белого цвета) сульфата меди.** **Безводный сульфат меди белого цвета (сильно гигроскопичный)** образуется выше **250 °С.**

По разности масс навески пробы до и после высушивания рассчитывают **массовую долю кристаллизационной воды.**

При анализе химически чистых кристаллогидратов, далее можно рассчитать количество молей воды, приходящееся на 1 моль вещества, т. е. установить **формулу кристаллогидрата.**

Пример оформления результатов.

Масса бюкса с обезвоженной солью (g_i): $g_1 = \text{_____ г}$, $g_2 = \text{_____ г}$,

...

По разности масс бюкса с навеской и бюкса с обезвоженной солью находят массу удаленной кристаллизационной воды:

$$m_{\text{в}} = g - g_i = \text{_____} = \text{_____ г}.$$

Расчет результата определения.

1. По полученным данным рассчитывают массовую долю (%) кристаллизационной воды в кристаллогидрате:

$$\omega(\text{H}_2\text{O}) = m_{\text{в}} \cdot 100 / m_{\text{кг}} = \text{_____}$$

2. Рассчитывают (*с точностью 2 значащие цифры*) степень обезвоживания, сопоставляя полученный результат, с теоретическим значением $\omega(\text{H}_2\text{O})$, которое рассчитывают по известной формуле кристаллогидрата (используют молярные массы кристаллогидрата и безводной соли):

$$M_{\text{кг}} = \text{_____}; M(\text{H}_2\text{O}) = \text{_____}$$

$$\omega(\text{H}_2\text{O})_{\text{теор}} =$$

Степень обезвоживания, %:

$$\omega(\text{H}_2\text{O})100/\omega(\text{H}_2\text{O})_{\text{теор}} = \underline{\hspace{2cm}} = \underline{\hspace{1cm}} \%$$

3. В случае полного обезвоживания по полученным данным можно рассчитать число моль воды, приходящееся на 1 моль безводного вещества – формулу кристаллогидрата, и сопоставить результат с известной формулой кристаллогидрата.

Например. После полного обезвоживания 12,2 г кристаллогидрата хлорида бария его масса составила 10,4 г.

Расчет. Уравнение обезвоживания: $\text{BaCl}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O} = \text{BaCl}_2 + x\text{H}_2\text{O}$

$$1. n(\text{BaCl}_2) = m/M = 10,4/208 = 0,05 \text{ моль}$$

$$2. M(\text{BaCl}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}) = m/n = 12,2/0,05 = 244 \text{ г/моль}$$

3. $x = (M(\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) - M(\text{BaCl}_2)) / M(\text{H}_2\text{O}) = (244 - 208)/18 = 2$. Значит, на 1 моль хлорида бария приходится 2 моль воды в этом кристаллогидрате.

Формула кристаллогидрата: $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Уравнение обезвоживания: $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = \text{BaCl}_2 + 2\text{H}_2\text{O}$

2. Практическая часть.

Расчеты при гравиметрических определениях

Цель занятия: приобрести умение проводить расчеты при проведении определений методами гравиметрии.

Примеры выполнения типовых расчетов

1. Какую навеску чугуна, содержащего серу ($w = 2\%$), следует взять для её гравиметрического определения в виде BaSO_4 , чтобы при анализе можно было получить 0,5 г осадка?

Расчет. Вычисляем гравиметрический фактор *пересчёта*

$$F = M(\text{S}) / M(\text{BaSO}_4) = 32 / 233 = 0,1373.$$

Умножив F на массу весовой формы, получаем массу серы:

$$0,5 \cdot 0,1373 = 0,0686 \text{ г.}$$

Вычисляем навеску чугуна, учитывая массовую долю серы:

$$(0,0686 \cdot 100) / 2 = 3,4 \text{ г.}$$

2. Рассчитайте объём 0,05 М раствора Na_2HPO_4 , необходимый для осаждения ионов магния в виде MgNH_4PO_4 из 100 см³ 0,02 М раствора MgCl_2 , если взят 20%-ный избыток раствора Na_2HPO_4 .

Расчет. $\text{MgCl}_2 + \text{Na}_2\text{HPO}_4 + \text{NH}_3 = \text{MgNH}_4\text{PO}_4 + 2\text{NaCl}$.

Из уравнения реакции следует, что на один моль MgCl_2 расходуется 1 моль Na_2HPO_4 . Количество MgCl_2 в растворе составит

$$0,02 \times 100 / 1000 = 0,002 \text{ моль. Находят объём 0,05 М раствора } \text{Na}_2\text{HPO}_4,$$

в котором содержится 0,002 моль этой соли:

$$V = 0,002 / 0,05 = 0,04 \text{ дм}^3 = 40 \text{ см}^3.$$

С учетом 20% избытка общий объём Na_2HPO_4 составит 48 см³.

3. Вычислите число молекул воды в кристаллогидрате ацетата свинца, если из его навески массой 0,3243 г получено 0,2593 г сульфата свинца. Пусть молярная масса кристаллогидрата $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$, будет $M(x)$. $M(\text{PbSO}_4) = 303$ г/моль; $M(\text{H}_2\text{O}) = 18$ г/моль;

$$M(\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2) = 325 \text{ г/моль. } \text{PbSO}_4 - \text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \times \text{H}_2\text{O};$$

$$0,2593 \text{ г} - 0,3243 \text{ г}$$

$$303 \text{ г/моль} - y \text{ г/моль}$$

$$y = 303 \times 0,3243 / 0,2593 = 379 \text{ г/моль.}$$

$$\text{Поскольку } M(x) = M(\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2) + xM(\text{H}_2\text{O})$$

$$x = 379 \cdot 325 / 18 = 3.$$

Таким образом, формула кристаллогидрата – $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$.

Задания для расчетов на занятии и самостоятельной работы.

1. Какие навески сплава, содержащего около 65% Pb и 15% Sn, потребуются для определения этих элементов, если свинец определяют в виде PbSO_4 (m осадка 0,5000 г), а олово в виде SnO_2 (m осадка 0,2000 г).

Ответ: 0,53 г; 1,05 г.

2. Какую навеску вещества, содержащего около 20% NaCl и 30% KCl, следует взять для определения хлорида в виде AgCl (масса осадка 0,5000 г)?

Ответ: 0,4600 г.

3. Какую навеску пирита FeS_2 содержащего около 30% серы, нужно взять для анализа, чтобы получить 0,3000 г осадка BaSO_4 ? Ответ: 0,1400 г.

4. Вычислите содержание Co в сплаве (w,%), если из навески массой 0,2100 г после осаждения кобальта а-нитрозо-б-нафтолом получили прокалённый осадок Co_3O_4 массой 0,1012 г? Ответ: 35,38%.

5. Вычислите содержание Ag (w,%), если из навески анализируемого сплава массой 0,2466 г после соответствующей обработки получили осадок AgCl массой 0,2675 г. Ответ: 81,62%.

6. Сколько молекул воды содержится в молекуле кристаллогидрата сульфата магния, если из его навески массой 0,5520 г получили $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ массой 0,2492 г? Ответ: 7.

7. Какой объём 0,10 М раствора AgNO_3 потребуется для осаждения хлорид-ионов из навески NaCl массой 0,1200 г? Ответ: 21 см³.

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 5

ИТОГОВОЕ ЗАНЯТИЕ ПО МОДУЛЮ 2

Цель занятия: приобрести навык проводить расчеты при проведении определений методами комплексонометрического и осадительного титрования, гравиметрии.

Учебное издание

БЫСТРЯКОВ Владимир Петрович

ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ КОЛИЧЕСТВЕННОГО АНАЛИЗА

Методические рекомендации к выполнению
лабораторных и практических работ

Технический редактор

Г.В. Разбоева

Компьютерный дизайн

А.В. Васехо

Подписано в печать 03.09.2025. Формат 60х84 ¹/₈. Бумага офсетная.

Усл. печ. л. 6,86. Уч.-изд. л. 2,85. Тираж 35 экз. Заказ 101.

Издатель и полиграфическое исполнение – учреждение образования
«Витебский государственный университет имени П.М. Машерова».

Свидетельство о государственной регистрации в качестве издателя,
изготовителя, распространителя печатных изданий
№ 1/255 от 31.03.2014.

Отпечатано на ризографе учреждения образования
«Витебский государственный университет имени П.М. Машерова».
210038, г. Витебск, Московский проспект, 33.