

**МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ
РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН**

**КАЗАХСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ АГРАРНЫЙ
УНИВЕРСИТЕТ**

**КАФЕДРА ПЛОДООВОЩЕВОДСТВА, ХИМИИ И
ЗАЩИТЫ РАСТЕНИЙ**

МАДЕНОВА П.С., АХАТОВА З.С.

АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

УЧЕБНОЕ ПОСОБИЕ

Алматы 2012

УДК 543 (075.8)

ББК 24.4 я73

М13

Рецензенты: доцент кафедры прикладной экологии Казахского Национального технического университета им.К.И.Сатпаева, к.х.н. З.К.Канаева;
доцент кафедры плодо-овощеводства, химии и защиты растений Казахского Национального аграрного университета, к.х.н. Р.И.Идрисова.

Маденова П.С., Ахатова З.С.

Аналитическая химия: Учебное пособие. -Алматы, 2012. -67 С.

ISBN 978-601- 241-349-6

Учебное пособие составлено в соответствии с программой по аналитической химии для высших учебных заведений аграрного профиля и соответствует программе подготовки студентов по кредитной технологии обучения. Перед каждой темой дано краткое теоретическое введение, достаточное для выполнения и оформления результатов работы; а также подробные описания лабораторных работ, вопросы для самопроверки и контрольные вопросы в виде тестов.

Учебное пособие «Аналитическая химия» предназначено для студентов биологических, ветеринарных, зоотехнологических, агрономических и агроинженерных специальностей университетов.

УДК 543 (075.8)

ББК 24.4 я73

Утверждено на заседании Совета факультета технологии растениеводства Казахского Национального аграрного университета, протокол № 6 от 20 января 2012 г.

ISBN 978-601- 241-349-6

© Маденова П.С.,2012.

СОДЕРЖАНИЕ

	стр
Предисловие	5
Правила работы в лаборатории аналитической химии и правила техники безопасности	5
1. Предмет и задачи аналитической химии	7
2. Растворы	8
Лабораторная работа № 1 Приготовление растворов	10
3. Качественный анализ	15
Лабораторная работа № 2. Качественные реакции катионов.....	15
Лабораторная работа № 3. Качественные реакции анионов	19
Контрольные вопросы	22
Лабораторная работа № 4. Анализ минеральных удобрений	24
Контрольные вопросы	26
4. Количественный анализ	28
5. Гравиметрический анализ	28
Лабораторная работа № 5. Определение влажности соли.....	29
Контрольные вопросы	30
6. Титриметрический анализ	32
6.1. Метод нейтрализации	34
Лабораторная работа № 6. Приготовление стандартного раствора тетрабората натрия (буры)	34
Лабораторная работа № 7. Определение молярную концентрацию эквивалента и титра соляной кислоты по стандартному раствору буры	35
Лабораторная работа № 8. Приготовление раствора щелочи и определение его концентрации	37
Лабораторная работа № 9. Определение карбонатной жесткости воды	38
Лабораторная работа № 10. Определение кислотности молока	39
Лабораторная работа № 11. Определение массы серной кислоты	40
Контрольные вопросы	41
6.2. Методы окисления-восстановления. 6.2.1. Перманганатометрия.	44
Лабораторная работа № 12. Установка молярную концентрацию эквивалента и титра перманганата калия по щавелевой кислоте	46
Лабораторная работа № 13. Определение массы железа (II) в соли мора.....	47
Лабораторная работа № 14. Определение окисляемости природной воды в кислой среде	48
6.2.2. Иодометрия	49
Лабораторная работа № 15. Приготовление рабочего раствора тиосульфата натрия и установка его молярной концентрации эквивалента по перманганату калия	50

Лабораторная работа № 16. Определение меди в растворе медного купороса	51
Контрольные вопросы	53
6.3. Комплексонометрия. Трилонометрия	55
Лабораторная работа № 17. Приготовление и стандартизация раствора трилона Б	56
Лабораторная работа № 18. Определение общей жесткости воды.	57
Лабораторная работа № 19. Определение кальция и магния в крови.	58
Лабораторная работа № 20. Определение кальция в молоке	59
Контрольные вопросы	60
7. Физико-химические методы анализа. 7.1.Фотометрия	62
Лабораторная работа № 21. Определение меди в растворе с помощью фотоэлектроколориметра	63
7.2. Хроматография	64
Лабораторная работа № 22. Количественное определение никеля методом осадочной хроматографии на бумаге	65
Использованная литература	67

ПРЕДИСЛОВИЕ

Учебное пособие для выполнения лабораторных работ по аналитической химии составлено в соответствии с программой по аналитической химии для высших учебных заведений аграрного профиля. Наряду с традиционными лабораторными работами они содержат работы, связанные с профилем аграрного ВУЗа, такие как «Качественный анализ минеральных удобрений», «Определение кислотности молока» и другие.

Каждая лабораторная работа имеет лишь краткое теоретическое вступление, поэтому для подготовки к занятиям необходимо изучить соответствующие параграфы учебников. Описания работ включают вопросы для самопроверки и контрольные вопросы в тестовой форме.

ПРАВИЛА РАБОТЫ В ЛАБОРАТОРИИ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И ПРАВИЛА ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ

Правила работы в лаборатории

С начала работы в лаборатории аналитической химии студенты должны усвоить правила работы, являющиеся общими для всех химических лабораторий.

1. Перед началом лабораторной работы необходимо ознакомиться с методикой ее выполнения.

2. Работу проводят всегда в чистой посуде.

3. Не загрязнять реактивы: не оставлять открытыми реактивные склянки, не путать пробки от разных склянок (пробку кладут на стол внешней поверхностью).

4. Нельзя выливать избыток реактива из пробирки в реактивную склянку, а также из стакана или пипетки в общую бутылку.

5. Нельзя уносить реактивы общего пользования на свое рабочее место.

6. Отработанные растворы щелочей, кислот, соединений ртути, свинца, сульфидов нельзя сливать в раковины, соединенные с общей системой канализации. Их сливают в специально отведенные склянки.

7. После окончания работы вымыть посуду, убрать рабочее место и привести в порядок лабораторию.

Правила техники безопасности

1. Не загромождать свое рабочее место лишними предметами.

2. Осторожно пользоваться концентрированными растворами кислот, щелочей, хромовой смесью. Избегать их попадания на кожу и одежду.

3. При отборе концентрированных растворов кислот и щелочей, а также раствора аммиака пипеткой **нельзя засасывать жидкость ртом**, следует на пипетку надеть резиновую грушу и ею набирать необходимый раствор.

4. Работы, связанные с применением концентрированных кислот и щелочей, а также с выделением газов, дыма, проводить только в вытяжном шкафу. Если необходимо проверить на запах выделяющийся газ, надо легким движением ладони направить струю воздуха от пробирки к себе.

5. Запрещается прием пищи в химической лаборатории, после работы необходимо тщательно вымыть руки.

Первая помощь при несчастных случаях

Основные правила первой помощи сводятся к следующему:

1. При ранении стеклом удалите осколки из раны, смажьте края раны раствором иода и перевяжите бинтом.

2. При ожоге кожи реактивом смойте реактив большим количеством вод , а затем либо разбавленной уксусной кислотой (в случае ожога щелочью), либо раствором соды (в случае ожога кислотой), а затем опять водой.

3. При ожоге горячей жидкостью или горячим предметом обожженное место обработайте свежеприготовленным раствором перманганата калия, смажьте обожженное место мазью от ожога или вазелином.

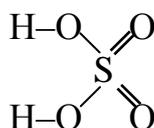
4. При химических ожогах глаз обильно промойте глаза водой, а затем обратитесь к врачу.

6. ПРЕДМЕТ И ЗАДАЧИ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ

Аналитическая химия – это наука о методах определения химического состава и химической структуры веществ.

Состав вещества имеет **качественную** и **количественную** характеристики. Установить состав вещества – значит определить, какие компоненты (элементы, ионы молекулы и т. д.) образуют это вещество и в каких соотношениях.

Структура вещества – это порядок расположения атомов и химической связи между молекулами или ионами веществ. Например, качественный состав серной кислоты H_2SO_4 – это водород, кислород, сера, а количественный состав – 2, 04% водорода, 66, 30% кислорода, 32,65% серы. Структура серной кислоты:



Химический анализ в зависимости от решаемых аналитических задач подразделяют на качественный, количественный и структурный.

Задача качественного анализа – обнаружение компонентов веществ (элементов, ионов, молекул, функциональных групп.)

Задача количественного анализа – определение количественного содержания компонентов или их соотношений к друг другу. Количественному анализу должен предшествовать качественный.

Задача структурного анализа – исследование структуры веществ.

о о р и к а ц и я м е т о д о в а н а л и з а

Химический анализ исследуемых веществ осуществляют с помощью химических, физических и физико-химических методов.

Химические методы основаны на химических реакциях. Они включают весовые (гравиметрические) и объемные (титриметрические) методы анализа.

В *физических методах* измеряют какое-либо физическое свойство вещества, которое является функцией его состава. Например, в спектральном анализе исследуют спектры излучения, возникающие при внесении вещества в пламя горелки. По наличию в спектре линий, характерных для данных элементов, определяют присутствие данных элементов в исследуемом веществе, а по яркости линий – об их количественном содержании.

В *физико-химических методах* анализа состав вещества определяют на основании измерения какого-либо физического свойства с помощью химической реакции. Например, в колориметрическом анализе содержание ионов или молекул устанавливают по степени поглощения светового потока, прошедшего через окрашенный раствор.

2. РАСТВОРЫ

Раствором называются однородная система, состоящая из двух или нескольких компонентов. Раствор из растворителя и растворенного вещества.

Количество растворенного вещества в граммах (m), молях (n_M), молях эквивалента ($n_э$). Количество раствора или растворителя выражают и в граммах, килограммах (m) и в литрах, миллилитрах (V).

Количество растворенного вещества, содержащееся в определенном количестве раствора, называется *концентрацией раствора*. Концентрацию различают следующие способы выражения концентрации растворов: массовая доля растворенного вещества, молярная концентрация, молярная концентрация эквивалентов (нормальная концентрация эквивалентов).

Массовая доля растворенного вещества (ω) показывает количество граммов растворенного вещества, содержащегося в 100 граммах раствора.

$$\omega = \frac{m(x)}{m_{\text{р-р}}} \cdot 100\%$$

Молярная концентрация (C_M) показывает количество растворенного вещества, содержащегося в 1 литре раствора.

$$C_M = \frac{m}{M \cdot V}$$

Молярная концентрация эквивалентов ($C_э$) показывает количество эквивалентов растворенного вещества, содержащегося в 1 литре раствора.

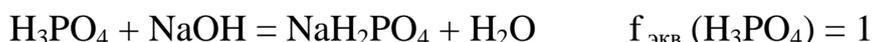
$$C_э = \frac{m}{M_э \cdot V}$$

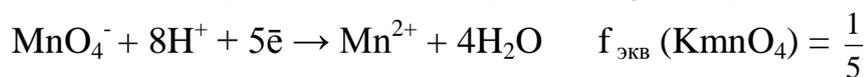
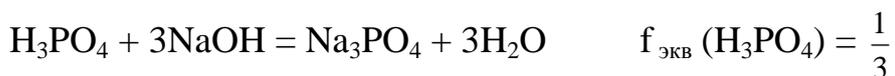
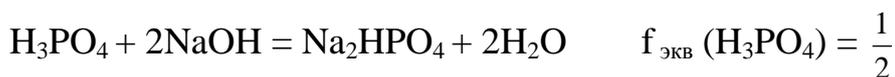
Для приготовления растворов молярной концентрации эквивалентов необходимо знать молярную массу эквивалента вещества.

Молярная масса эквивалента вещества – масса вещества количеством один моль эквивалентов, равная произведению фактора эквивалентности на молярную массу вещества.

$$M_э = f_{\text{ЭКВ}} \cdot M$$

$f_{\text{ЭКВ}}$ – фактор эквивалентности ($f_{\text{ЭКВ}}(X)$) – число, показывающее, какая доля реальной частицы вещества X эквивалентна *одному иону водорода* в кислотно-основной реакции *или одному электрону* в окислительно-восстановительной реакции.





На практике часто бывает необходимо перейти от одного вида концентрации к другому. Для этого нужно четко разграничить количество растворенного вещества и растворителя, массу и объем, моль вещества и моль эквивалента. Связь между этими величинами:

$$n_{\text{M}}(x) = \frac{m(x)}{M(x)}$$

$$n_{\text{Э}}(x) = \frac{m(x)}{M_{\text{Э}}(x)}$$

где M и $M_{\text{Э}}$ – молярная масса и молярная масса эквивалента вещества соответственно.

Плотность раствора:

$$\rho = \frac{m}{V}$$

Пример: Найти молярную концентрацию 10 % раствора сахарозы. Плотность раствора 1.08 г / мл, формула сахарозы – $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$.

Решение: Запишем условие задачи так, чтобы было ясно, какие количества нам даны и в каких единицах измерения:

Количество растворенного вещества	Количество раствора
X_{M}	1000 мл
10 г	100 г

«Столбики» этой записи сознательно отклонены от «вертикалей» вследствие различия единиц измерения. Это сразу определяет необходимость дополнительных предварительных действий:

1) выясним, каково число молей в 10 г сахарозы:

$$n_{\text{M}} = \frac{m}{M} = \frac{10}{342} \text{ моль}$$

2) вычислим массу 1000 мл раствора:

$$m = \rho \cdot V = 1,08 \cdot 1000 \text{ г}$$

Теперь пропорция для решения задачи будет иметь вид:

$$\begin{array}{rclcl} X \text{ моль} & \text{-----} & 1000 \text{ мл} & = & 1,08 \cdot 1000 \text{ г} \\ \frac{10}{342} \text{ моль} = 10 \text{ г} & \text{-----} & & & 100 \text{ г} \end{array}$$

Решаем пропорцию, используя строгие «вертикали» с совпадающими единицами измерения:

$$x = \frac{10}{342} \cdot \frac{1,08 \cdot 1000}{100} = 0,315 \text{ моль/л}$$

Лабораторная работа № 1

ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРОВ

Цель работы: Приготовление растворов различной концентрации из сухого вещества о концентрированного раствора. Ознакомление с мерной химической посудой.

Необходимые приборы и реактивы:

Тетраборат натрия; хлориды калия, натрия, кальция, аммония и магния; сульфаты меди (II) и магния, гидроксиды калия и натрия, концентрированные соляная и серная кислоты, дистиллированная вода, цилиндр, мензурка, стакан, мерная колба, воронка, бюкс, пипетка, ареометр, технические весы, аналитические весы.

Порядок приготовления раствора процентной концентрации из навески твердого вещества

Получите задание у преподавателя.

1. Рассчитайте количество соли для приготовления раствора заданной концентрации.

2. Рассчитанное количество соли отвесьте на технических весах. Сначала взвесьте химический стакан. Затем в стакан наберите соль в количестве, равном расчетному.

3. Рассчитайте необходимое количество воды и отмерьте ее цилиндром или мензуркой. Удельный вес воды равен 1, и 1 мл воды весит 1 г.

4. Отмеренное количество воды налейте в стакан с навеской соли. Тщательно перемешайте стеклянной палочкой до полного растворения кристаллов соли.

5. Приготовленный раствор сдайте преподавателю или лаборанту.

Порядок приготовления раствора процентной концентрации из более концентрированного раствора

Получите задание у преподавателя.

1. Рассчитайте количество концентрированного раствора и воды, требующиеся для получения заданного объема раствора.

2. Приготовьте два цилиндра или мензурки с разным объемом.

3. Маленьким цилиндром отмерьте рассчитанный объем концентрированного раствора. Большим цилиндром или мензуркой отмерьте необходимый объем воды.

4. Воду перелейте в колбу, затем в нее же прилейте небольшими порциями концентрированный раствор.

5. Раствор в колбе перемешайте круговыми движениями.

6. Ополосните цилиндр полученным раствором.

7. Раствор из цилиндра перелейте в колбу.

8. Если раствор нагрелся, охладите его до комнатной температуры.

9. Колбу с раствором подпишите и сдайте преподавателю или лаборанту.

Порядок приготовления раствора молярной концентрации эквивалентов из навески соли

1. Рассчитайте количество соли, необходимое для приготовления раствора.

2. Рассчитайте количество соли отвесьте на технических весах. Сначала взвесьте стакан, затем в стакан наберите соль в количестве, равном расчетному.

3. В мерную колбу вставьте воронку и перенесите взятую навеску на воронку. В стакан налейте небольшое количество воды и слейте ее на воронку. Эту операцию повторите еще два раза.

4. Налейте дистиллированной воды до половины колбы и перемешайте раствор до полного растворения соли.

5. Доведите объем воды в колбе до метки.

6. Закройте колбу пробкой, перемешайте раствор, переворачивая колбу.

7. Приготовленный раствор подпишите и сдайте преподавателю или лаборанту.

Порядок приготовления раствора молярной концентрации эквивалентов из концентрированного раствора

1. Возьмите у преподавателя задание на приготовление нормального раствора.
2. Рассчитайте объем концентрированного раствора для приготовления заданной концентрации.
3. Отмерьте вычисленный объем концентрированного раствора цилиндром.
4. В мерную колбу налейте примерно $2/3$ объема дистил. Воды.
5. Пипетку с раствором перенесите в мерную колбу и дайте раствору равномерно вытекать из пипетки в колбу. Остающиеся в пипетке 1-2 капли раствора слить слегка прикоснувшись нижним концом пипетки ко внутренней стенке мерной колбы. Ни в коем случае не дувать ртом.
6. Перемешайте раствор и доведите его объем водой до метки.
7. Если раствор нагрелся, охладите его до комнатной температуры.
8. Колбу закройте пробкой, перемешайте, переворачивая колбу.
9. Раствор подпишите и сдайте преподавателю или лаборанту.

Решите следующие примеры на приготовление растворов процентной и молярной концентрации эквивалентов

1. Сколько грамм $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ и воды требуется, чтобы приготовить 70 г. 8 % раствор.
2. Сколько гр. $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ и воды требуется, чтобы приготовить 1 кг. 5 % раствора.
3. В 300 г воды растворено 45 г. $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$. Определите процентную концентрацию раствора.
4. Сколько мл. 56 % раствора HNO_3 нужно для приготовления 0,5 л. 20 % раствора.
5. В 500 мл. воды растворено 2,5 г. Na_2CO_3 . Рассчитайте молярную концентрацию эквивалентов раствора.
6. Сколько грамм $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ нужно для приготовления 2 л, $C_{\text{Э}} = 0,5$ моль/л раствора в расчете на безводную соль?
7. Сколько грамм NaNO_3 нужно для приготовления 300 мл, $C_{\text{Э}} = 0,1$ моль/л раствора?
8. Рассчитать молярную концентрацию эквивалентов 36,5 % раствора соляной кислоты ($\rho = 1,18$ г/мл)
9. Сколько мл 44 % раствора KOH ($\rho = 1,46$ г/мл) нужно для приготовления 500 мл, $C_{\text{Э}} = 0,01$ моль/л раствора?

Проделайте следующие лабораторные работы

1. Приготовление растворов заданной процентной концентрации.

Приготовить по указанию преподавателя, один из растворов.

А) Исходя из твердой соли, не содержащей кристаллизационной воды.

А) 10 г 5 %-го раствора NaCl.

Б) 30 г 3 %-го раствора $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$

В) 25 г 10 %-го раствора Na_2HPO_4

Г) 50 г 2 %-го раствора KNO_3

Д) 10 г 12 %-го раствора NH_4Cl

Б) Исходя из твердого кристаллогидрата.

А) 15 г 10 %-го раствора $CuSO_4$ из кристаллогидрата $CuSO_4 \cdot 5H_2O$

Б) 60 г 2 %-го раствора $Al_2(SO_3)_4$ исходя из кристаллогидрата $Al_2(SO_3)_4 \cdot 18H_2O$

В) 100 г 5 %-го раствора $BaCl_2$ из кристаллогидрата $BaCl_2 \cdot 2H_2O$

Г) 50 г 10 %-го раствора Na_2CO_3 из кристаллической соды состава $Na_2CO_3 \cdot 10H_2O$

Д) 80 г 7 %-го раствора Na_2SO_4 из кристаллогидрата состава Na_2SO_4

В) Исходя из более концентрированных растворов

а) 200 мл 20 %-го раствора H_2SO_4 ($\rho = 1,14$) из 96 %-го раствора H_2SO_4 ($\rho = 1,84$)

б) 150 мл 10 %-го раствора HCl ($\rho = 1,04$) из 36 %-го раствора HCl ($\rho = 1,18$)

в) 100 мл 8 %-го раствора $NaOH$ ($\rho = 1,09$) из 24 %-го раствора $NaOH$ ($\rho = 1,27$)

г) 50 мл 12 %-го раствора KOH ($\rho = 1,1$) из 40 %-го раствора KOH ($\rho = 1,41$)

д) 80 г 16 %-го раствора HNO_3 ($\rho = 1,09$) из 36 %-го раствора HNO_3 ($\rho = 1,23$)

II. Приготовление растворов заданной молярной концентрации эквивалентов. Приготовить один из растворов

1) Исходя из твердых солей.

А) 250 мл 0,01 моль/л раствора KNO_3

Б) 200 мл 0,1 моль/л раствора Na_2CO_3 из $Na_2CO_3 \cdot 10H_2O$

В) 250 мл 0,03 моль/л раствора NH_4Cl

Г) 250 мл 0,04 моль/л раствора $Na_2B_4O_7$ из $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$

Д) 200 мл 0,2 моль/л раствора $BaCl_2$ из $BaCl_2 \cdot 2H_2O$

Е) 200 мл 0,5 моль/л раствора KCl

ж) 250 мл 0,1 моль/л раствора CuSO_4 из $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

2) Исходя из более концентрированного раствора.

А) 250 мл 0,2 моль/л раствора KOH из $C_3 = 2$ моль/л раствора KOH

б) 250 мл 0,02 моль/л раствора KOH из $C_3 =$ моль/л раствора KOH

в) 250 мл 0,2 моль/л. Раствора NaOH из 10 %-го раствора NaOH ($\rho = 1,12$ г/мл)

г) 250 мл 0,3 моль/л раствора HCl из 28%-го раствора HCl ($\rho = 1,14$)

д) 250 мл 0,5 моль/л раствора HCl из 20%-го раствора HCl ($\rho = 1,10$ г/мл)

е) 250 мл 0,01 моль/л раствора H_2SO_4 из 30%-го раствора H_2SO_4 ($\rho = 1,22$ г/мл)

ж) 250 мл 0,04 моль/л раствора HNO_3 из $C_M = 1,0$ моль/л раствора HNO_3

7. КАЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ

Растворы большинства исследуемых веществ представляют собой сложные смеси, состоящие из целого ряда ионов. Для их обнаружения используют химические реакции, сопровождающиеся наглядным внешним эффектом, например изменением окраски раствора, растворением или выпадением осадка, выделением газообразного продукта. Такие реакции называются *качественными реакциями*.

Анализ исследуемых веществ проводят *дробным и систематическим* методами. *Дробный* метод анализа основан на применении специфических реакций, при помощи которых можно в любой последовательности обнаружить определяемые ионы в отдельных пробах исследуемого раствора.

При *систематическом* анализе соблюдают определенную последовательность выполнения реакций, т.е. каждый ион обнаруживают только после того, как будут удалены другие ионы, мешающие его обнаружению.

Вопросы для самопроверки:

1. Что изучает аналитическая химия?
2. Какие разделы аналитической химии Вы знаете?
3. Что называется качественным анализом?
4. Какой анализ называют систематическим?
5. Какой анализ называется дробным?
6. Какая реакция называется качественной?
7. Какой реактив называется групповым?

Лабораторная работа № 2

КАЧЕСТВЕННЫЕ РЕАКЦИИ КАТИОНОВ

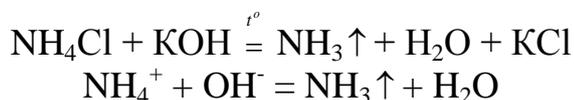
Цель работы: Изучение качественных реакций катионов, наиболее часто встречающихся в сельскохозяйственном анализе.

Необходимые приборы и реактивы:

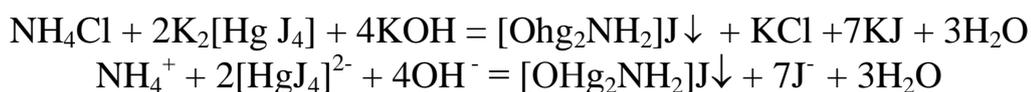
1. Штатив с набором реактивных склянок с растворами: хлоридов аммония, калия, натрия, кальция, магния, сульфатов меди (II) и железа (II), хлорида железа (III), гидроксидов калия, натрия и аммония, соляной, уксусной и азотной кислот, реактива Несслера, гексанитрокобальтата (III) натрия, гидрофосфата натрия, оксалата аммония, красной кровяной соли, желтой кровяной соли, роданида аммония.
2. Штатив с пробирками для полумикроанализа, спиртовка, стеклянная палочка, петля из платиновой или нихромовой проволоки, фарфоровая чашка, полоски фильтровальной бумаги.

ОПЫТ 1. Открытие катиона аммония (NH₄⁺)

а) *Действие щелочи.* В пробирку помещают 2-3 капли раствора хлорида аммония и добавляют 3-5 капель раствора гидроксида натрия или калия. Смесь нагревают и обнаруживают выделяющийся газообразный аммиак по запаху:



б) *Действие реактива Несслера.* В пробирку с 1-2 каплями раствора хлорида аммония добавляют 3-5 капель (избыток) реактива Несслера, являющегося продуктом взаимодействия комплексной соли тетраиодомеркурата (II) калия с гидроксидом калия (K₂[HgI₄] + KOH). Реактив Несслера дает с солями аммония красно-бурый осадок иодида оксодимеркураммония:



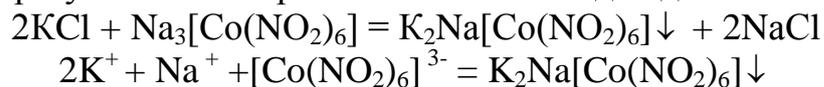
Эта реакция очень чувствительна и показывает присутствие даже следов иона аммония.

в) *Термическое разложение солей аммония.* Так как катион аммония мешает открытию ионов калия и натрия, его необходимо удалить из смеси путем термического разложения. В фарфоровую чашку помещают несколько капель раствора хлорида аммония, выпаривают его досуха и прокалывают до прекращения выделения белого дыма.



ОПЫТ 2. Открытие катиона калия (K⁺)

В пробирку с 2-3 каплями хлорида калия прибавляют такое же количество раствора гексанитрокобальтата (III) натрия Na₃[Co(NO₂)₆], который с ионами калия образует желтый кристаллический осадок двойной соли:



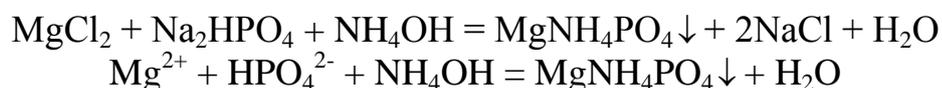
Ионы аммония мешают открытию катионов калия этой реакцией, поэтому их предварительно удаляют. Осаждение катионов калия надо вести из нейтральных или уксусно-кислых растворов, чтобы избежать разложения реактива.

ОПЫТ 3. Открытие катиона натрия (Na^+) «сухим» путем

Платиновую или нихромовую проволочку предварительно прокаливают в пламени спиртовки пока последнее не станет бесцветным. Затем смачивают проволочку раствором соли натрия и вновь вносят в пламя, которое при этом окрашивается в яркий желтый цвет.

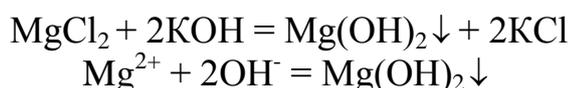
ОПЫТ 4. Открытие катиона магния (Mg^{2+})

8. *Действие гидрофосфата натрия.* В пробирку помещают 2-3 капли раствора хлорида магния, добавляют 2 капли раствора хлорида аммония, 4 капли раствора гидрофосфата натрия Na_2HPO_4 , а затем по каплям вводят раствор аммиака до запаха. Для ликвидации пересыщения необходимо потереть стеклянной палочкой о внутренние стенки пробирки. Наблюдают образование белого кристаллического осадка двойной соли фосфата магний-аммония:

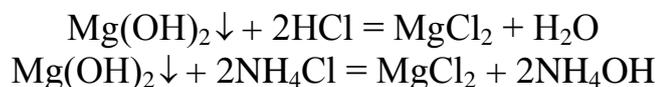


Добавка раствора хлорида аммония необходима для предотвращения выпадения осадка гидроксида магния.

Б) *Действие щелочи.* В пробирку с 4-5 каплями раствора хлорида магния добавляют 4-5 капель раствора гидроксида натрия или калия. Выпадает белый аморфный осадок:



Полученный осадок делят на две части и испытывают его растворимость в соляной кислоте и растворе хлорида аммония.

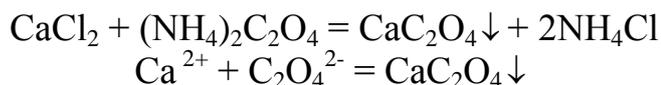


Хлорид аммония способен растворять осадок гидроксида магния, потому что ионы аммония связывают ионы гидроксида труднорастворимого вещества $\text{Mg}(\text{OH})_2$ в слабый электролит и, тем самым, снижают произведение концентраций ионов до величины, меньшей, чем произведение растворимости гидроксида магния, которое равно $5 \cdot 10^{-12}$.

ОПЫТ 5. Открытие катиона кальция (Ca^{2+})

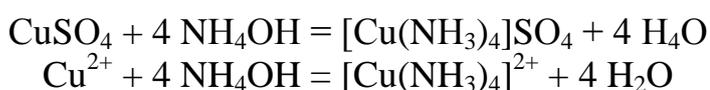
В пробирку с 2-3 каплями раствора хлорида кальция добавляют 2-3 капли раствора уксусной кислоты до $\text{pH} < 7$ и несколько капель раствора оксалата

аммония. Выпадает белый, мелкокристаллический осадок оксалата кальция, способный растворяться в минеральных кислотах:



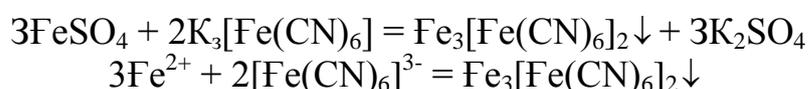
ОПЫТ 6. Открытие катиона меди (II) (Cu^{2+})

К 1-3 каплям раствора сульфата меди (II) в пробирке добавляют по каплям раствор аммиака. Выпадает голубой осадок гидроксополисульфата $\text{Cu}_2(\text{OH})_2\text{SO}_4$, который затем превращается в темно-синий раствор тетраамминкупросульфата:



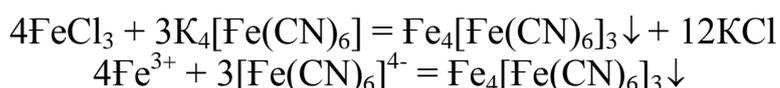
ОПЫТ 7. Открытие катиона железа (II) Fe^{2+} капельным методом

На полоску фильтровальной бумаги тонким капилляром наносят каплю раствора красной кровяной соли $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ (гексацианоферрат (III) калия). На влажную каплю другим капилляром наносят одну каплю исследуемого раствора сульфата железа (II). Наблюдают образование осадка турбуллевой сини:

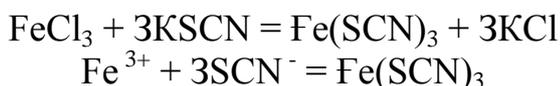


ОПЫТ 8. Открытие катиона железа (III) Fe^{3+} капельным методом

9. *Действие желтой кровяной соли.* На полоску фильтровальной бумаги капилляром наносят каплю раствора желтой кровяной соли $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ (гексацианоферрат (II) калия). К влажному пятну прикасаются другим капилляром с раствором хлорида железа (III). Получается темно-синий осадок берлинской лазури:



б) *Действие роданида калия.* В центр пятна, полученного на полоске фильтровальной бумаги при нанесении капли раствора хлорида железа (III), капилляром наносят каплю раствора роданида калия. Появляется темно-красное пятно, характерное для железа в степени окисления +3:



Лабораторная работа № 3

КАЧЕСТВЕННЫЕ РЕАКЦИИ АНИОНОВ

Цель работы: Изучение качественных реакций анионов, наиболее часто встречающихся в сельскохозяйственном анализе.

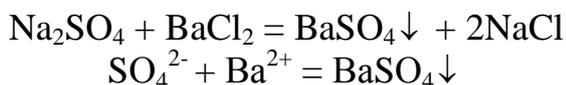
Необходимые приборы и реактивы:

1. Реактивные склянки с растворами: сульфата натрия, хлорида бария, карбоната натрия, гидрофосфата натрия, силиката натрия, тетрабората натрия (буры), хлорида натрия, нитрата серебра, иодида калия, нитрата калия, азотной, серной и соляной кислот, молибденовой жидкости (раствора молибдата аммония в азотной кислоте), этиловый спирт, хлорная вода, бензол. Раствор дифениламина в концентрированной серной кислоте.

3. Штатив с пробирками для полумикроанализа, водяная баня, тигель, фарфоровая чашка.

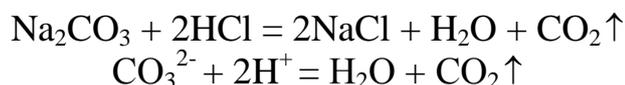
ОПЫТ 1. Открытие сульфат-аниона (SO_4^{2-})

В пробирку с 2-3 каплями сульфата натрия добавляют 3-4 капли азотной кислоты и несколько капель раствора хлорида бария. Появление белого, нерастворимого в азотной кислоте осадка сульфата бария, указывает на присутствие сульфат-аниона в исследуемом растворе:



ОПЫТ 2. Открытие карбонат-аниона (CO_3^{2-})

К 2-3 каплям раствора карбоната натрия в пробирке добавляют 2-3 капли раствора соляной кислоты. Наблюдают выделение газообразного диоксида углерода, что характерно для солей угольной кислоты:



Эта реакция позволяет открывать карбонат-анион в присутствии других анионов.

ОПЫТ 3. Открытие фосфат-аниона (PO_4^{3-})

Анион фосфорной кислоты открывается молибденовой жидкостью (раствором молибдата аммония $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$) по образованию желтого осадка комплексной соли. Для успешного проведения этой реакции требуется избыток

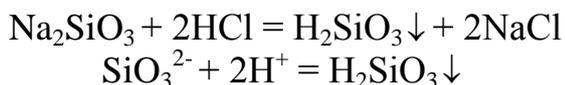
молибденовой жидкости, так как осадок может растворяться в исходной фосфорнокислой соли:



1 мл молибденовой жидкости предварительно нагревают на водяной бане, к нагретому раствору добавляют 2-3 капли раствора гидрофосфата натрия. Если осадок не образуется сразу, смесь надо оставить на некоторое время постоять.

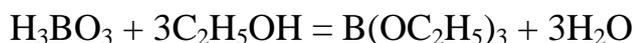
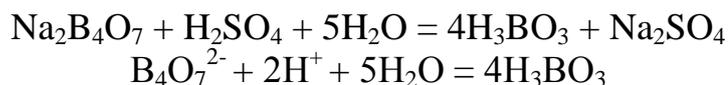
ОПЫТ 4. Открытие силикат-аниона (SiO_3^{2-})

К 5-6 каплям раствора силиката калия или натрия добавляют 2-3 капли раствора соляной кислоты. В результате обменной реакции образуется гель кремниевой кислоты:



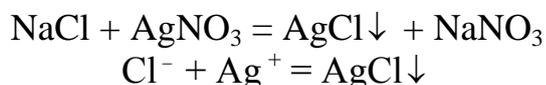
ОПЫТ 5. Открытие борат-аниона ($\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$)

Бесцветное пламя окрашивается летучими соединениями бора (сложные эфиры борной кислоты и этилового спирта) в зеленый цвет. 5 капель раствора буры выпаривают в тигле досуха. После охлаждения добавляют 3 капли концентрированной серной кислоты и 6 капель этилового или метилового спирта. Полученную смесь поджигают и наблюдают окрашивание пламени в зеленый цвет:

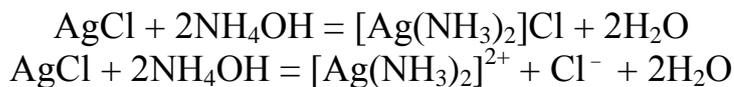


ОПЫТ 6. Открытие аниона хлора (Cl^-)

К 1-2 каплям раствора хлорида натрия или калия добавляют 2-3 капли раствора азотной кислоты и 1 каплю раствора нитрата серебра. Выделяется белый творожистый осадок хлорида серебра, темнеющий на свету:

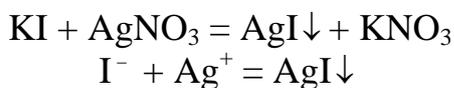


К полученному осадку добавляют раствор аммиака и наблюдают растворение хлорида серебра с образованием комплексной соли – хлорида диамминсеребра:

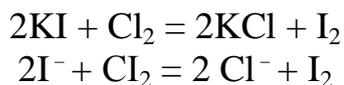


ОПЫТ 7. Открытие аниона иода (I⁻)

А) В пробирку с 1-2 каплями иодида калия добавляют 1 каплю раствора нитрата серебра. Выпадает желтый осадок иодида серебра, не растворяющийся в аммиаке.



б) Чувствительной реакцией является окисление ионов иода до свободного иода действием хлорной воды:



В пробирку помещают 4-5 капель раствора иодида калия, добавляют 1-2 капли разбавленной серной кислоты, 4-5 капель бензола и 2-3 капли хлорной воды. При энергичном встряхивании бензольный слой окрашивается в розовый или фиолетовый цвет вследствие выделения элементарного иода. В органических растворителях иод растворяется лучше, чем в воде, поэтому происходит экстракция иода в бензольный слой.

ОПЫТ 8. Открытие нитрат-аниона (NO₃⁻)

На часовое стекло или фарфоровую чашку наносят 2-3 капли раствора нитрата калия и 1-2 капли раствора дифениламина в концентрированной серной кислоте. Под действием нитрат-ионов дифениламин (C₆H₅)₂NH окисляется до продукта, окрашенного в темно-синий цвет.

После выполнения частных реакций выполните лабораторную работу: «Анализ минеральных удобрений».

Контрольные вопросы:

1. Какая реакция используется для обнаружения катионов аммония?

- a) $\text{NH}_3 + \text{H}^+ = \text{NH}_4^+$
- b) $\text{NH}_3 + \text{H}_2\text{O} = \text{NH}_4\text{OH}$
- c) $\text{NH}_4^+ + \text{HOH} = \text{NH}_4\text{OH} + \text{H}^+$
- d) $\text{N}_2 + 3 \text{H}_2 = 2\text{NH}_3$
- e) $\text{NH}_4^+ + \text{OH}^- = \text{NH}_3 + \text{H}_2\text{O}$

2. Какой реактив является групповым для Cl^- , Br^- , I^- ?

- a) BaCl_2
- b) AgNO_3
- c) $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$
- d) $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$
- e) NaNO_3

1. Какой реактив используется для обнаружения Mg^{2+} ?

- a) Na_3PO_4
- b) NaOH
- c) Na_2HPO_4
- d) $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$
- e) KH_2SbO_4

4. Какая реакция используется для обнаружения Cu^{2+} ?

- a) $\text{Cu}^{2+} + 4\text{NH}_3 = [\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$
- b) $\text{Cu}^{2+} + 2\text{OH}^- = \text{Cu}(\text{OH})_2$
- c) $\text{Cu}^{2+} + \text{S}^{2-} = \text{CuS}$
- d) $\text{Cu}^{2+} + \text{SO}_3^{2-} = \text{CuSO}_3$
- e) $3\text{Cu}^{2+} + 2\text{PO}_4^{3-} = \text{Cu}_3(\text{PO}_4)_2$

5. Какая реакция используется для обнаружения SO_4^{2-} ?

- a) $\text{Ba}^{2+} + \text{SO}_4^{2-} = \text{BaSO}_4$
- b) $2\text{Ag}^+ + \text{SO}_4^{2-} = \text{Ag}_2\text{SO}_4$
- c) $\text{Pb}^{2+} + \text{SO}_4^{2-} = \text{PbSO}_4$
- d) $\text{Hg}_2^{2+} + \text{SO}_4^{2-} = \text{Hg}_2\text{SO}_4$
- e) $\text{Mn}^{2+} + \text{SO}_4^{2-} = \text{MnSO}_4$

6. Какая реакция используется для обнаружения CO_3^{2-} ?

- a) $\text{Ca}^{2+} + \text{CO}_3^{2-} = \text{CaCO}_3$
- b) $\text{Ba}^{2+} + \text{CO}_3^{2-} = \text{BaCO}_3$
- c) $\text{Cu}^{2+} + \text{CO}_3^{2-} = \text{CuCO}_3$
- d) $\text{CO}_3^{2-} + 2\text{H}^+ = \text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O}$
- e) $\text{Mg}^{2+} + \text{CO}_3^{2-} = \text{MgCO}_3$

10. Какая реакция используется для обнаружения Fe^{3+} ?

- a) $\text{Fe}^{3+} + 3\text{OH}^- = \text{Fe}(\text{OH})_3$
- b) $\text{Fe}^{3+} + \text{PO}_4^{3-} = \text{Fe}(\text{PO}_4)$
- c) $2\text{Fe}^{3+} + 3\text{S}^{2-} = \text{Fe}_2\text{S}_3$
- d) $4\text{Fe}^{3+} + 3[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-} = \text{Fe}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3$
- e) $2\text{Fe}^{3+} + 3\text{CO}_3^{2-} = \text{Fe}_2(\text{CO}_3)_3$

8. Какая реакция используется для обнаружения Cl^- ?

- a) $\text{Pb}^{2+} + 2\text{Cl}^- = \text{PbCl}_2$
- b) $\text{NaCl} + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow \text{Na}_2\text{SO}_4 + \text{HCl}$
- c) $\text{Hg}_2^{2+} + 2\text{Cl}^- = \text{Hg}_2\text{Cl}_2$
- d) $2\text{Cl}^- + \text{F}_2 = 2\text{F}^- + \text{Cl}_2$
- e) $\text{Ag}^+ + \text{Cl}^- = \text{AgCl} \downarrow$

11. Какими реактивами можно обнаружить PO_4^{3-} ?

- a) BaCl_2 в нейтральной среде
- b) AgNO_3 в присутствии HNO_3
- c) $\text{Pb}(\text{NO})_3$ в присутствии HNO_3
- d) $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$, HNO_3
- e) CaCl_2

12. С помощью каких реакций обнаруживают NO_3^- в растворе?

- a) Окисления-восстановления
- b) Осаждения
- c) Нейтрализации
- d) Комплексообразования
- e) Разложения

АНАЛИЗ МИНЕРАЛЬНЫХ УДОБРЕНИЙ

Цель работы: Проведение анализа минерального удобрения дробным путем и установление его состава.

Необходимые приборы и реактивы:

Исследуемое удобрение, массой 2 г, штатив с набором реактивных склянок с необходимыми растворами, большая и маленькие пробирки, спиртовка, синяя и красная лакмусовая бумаги, платиновая проволока, фарфоровая чашка.

Для поддержания плодородия почв и создания нормальных условий роста и развития сельскохозяйственных растений в почву вносят различные минеральные и органические удобрения. Главными из них являются калийная, натриевая, аммонийная и кальциевые селитры (соли азотной кислоты) – KNO_3 , $NaNO_3$, NH_4NO_3 , $Ca(NO_3)_2$, фосфаты кальция и аммония (двойной суперфосфат – $Ca(H_2PO_4)_2$, преципитат – $CaHPO_4$, аммофос – $NH_4H_2PO_4$ и диаммофос – $(NH_4)_2HPO_4$), сульфат аммония – $(NH_4)_2SO_4$, хлорид калия KCl , калимагнезия – $K_2SO_4 \cdot 2MgSO_4$.

Для гипсования солонцеватых почв применяют сульфат кальция $CaSO_4$, а для известкования кислых почв используют известь $Ca(OH)_2$ или известняк $CaCO_3$.

Ход работы:

13. Проба на растворимость. Небольшую часть полученного для анализа удобрения помещают в маленькую пробирку и добавляют 1 мл воды. Если при перемешивании образец не растворяется в холодной воде, смесь подогревают. Если вещество не растворяется в горячей воде, надо провести его растворение в разбавленной соляной кислоте. При этом стоит обратить внимание на характер растворения: если процесс сопровождается вспениванием и выделением газа CO_2 , это значит, что исследуемое вещество является солью угольной кислоты.

Подобрав соответствующий растворитель, производят растворение основной массы образца в большой пробирке так, чтобы объем полученного раствора составил 5-7 мл.

2. В приготовленном растворе открывают катионы и анионы частными реакциями дробным путем. Из основного раствора отбирают пипеткой по 3-5 капель в маленькие пробирки для проведения следующих проб:

1) проба на лакмус.

Одну каплю водного раствора исследуемого удобрения наносят на полоску красной лакмусовой бумаги, другую каплю раствора наносят на полоску синей лакмусовой бумаги. По изменению окраски индикатора судят о кислой или щелочной реакции раствора с целью установления характера

гидролиза удобрения. Если цвет лакмусовой бумаги не изменяется, считают, что удобрение является нейтральным.

2) Проба на катион аммония NH_4^+ .

К 5 каплям исследуемого раствора добавляют 3-5 капель раствора гидроксида натрия или калия, полученную смесь нагревают. Если наблюдается выделение газообразного аммиака (по запаху), удобрение является солью аммония.

3) Проба на сульфат-анион SO_4^{2-} .

К 3-5 каплям раствора удобрения приливают 3-5 капель азотной кислоты и 3 капли раствора хлорида бария. Если появляется нерастворимый в азотной кислоте белый осадок, в удобрении имеется сульфат-анион.

4) Проба на ионы Cl^- и PO_4^{3-} .

(проводится в том случае, если удобрение растворено в воде).

К 3-5 мл водного раствора удобрения прибавляют 3 капли раствора нитрата серебра. Появление белого творожистого осадка, способного растворяться в аммиаке, указывает на присутствие иона хлора.

Если появляется желтый осадок, растворимый в азотной кислоте, это указывает на присутствие фосфат-аниона. В этом случае рекомендуется провести дополнительное испытание раствора на фосфат-анион с молибденовой жидкостью.

5) Проба на катион кальция Ca^{2+} .

К 3-5 каплям раствора удобрения приливают 3-4 капли раствора оксалата аммония $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$. При наличии катионов кальция выпадает белый кристаллический осадок оксалата кальция.

6) Проба на катион натрия Na^+ «сухим» путем.

В пламени спиртовки предварительно прокалывают платиновую проволочку, пока пламя не станет бесцветным. Смачивают проволочку исследуемым раствором и вновь вносят в пламя. Появление яркого желтого окрашивания свидетельствует о наличии ионов натрия.

7) Проба на нитрат – анион NO_3^- .

Одну каплю исследуемого раствора помещают на дно фарфоровой чашки и добавляют одну каплю раствора дифениламина в концентрированной серной кислоте. Если появится синее окрашивание, в растворе имеется нитрат-анион.

8) Проба на катион калия K^+ .

К 3-5 каплям раствора удобрения приливают 2-3 капли раствора гексанитрокобальтата (III) натрия. О присутствии в удобрении катиона калия можно судить по появлению желтого осадка гексанитрокобальтата (III) калия-натрия.

9) Проба на карбонат-анион CO_3^{2-} .

К 3-5 каплям раствора удобрения (или к сухому удобрению) приливают раствор соляной кислоты. Выделение пузырьков газа оксида углерода (!У) говорит о наличии аниона угольной кислоты.

Результаты анализа заносят в следующую таблицу: (в случае присутствия того или иного иона в соответствующей графе ставят знак «+», отсутствия – «-»).

Анионы	Катионы				Уравнения реакций обнаружения катиона и аниона
	NH_4^+	Ca^{2+}	Na^+	K^+	
SO_4^{2-}	/	/	/	/	
Cl^-	/	/	/	/	
PO_4^{3-}	/	/	/	/	
NO_3^-	/	/	/	/	
CO_3^{2-}	/	/	/	/	

На основании данных проведенного качественного анализа запишите формулу соли, входящей в состав исследуемого удобрения. Составьте молекулярные и ионные уравнения реакций, которыми были открыты катион и анион этого удобрения.

10) Качественный анализ образцов микроудобрений.

Для анализа образцов микроудобрений на содержание железа, меди, кобальта, марганца, бора рекомендуется провести соответствующие качественные реакции, описанные в лабораторных работах 1 и 2.

Контрольные вопросы:

1. Какому удобрению отвечает формула: $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$?

- простой суперфосфат
- двойной суперфосфат
- преципитат
- кальциевая селитра
- аммофос

2. Наиболее богато фосфором удобрение:

- простой суперфосфат
- двойной суперфосфат
- преципитат
- диаммофос
- а) фосфоритная мука.

3. Селитрами называются соли:

- a) фосфорной кислоты
- b) соляной кислоты
- c) серной кислоты
- d) азотной кислоты
- e) угольной кислоты.

4. К микроудобрениям относится:

- a) двойной суперфосфат
- b) хлорид калия
- c) натриевая селитра
- d) аммофос
- e) сульфат марганца(II)

5. Какое удобрение является гидролитически кислым?

- a) хлорид аммония
- b) калийная селитра
- c) натриевая селитра
- d) кальциевая селитра
- e) хлорид калия

6. Качественная реакция: $\text{NH}_4^+ + \text{OH}^- = \text{NH}_3 \uparrow + \text{H}_2\text{O}$ используется для распознавания:

- a) солей аммония
- b) фосфорных удобрений
- c) калийных удобрений
- d) микроудобрений
- e) не используется в анализе удобрений

7. Окрашивание пламени в желтый цвет при внесении платиновой проволочки, смоченной раствором удобрения, свидетельствует о присутствии в нем катионов:

- a) калия
- b) аммония
- c) меди
- d) натрия
- e) кальция

14. К нерастворимым в воде удобрениям относится:

- a) фосфоритная мука
- b) двойной суперфосфат
- c) сульфат аммония
- d) натриевая селитра
- e) аммофос

4. КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ

Задача *количественного анализа* – определение количественного содержания компонентов или их соотношений к друг другу.

Химические методы анализа основаны на химических реакциях. Они подразделяются на две группы: *гравиметрический* (весовой) и *титриметрический* (объемный) методы анализа.

Гравиметрический анализ основан на точном измерении *массы* продукта реакции.

Титриметрический анализ основан на точном измерении *объема* раствора известной концентрации, который затрачивается на реакцию с определяемым веществом.

5. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

Сущность гравиметрического анализа заключается в том, что определяемый компонент анализируемого вещества при помощи различных операций полностью выделяют из него в виде осадка, фильтруют, высушивают, прокаливают до постоянной массы и взвешивают. Зная массу полученного осадка можно определить по его химической формуле, сколько в нем содержалось искомой составной части.

Возможен и другой вариант гравиметрического анализа: искомую часть удаляют, взвешивают остаток и по разнице между навеской и остатком определяют анализируемый компонент.

Вопросы для самопроверки:

1. Каковы задачи количественного анализа?
2. На какие группы делятся химические методы количественного анализа?
3. Какой метод анализа называется гравиметрическим?
4. Какая физическая величина измеряется в гравиметрическом методе анализа?
5. Что называется произведением растворимости? Напишите выражение для произведения растворимости $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$.
6. Каковы условия выпадения и растворения осадков с точки зрения правила произведения растворимости?
7. Каким требованиям должны удовлетворять осадки в гравиметрическом анализе?
8. Что такое форма осаждения и весовая форма?
9. Что такое аналитический множитель или фактор пересчета?
10. На чем основан гравиметрический метод определения влажности соли?

Лабораторная работа № 5

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЛАЖНОСТИ СОЛИ

Цель работы: Определение влажности соли и приобретение навыков взвешивания на аналитических весах.

Необходимые приборы и реактивы: аналитические весы, сушильный шкаф, бюкс, анализируемая соль.

Гравиметрический метод определения влажности соли основан на испарении гигроскопической влаги в процессе прокаливания навески исследуемого вещества до постоянной массы. Этот метод находит применение при анализе почв, растительного сырья, древесины и других объектов.

Перед выполнением данной работы необходимо ознакомиться с устройством аналитических весов и правилами взвешивания на них.

Ход работы:

1. Нумерованный стеклянный бюкс с крышкой высушивают в сушильном шкафу при температуре 105° в течение 20 минут, затем охлаждают его в эксикаторе до комнатной температуры (10-15 минут) и взвешивают на аналитических весах. При всех указанных операциях крышка бюкса должна быть открыта.

2. Высушивание, охлаждение и взвешивание пустого бюкса повторяют до получения постоянной массы (разница между двумя взвешиваниями не должна превышать 0,0002 г.)

3. В бюксе берут навеску влажной соли около 1,5 г. Массу записывают с точностью до 0,0001 г.

4. Помещают бюкс с солью в сушильный шкаф на 30 минут. После высушивания и охлаждения в эксикаторе взвешивают бюкс с сухой солью.

5. Проводят повторное высушивание, охлаждение и взвешивание до постоянной массы.

Данные опыта.

- | | |
|--|-----------------|
| 1. Масса пустого бюкса (а г.) | 1 взвешивание - |
| | 2 взвешивание - |
| 2. Масса бюкса с влажной солью (b г) - | |
| 3. Масса бюкса с сухой солью (с г) | 1 взвешивание - |
| | 2 взвешивание - |

Расчет.

1. Определяют массу взятой для анализа соли по разности:

$$B = b - a$$

1. Находят массу влаги по разности:

$$A = b - c$$

Рассчитывают массовую долю влажности соли по формуле:

$$\omega = \frac{A}{B} \cdot 100\%$$

Контрольные вопросы:

1. $PP(\text{AgCl}) = 1.8 \cdot 10^{-10}$. В каком случае произойдет выпадение осадка AgCl ? Если...

- a) $[\text{Ag}^+] \cdot [\text{Cl}^-] = 1,1 \cdot 10^{-15}$
- b) $[\text{Ag}^+] \cdot [\text{Cl}^-] = 2,2 \cdot 10^{-5}$
- c) $[\text{Ag}^+] \cdot [\text{Cl}^-] = 3,2 \cdot 10^{-12}$
- d) $[\text{Ag}^+] \cdot [\text{Cl}^-] = 7,2 \cdot 10^{-11}$
- e) $[\text{Ag}^+] \cdot [\text{Cl}^-] = 4,2 \cdot 10^{-10}$

2. Каков порядок выполнения качественного и количественного анализов?

- a) Очередность анализов не имеет значения
- b) Количественный анализ предшествует качественному
- c) Качественный анализ предшествует количественному
- d) Качественный и количественный анализы выполняются одновременно
- e) Важен только один из анализов

3. Какую навеску хлорида бария $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ нужно взять для определения содержания в нем бария? Формула осадка BaSO_4 , масса осадка 0,5 г.

- a) 0,1-0,2 г
- b) 0,5-0,6 г
- c) 1-2 г
- d) 0,3-0,4 г
- e) 0,01-0,02 г

4. На раствор, содержащий равные количества хлоридов и иодидов, действуют раствором AgNO_3 . Какая соль осаждается в первую очередь? $PP_{\text{AgCl}} = 1,8 \cdot 10^{-10}$, $PP_{\text{AgI}} = 8,3 \cdot 10^{-17}$

- a) Хлорид серебра
- b) Одновременно
- c) Иодид серебра
- d) Хлорид серебра и, частично, иодид серебра
- e) Иодид серебра и, частично, хлорид серебра.

5. Какова точность взвешивания на аналитических демпферных весах (г)?

- a) $\pm 0,002$
- b) $\pm 0,0002$
- c) $\pm 0,0001$
- d) $\pm 0,001$
- e) $\pm 0,005$

6. На чашке аналитических весов находятся разновески – 10; 5; и 2г, показания дисков – 060; шкалы – (+ 60). Укажите массу предмета (г).

- a) 17,6060
- b) 17,0606
- c) 17,6006
- d) 17,0660
- e) 17,0662

7. Укажите предельную нагрузку(г) аналитических весов.

- a) 100
- b) 200
- c) 250
- d) 150
- e) 300

8. Укажите правильный способ взвешивания гигроскопического вещества на аналитических весах.

- a) в химическом стакане
- b) на часовом стекле
- c) в закрытом бюксе
- d) в открытом бюксе
- e) на бумаге (кальке).

9. Укажите правильно записанную массу исходного вещества (г), взвешенного на аналитических весах с допустимой погрешностью:

- a) 5,7482± 0,0001
- b) b) 5,7482 ± 0,0002
- c) c) 5,7482 ± 0,2
- d) d) 5,7482 ± 0,002
- e) 5,7482 ± 0,02.

10. При анализе карбонатной породы из навески, массой 0,5310 г после соответствующей обработки получили осадок $Mg_2P_2O_7$ массой 0,01460 г. Вычислите массовую долю (%) $MgCO_3$ в образце.

- a) 2,12 %
- b) 15,25 %
- c) 21,2 %
- d) 35,0 %
- e) 56,89 %

6. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

Титриметрический (объемный) анализ основан на точном измерении объема раствора известной концентрации, который затрачивается на реакцию с определяемым веществом.

Раствор известной концентрации называется *стандартным раствором*. Определение концентрации анализируемого раствора проводят путем *титрования*. *Титрованием* называется постепенное приливание рабочего раствора к раствору определяемого вещества. Момент окончания титрования, когда все анализируемое вещество вступило в реакцию, называется *точкой эквивалентности* (стехиометричности). Для титрования в бюретку наливают раствор известной концентрации и устанавливают бюретку в рабочее положение. Раствор, которым титруют, называют *рабочим* или *титрантом*. Пипеткой отбирают точный объем раствора, концентрацию которого надо определить, и переносят его в коническую колбу. Если конец титрования определяют по индикатору, в колбу добавляют 2-3 капли индикатора. Титрование проводят на фоне белого листа бумаги. При титровании по каплям приливают раствор с известной концентрацией из бюретки в колбу с анализируемым раствором, который непрерывно перемешивают. Конец титрования устанавливают по изменению окраски индикатора. *Индикаторами* называются вещества, которые изменяют свою окраску в точке эквивалентности. Результат титрования (объем раствора, пошедшего на титрование) записывают. Если результаты двух титрований отличаются более, чем на 0,3 мл титрование повторяют.

По типу используемых химических реакций титриметрический анализ подразделяется на метод нейтрализации, методы окисления-восстановления, метод комплексонометрии, методы осаждения. Каждый метод характеризуется своими рабочими растворами, определяемыми веществами и применяемыми индикаторами.

Расчеты в титриметрическом анализе

В расчетах титриметрического анализа используют, в основном, следующие виды концентраций растворов: массовая доля растворенного вещества (ω - процентная концентрация), молярная концентрация и молярная концентрация эквивалентов (нормальная концентрация) и титр.

Вещества химически чистые, устойчивые при хранении, называются *исходными*, а их титрованные растворы – *приготовленными*. По титрованным растворам этих веществ можно определить *титр* других растворов.

Титр раствора (Т) – масса вещества, содержащегося в одном кубическом сантиметре или в одном миллилитре раствора. Единица измерения титра – г/мл. Титр можно рассчитать по формуле:

$$T = \frac{m}{V}$$

где m – масса растворенного вещества, г, V – объем раствора, мл.

По известному титру можно рассчитать молярную концентрацию эквивалента раствора:

$$C_{\text{э}} = \frac{T \cdot 1000}{M_{\text{э}}}$$

где $M_{\text{э}}$ – молярная масса эквивалента растворенного вещества.

Для реагирующих веществ, находящихся в растворе, закон эквивалентов запишется следующим образом:

$$C_{\text{э}(1)} \cdot V_1 = C_{\text{э}(2)} \cdot V_2$$

где $C_{\text{э}(1)}$, $C_{\text{э}(2)}$ – молярные концентрации эквивалентов реагирующих растворов; моль/л, V_1 и V_2 – объемы реагирующих растворов, мл.

Зная концентрацию одного из реагирующих растворов и их объемы, можно рассчитать концентрацию другого раствора по закону эквивалентов.

$$C_{\text{э}(1)} = \frac{C_{\text{э}(2)} \cdot V_2}{V_1}$$

Для определения массы анализируемого вещества в растворе (г) используют формулу:

$$m = \frac{C_{\text{э}} \cdot M_{\text{э}} \cdot V}{1000}$$

где $C_{\text{э}}$ и V – молярная концентрация эквивалентов и объем рабочего раствора; $M_{\text{э}}$ – молярная масса эквивалента определяемого вещества.

Если во время анализа объем раствора разбавить водой в мерной колбе до определенного объема и взять для титрования оттуда необходимую аликвотную часть этого раствора, то массу вещества рассчитывают по формуле:

$$m = \frac{M_{\text{э}} \cdot C_{\text{э}} \cdot V \cdot V_{\text{м.к.}}}{1000 \cdot V_{\text{ал}}}$$

где $C_{\text{э}}$ и V – молярная концентрация эквивалента и объем рабочего раствора;

$M_{\text{э}}$ – молярная масса эквивалента определяемого вещества;

$V_{\text{м.к.}}$ – объем мерной колбы;

$V_{\text{ал.}}$ – объем аликвота.

6.1. МЕТОД НЕЙТРАЛИЗАЦИИ

В основе метода нейтрализации лежит реакция между кислотой и основанием (реакция нейтрализации), описываемая ионным уравнением:



Рабочие растворы: растворы кислот и щелочей. Метод включает *алкалиметрию* (определение содержания кислоты по известной концентрации раствора щелочи) и *ацидиметрию* (определение содержания щелочи по известной концентрации раствора кислоты).

Определяемые вещества: кислоты, щелочи, гидролизующиеся соли.

Важнейшие индикаторы метода: метиловый оранжевый, метиловый красный, лакмус, фенолфталеин.

В процессе кислотно-основного титрования происходит изменение концентрации ионов водорода (рН). В точке эквивалентности рН изменяется наиболее резко.

Вопросы для самопроверки:

1. Какой метод анализа называется титриметрическим?
2. Что называется стандартным раствором?
3. Что называется рабочим раствором (титрантом)?
4. Что показывает нормальная концентрация?
5. Что называется титром?
6. Какие разновидности титриметрического метода вы знаете?
7. Что называется точкой эквивалентности?
8. Что называется процессом титрования?
9. Какая посуда используется при отборе пробы для титрования?
10. По какому веществу обычно устанавливается титр кислот?

Лабораторная работа № 6

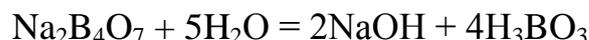
ПРИГОТОВЛЕНИЕ СТАНДАРТНОГО РАСТВОРА ТЕТРАБОРАТА НАТРИЯ (БУРЫ)

Цель работы: Освоить процесс приготовления стандартного раствора из навески сухого исходного вещества и расчет его титра и молярной концентрации эквивалента.

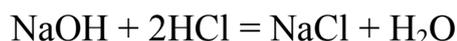
Необходимые приборы и реактивы:

Тетраборат натрия, мерная колба на 250 мл, воронка, горячая дистиллированная вода.

Исходным веществом, наиболее удобным для установки молярной концентрации эквивалента и титра соляной кислоты, считают тетраборат натрия $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$, водные растворы которого, благодаря гидролизу, имеют щелочную реакцию.



Поэтому их можно титровать кислотами:



Масса одного моля $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O} = 381,42$ г, а молярная масса эквивалента – $381,42 : 2 = 191,71$ г.

Для приготовления 250 мл с молярной концентрации эквивалента 0,1 моль/л раствора буры необходимо взять 4,7677 г. Так как точно такую навеску взять трудно, то отвешивают 5 г.

Переносят буру в мерную колбу на 250 мл, куда, обмывая воронку, приливают немного горячей дистиллированной воды. После полного растворения буры колбу охлаждают под краном и доливают в колбу холодную дистиллированную воду до метки. Колбу закрывают пробкой и тщательно перемешивают. Определяют титр и молярную концентрацию эквивалента буры по формулам:

$$T = \frac{m_a}{V_{\text{экв}}}$$

$$C_{\text{Э(б)}} = \frac{T_b \cdot 1000}{M_{\text{Э(б)}}}$$

где m_b – масса буры, г; $V_{\text{колбы}}$ – объем колбы, мл.

Лабораторная работа № 7

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МОЛЯРНУЮ КОНЦЕНТРАЦИЮ ЭКВИВАЛЕНТА И ТИТРА СОЛЯНОЙ КИСЛОТЫ ПО СТАНДАРТНОМУ РАСТВОРУ БУРЫ

Цель работы: Определить точную концентрацию раствора соляной кислоты путем титрования им стандартного раствора тетрабората натрия.

Необходимые приборы и реактивы:

Приблизительно 0,1 моль/л раствор соляной кислоты, стандартный раствор буры, индикатор метилоранж, колбы для титрования, бюретка, мерная пипетка, емкостью 10 мл.

Сущность работы заключается в титровании стандартного раствора буры устанавливаемым раствором HCl в присутствии индикатора метилового оранжевого до перехода желтой окраски в оранжевую.

Суммарное уравнение между бурой и соляной кислотой можно представить следующим образом:



Ход анализа:

1. Наполнить бюретку раствором HCl и установить уровень на нуле.
2. Отмерить пипеткой 10 мл стандартного раствора буры и перенести в коническую колбу.
3. Прилить 2 – 3 капли метилоранжа и титровать раствором HCl до перехода желтой окраски раствора в оранжевую. Замерить объем HCl, ушедшей на титрование. Опыт повторить 3 раза. Для расчета брать среднюю величину. Результаты опыта занести в таблицу:

№	V _б , мл	V _{HCl} , мл	Отклонение от среднего (Δ)
1			
2			
3			
V _{ср}			

Отклонение от среднего значения рассчитывают по формуле:

$$\Delta = V_i - V_{op}$$

где V_i – объем титранта в конкретном титровании, мл.

4. Вычислить молярную концентрацию эквивалента (C_Э) и титра (T) раствора HCl по формулам:

$$C_{Э(\text{HCl})} = \frac{C_{Э(\text{б})} \cdot V_{\text{б}}}{V_{\text{HCl}(\text{ср})}}$$

$$T_{\text{HCl}} = \frac{C_{Э(\text{HCl})} \cdot M_{Э(\text{HCl})}}{1000}$$

Лабораторная работа № 8

ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРА ЩЕЛОЧИ И ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЕГО КОНЦЕНТРАЦИИ

Цель работы: Определение концентрации раствора гидроксида натрия (или гидроксида калия) по стандартному раствору щавелевой кислоты.

Необходимые приборы и реактивы: твердый гидроксид натрия или калия, мерная колба на 250 мл, 0,1 моль/л раствор щавелевой кислоты, 1 % спиртовой раствор фенолфталеина, бюретка, колба для титрования, мерная пипетка, емкостью 10 мл.

Для установления концентрации рабочих растворов щелочей в качестве стандартного вещества применяют щавелевую кислоту $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$.

Сущность работы заключается в титровании раствором гидроксида натрия (или калия) неизвестной концентрации стандартного раствора щавелевой кислоты в присутствии фенолфталеина.

Ход анализа:

1. Навеску твердого гидроксида натрия или калия (около 1 г) вносят в мерную колбу на 250 мл и растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Объем раствора доводят до метки и тщательно перемешивают.

2. Наполнить бюретки растворами $H_2C_2O_4$ и NaOH и установить уровни на нуле.

3. Отмерить 10 мл раствора щавелевой кислоты из бюретки в коническую колбу, прилить 2-3 капли фенолфталеина и титровать раствором щелочи до появления слабо-розового окрашивания, не исчезающего в течение 30 секунд. Замерить объем щелочи, пошедшей на титрование. Титрование повторить три раза. Для расчета брать среднюю величину. Результаты опыта занести в таблицу:

№	V_{NaOH} , мл	$V_{H_2C_2O_4}$, мл	Отклонение от среднего (Δ)
1			
2			
3			
V_{cp}			

Отклонение от среднего значения рассчитывают по формуле:

$$\Delta = V_i - V_{cp}$$

где V_i – объем титранта в конкретном титровании, мл.

4. Вычислить молярную концентрацию эквивалента ($C_{\text{Э}}$) и титра (T) раствора NaOH по формулам:

$$C_{\text{Э}(\text{NaOH})} = \frac{\tilde{N}_{\text{Э}(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4)} \cdot V_{(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4)}}{V_{(\text{н.д.})\text{NaOH}}}$$

$$T_{\text{NaOH}} = \frac{C_{\text{Э}(\text{NaOH})} \cdot M_{\text{Э}(\text{NaOH})}}{1000}$$

Лабораторная работа № 9

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАРБОНАТНОЙ ЖЕСТКОСТИ ВОДЫ

Цель работы: Определение карбонатной жесткости воды.

Необходимые приборы и реактивы:

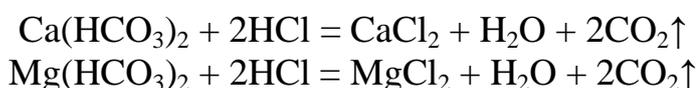
0,1 моль/л раствор соляной кислоты, раствор метилоранжа, бюретка, мерный цилиндр на 100 мл, колба для титрования на 250 мл.

Жесткая вода нежелательна в промышленности, сельском хозяйстве и домашнем обиходе. Известно, что жесткость обусловлена присутствием в воде растворимых солей кальция и магния. Жесткой называют воду с повышенным содержанием ионов кальция и магния. Сумма концентраций ионов Ca^{2+} и Mg^{2+} является количественной мерой жесткости воды:

$$J_{\text{к}} = C_{\text{Ca}^{2+}} + C_{\text{Mg}^{2+}}$$

Измеряют жесткость числом миллимолей эквивалентов ионов кальция и магния в 1 л воды. В 1 л мягкой воды содержится менее 4, средней – 4-8, жесткой – 8-12, и очень жесткой выше 12 ммоль/л. Различают общую, карбонатную и некарбонатную жесткость воды. Карбонатная или временная жесткость определяется содержанием растворенных гидрокарбонатов кальция и магния. Некарбонатную жесткость воды вызывают сульфаты, нитраты, хлориды и другие растворимые соли кальция и магния. Сумма карбонатной и некарбонатной жесткости составляет общую жесткость воды.

Карбонатную жесткость определяют титрованием определенного объема воды рабочим раствором HCl в присутствии индикатора метилового оранжевого:



Ход анализа:

1. Наполнить бюретку раствором HCl известной концентрации и установить уровень на нуле.
2. Отмерить мерным цилиндром 100 мл воды, перенести в коническую колбу, прибавить 4-5 капель метилового оранжевого и титровать до перехода желтой окраски в оранжевую. Титрование проводят три раза, из показаний для расчета берут среднюю величину. Результаты опыта заносят в таблицу:

№	V _{воды} , мл	V _{HCl} , мл	Отклонение от среднего (Δ)
1			
2			
3			
V _{ср}			

3. Карбонатную жесткость вычисляют по формуле:

$$Ж_k = \frac{C_{Э(HCl)} \cdot V_{(HCl)} \cdot 1000}{V_{воды}}$$

Заключение о жесткости воды:

Лабораторная работа № 10

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОСТИ МОЛОКА

Цель работы: Ознакомление с методикой определения кислотности молока, являющейся одним из основных показателей его качества.

Необходимые приборы и реактивы:

1 моль/л раствор NaOH, 1 % спиртовой раствор фенолфталеина, мерный цилиндр, колба для титрования, бюретка.

Кислотность молока обуславливается кислотным характером белков, наличием фосфорнокислых и лимоннокислых солей, растворенной угольной кислоты.

По мере развития микроорганизмов, сбразивающих молочный сахар, в молоке накапливается молочная кислота (СН₃СНОНСООН), повышается кислотность молока. Чем больше хранится молоко, тем больше его кислотность.

Кислотность молока определяется в градусах Тернера. За один градус Тернера принимают 1 мл 0,1 моль/л раствора NaOH, израсходованного на

нейтрализацию кислот, содержащихся в 100 мл молока. По кислотности молока судят о его свежести. Свежее молоко имеет кислотность не выше 16 – 20 градусов по Тернеру, а если выше, то молоко несвежее и в продажу не поступает.

Ход анализа:

1. Наполнить бюретку раствором NaOH известной концентрации.
2. В коническую колбу отмерить цилиндром 10 мл молока, 50 мл дистиллированной воды, прибавить 4-5 капель фенолфталеина, хорошо перемешать и титровать раствором NaOH. Замерить объем раствора NaOH, израсходованного на титрование до перехода от мутно-белой до слабо-розовой окраски. Результаты опыта заносят в таблицу:

№	V _{мол.} , мл	V _{NaOH} , мл	Отклонение от среднего (Δ)
1			
2			
3			
V _{ср}			

3. Если концентрация щелочи 0,1 моль/л, кислотность молока можно определить по формуле:

$$K_{\text{мол.}} = V_{\text{NaOH}} \cdot 10$$

Если раствор NaOH не 0,1 моль/л, то производят перерасчет, приводя объем щелочи, пошедшей на титрование к 0,1 моль/л NaOH по формуле:

$$V_{0,1} = \frac{C_{\text{Э(NaOH)}} \cdot V_{\text{NaOH}}}{0,1}$$

где V_{0,1} – объем щелочи, соответствующий 0,1 моль/л NaOH.

Лабораторная работа № 11

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССЫ СЕРНОЙ КИСЛОТЫ

Цель работы: Провести контрольное определение массы (г) серной кислоты в растворе.

Необходимые приборы и реактивы:

0,1 моль/л раствор NaOH, 1 % спиртовой раствор фенолфталеина, бюретка, колба для титрования.

Ход анализа:

1. Наполнить бюретку раствором NaOH известной концентрации.
2. Взять у преподавателя раствор серной кислоты в конической колбе, прилить 2-3 капли фенолфталеина и титровать раствором NaOH до перехода бесцветного раствора в слабо-розовый от одной избыточной капли раствора NaOH.
3. Вычислить массу серной кислоты по формуле:

$$m(H_2SO_4) = \frac{M_{Э(H_2SO_4)} \cdot C_{Э(NaOH)} \cdot V_{NaOH}}{1000}$$

Если анализируемый раствор серной кислоты разбавить водой в мерной колбе до объема 100 мл и взять для титрования оттуда необходимую аликвотную часть (10 мл) этого раствора, то массу серной кислоты рассчитывают по формуле:

$$m(H_2SO_4) = \frac{M_{Э(H_2SO_4)} \cdot C_{Э(NaOH)} \cdot V_{NaOH} \cdot V_{м.к.}}{1000 \cdot V_{ал}}$$

Проверяют ответ задачи у преподавателя и рассчитывают относительную погрешность определения ($\Delta X_{отн}$, %) по формуле:

$$\Delta X_{отн} = \frac{m_{теор} - m_{опыт}}{m_{теор}} \cdot 100\%$$

Контрольные вопросы

1. Определите молярную концентрацию эквивалента и титр раствора гидроксида бария, если на титрование 25 мл этого раствора ушло 15 мл $C_Э = 0,2$ моль/л раствора соляной кислоты.

- а) 0,2000 моль/л и 0,02035 г/мл
- б) 0,1200 моль/л и 0,01026 г/мл
- в) 0,3001 моль/л и 0,03021 г/мл
- г) 0,4532 моль/л и 0,03335 г/мл
- д) 0,02654 моль/л и 0,0235 г/мл

2. Определите молярную концентрацию эквивалента и титр раствора, в 500 мл которого содержится 10,6 г карбоната натрия.

- а) 0,4 моль/л и 0,02120 г/мл

- б) 0,04 моль/л и 0,00212 г/мл
- с) 0,2 моль/л и 0,01060 г/мл
- д) 0,1 моль/л и 0,005300 г/мл
- е) 1 моль/л и 0,05300 г/мл

3. На нейтрализацию некоторого объема гидроксида магния ушло 20 мл $C_э = 0,01$ моль/л раствора азотной кислоты. Определите массу гидроксида магния в растворе.

- а) 0,1000 г
- б) 0,0200 г
- с) 0,0580 г
- д) 0,0356 г
- е) 0,4567 г

4. На титрование 200 мл водопроводной воды израсходовано 12,8 мл раствора HCl, титр которого равен 0,0032 г/мл. Определите жесткость воды (ммоль/л).

- а) 0,4 ммоль/л
- б) 1,2 ммоль/л
- с) 2,0 ммоль/л
- д) 5,6 ммоль/л
- е) 9,0 ммоль/л

5. Определите кислотность молока, если на нейтрализацию 10 мл его израсходовано 3,5 мл 0,08 моль/л раствора NaOH.

- а) 10 ° Тернера
- б) 20 ° Тернера
- с) 45 ° Тернера
- д) 28 ° Тернера
- е) 5 ° Тернера

6. Какая реакция лежит в основе метода кислотно-основного титрования?

- а) $2I^- - 2e = I_2$
- б) $Ag^+ + I^- = AgI$
- с) $Ag^+ + Cl^- = AgCl$
- д) $H^+ + OH^- = H_2O$
- е) $Ba^{2+} + SO_4^{2-} = BaSO_4$

6. Присутствие каких солей обуславливает жесткость воды?

- а) $Ca(HCO_3)_2, Mg(HCO_3)_2$
- б) KCl, NaCl
- с) Na_2SO_4, K_2SO_4
- д) Na_2CO_3, K_2CO_3
- е) $KNO_3, NaNO_3$

8. Рассчитайте C_{H^+} и C_{OH^-} в растворе, рН которого равен 2?

- a) $10^{-2}, 10^{-12}$
- b) $10^{-12}, 10^{-2},$
- c) $10^{-10}, 10^{-4}$
- d) $10^{-10}, 10^{-2},$
- e) $10^{-4}, 10^{-10}$

9. В каких координатах строят кривую кислотно-основного титрования?

- a) рН – объем титранта
- b) Концентрация определяемого вещества – объем титранта
- c) Концентрация титранта – объем титранта
- d) Концентрация ионов водорода – объем титранта
- e) Концентрация ионов гидроксида – объем титранта.

10. В каких единицах измеряется кислотность молока?

- a) градус Кельвина
- b) градус Цельсия
- c) градус Тернера
- d) градус Фарингейта
- e) градус алкоголя.

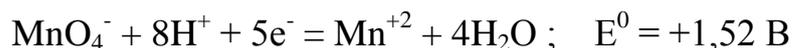
11. Рассчитайте процентную концентрацию 0,1 н. раствора серной кислоты ($\rho = 1,03$ г/мл).

- a) 1,00 %
- b) 20 %
- c) 0,5 %
- d) 0,475 %
- e) 0,003 %

6.2. МЕТОДЫ ОКИСЛЕНИЯ-ВОССТАНОВЛЕНИЯ

6.2.1. ПЕРМАНГНАТОМЕТРИЯ

Перманганатометрией называется метод титриметрического анализа, в котором рабочим раствором служит раствор перманганата калия (KMnO₄). Перманганат калия является окислителем в кислых, нейтральных и щелочных растворах. Наиболее сильные окислительные свойства перманганат калия проявляет в кислой среде:



Эквивалент перманганата калия, как окислителя равен

$$Э_{\text{KMnO}_4} = 158,04/5 = 31,6 \text{ г/моль.}$$

Перманганатометрию используют для количественного определения не только восстановителей, но и окислителей. Восстановители определяют путем прямого титрования рабочим раствором перманганата. Определяя окислители, пользуются способом обратного титрования: к раствору окислителя добавляют известный объем титрованного раствора восстановителя, избыток которого оттитровывают раствором перманганата калия.

Раствор перманганата калия обладает розово-фиолетовой окраской. При полном окислении веществ перманганатом в кислой среде и последующем введении лишь одной капли, его раствор становится бледно-розовым, что является показателем конца титрования. Таким образом, необходимость в индикаторе отпадает (безиндикаторное титрование).

Приготовление стандартных растворов

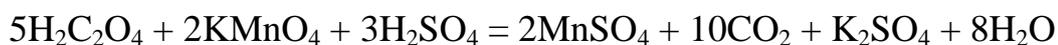
Раствор перманганата калия

Титрованный раствор перманганата калия нельзя приготовить растворением точной навески: продажный перманганат калия содержит ряд примесей. Кроме того, концентрация перманганата калия в свежеприготовленном растворе заметно понижается, так как он расходуется на взаимодействие с аммиаком, органическими веществами и другими восстановителями, присутствующими в воде. Поэтому его растворы готовят заранее, за 7-10 дней до установления титра. Хранить раствор перманганата калия следует в темном месте или в склянках из темного стекла.

Для установки титра раствора перманганата калия используют щавелевую кислоту H₂C₂O₄·2H₂O или ее соли (оксалаты натрия или калия), обладающие восстановительными свойствами.

Раствор щавелевой кислоты

Щавелевая кислота взаимодействует с перманганатом калия в кислой среде по уравнению:



Анион $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ теряет 2 электрона, превращаясь в две электронейтральные молекулы CO_2 . Поэтому молярная масса эквивалента щавелевой кислоты, как восстановителя, равна:

$$M_{\text{Э}}(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = \frac{126,07}{2} = 63,04 \text{ г/моль}$$

Для приготовления стандартного раствора щавелевой кислоты необходимо взять ее точную навеску и растворить в мерной колбе определенной емкости, довести объем раствора дистиллированной водой до метки и тщательно перемешать. Вычислить молярную концентрацию эквивалента и титр полученного раствора по формулам:

$$T_{\text{к}} = \frac{m}{V}$$

$$C_{\text{Э(к)}} = \frac{T_{\text{к}} \cdot 1000}{M_{\text{Э(к)}}}$$

Вопросы для самопроверки:

1. Какой метод титриметрического анализа называется перманганатометрией?
2. Почему нельзя приготовить рабочий раствор перманганата калия растворением точной навески?
3. Какие ионы можно окислить перманганатом калия в кислой среде?
4. Какие вещества в методе перманганатометрии используют для приготовления стандартного раствора?
5. Какие способы титрования применяют в методе перманганатометрии для определения в растворе: а) окислителей в) восстановителей?
6. Почему первые капли перманганата при титровании оксалатов обесцвечиваются медленно, а в дальнейшем это обесцвечивание происходит быстро?
7. Почему в методе перманганатометрии титрование проводят без индикатора?

Лабораторная работа № 12

УСТАНОВКА МОЛЯРНУЮ КОНЦЕНТРАЦИЮ ЭКВИВАЛЕНТА И ТИТРА ПЕРМАНГАНАТА КАЛИЯ ПО ЩАВЕЛЕВОЙ КИСЛОТЕ

Цель работы: Определение молярную концентрацию эквивалента ($C_{\text{Э}}$) и титра перманганата калия по стандартному раствору щавелевой кислоты.

Необходимые приборы и реактивы: стандартный раствор щавелевой кислоты с молярной концентрацию эквивалента 0,05 моль/л, раствор перманганата калия приблизительно 0,05 моль/л, 2 моль/л раствор серной кислоты, бюретка, мерная пипетка на 10 мл, колба для титрования, электроплитка.

Ход анализа:

1. В бюретку налить раствор перманганата и установить уровень на нуле.
2. Отмерить пипеткой 10 мл раствора щавелевой кислоты, перенести в коническую колбу, прибавить к ней 10-15 мл 2 моль/л раствора серной кислоты и нагреть до 75-80 °С (не кипятить – разлагается щавелевая кислота!).
3. Горячий раствор титровать из бюретки раствором перманганата калия. Каждую последующую каплю прибавлять только после того, как исчезнет окраска от предыдущей капли. Первые капли раствора перманганата обесцвечиваются довольно медленно. Как только образуется немного ионов Mn^{2+} , которые являются катализаторами данной реакции, обесцвечивание происходит гораздо быстрее.
4. Нужно уловить момент, когда одна капля перманганата окрасит весь раствор в исчезающий в течение 1-2 минут бледно-розовый цвет. Полученные данные занести в таблицу:

№	$V_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4}$, мл	V_{KMnO_4} , мл	Отклонение от среднего (Δ)
1			
2			
3			
V_{cp}			

5. Вычислить $C_{\text{Э}}$ и T перманганата калия по формулам:

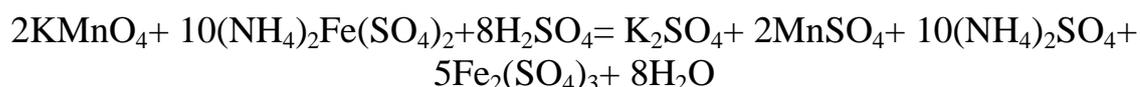
$$C_{\text{Э}(\text{KMnO}_4)} = \frac{C_{\text{Э}(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4)} \cdot V_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4}}{V_{\text{KMnO}_4(\text{cp})}}$$
$$T_{\text{KMnO}_4} = \frac{C_{\text{Э}(\text{KMnO}_4)} \cdot M_{\text{Э}(\text{KMnO}_4)}}{1000}$$

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССЫ ЖЕЛЕЗА (II) В СОЛИ МОРА

Цель работы: Определить массу железа в растворе соли Мора.

Необходимые приборы и реактивы: титрованный раствор перманганата калия (приблизительно 0,05 моль/л), раствор H_3PO_4 (конц.), бюретка, колба для титрования.

Соль Мора $(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ является наиболее устойчивым соединением железа (II). Сущность определения заключается в титровании подкисленного раствора соли Мора рабочим раствором перманганата калия до изменения окраски из бесцветной в слабо-розовую. Более четкий переход окраски наблюдается при добавлении к раствору соли Мора 2-3 мл концентрированной фосфорной кислоты, которая образует с ионами Fe^{3+} бесцветное комплексное соединение. В отсутствие фосфорной кислоты окраска в конце титрования изменяется от желтой к розовой, что затрудняет установление точки эквивалентности. При титровании протекает следующая реакция:



Молярная масса эквивалента соли Мора, как восстановителя, равна ее молекулярной массе, поэтому масса эквивалента железа равна его атомной массе, т.е. 55,85 г.

Ход анализа:

1. Наполнить бюретку титрованным раствором перманганата калия.
2. Взять у преподавателя раствор соли Мора в конической колбе, добавить 2 мл концентрированной H_3PO_4 и титровать раствором перманганата до появления бледно-розовой окраски от одной избыточной капли. Замерить объем израсходованного на титрование раствора $KMnO_4$.
3. Рассчитать массу (г) железа (II) в растворе по формуле:

$$m(Fe^{2+}) = \frac{M_{\mathcal{E}(Fe^{2+})} \cdot C_{\mathcal{E}(KMnO_4)} \cdot V_{KMnO_4}}{1000}$$

Если анализируемый раствор соли Мора разбавить водой в мерной колбе до объема 100 мл и взять для титрования отсюда необходимую аликвотную часть (10 мл) этого раствора, то массу железа рассчитывают по формуле:

$$m(Fe^{2+}) = \frac{M_{\mathcal{E}(Fe^{2+})} \cdot C_{\mathcal{E}(KMnO_4)} \cdot V_{KMnO_4} \cdot V_{м.к.}}{1000 \cdot V_{ал}}$$

Проверяют ответ задачи у преподавателя и рассчитывают относительную погрешность определения ($\Delta X_{\text{отн}}$, %) по формуле:

$$\Delta X_{\text{отн}} = \frac{m_{\text{теор}} - m_{\text{опыт}}}{m_{\text{теор}}} \cdot 100\%$$

Лабораторная работа № 14

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОКИСЛЯЕМОСТИ ПРИРОДНОЙ ВОДЫ В КИСЛОЙ СРЕДЕ

Цель работы: Определить окисляемость природной воды, ознакомиться с методом обратного титрования.

Необходимые приборы и реактивы:

Раствор перманганата калия с молярной концентрацией эквивалента 0,05 моль/л, $C_3 = 0,05$ моль/л раствор щавелевой кислоты, 2 моль/л раствор серной кислоты, электроплитка, стеклянные капилляры, бюретки, колбы для титрования.

В зависимости от степени загрязненности вода содержит больше или меньше легко окисляющихся сильными окислителями органических веществ. Количество кислорода, эквивалентное количеству сильного окислителя, называют *окисляемостью*. Для ее определения используют метод, основанный на окислении органических веществ перманганатом калия в кислой среде. Окисляемость воды выражается числом мг кислорода, затраченных на окисление органических веществ в 1 л воды. В работе используют метод обратного титрования.

Реакция идет по уравнению:



Ход анализа:

1. Наполнить бюретки титрованными растворами перманганата калия и щавелевой кислоты.
2. В коническую колбу отмерить 50 мл воды, прибавить 15 мл H_2SO_4 , прилить туда же из бюретки 5 мл раствора KMnO_4 и кипятить 5 минут с момента закипания. Для равномерного кипения рекомендуется в колбу добавить несколько стеклянных капилляров, запаянных с одного конца. Если во время кипячения исследуемая жидкость обесцветится или потеряет розовую окраску, определение надо повторить, разбавив исследуемую воду дистиллированной. После кипячения в колбу из бюретки добавить 5 мл раствора щавелевой кислоты и обесцветившийся

горячий раствор быстро дотитровать раствором KMnO_4 до появления слабо-розовой окраски.

3. Замерить объем KMnO_4 , пошедший на титрование.
4. Рассчитать окисляемость воды по формуле:

$$q(\text{O})_{\text{мг/л}} = \frac{(V_1 \cdot C_{\text{Э}(1)} - V_2 \cdot C_{\text{Э}(2)}) \cdot 8 \cdot 1000}{V_3}$$

где V_1 – общий объем перманганата калия, прибавленного к воде, мл;

V_2 – объем щавелевой кислоты, мл;

V_3 – объем воды, взятой на определение, мл;

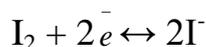
$C_{\text{Э}(1)}$ – молярная концентрация эквивалента раствора KMnO_4 ;

$C_{\text{Э}(2)}$ – молярная концентрация эквивалента щавелевой кислоты;

8 – молярная масса эквивалента кислорода.

6.2.2. ИОДОМЕТРИЯ

Иодометрический метод окислительно-восстановительного титрования объединяет методы, основанные на окислительно-восстановительных реакциях с участием иода или иодидов:



Стандартный окислительно-восстановительный потенциал этой реакции равен +0,54 В. Иодометрическим методом можно проводить определение как восстановителей, так и окислителей. При определении восстановителей, для которых стандартный окислительно-восстановительный потенциал менее +0,54 В, например, тиосульфата натрия, сероводородной, сернистой, мышьяковой кислот и их солей, используют метод прямого титрования. Эти восстановители реагируют с иодом. Титрант – раствор иода, индикатор – раствор крахмала.

При определении окислителей, для которых стандартный электродный потенциал больше, чем +0,54 В, например, растворов перманганата и бихромата калия, хлора, брома, солей двухвалентной меди, используют метод обратного титрования. Эти окислители взаимодействуют с раствором иодида калия с выделением иода. Основными рабочими растворами служат растворы иодида калия и тиосульфата натрия. В качестве индикатора употребляют раствор крахмала, в присутствии которого даже незначительные количества свободного иода окрашивают раствор в синий цвет.

Обычно крахмал прибавляют к раствору в конце титрования, когда в растворе остается мало свободного иода, так как при больших количествах образуется комплекс иода с крахмалом, что снижает точность определения.

Вопросы для самопроверки:

1. Какой метод титриметрического анализа называется иодометрией?
2. Какие вещества можно определять с помощью метода иодометрии?
3. Растворы каких веществ применяются в качестве рабочих в методе иодометрии?
4. Каковы особенности приготовления и стандартизации рабочего раствора тиосульфата натрия?
5. Какое вещество применяется в качестве индикатора в методе иодометрии?
6. Укажите особенности применения крахмала как индикатора в методе иодометрии.

Лабораторная работа № 15

ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАБОЧЕГО РАСТВОРА ТИОСУЛЬФАТА НАТРИЯ И УСТАНОВКА ЕГО МОЛЯРНОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ЭКВИВАЛЕНТА ПО ПЕРМАНГАНАТУ КАЛИЯ

Цель работы: Стандартизация рабочего раствора тиосульфата натрия.

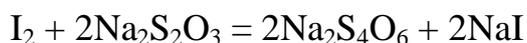
Необходимые приборы и реактивы:

Стандартный раствор перманганата калия ($C_3 = 0,05$ моль/л), 5 % раствор иодида калия, 2 моль/л раствор серной кислоты, 1 % свежеприготовленный раствор крахмала, устанавливаемый раствор тиосульфата натрия, бюретки, колбы для титрования.

Приготовить титрованный раствор тиосульфата натрия по точной навеске нельзя, так как его кристаллы выветриваются на воздухе и не соответствуют формуле: $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$. К тому же, свежеприготовленный раствор его изменяет свою концентрацию из-за взаимодействия с окислителями, находящимися в воде и воздухе. Только через 10-15 дней точную концентрацию устанавливают по стандартному раствору перманганата калия, который реагирует с иодидом в кислой среде с выделением иода:



выделенный иод титруют устанавливаемым раствором тиосульфата натрия:



Из уравнения видно, что каждая молекула тиосульфата натрия теряет один электрон, следовательно, молярная масса эквивалента его численно равна молекулярной массе, т.е. 248,21.

Ход работы:

1. Наполнить две бюретки: одну раствором тиосульфата приблизительной молярной концентрации эквивалента, другую – раствором перманганата калия с точно установленным титром и известной молярной концентрации эквивалента.

2. В коническую колбу налить последовательно 10 мл 5 % раствора KI, 10 мл 2 моль/л раствора H₂SO₄, 10 мл титрованного раствора KMnO₄ из бюретки. При этом выделится свободный иод.

3. Выделившийся иод титруют раствором тиосульфата. При этом коричневая окраска раствора постепенно ослабевает. Когда раствор становится бледно-желтым, в него добавляют 1 мл раствора крахмала и продолжают титровать до исчезновения синей окраски. Измеряют объем тиосульфата, пошедший на титрование. Полученные данные заносят в таблицу:

№	V _{KMnO₄} , мл	V _{Na₂S₂O₃} , мл	Отклонение от среднего (Δ)
1			
2			
3			
V _{ср}			

Число эквивалентов выделившегося иода равно числу эквивалентов добавленного перманганата калия. Зная объемы растворов тиосульфата натрия и перманганата калия, а также молярную концентрацию эквивалента перманганата калия, можно определить молярную концентрацию эквивалента и титр тиосульфата по формулам:

$$C_{\text{Э}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)} = \frac{C_{\text{Э}(\text{KMnO}_4)} \cdot V_{\text{KMnO}_4}}{V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3(\text{ср})}}$$

$$T_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = \frac{C_{\text{Э}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4)} \cdot M_{\text{Э}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)}}{1000}$$

Лабораторная работа № 16

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕДИ В РАСТВОРЕ МЕДНОГО КУПОРОСА

Цель работы: Определение массы меди в растворе.

Необходимые приборы и реактивы:

Рабочий раствор тиосульфата натрия (C_э = 0,01 моль/л), 5 % раствор иодида калия, 1 % свежеприготовленный раствор крахмала, бюретка, колба для титрования.

Сущность работы заключается в окислении ионов I^- ионами Cu^{2+} и последующем титровании выделившегося в эквивалентном количестве иода рабочим раствором тиосульфата натрия в присутствии крахмала.

В основе работы лежит следующая реакция:



Реакция протекает количественно слева направо из-за образования малорастворимого иодида меди (I) CuI . Реакцию проводят в избытке иодида калия и при подкислении анализируемого раствора. Из уравнения видно, что катион Cu^{2+} принимает один электрон, следовательно, молярная масса эквивалента меди равна ее атомной массе, т.е. 63,54.

Ход анализа:

1. Наполняют бюретку раствором тиосульфата натрия известной концентрации.
2. Берут у преподавателя раствор медного купороса в конической колбе, прибавляют 10 мл 5 % раствора иодида калия.
3. Титруют выделившийся иод тиосульфатом натрия до изменения окраски раствора из темно-бурого в соломенно-желтый цвет, затем прибавляют 1-2 мл раствора крахмала, при этом раствор синее. После этого дотитровывают раствором тиосульфата до исчезновения синей окраски от одной избыточной капли тиосульфата натрия. Измеряют объем тиосульфата натрия.
4. Рассчитывают массу меди в растворе (г) по формуле:

$$m(Cu^{2+}) = \frac{M_{Э(Cu^{2+})} \cdot C_{Э(Na_2S_2O_3)} \cdot V_{Na_2S_2O_3}}{1000}$$

Если анализируемый раствор медного купороса разбавить водой в мерной колбе до объема 100 мл и взять для титрования оттуда необходимую аликвотную часть (10 мл) этого раствора, то массу меди рассчитывают по формуле:

$$m(Cu^{2+}) = \frac{M_{Э(Cu^{2+})} \cdot C_{Э(Na_2S_2O_3)} \cdot V_{Na_2S_2O_3} \cdot V_{\theta.к.}}{1000 \cdot V_{ал}}$$

Проверяют ответ задачи у преподавателя и рассчитывают относительную погрешность определения ($\Delta X_{отн}$, %) по формуле:

$$\Delta X_{отн} = \frac{m_{теор} - m_{олыт}}{m_{теор}} \cdot 100\%$$

Контрольные вопросы

1. Сколько молекул восстановителя участвуют в реакции, протекающей по уравнению?



- a) 5
- b) 2
- c) 6
- d) 3
- e) 8

2. Какой ион можно определить прямым иодометрическим титрованием?

- a) SO_4^{2-}
- b) MnO_4^-
- c) $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$
- d) Cl^-
- e) Br^-

3. Сколько электронов принимает KMnO_4 при титровании в кислой среде?

- a) 3
- b) 2
- c) 1
- d) 5
- e) 4

4. Вычислите молярную концентрацию эквивалента раствора KMnO_4 , если на титрование 20 мл $C_3 = 0,05$ моль/л раствора щавелевой кислоты израсходовано 25 мл раствора KMnO_4 .

- a) 0,05
- b) 0,01
- c) 0,1
- d) 1,0
- e) 0,04

6. Вычислите массу навески перманганата калия (г), необходимую для приготовления 500 мл $C_3 = 0,1$ моль/л раствора для титрования в кислой среде?

- a) 15,84
- b) 158,4
- c) 31,6
- d) 1,58
- e) 3,16

6. Определите массу иода в анализируемом растворе, если на титрование его пошло 15 мл $C_3 = 0,05$ моль/л раствора тиосульфата натрия.

- a) 1,5342 г
- b) 0,0952 г
- c) 0,0095 г
- d) 2,3543 г
- e) 0,0001 г

7. Сколько граммов $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ необходимо взять для приготовления 1500 мл $C_3 = 0,1$ моль/л раствора?

- a) 3,720 г
- b) 5,013 г
- c) 37,20 г
- d) 1,253 г
- e) 10,02 г

8. Сколько электронов принимает окислитель при титровании по реакции?



- a) 4
- b) 5
- c) 3
- d) 1
- e) 2

9. Сколько миллилитров раствора перманганата калия, с титром $T = 0,00132$ г/мл, потребуется на окисление 20 мл $C_3 = 0,1$ моль/л раствора щавелевой кислоты в кислой среде?

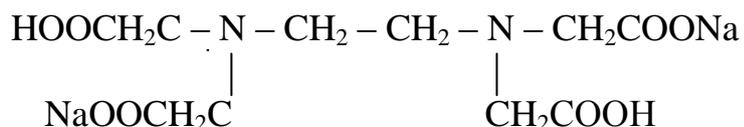
- a) 47,8
- b) 10,5
- c) 3,2
- d) 15,0
- e) 25,2

10. Какая редокс-пара обладает наиболее сильными восстановительными свойствами?

- a) $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$ $E^0 = + 0,77 \text{ В}$
- b) $\text{Cl}_2/2\text{Cl}^-$ $E^0 = + 1,36 \text{ В}$
- c) $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}/2\text{Cr}^{+3}$ $E^0 = + 1,33 \text{ В}$
- d) $\text{MnO}_2/\text{Mn}^{+2}$ $E^0 = + 1,23 \text{ В}$
- e) $\text{BrO}_3^-/\text{Br}^-$ $E^0 = + 1,45 \text{ В}$

6.3. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЯ. ТРИЛОНОМЕТРИЯ

Метод основан на образовании устойчивых и хорошо растворимых в воде внутримолекулярных соединений катионов металлов (степени окисления 2-4) с реагентами, получившими названия комплекссонов. Комплекссоном называется группа органических соединений, являющихся производными аминополикарбоновых кислот. Наибольшее значение из комплекссонов имеет этилендиаминтетрауксусная кислота (ЭДТУ) - комплекссон II и ее кислая двунариевая соль (ЭДТА), которую называют комплекссоном III или трилоном Б (сокращенная формула $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$):



Метод комплекссонометрии, в котором в качестве титранта используется трилон Б называется *трилонометрией*.

Связывание определяемого катиона в комплекс происходит тем полнее, чем прочнее образующийся комплекс. Наиболее прочные комплексы образуются в щелочной среде, поэтому титрование проводят при pH 8-13. Для обеспечения щелочной среды в процессе титрования добавляют соответствующие буферные растворы или растворы щелочей NaOH или KOH.

В качестве индикаторов в данном методе используют хромоген черный (эриохром черный Т), кислотный хром темно-синий, мурексид. Они являются органическими красителями и относятся к группе металлоиндикаторов. Эти индикаторы образуют с определяемыми катионами растворимые в воде окрашенные непрочные комплексные соединения, которые разрушаются при титровании трилоном Б. При этом индикатор выделяется в свободном виде и раствор принимает окраску анионов индикатора, цвет которых резко отличается от цвета комплексного соединения индикатора с определяемыми катионами. Так, например, индикаторы хромоген черный и кислотный хром темно-синий окрашены в синий цвет, а их комплексные соединения с катионами металлов имеют вишнево-красную окраску.

Вопросы для самопроверки:

1. В чем сущность метода комплекссонометрии?
2. Какие органические реактивы называются комплекссоном?
3. Какими характерными свойствами обладают комплексные соединения металлов с комплекссоном?
4. Какие индикаторы применяют в комплекссонометрии? На чем основано их действие?
5. Для чего применяются буферные смеси в комплекссонометрии?
6. На чем основано комплекссонометрическое определение общей жесткости воды?

ПРИГОТОВЛЕНИЕ И СТАНДАРТИЗАЦИЯ РАСТВОРА ТРИЛОНА Б

Цель работы: Приготовление раствора трилона Б и определение его нормальной концентрации и титра.

Необходимые приборы и реактивы:

Раствор трилон Б (приблизительно $C_3 \approx 0,02$ моль/л), стандартный раствор сульфата магния с $C_3 = 0,01$ моль/л, спиртовой раствор индикатора хромогена черного (или сухая индикаторная смесь хромогена черного с хлоридом натрия), аммиачный буферный раствор, $pH = 9,3$, бюретка, пипетки на 10 мл, колба для титрования на 100-200 мл.

Раствор трилона Б готовят из точной навески. Его химическая формула $Na_2H_2C_{10}H_{12}O_8N_2 \cdot 2H_2O$. Молярная масса 372,30 г/ моль. Молярная масса эквивалента равна $\frac{1}{2}$ моль (независимо от степени окисления катионов металла), т.е. 186,125 г/моль.

Обычно, готовят приблизительно $C_3 \approx 0,02$ моль/л раствор трилона Б. Для этого навеску 3,72 г его растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе на 1 л. Молярную концентрацию эквивалента и титр раствора трилона Б устанавливают по стандартным растворам $ZnCl_2$ или $MgSO_4$ с $C_3 = 0,01$ моль/л.

Ход анализа:

1. Бюретку наполняют раствором трилона Б приблизительной молярной концентрации эквивалента.
2. Точно отмеряют пипеткой 10 мл стандартного раствора сульфата магния и переносят его в коническую колбу на 200 мл, добавляют 90 мл дистиллированной воды, 5 мл буферного раствора и 10 капель спиртового раствора хромогена черного (или на кончике шпателя сухой смеси индикатора хромогена черного с хлоридом натрия). Смесь хорошо перемешивают и титруют трилоном Б до перехода окраски из вишнево-красной в синий. Титрование проводят три раза, результаты опыта заносят в таблицу:

№	V_{MgSO_4} , мл	V_{KMnO_4} , мл	Отклонение от среднего (Δ)
1			
2			
3			
V_{cp}			

3. Расчет $C_{\text{э}}$ и T трилона Б проводят по формуле:

$$C_{\text{э(Тр)}} = \frac{C_{\text{э(MgSO}_4)} \cdot V_{\text{MgSO}_4}}{V_{\text{Тр(сп)}}$$

$$T_{\text{Тр}} = \frac{C_{\text{э(Тр)}} \cdot M_{\text{э(Тр)}}}{1000}$$

где $C_{\text{э(MgSO}_4)}$ и V_{MgSO_4} – молярная концентрация эквивалента и объем стандартного раствора сульфата магния;

$V_{\text{Тр}}$ – объем трилона, пошедший на титрование.

Лабораторная работа № 18

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕЙ ЖЕСТКОСТИ ВОДЫ

Цель работы: Проведение анализа воды на жесткость.

Необходимые приборы и реактивы:

Рабочий раствор трилона Б с $C_{\text{э}} = 0,02$ моль/л, спиртовой раствор индикатора хромогена черного (или сухая индикаторная смесь хромогена черного с хлоридом натрия), аммиачный буферный раствор, рН = 9,3; бюретка, мерные пипетки на 5, 10, 100 мл, колба для титрования на 200 мл.

Как известно, общая жесткость воды определяется общей суммой ионов кальция и магния (ммоль/л). Определение общей жесткости воды осуществляется титрованием исследуемой воды стандартным раствором трилона Б при рН 9,3 – 9,5 в присутствии индикаторов хромогена черного или кислотного хрома темно-синего.

Ход анализа:

1. Бюретку наполняют титрованным раствором трилона Б.
2. Отмеривают цилиндром 100 мл водопроводной воды и переносят в коническую колбу на 200 мл, прибавляют 5 мл буферного раствора и 10-12 капель хромогена черного (или на кончике шпателя сухой смеси индикатора хромогена черного с хлоридом натрия). Раствор перемешивают и титруют до перехода окраски от фиолетово-красной до синий. Титрование повторяют три раза. Данные опыта заносят в таблицу:

№	V _{воды} , мл	V _{тр} , мл	Отклонение от среднего (Δ)
1	100,0		
2	100,0		
3	100,0		
V _{ср}			

3. Расчет суммы Mg²⁺ и Ca²⁺ в ммоль на 1 литр воды проводят по формуле:

$$A_i = \frac{\tilde{N}_{Y(\partial\partial)} \cdot V_{(\partial\partial)} \cdot 1000}{V_{\partial\partial\partial}}$$

Заключение о жесткости воды:

Лабораторная работа № 19

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЛЬЦИЯ И МАГНИЯ В КРОВИ

Цель работы: Определить суммарное содержание кальция и магния в крови.

Необходимые приборы и реактивы:

Стандартный раствор трилона Б с C₃ = 0,02 моль/л, спиртовой раствор индикатора хромогена черного (или сухая смесь его с хлоридом натрия), аммиачно-аммонийный буферный раствор (рН = 9,3), бюретка, мерный цилиндр, колба для титрования на 200 мл.

Большое значение имеет комплексометрическое определение Ca²⁺ и Mg²⁺ в биологических жидкостях (кровь, молоко и др.), позволяющее судить о содержании в них водорастворимых соединений кальция и магния.

Сначала титруют биологические жидкости раствором трилона Б в присутствии хромогена черного и определяют суммарное содержание в ней ионов кальция и магния. Затем находят отдельно содержание кальция путем титрования трилоном Б в щелочной среде в присутствии другого индикатора – мурексида. Далее, по разности, можно рассчитать содержание магния.

Ход анализа:

1. Бюретку наполнить титрованным раствором трилона Б.
2. 10 мл сыворотки крови перенести пипеткой в колбу для титрования, прибавить цилиндром 90 мл дистиллированной воды, прибавить 5 мл аммонийной буферной смеси и 10-12 капель индикатора хромогена черного (или на кончике шпателя сухой смеси индикатора хромогена

черного с хлоридом натрия). Раствор перемешать и титровать до перехода окраски от фиолетово-красной до синий. Повторить титрование 3 раза, результаты опыта занести в таблицу:

№	V _{сыв} , мл	V _{тр} , мл	Отклонение от среднего (Δ)
1			
2			
3			
V _{ср}			

3. Суммарное содержание ионов кальция и магния в 1 л сыворотки крови вычислите по формуле:

$$q(\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+})_{\text{ммоль/л}} = \frac{C_{\text{Э(тр)}} \cdot V_{\text{(тр)}} \cdot 1000}{V_{\text{сыв}}}$$

Лабораторная работа № 20

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЛЬЦИЯ В МОЛОКЕ

Цель работы: Определить содержание кальция в молоке.

Необходимые приборы и реактивы:

Стандартный раствор трилона Б с $C_3 = 0,02$ моль/л, 2 моль/л раствор NaOH, сухая смесь индикатора мурексида с хлоридом натрия, пипетка на 10 мл, бюретка, колба для титрования на 200 мл.

Ход анализа:

1. Бюретку наполнить титрованным раствором трилона Б.
2. 10 мл молока перенести в колбу для титрования, прибавить цилиндром 90 мл дистиллированной воды, прибавить 2 мл раствора NaOH и на кончике шпателя сухой смеси индикатора мурексида с хлоридом натрия. Раствор перемешать и титровать трилоном Б до перехода окраски из розовой в сине-фиолетовую (сиреневую), не исчезающую в течение 3 мин. Титрование повторить 3 раза, результаты опыта занести в таблицу:

№	V _{мол} , мл	V _{тр} , мл	Отклонение от среднего (Δ)
1			
2			
3			
V _{ср}			

3. Количество ммоль ионов кальция в 1000 мл молока рассчитывают по формуле:

$$q(\text{Ca}^{2+}) \text{ ммоль/л} = \frac{C_{\text{Э(Тр)}} \cdot V_{\text{(Тр)}} \cdot 1000}{V_{\text{мол}}}$$

Контрольные вопросы

1. Какие ионы можно определять методом комплексонометрии?

- a) K^+ , Zn^{2+} , Ca^{2+}
- b) Na^+ , Cr^{3+} , Fe^{3+}
- c) Zn^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+}
- d) Cu^{2+} , Li^+ , Mg^{2+}
- e) Al^{3+} , Fe^{2+} , Na^+

2. По какому веществу устанавливается титр раствора трилона Б?

- a) железо металлическое
- b) сульфат магния
- c) хлорид натрия
- d) карбонат калия
- e) фосфат натрия

3. Укажите правильное химическое название трилона Б:

- a) аминоксусная кислота
- b) нитрилотриуксусная кислота
- c) этилендиаминтетрауксусная кислота
- d) ацетат натрия
- e) двунариевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты

4. Какой состав характерен для комплексов металлов с комплексоном III?

- a) 1:1
- b) 1:3
- c) 1:2
- d) 1:4
- e) 1:5

5. Укажите факторы, влияющие на прочность комплексного соединения определяемых металлов с комплексоном:

- a) pH среды, температура
- b) состав комплекса, концентрации исходных растворов
- c) состав комплекса, скорость титрования
- d) концентрация комплексона
- e) интенсивность перемешивания сливаемых растворов при титровании.

1. Можно ли комплексонометрически определять катионы нескольких металлов, находящихся в смеси, без предварительного разделения? Какой фактор при этом играет решающую роль?

- a) нет, состав образующихся комплексов
- b) да, pH
- c) да, состав образующихся комплексов
- d) нет, pH
- e) нет, концентрация ионов металла в смеси

7. Какую буферную смесь используют при комплексонометрическом определении кальция и магния?

- a) ацетатную
- b) хлоридно-аммиачную
- c) бикарбонатную
- d) фосфатную
- e) гемоглобиновую

8. Какую массу водного препарата комплексона III (г) необходимо взять для приготовления 300 мл $C_3 = 0,025$ моль/л раствора?

- a) 5,00
- b) 10,00
- c) 2,78
- d) 13,95
- e) 1,395

9. Определите молярную концентрацию эквивалента раствора хлорида цинка (моль/л), если на титрование 25 мл его израсходовано 12,5 мл $C_3 = 0,02$ моль/л раствора трилона Б :

- a) 0,02
- b) 0,1
- c) 0,001
- d) 0,01
- e) 0,05

10. Какова общая жесткость природной воды (ммоль/л), если на титрование 50 мл ее израсходовано 5 мл $C_3 = 0,02$ моль/л раствора трилона Б?

- a) 3,0
- b) 2,0
- c) 4,0
- d) 5,0
- e) 6,0

7. ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

7.1. ФОТОМЕТРИЯ

Фотометрия является частным случаем физико-химических методов анализа. Она основана на зависимости светопоглощения от химического состава вещества. Фотометрический метод анализа подразделяют на колориметрический, фотоэлектроколориметрический и спектрофотометрический. Поглощение света выражают величиной оптической плотности A (адсорбционность).

$$A = \lg \frac{I_0}{I}$$

где I_0 – интенсивность падающего света;

I – интенсивность света, прошедшего через раствор.

Оптическая плотность раствора зависит от концентрации окрашенного компонента и толщины слоя раствора – *основной закон светопоглощения* (закон Бугера-Ламберта-Бера):

$$A = \varepsilon cl$$

где ε – молярный коэффициент светопоглощения ($\varepsilon = A$, при $c = 1$ моль/л и $l = 1$ см);

c – концентрация окрашенного компонента, моль/л;

l – толщина слоя раствора, см.

При измерении оптической плотности сравнивают интенсивность световых потоков, прошедших через «нулевой» и окрашенный растворы. В «нулевой» раствор входят все компоненты, содержащиеся в стандартном и исследуемом растворах, кроме определяемого.

В фотоэлектроколориметрии степень поглощения света (интенсивность окраски) определяют с помощью прибора – фотоэлектроколориметра (ФЭК). Принцип действия ФЭК заключается в измерении микроамперметром электрического тока, возникающего в фотоэлементе при попадании на него светового потока, прошедшего через окрашенный раствор испытуемого вещества. Устройство и правила работы с ФЭК описаны в соответствующей литературе.

Вопросы для самопроверки:

1. В чем заключается сущность фотометрического анализа?
2. Что такое оптическая плотность и от чего она зависит?
3. Что такое эталонные, стандартные, нулевые и исследуемые растворы?
4. Как строят градуировочный график и каково его назначение?
5. Изложите методику выполнения анализа на КФК-2.

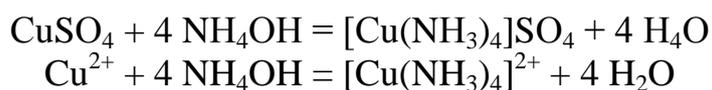
ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕДИ В РАСТВОРЕ С ПОМОЩЬЮ ФОТОЭЛЕКТРОКОЛОРИМЕТРА

Цель работы: Ознакомление с устройством фотоэлектрориметра КФК-2 и определением неизвестной концентрации вещества методом градуировочного графика.

Необходимые приборы и реактивы:

Стандартный раствор соли меди, содержащий 1 мг Cu^{2+} в 1 мл (3,9270 г $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ количественно переносят в мерную колбу на 1000 мл, растворяют, прибавляют 5 мл концентрированной серной кислоты и доводят объем до метки дистиллированной водой), раствор NH_4OH (1:3), фотоэлектрориметр КФК-2, мерные колбы на 50 мл, мерные пипетки на 25, 10, 5 мл.

Метод основан на образовании ионом Cu^{2+} с аммиаком комплексного иона $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$, окрашенного в интенсивно-синий цвет:



Интенсивность окраски комплексного иона находится в прямой зависимости от концентрации меди в растворе.

Определение ведут по схеме:

1. Готовят серию стандартных растворов.
 2. Подбирают кюветы и светофильтры.
 3. Измеряют оптическую плотность стандартных растворов.
 4. Строят градуировочный (калибровочный) график.
 5. Готовят исследуемый раствор.
 6. Измеряют оптическую плотность исследуемого раствора.
2. По калибровочному графику находят содержание меди в исследуемом растворе.

Для построения калибровочного графика готовят стандартные растворы. В пять мерных колб емкостью 50 мл отмеривают пипетками соответственно 25, 20, 15, 10, и 5 мл стандартного раствора соли меди. В каждую колбу прибавляют по 10 мл разбавленного (1:3) раствора NH_4OH и доводят объем дистиллированной водой до метки. Колбу закрывают пробкой и содержимое тщательно перемешивают. Для каждого раствора измеряют на фотоэлектрориметре оптическую плотность 2-3 раза, начиная с раствора с меньшей концентрацией, находят ее среднее арифметическое. Результаты измерений заносят в таблицу:

№	$V_{\text{Cu}^{2+}}$, мл	$C_{\text{Cu}^{2+}}$, мг/мл	Оптическая плотность раствора
1	5,0	0,1	
2	10,0	0,2	
3	15,0	0,3	
4	20,0	0,4	
5	25,0	0,5	
X			

Строят на миллиметровой бумаге градуировочный график в координатах:
 $A - C_{\text{Cu}^{2+}}$.

Ход определения меди в исследуемом растворе:

1. Берут у преподавателя колбу, содержащее неизвестное количество меди.
2. Прибавляют в колбу разбавленный (1:3) раствор NH_4OH до появления мути, а затем еще 10 мл и доводят объем в колбе дистиллированной водой до метки.
3. Раствор тщательно перемешивают и проводят измерение его оптической плотности в тех же условиях, что и при колориметрировании растворов для построения калибровочного графика.
4. Зная величину оптической плотности, находят по калибровочному графику концентрацию иона Cu^{2+} в миллиграммах на 1 мл раствора. Умножая ее на объем всего анализируемого раствора (50 мл), вычисляют общее количество меди.

7.2. ХРОМАТОГРАФИЯ

Хроматографию можно определить как процесс, основанный на многократном повторении актов сорбции и десорбции вещества при перемещении его в потоке подвижной фазы вдоль неподвижного сорбента. Хроматографические методы подразделяются на адсорбционные, распределительные, ионо-обменные и осадочные.

Вопросы для самопроверки:

1. Что называется адсорбцией?
2. Адсорбция на границах раздела жидкость-газ, твердое тело-газ, твердое тело-раствор. Изотермы адсорбции Гиббса, Ленгмюра и Фрейндлиха.
3. В чем сущность ионообменной адсорбции? Аниониты, катиониты и их применение.
4. В чем сущность методов хроматографии?
5. В чем сущность количественного определения веществ методом осадочной хроматографии?

КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИКЕЛЯ МЕТОДОМ ОСАДОЧНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ НА БУМАГЕ

Цель работы: Ознакомление с методом осадочной хроматографии.

Необходимые приборы и реактивы:

Хроматографическая бумага; капилляр; стакан, объемом 500 мл; чашка Петри; стандартный раствор соли никеля, с концентрацией Ni^{2+} 0,1 мг/мл; 12 % раствор глицерина; раствор диметилглиоксима.

Метод осадочной хроматографии основан на способности специальных сортов бумаги адсорбировать анализируемое вещество. Для этого определенный объем исследуемого раствора наносят на полоску хроматографической бумаги, заранее пропитанной соответствующим осадителем. Растворенное вещество образует на бумаге окрашенное пятно. Полнота осаждения достигается проявлением пятна с помощью специально подобранного проявителя, роль которого играет тот или иной растворитель.

Растворитель, продвигаясь вверх по бумаге, увлекает за собой избыток еще не осажденного вещества в область контакта со свежим осадителем. Вслед за движущимся проявителем появляется окрашенный пик, высота которого зависит от концентрации определяемого вещества. Количественный анализ вещества производится путем сравнения высоты пиков, полученных для стандартного и исследуемого растворов.

Хроматографический метод анализа широко используется в биологических исследованиях углеводов, аминокислот, хлорофилла и др.

Ход работы:

1. На полоску хроматографической бумаги, пропитанной диметилглиоксимом, в трех обозначенных точках с помощью капилляра наносят стандартные растворы соли никеля, содержащие соответственно 100, 300 и 600 мкг/мл Ni^{2+} . Перед взятием следующего раствора капилляр надо несколько раз промывать этим раствором.

2. На другую полоску хроматографической бумаги тем же самым капилляром наносят в трех точках исследуемый раствор задачи. Обе полоски закрепляют на подвеске и опускают в стакан с 12 % раствором глицерина так, чтобы нижний край бумаги соприкасался с растворителем. Стакан накрывают чашкой Петри и оставляют на 15-20 минут для проявления хроматограммы. Проявление считается законченным тогда, когда прекратится перемещение окрашенной границы.

3. Бумагу высушивают и измеряют высоту пиков от центра до вершины.

4. Полученные результаты заносят в таблицу:

№	$C_{Ni^{2+}}$, мкг/мл	$h_{\text{пика}}$, мм
1		
2		
3		
4		
5		
X		

5. На основании полученных данных строят градуировочную кривую в координатах: «высота пика, мм – концентрация Ni^{2+} , мкг/мл».

6. Методом графопостроения по градуировочной кривой определяют концентрацию Ni^{2+} в растворе задачи. Для этого на ось ординат графика наносят среднюю высоту пиков, найденных для исследуемого раствора задачи. Из этой точки проводят линию, параллельную оси абсцисс до пересечения ее с градуировочной прямой. Из точки пересечения опускают перпендикуляр на ось абсцисс и находят неизвестную концентрацию Ni^{2+} в растворе.

7. Проверяют ответ задачи у преподавателя и рассчитывают относительную погрешность определения ($\Delta X_{\text{отн}}$, %) по формуле:

$$\Delta X_{\text{отн}} = \frac{m_{\text{теор}} - m_{\text{опыт}}}{m_{\text{теор}}} \cdot 100\%$$

ИСПОЛЬЗОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. Цитович И.К. Курс аналитической химии. – М.: Высшая школа, 1985.
2. Сағадиева К.Ж., Бадавамова Г.Л. Аналитикалық химияның теориялық негіздері. Алматы: Қазақ университеті, 1994. -213 б.
3. Өтелбаев Б.Т. Химия -3. Шымкент: М.Әуезов атындағы Оңтүстік Қазақстан мемлекеттік университеті, 2000. -404 б.
4. Оскомова Л.А., Маденова П.С.. Методические указания к лабораторным работам по аналитической химии. – Алматы, 2002. -55 .
5. Харитонов Ю.А. Аналитическая химия. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. М.: Высшая школа, 2003, 559 б.
6. Васильев В.П. Аналитическая химия. Титриметрические и гравиметрические методы анализа. М.: Дрофа, 2004. -368 с.
7. Молдакалыкова А.Ж. Аналитикалық химия сапалық анализ бөлімі бойынша лабораториялық жұмыстар. -Оқу құралы. Алматы, -2008. -192 бет.
8. Маденова П.С. Аналитикалық химия. Зертханалық жұмыстарды жүргізуге арналған оқу құралы. -Алматы, 2010. -72 б.
9. Маденова П.С. Аналитикалық химия. – Алматы, 2012. -211 б.