

Министерство сельского хозяйства РФ
ФГБОУ ВПО «БРЯНСКАЯ ГОСУДАРСТВЕННАЯ
СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННАЯ АКАДЕМИЯ»

АГРОЭКОЛОГИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ

Кафедра химии, биотехнологии и физиологии растений

АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

Издание второе

БРЯНСК 2014

УДК 543(07)
ББК 24.4
Ч 37

Чекин Г.В. *Аналитическая химия*: пособие для аудиторной и внеаудиторной работы студентов. / Г.В. Чекин. - Брянск: Изд-во Брянской ГСХА, 2014. – 72 с.

Пособие предназначено для укрупненных групп направлений подготовки: 350000, 360000, 200000, 190000 (по направлениям подготовки, реализуемым в рамках образовательной деятельности Брянской государственной сельскохозяйственной академии)

Рецензент: к.х.н., доцент С.В. Кузнецов

*Рекомендовано к изданию решением методических комиссий:
Агроэкологического института протокол № 5 от 17.06.14 г;
Института ветеринарной медицины и биотехнологии № 8 от 18.06.14 г;
Инженерно-технологического факультета № 9 от 20.06.14 г.*

© Брянская ГСХА, 2014
© Чекин Г.В., 2014

Содержание

Порядок работы в химической лаборатории.....	4
Техника безопасности при работе в химической лаборатории.....	5
Раздел 1. Приборы, материалы и лабораторное оборудование для химических анализов.....	6
Лабораторная работа № 1 Посуда и оборудование.....	6
Лабораторная работа № 2 Проверка вместимости стеклянной посуды	21
Раздел 2 Весовой анализ (гравиметрия).....	22
Лабораторная работа № 3 Определение содержания кристаллизационной воды в кристаллогидратах.....	22
Лабораторная работа № 4 Анализ веществ образующих с осадителем кристаллические осадки.....	24
Лабораторная работа № 5 Анализ веществ образующих с осадителем аморфные осадки.....	27
Раздел 3 Объемный анализ (титриметрия).....	29
Лабораторная работа № 6 Кислотно-основное титрование.....	29
Лабораторная работа № 7 Осадительное титрование.....	38
Лабораторная работа № 8 Окислительно-восстановительное титрование..	41
Лабораторная работа № 9 Комплексонометрическое титрование.....	46
Задания для автоматизированного тестового контроля.....	48

ПОРЯДОК РАБОТЫ В ХИМИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ

1. Перед началом выполнения лабораторной работы необходимо ознакомиться с методикой ее выполнения.
2. Соблюдать правила техники безопасности.
3. Во время работы необходимо поддерживать порядок и чистоту как на рабочем месте, так и в лаборатории.
4. Не загромождать рабочее место посторонними предметами (сумками, посудой, лишним оборудованием и т.д.).
5. Не загрязнять реактивы, оставляя открытыми реактивные склянки. После применения склянку нужно закрыть и поставить на свое место.
6. Опыты, связанные с выделением газов, дыма, проводить в вытяжном шкафу. Если необходимо проверить на запах выделяющийся газ, надо легким движением ладони направить струю воздуха от пробирки к себе.
7. Экономно расходовать реактивы, воду и электроэнергию.
8. Отработанные растворы щелочей, кислот, соединений ртути, свинца, сульфидов нельзя сливать в раковины, соединенные с общей системой канализации. Их сливают в специально отведенные склянки.
10. Следует по возможности экономить рабочее время, длительные операции (выпаривание, прокаливание, фильтрование) выполнять параллельно с другими операциями. Например, параллельно с выпариванием выполнять реакции или мыть посуду, убирать рабочее место.
11. После окончания работы вымыть посуду, убрать рабочее место и привести в порядок лабораторию. Выключить воду и электроэнергию.

ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ РАБОТЕ В ХИМИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ

Работа в химической лаборатории требует ответственного и осведомленного поведения. В противном случае не исключена возможность аварий и несчастных случаев, для предотвращения которых необходимо соблюдать правила техники безопасности в лаборатории.

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

2. При разбавлении концентрированной серной кислоты следует осторожно, маленькими порциями приливать кислоту в воду, а не наоборот, так как при добавлении воды к концентрированной серной кислоте выделяется большое количество теплоты и может произойти разбрызгивание кислоты.

3. При переливании большого объема концентрированной кислоты следует надеть длинные резиновые перчатки, прорезиненный фартук, резиновые сапоги и защитные очки, тщательно предохраняющие глаза.

4. При отборе концентрированных кислот и щелочей, а также раствора аммиака пипеткой нельзя засасывать жидкость ртом; следует на пипетку надеть резиновую грушу и ею набирать кислоту или раствор щелочи и аммиака.

5. Твердую щелочь отбирать только пинцетом или щипцами, а гранулированную — фарфоровой ложкой. При измельчении щелочи следует защитить глаза специальными очками, надеть резиновые фартук и перчатки.

6. При работе с вредными и ядовитыми веществами, например солями бария, ртути, свинца, сероводородом, необходимо следить, чтобы они не попали в организм.

7. Категорически запрещается прием пищи в химической лаборатории, после работы необходимо тщательно вымыть руки.

8. Нельзя хранить горючие легковоспламеняющиеся вещества непосредственно в лаборатории и работать с ними вблизи огня или включенных электроприборов (печей, сушильных шкафов и т. п.).

РАЗДЕЛ 1

ПРИБОРЫ, МАТЕРИАЛЫ И ЛАБОРАТОРНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ ДЛЯ ХИМИЧЕСКИХ АНАЛИЗОВ

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1

ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

Химическую лабораторную посуду изготавливают из разнообразных природных и искусственных материалов: стекла, фарфора, корунда, шамота, кварца, металла, пластмасс и др. Наибольшее распространение в лабораториях получила посуда общего назначения, изготовленная из стекла. Благодаря своей термической стойкости, прозрачности, твердости и другим свойствам, стекло подходящий материал для изготовления химической посуды. В тех случаях, когда его химической или термической стойкости недостаточно, применяют посуду из других материалов.

ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ ЛАБОРАТОРНЫЕ СТЕКЛЯННЫЕ

Лабораторно-химическое стекло применяемое для изготовления лабораторной посуды, приборов и аппаратов, согласно ГОСТ 21400-75, разделяется на следующие классы:

- ХС1 химически стойкое 1 класса;
- ХС2 химически стойкое 2 класса;
- ХС3 химически стойкое 3 класса;
- ТХС1 термически и химически стойкое 1 класса;
- ТХС2 термически и химически стойкое 2 класса;
- ТС термически стойкое.

Все лабораторные изделия из стекла, согласно ГОСТ 25336-82, ГОСТ 1770-74, ГОСТ 29228-91, ГОСТ Р 51477-99, можно разделить на следующие группы:

- посуда лабораторная стеклянная
- посуда мерная лабораторная стеклянная
- пипетки, бюретки
- оборудование лабораторное стеклянное
- тара стеклянная для химических реактивов и особо чистых веществ

ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ ЛАБОРАТОРНЫЕ ФАРФОРОВЫЕ

Посуда и оборудование из фарфора обладает большой термостойкостью (до 1300⁰С) и механической прочностью. Тонкостенная фарфоровая по-

суда выдерживает резкие перепады температур, в ней возможно проводить выпаривание растворов и прокаливание веществ.

Таблица 1

Посуда лабораторная стеклянная (по ГОСТ 25336-82)

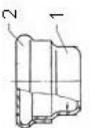
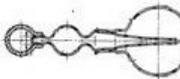
Рисунок	Назначение
<p>Исполнение 1  Исполнение 2 </p> <p>Тип В и Н</p>	<p>для фильтрования, выпаривания и приготвления растворов в лабораторных условиях</p>
<p>Тип СВ  Тип СН </p> <p>1-стаканчик; 2-крышка</p>	<p>для взвешивания и хранения веществ при лабораторных работах</p>
<p>Исполнение 1  Исполнение 2  Исполнение 3 </p>	<p>для дозирования индикаторов и других растворов</p>

Таблица 1 (продолжение).

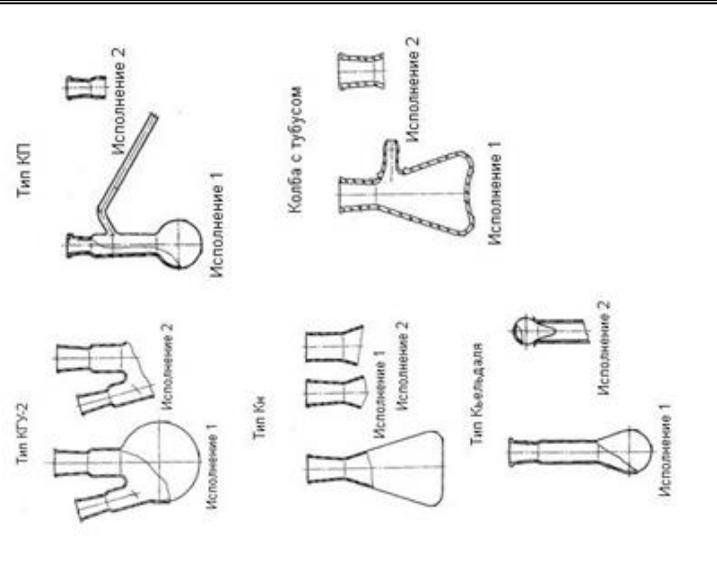
Рисунок	Назначение
 <p> Type KGU-2: Исполнение 1, Исполнение 2 Type KP: Исполнение 1, Исполнение 2 Type KJ: Исполнение 1, Исполнение 2 Type Kye: Исполнение 1, Исполнение 2 Колба с тубусом: Исполнение 1, Исполнение 2 </p>	<p>для фильтрования, выпаривания, перегонки, разгонки, дистилляции и синтеза в лабораторных условиях</p>
<p>Название</p> <p> стаканы: В – высокие Н – низкие </p> <p> стаканчики для взвешивания: СВ – высокие СН – низкие </p> <p> Капельницы 1 – с баллоном; 2 – с колпачком; 3 – с клювиком. </p>	

Таблица 1(продолжение).

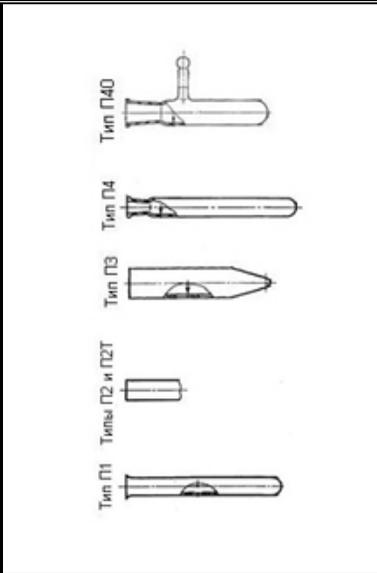
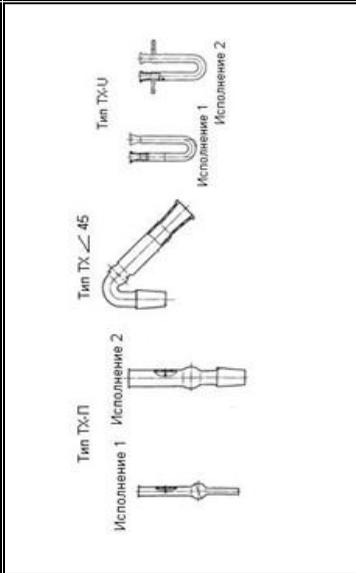
Рисунок	Назначение	Название
	<p>предназначены для лабораторных работ</p>	<p>Колбы К – круглодонные; П – плоскодонные; КГУ-2(3) – круглодонные с двумя (тремя) горловинами, расположенными под углом; КП-3(4) – круглодонные с тремя (четырьмя) горловинами, расположенными параллельно; Кн – конические Гр – грушевидные Къельдала – грушевидные О – остродонные с взаимозаменяемыми конусами; КП – круглодонные для перегонки;</p>
	<p>служат для предохранения различных веществ и растворов от загрязнений из воздуха. Трубки заполняют поглотителем (например, СаСl₂).</p>	

Таблица 1.(продолжение)

Рисунок	Назначение	Название
<p> Type В: Funnel with a wide, shallow cone. Type ВП: Funnel with a narrow neck. Type ВД: Funnel with a wide, shallow cone and a narrow neck. Type ВК: Funnel with a wide, shallow cone and a narrow neck, similar to ВД but with a different neck profile. Type ВФ: Funnel with a wide, shallow cone and a narrow neck, similar to ВД but with a different neck profile. Type П: A flask with a wide, shallow cone and a narrow neck. Type П1: A flask with a wide, shallow cone and a narrow neck, similar to П but with a different neck profile. Type П2: A flask with a wide, shallow cone and a narrow neck, similar to П but with a different neck profile. Type П2Г: A flask with a wide, shallow cone and a narrow neck, similar to П2 but with a different neck profile. Type П3: A flask with a wide, shallow cone and a narrow neck, similar to П3 but with a different neck profile. Type П4: A flask with a wide, shallow cone and a narrow neck, similar to П4 but with a different neck profile. Type П40: A flask with a wide, shallow cone and a narrow neck, similar to П40 but with a different neck profile. Type П: A flask with a wide, shallow cone and a narrow neck, similar to П but with a different neck profile. </p>	<p>для лабораторных работ</p>	<p>Пробирки П1 – цилиндрические с развернутым краем; П2 – цилиндрические; П2Г – цилиндрические полстостенные; П3 – остродонные; П4 – с взаимозаменяемым конусом; П40 – с взаимозаменяемым конусом и отводом. Грубки хлоркальциевые ТХ-П – прямая с одним шаром; ТХ<math>\leq 45^\circ</math> – изогнутая под углом <math>45^\circ</math>; ТХ-У – U-образная без отводов и с отводами.</math></p>

Таблица 1 (продолжение).

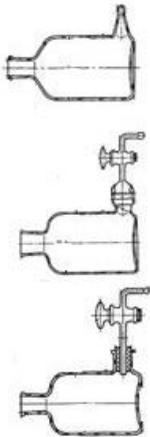
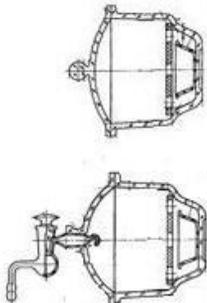
Рисунок	Назначение	Название
 <p>Исполнение 1 Исполнение 2 Исполнение 3</p>	<p>для отбора и хранения раствора и газа</p>	<p>Воронки В – лабораторные; ВД – делительные; ВР – с ребрами; ВК – капельные; ВП – для порошков; ВПР – предохранительные; ВСП – для собирания паров; ВФ – для фильтрования.</p>
 <p>Исполнение 1 Исполнение 2</p>	<p>для высушивания веществ под вакуумом при комнатной температуре и для хранения при лабораторных работах</p>	
	<p>для проведения капельных проверочных реакций (проба на полноту осаждения или на полноту промывания), покрытия стаканов, взвешивания.</p>	

Таблица 1(окончание).

Рисунок	Назначение	Название
<p> Type XPTT Type XSN Исполнение 1 Исполнение 2 </p>	<p>для обмена тепла двух потоков. Применяют для конденсации пара и охлаждения веществ</p>	<p>Склянки с тубусом 1 – под резиновую пробку с краном; 2 – взаимозаменяемыми конусами с краном; 3 – под резиновую пробку;</p>
	<p>для выполнения микрокристалло-скопических реакций</p>	<p>Эксикаторы 1 – краном; 2 – без крана. Часовые стекла</p>

Таблица 2

Посуда мерная лабораторная
стеклянная (по ГОСТ 1770-74)

Назначение	Название
<p>для измерения объемов жидкости, наливаемой или отливаемой в пределах полного объема цилиндра или его части. Мерные цилиндры бывают с пришлифованной пробкой, но-сиком.</p>	<p>Холодильники ХПТ – с прямой трубкой; ХШ – шариковые; ХСН – спиральные с наружным охлаждением; ХСВ – спиральные с внутренним охлаждением; ХСВО – спиральные с внутренним охлаждением обратимые; ХСД – спиральные с внутренним и наружным охлаждением двухстенные; ХП – пальчиковые.</p>
<p>для грубых измерений объемов, отстаивания мутных жидкостей. Бывают цилиндрической или конической формы.</p>	<p>Предметные стекла</p>

Таблица 2 (окончание)

<p>Назначение</p> <p>измерение небольших объемов растворов</p>	<p>для приготовления растворов определенной концентрации, растворения веществ, разбавления растворов и т.п., имеют 1 или 2 кольцевые отметки на цилиндрической части горла.</p>
--	---

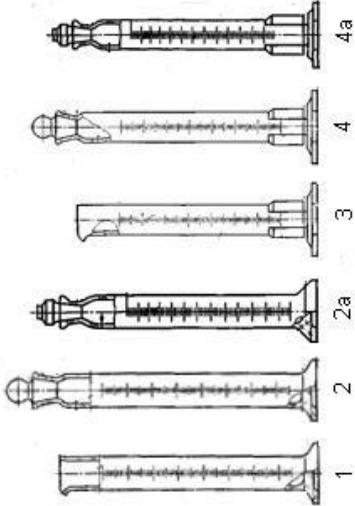
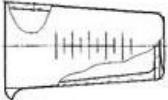
Название	Рисунок
<p>Цилиндры</p>	
<p>Мензурка</p>	

Таблица 3
 Пипетки, бюретки (по ГОСТ
 29251-91, 29169-91, 29227-91)

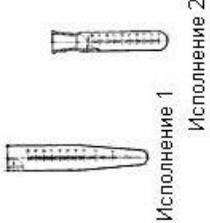
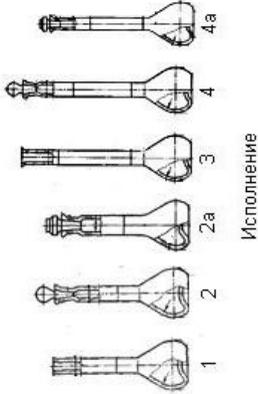
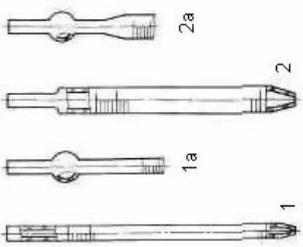
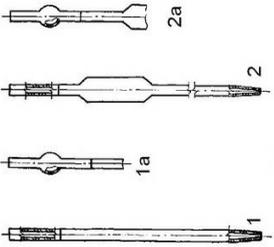
Назначение	Название	Рисунок
<p>Точное отмеривание небольших объемов исследуемых или стандартных растворов</p>	<p>Пробирки мерные</p>	
<p>Точное отмеривание небольших объемов исследуемых или стандартных растворов</p>	<p>Колбы мерные</p>	

Таблица 3 (окончание).

Назначение
Точное измерение небольших объемов жидкости, титрование

Название	Рисунок
Пипетки градуированные	 <p>1 1a 2 2a</p> <p>Исполнение</p>
Пипетки с одной отметкой	 <p>1 1a 2 2a</p> <p>Исполнение</p>

Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые (по ГОСТ 9147-80)

Назначение	
разбавление концентрированных кислот, нагревание растворов	
выпаривание растворов	
нагревание растворов	

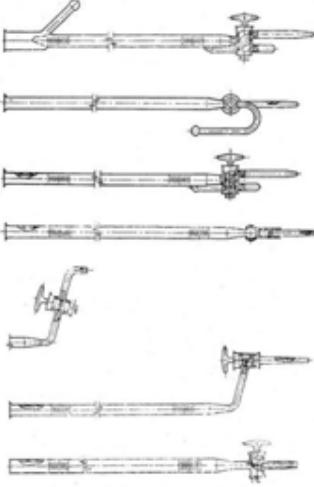
Название	Рисунок
Бюретки	

Таблица 4 (продолжение).

Назначение	
прокаливание веществ	
разбавление концентрированных кислот, нагревание растворов	
отбор вещества	
снятие осадков с фильтров, отбор вещества	

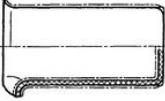
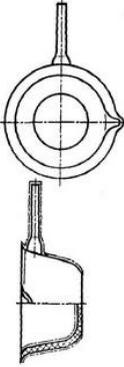
Название	Рисунок
Стакан фарфоровый	
Выпарительная чашка	
Кастрюля	

Таблица 4 (окончание).

Назначение	
измельчение образцов	
фильтрование осадков в горячем и холодном состоянии при низком давлении	
Помещается в эксикатор над водопоглощающим веществом, служа подставкой	

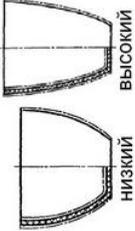
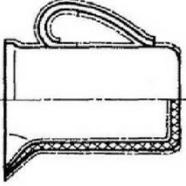
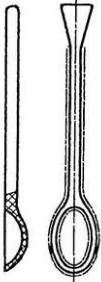
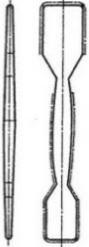
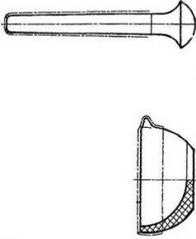
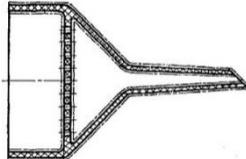
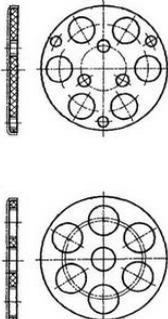
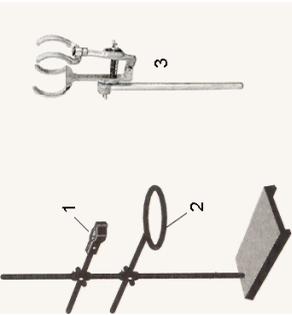
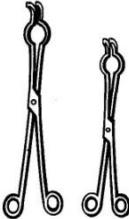
Название	Рисунок
Тигли фарфоровые	 <p>низкий высокий</p>
Кружка фарфоровая	
Ложка	
Шпатель	

Таблица 2
Металлическое лабораторное
оборудование

Назначение	Название	Рисунок
Закрепление холодильников, бюреток, делительных воронок и т.п.	Ступка и пестик	
приспособление для зажимания резиновых трубок, различных конструкций	Воронка Бюхнера	
Захват крышек тиглей, перемещение тиглей	Вставки для эксикаторов	

<p>Название</p>	<p>Рисунок</p>
<p>Штатив 1. Держатель 2. Кольцо 3. Вилка</p>	
<p>Зажимы 1. Винтовой 2. Пружинный</p>	
<p>Тигельные щипцы</p>	

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2

ПРОВЕРКА ВМЕСТИМОСТИ СТЕКЛЯННОЙ ПОСУДЫ

При калибровании мерных колб, бюреток, пипеток на заводе могут быть допущены погрешности, выходящие за пределы допустимых. Поэтому перед использованием мерной посудой необходимо проверить ее объем. Такую проверку называют *калиброванием*.

Объем измерительных сосудов проверяют по массе вмещаемой до метки (или выливаемой из них) дистиллированной воды при температуре весовой комнаты. Вода принимает температуру комнаты через 40-60 мин.

ПРОВЕРКА ОБЪЕМА ПИПЕТКИ

Чистую пипетку наполняют точно до метки дистиллированной водой, полностью выливают ее в бюкс, масса которого с крышкой предварительно найдена на аналитических весах. Бюкс с водой закрывают крышкой и взвешивают. Определение повторяют три раза, находят среднее значение (из трех определений) массы воды. Полученное значение массы воды делят на ее плотность при данной температуре (табл. 6)

Таблица 6 - Зависимость плотности воды от температуры

t (воды), °C	ρ (воды), г/мл	t (воды), °C	ρ (воды), г/мл	t (воды), °C	ρ (воды), г/мл
16	0,99790	21	0,99697	26	0,99579
17	0,99774	22	0,99676	27	0,99552
18	0,99756	23	0,99653	28	0,99524
19	0,99738	24	0,99629	29	0,99496
20	0,99718	25	0,99604	30	0,99466

вычисляют объем пипетки (мл):

$$V(\text{пипетки}) = \frac{m(\text{воды})}{\rho(\text{воды})}$$

ПРОВЕРКА ОБЪЕМА МЕРНОЙ КОЛБЫ

Колбу тщательно моют, высушивают в сушильном шкафу, охлаждают до комнатной температуры и взвешивают на технических весах с точностью до 0,01 г. Колбу наполняют до метки дистиллированной водой определенной температуры, вытирают снаружи полотенцем, а внутренние стенки выше метки жгутиком из фильтровальной бумаги и снова взвешивают на тех же весах. Определение повторяют три раза при данной температуре, находят среднюю массу воды и вычисляют объем мерной колбы по формуле:

$$V(\text{колбы}) = \frac{m(\text{воды})}{\rho(\text{воды})}$$

ПРОВЕРКА ОБЪЕМА БЮРЕТКИ

Проверка вместимости бюретки аналогична проверке объема пипетки. Но объем бюретки проверяют не сразу весь, а последовательным взвешиванием воды в бюксе с крышкой, вмещающей ими до различных делений бюретки (0-5 мл, 0-10 мл и т.д. до 25 мл). Взвешивание ведут на аналитических весах с точностью до 0,0001 г. Исходя из полученных результатов массы воды и ее плотности, вычисляют объем для отдельных частей бюретки по формуле:

$$V = \frac{m(\text{воды})}{\rho(\text{воды})}$$

Составляют таблицу поправок, которой пользуются при работе с бюреткой.

Калибрование бюретки

№ п/п	Объем отдельных частей бюретки, мл	Масса воды в отдельных частях бюретки, г	Точный объем отдельных частей бюретки, мл	Поправка к отдельным частям бюретки, мл (\pm)
1	0 – 5			
2	0 – 10			
3	0 – 15			
4	0 – 20			
5	0 – 25			

При несоблюдении точности измерений объемов нельзя получить правительные результаты анализа, если даже все аналитические операции проводились с большой аккуратностью и точностью.

РАЗДЕЛ 2 ВЕСОВОЙ АНАЛИЗ (ГРАВИМЕТРИЯ)

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ КРИСТАЛЛИЗАЦИОННОЙ ВОДЫ В КРИСТАЛЛОГИДРАТАХ

Для определения влажности того или иного продукта и кристаллизационной воды в кристаллогидратах берется точная навеска анализируемого вещества (в количестве 1-5 г), которая в сушильном шкафу подвергается высушиванию до постоянного веса. При этом температура сушки различных веществ зависит от прочности связи в них молекул воды с основным веществом и колеблется в следующих пределах: при определении влажности от 100 до 110°C (не выше), а при определении кристаллизационной воды – от 110°C и выше. *Если анализируемое вещество при температуре 100°C и выше разлагается или улетучивается, то для определения его влажности высушивание производится под вакуумом при более низких температурах или же используются другие, специальные методы этого определения.*

Например, при определении влажности кристаллогидратов (глауберовой соли, алюминиевых квасцов и т. п.) суперфосфата, бумаги и волокнистых веществ (пряжи, ткани, шерсти и т. п.) высушивание их производится при температуре 100 - 102°C (не выше); углей, а также сернистых и металлических руд - при 103 - 105°C; желатины, силикатного сырья и продуктов его переработки при 105 - 110°C; известняков – при 108 - 110°C и т.д.

При определении кристаллизационной воды в кристаллической щавелевой кислоте $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ температура ее высушивания поддерживается не выше 110-112°C; в кристаллическом хлористом барии $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ и двухромовокислом натрия $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ – 120-125°C; в медном купоросе $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ – 140-150°C; в алюмокалиевых квасцах $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ –

около 230°C; в кристаллической соде $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ до 270°C; в глауберовой соли $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ – выше 300°C (слабое прокалывание) и т.д.

1. ВЗЯТИЕ НАВЕСКИ

Тщательно промытый стаканчик для взвешивания (бюкс) просушивают в сушильном шкафу. После охлаждения в эксикаторе взвешивают его на аналитических весах. Высушивание бюкса следует производить до постоянного веса (20-30 мин.). При просушивании и охлаждении бюкс должен быть открыт, а при взвешивании закрыт крышкой. Затем в бюкс помещают около 1,5 – 2,0 г анализируемого кристаллогидрата и, закрыв крышкой, снова взвешивают.

2. ВЫСУШИВАНИЕ НАВЕСКИ

После взвешивания бюкс и крышку (повернутую на ребро) с кристаллогидратом ставят на полку (не на дно) сушильного шкафа. Закрывают дверцу шкафа и держат в нем бюкс около 1,5 – 2 час, поддерживая необходимую температуру. Через указанный промежуток времени бюкс при помощи тигельных щипцов помещают в эксикатор, переносят (в эксикаторе) в весовую комнату, охлаждают (20 – 25 мин.), закрывают крышкой и взвешивают. После первого взвешивания бюкс с навеской снова просушивают (25 – 30 мин.), охлаждают и взвешивают. Если второе взвешивание отличается от первого более чем на 0,0004 г, то навеску подвергают дополнительному просушиванию до тех пор, пока разница в весе между последним и предыдущим взвешиванием будет не более 0,0004 г. При этом можно считать, что кристаллизационная вода из кристаллогидрата удалена практически полностью.

3. ВЫЧИСЛЕНИЕ ФОРМУЛЫ КРИСТАЛЛОГИДРАТА

Данные, полученные в процессе выполнения работы, заносим в таблицу:

№ бюкса	Масса бюкса, г	Масса бюкса с кристаллогидратом, г	Масса навески кристаллогидрата, г	Масса бюкса с кристаллогидратом после высушивания, г		
	m			m_1	$m_2 = m_1 - m$	(m_3)1

Пример расчета

Предположим, что для определения кристаллизационной воды взята навеска $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Были получены следующие данные:

№ бюкса	Масса бюкса, г	Масса бюкса с кристаллогидратом, г	Масса навески кристаллогидрата, г	Масса бюкса с кристаллогидратом после высушивания, г		
	m			m_1	$m_2 = m_1 - m$	(m_3)1
141	6,3246	7,8870	1,5624	7,6584	7,6572	7,6570

1. По наименьшей массе бюкса с веществом находим массу кристаллизационной воды:

$$m(\text{H}_2\text{O}) = m_1 - m_3 = 7,8870 \text{ г} - 7,6570 \text{ г} = 0,2300 \text{ г}$$

2. Находим массу безводного хлорида бария:

$$m(\text{BaCl}_2) = m_2 - m(\text{H}_2\text{O}) = 1,5624 \text{ г} - 0,2300 \text{ г} = 1,3324 \text{ г}$$

3. Найдем количество моль воды и безводного хлорида бария:

$$n(\text{H}_2\text{O}) = \frac{m(\text{H}_2\text{O})}{M(\text{H}_2\text{O})} = \frac{0,2300}{18} = 0,0128$$

$$n(\text{BaCl}_2) = \frac{m(\text{BaCl}_2)}{M(\text{BaCl}_2)} = \frac{1,3324}{208} = 0,0064$$

3. Определим формулу кристаллогидрата:

$$n(\text{BaCl}_2)/n(\text{H}_2\text{O}) = 0,0064/0,0128 = 1:2 \rightarrow \text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$$

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4

АНАЛИЗ ВЕЩЕСТВ ОБРАЗУЮЩИХ С ОСАДИТЕЛЕМ КРИСТАЛЛИЧЕСКИЕ ОСАДКИ

При весовом анализе веществ, образующих с осадителем кристаллические осадки, наиболее распространенными определениями в этих веществах являются: определение количества сульфат-ионов и окисленной до этих ионов серы, определение содержания фосфат-ионов и окисленного до PO_4 фосфора низших валентностей и, наконец, определение количества магния и кальция.

1. ОСАДИТЕЛЬ

В качестве осадителя для SO_4^{2-} следует брать ионы Ba^{2+} в виде хлорида или нитрата:



Осадок сульфата бария является соединением практически нерастворимым, очень устойчивым, и его состав строго соответствует формуле BaSO_4 . Образующиеся при осаждении сульфата бария минеральные кислоты (HCl или HNO_3) летучи и при прокаливании осадка легко из него удаляются.

2. РАСЧЕТ КОЛИЧЕСТВА ОСАДИТЕЛЯ

Примем в качестве осадителя хлорид бария. Допустим, что в качестве задачи получено 10 мл 0,5н. раствора серной кислоты, разбавленных до 40-50 мл водой. Следовательно, в этом растворе содержится:

$(0,5 \cdot 10) / (1000 \cdot 2) = 0,0025$ моль H_2SO_4 (и соответственно, столько же моль сульфат-ионов).

Для осаждения этого количества сульфат-ионов требуется BaCl_2 (с учетом 25% его избытка):

$$0,0025 \cdot 1,25 = 0,003125 \text{ моль } \text{BaCl}_2$$

Отсюда кристаллического хлористого бария $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ($M(\text{BaCl}_2) = 244,3$) необходимо:

$$244,3 \cdot 0,003125 = 0,76 \text{ г.}$$

Эту навеску кристаллического хлорида бария берут на техномических весах и растворяют ее в отдельном стакане, примерно в одинаковом с серной кислотой объеме воды, т. е. в 40 – 50 мл. Если раствор BaCl_2 имеется готовый, то количество его следует брать в соответствии с количеством анализируемого раствора H_2SO_4 .

3. ОСАЖДЕНИЕ BaSO_4

Прежде чем производить осаждение BaSO_4 , растворы серной кислоты и осадителя нагревают почти до кипения. Нагревание следует производить на плотной асбестовой сетке или, лучше, на кипящей водяной бане. Затем осторожно, небольшими порциями (лучше, по каплям) приливают горячий раствор хлорида бария к горячему раствору серной кислоты, постоянно помешивая последний стеклянной палочкой. При этом следует избегать соприкосновения палочки со стенками и дном стакана, так как в противном случае осадок может очень плотно пристать к стеклу. После того как $\frac{2}{3} - \frac{3}{4}$ объема осадителя израсходовано на осаждение, приливание остальной части его можно ускорить. Когда весь хлорид бария будет прилит, стакан с осадком закрывают бумагой, не вынимая из него стеклянной палочки, и оставляют на 15 - 20 часов для созревания осадка. Если стакан с осадком поместить на водяную баню с температурой 60 – 80°C, то процесс созревания осадка заканчивается через 4 - 5 часов.

После отстаивания осадка проверяют полноту осаждения SO_4^{2-} . Для этого к отстоявшейся прозрачной жидкости над осадком по стенке стакана приливают несколько капель BaCl_2 и наблюдают, не будет ли появления мути.

Во время созревания осадка производят прокаливанию тигля до постоянного веса.

4. ФИЛЬТРОВАНИЕ И ПРОМЫВАНИЕ ОСАДКА BaSO_4

Фильтрацию производят через плотный фильтр «синяя лента». Для этого вначале жидкость с осадка $BaSO_4$ декантируют (через фильтр), затем (тоже декантацией) осадок 2 - 3 раза промывают в стакане небольшими порциями (10 - 15 мл) промывной жидкости.

В качестве промывной жидкости для $BaSO_4$ служит горячая вода, подкисленная соляной кислотой (5 мл 2 н. HCl на 100 мл воды). Затем осадок с помощью новых порций промывной воды переносят на фильтр, соблюдая при этом все предосторожности, обеспечивающие исключение каких бы то ни было потерь осадка. После того как осадок полностью перенесен на фильтр, его вновь 2 - 3 раза промывают горячей водой без соляной кислоты и просушивают.

5. ВЫСУШИВАНИЕ И ПРОКАЛИВАНИЕ ОСАДКА

Высушивание фильтра с осадком $BaSO_4$ производят или на воздухе, или в сушильном шкафу. Просушивание его не следует доводить до конца, а оставить фильтр слегка влажным, так как совершенно сухой фильтр при заворачивании в него осадка будет ломаться. Подсушенный осадок вместе с фильтром помещают в прокаленный до постоянного веса тигель, затем ставят тигель в муфельную печь, а затем в течение 30 минут прокаливают при температуре 700 - 750°C до полного побеления осадка и исчезновения на стенках тигля темного налета. После прекращения прокаливания тигель переносят в эксикатор, в течение 15 - 20 мин. охлаждают и взвешивают. Затем производят повторное прокаливание в течение 20 мин., охлаждают, и снова взвешивают. Если при этом вес тигля с осадком уменьшился по сравнению с первым взвешиванием более чем на 0,0004 г, то осадок прокаливают третий раз и так до тех пор, пока не будет достигнут или постоянный вес тигля с осадком, или расхождение между последним и предыдущим взвешиванием не будет превышать 0,0004 г.

6. ВЫЧИСЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

Данные, полученные в процессе выполнения работы, заносим в таблицу:

№ тигля	Масса тигля, г	Масса тигля с осадком после прокаливания, г			Масса осадка, г
	m	(m_1)1	(m_1)2	(m_1)3	

Пример расчета

Предположим, что в результате проведения анализа, были получены следующие данные:

№ тигля	Масса тигля, г	Масса тигля с осадком после прокаливания, г			Масса осадка, г
	m	(m_1)1	(m_1)2	(m_1)3	
017	12,4786	12,9158	12,9150	12,9148	0,4362

Из этих данных определяем массу H_2SO_4 .

$$M(\text{BaSO}_4) = 233,4, M(\text{H}_2\text{SO}_4) = 98,08$$

233,4 г BaSO_4 соответствуют 98,08 г H_2SO_4 ,

0,4362 г BaSO_4 должны соответствовать x г H_2SO_4 .

Отсюда: $(0,4362 \cdot 98,08) / 233,4 = 0,1832$.

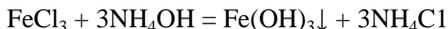
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 5

АНАЛИЗ ВЕЩЕСТВ ОБРАЗУЮЩИХ С ОСАДИТЕЛЕМ АМОРФНЫЕ ОСАДКИ

Наиболее распространенными компонентами, образующими с осадителем аморфные осадки, количественное определение которых производится весовым путем, являются ионы железа, алюминия и кремниевой кислоты.

1. ОСАДИТЕЛЬ

Для солей трехвалентного железа осадителем служит раствор аммиака, который при взаимодействии с ними образует практически нерастворимый осадок $\text{Fe}(\text{OH})_3$ и соответствующую легколетучую аммонийную соль:

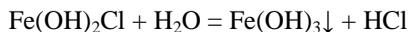


Гидроксид железа (III) довольно устойчив и при прокаливании переходит в оксид железа (III), состав которого точно соответствует формуле Fe_2O_3 :



2. ОСАЖДЕНИЕ $\text{Fe}(\text{OH})_3$

Осаждение аморфных осадков производится из более концентрированных растворов по сравнению с осаждением кристаллических осадков. Температурные же условия при этом соблюдаются одинаковые с условиями осаждения последних, так как повышенная температура способствует уплотнению и укрупнению твердых образований. Однако, если нагревание солей трехвалентного железа (до осаждения их аммиаком) производить в нейтральных растворах, то они легко подвергаются гидролизу:



Образующийся при этом осадок пристает к стенкам стакана и очень плохо фильтруется и промывается. Поэтому в целях предотвращения выпадения осадка к подобным растворам перед их нагреванием приливают небольшое количество соляной кислоты, которая в дальнейшем при осаждении железа растворами аммиака нейтрализуется. Таким образом, раствор FeCl_3 подкисляют 3-5 мл 2н. HCl и осторожно нагревают (не до кипения). Затем к горячему раствору приливают небольшими порциями (лучше по каплям) 10% раствор аммиака до тех пор, пока раствор не будет слабо пахнуть аммиаком. После этого полученный осадок $\text{Fe}(\text{OH})_3$ осторожно, но очень тщательно перемешивают стеклянной палочкой и для уменьшения адсорбции осадком хлорид-ионов раствор разбавляют 1,5-2,0-кратным объемом горячей воды.

3. ФИЛЬТРОВАНИЕ И ПРОМЫВАНИЕ ОСАДКА

После 3-5-минутного отстаивания осадка осветленную над ним жидкость вначале проверяют раствором аммиака на полноту осаждения, затем декантируют на фильтр «белая» лента. Осадок промывают. В качестве промывной жидкости служит 2%-ный раствор NH_4NO_3 . Промывание производят вначале декантацией, затем на фильтре до полного удаления из него хлорид-ионов. Проверку на полноту промывания производят раствором нитрата серебра. При этом промывную пробу подкисляют азотной кислотой.

4. ПРОСУШИВАНИЕ И ПРОКАЛИВАНИЕ ОСАДКА $\text{Fe}(\text{OH})_3$

После промывания осадок слегка подсушивают, завертывают в фильтр, через который производилось фильтрование, и переносят в прокаленный до постоянной массы тигель. В тигле фильтр с осадком вначале высушивают, затем обугливают, после чего уже подвергают прокаливанию (при $t = 800^\circ\text{C}$) до постоянного веса. В открытом тигле, т.е. на воздухе, оксид железа (III) при данной температуре не восстанавливается углеродом обугленного фильтра.

Первое прокаливание производится 20-25 мин., второе 10-15 мин., после чего обычно достигается постоянство массы тигля с осадком.

Если осадок $\text{Fe}(\text{OH})_3$ недостаточно хорошо отмыт от хлорид-ионов, то они образуют при прокаливании FeCl_3 , который уже при температуре 315°C полностью улетучивается, вследствие чего часть железа из осадка теряется.

5. ВЫЧИСЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

Данные, полученные в процессе выполнения работы, заносим в таблицу:

№ тигля	Масса тигля, г	Масса тигля с осадком после прокаливания, г			Масса осадка, г
	m	(m_1)1	(m_1)2	(m_1)3	
					$m_2 = m_1 - m$

Пример расчета

Предположим, что в результате проведения анализа, были получены следующие данные:

№ тигля	Масса тигля, г	Масса тигля с осадком после прокаливания, г			Масса осадка, г
	m	(m ₁)1	(m ₁)2	(m ₁)3	m ₂ = m ₁ - m
024	12,4782	12,6432	12,6426	12,6424	0,1642

1 моль (159,68 г) Fe₂O₃ соответствует 2 молям (324,42 г) FeCl₃,

0,1642 г Fe₂O₃ будет соответствовать х г FeCl₃.

Отсюда: $(324,42 \cdot 0,1642) / 159,68 = 0,3336$ г.

Таким образом, в анализируемом растворе содержится 0,3336 г FeCl₃. Если для анализа была взята навеска технического хлорного железа, то по количеству полученного Fe₂O₃ вычисляется процентное содержание FeCl₃ следующим образом. Допустим, что FeCl₃·nH₂O было взято для анализа 0,5372 г (навеска), а анализ показал содержание в нем 0,3336 г FeCl₃.

Отсюда процентное содержание FeCl₃ составит:

$$X\% = (0,3336 \cdot 100) / 0,5372 = 62,1\%$$

РАЗДЕЛ 3 ОБЪЕМНЫЙ АНАЛИЗ (ТИТРИМЕТРИЯ)

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 6 КИСЛОТНО-ОСНОВНОЕ ТИТРОВАНИЕ

1. ПРИГОТОВЛЕНИЕ СТАНДАРТНОГО РАСТВОРА СОЛЯНОЙ КИСЛОТЫ

В титриметрическом анализе стандартные растворы кислот, как правило, готовят с молярной концентрацией эквивалентов вещества (C_H) от 0,05 до 0,1 и реже 1 моль-экв./л.

Стандартные растворы кислот готовят разбавлением концентрированных кислот водой до требуемой концентрации. Концентрация приготовленного таким путем раствора приближительна.

Для приготовления стандартного раствора HCl, с помощью ареометра, определяют плотность концентрированной соляной кислоты (г/см³).

Определив плотность концентрированной кислоты, по справочным таблицам находят массовую долю (%) HCl в растворе кислоты и рассчитывают ее необходимый объем.

Пример расчета

Предположим, необходимо приготовить 250 см³ 0,1 М раствора HCl из концентрированной соляной кислоты.

Определяем плотность концентрированной соляной кислоты. Предположим, что плотность равна $1,179 \text{ г/см}^3$. По справочной таблице находим, что такой плотности соответствует 36 %-ный раствор HCl.

Вычисляем, какая масса 100 %-ного безводного хлорида водорода содержится в 250 см^3 раствора. Зная, что $M(\text{HCl}) = 36,46 \text{ г/моль}$, составляем пропорцию:

в 1000 см^3 содержится $36,46 \cdot 0,1 \text{ г HCl}$

» 250 » » x » HCl

Отсюда $x = 0,9115 \text{ г}$.

Вычисляем, какая масса 36 %-ной соляной кислоты потребуется для приготовления 250 см^3 0,1 М раствора HCl:

в 100 г раствора содержится 36 г безводного HCl

» x » » 0,9115 » » HCl

Отсюда $x = 2,53 \text{ г}$ 36 %-ной HCl

Вычисляем, какой объем занимают 2,53 г 36 %-ного раствора HCl:

$$V = m/\rho ; V = 2,53/1,179 \text{ см}^3 = 2,15 \text{ см}^3.$$

Таким образом, для приготовления 250 см^3 0,1 М раствора HCl, отмеривают при помощи цилиндра или градуированной пробирки около $2,2 \text{ см}^3$ соляной кислоты ($\rho = 1,179 \text{ г/см}^3$). Эту операцию проводят в вытяжном шкафу.

Полученные данные оформляют в виде таблицы:

Приготовление стандартного раствора соляной кислоты

Величина	Значения
Объем мерной колбы, см^3	
Плотность концентрированной кислоты (ρ) г/см^3	
Массовая доля концентрированной кислоты (ω), %	
Объем раствора концентрированной кислоты, см^3	
Объем воды, см^3	

В чистую мерную колбу наливают дистиллированную воду около 200 см^3 . Затем туда же выливают отмеренный объем ($2,2 \text{ см}^3$) концентрированной соляной кислоты, доводят водой уровень раствора до метки. Колбу закрывают пробкой, осторожно многократно перемешивают. На колбе маркером указывают формулу кислоты, номер группы и микрогруппы.

Приготовленный таким образом раствор HCl имеет приблизительную концентрацию, поэтому его нельзя использовать в качестве стандартного раствора до момента установления точной концентрации.

Чтобы установить точную концентрацию приготовленного раствора соляной кислоты, применяют химически чистые соединения известного химического состава, реагирующие с кислотой в стехиометрических соотношениях. Чаще всего используют тетраборат натрия (буру) $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ (хч), которая взаимодействует с соляной кислотой по уравнению:



2. ПЕРЕКРИСТАЛЛИЗАЦИЯ ТЕТРАБОРАТА НАТРИЯ

При хранении тетраборат натрия частично выветривается и становится не десятиводным $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, а пятиводным $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$. Чтобы получить однородные кристаллы десятиводного тетрабората, его перекристаллизовывают.

В чистый стакан объемом 200-250 см³ наливают 100 см³ дистиллированной воды и нагревают ее до 70°С. На технических весах взвешивают 12 г тетрабората натрия и при постоянном помешивании высыпают навеску в стакан с горячей водой. Образуется насыщенный раствор, его быстро фильтруют через бумажный складчатый фильтр. Затем стакан с раствором помещают в холодную воду или снег.

После охлаждения раствор становится пересыщенным и из него выпадают кристаллы $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$. Для ускорения кристаллизации раствор помешивают стеклянной палочкой. Выпавшие кристаллы отделяют от раствора фильтрованием через воронку, соединенную с водоструйным насосом.

Кристаллы отжимают между листами фильтровальной бумаги несколько раз и высушивают на листе сухой бумаги до тех пор, пока они не будут легко отставать от сухой стеклянной палочки, которой их перемешивали.

Во избежание выветривания перекристаллизованный тетраборат натрия хранят в склянке с притертой пробкой или в пробирке, которую плотно закрывают резиновой пробкой.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МОЛЯРНОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ И ТИТРА СТАНДАРТНОГО РАСТВОРА СОЛЯНОЙ КИСЛОТЫ ПО ТЕТРАБОРАТУ НАТРИЯ

Расчет навески $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$. Поскольку раствор соляной кислоты был приготовлен приблизительно ($\approx 0,1$ моль/л) и титрование предусматривается методом отдельных навесок, то массу навески тетрабората натрия рассчитывают исходя из того, что на ее титрование должно расходоваться около 20,00-25,00 см³ раствора HCl.

Согласно уравнению реакции взаимодействия тетрабората натрия и соляной кислоты составляют пропорцию и вычисляют количество $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ в 1000 см³ раствора:

$$\begin{array}{l} 2 \text{ моль HCl соответствует } 1 \text{ моль } \text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O} \\ 0,1 \text{ » HCl} \quad \quad \quad \text{» } x \text{ » } \text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O} \\ \text{Отсюда } x = 0,05 \text{ моль/л.} \end{array}$$

Вычисляем количество вещества $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ в $25,00 \text{ см}^3$ раствора:
в 1000 см^3 раствора содержится $0,05$ моль $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$
» $25,00$ » » » x $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$
 $x = 0,00125$ моль.

Вычисляем массу навески буры: $M(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = 381,37 \text{ г/моль}$;
 1 моль составляет $381,37 \text{ г Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$
 $0,00125$ » » x » $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$
 $x \approx 0,5 \text{ г}$; $m(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O})$ должна быть взята $\sim 0,5 \text{ г} \pm 10\%$.

Взвешивание и растворение навески $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$.

Для ускорения взвешивания точной навески предварительно на технических весах взвешивают $0,45\text{-}0,55 \text{ г Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$. Переносят навеску на часовое стекло, предварительно взвешенное на аналитических весах, и точно взвешивают стекло с навеской. Результаты взвешивания на аналитических весах записывают в лабораторный журнал.

Навеску переносят через воронку в чистую коническую колбу объемом $200\text{-}250 \text{ см}^3$. Частицы вещества со стекла и воронки смывают дистиллированной водой из промывалки в ту же колбу. В колбе должно получиться раствора не более $50,00 \text{ см}^3$. Содержимое колбы перемешивают осторожными вращательными движениями. Если при этом навеска не растворится, раствор подогревают на водяной бане.

Титрование.

В колбу с раствором тетрабората натрия прибавляют $1\text{-}2$ капли метилового оранжевого. Чистую бюретку ополаскивают $2\text{-}3$ раза приготовленным раствором HCl , а затем наполняют ее почти доверху. Удаляют из нижнего конца бюретки воздух, устанавливают объем раствора на нулевой уровень.

Колбу с раствором тетрабората натрия ставят на белую фарфоровую пластинку или лист бумаги и осторожно титруют, непрерывно перемешивая раствор в колбе вращательными движениями. Необходимо уловить момент, когда от одной капли HCl раствор в колбе изменит желтую окраску на оранжевую.

Титрование первой навески проводят медленно, чтобы не перетитровать, так как неизвестно, какой объем кислоты пойдет на титрование. Вторую и последующие навески можно титровать быстрее. Если возникнет сомнение в изменении окраски, делают отсчет по бюретке и добавляют еще 1 каплю HCl (ее объем не учитывают). Если при этом раствор порозовеет, значит, титрование было закончено в точке эквивалентности. Добившись изменения окраски от одной капли HCl , делают отсчет по бюретке и записывают в лабораторный журнал. Форма записи приведена ниже.

Расчет результатов титрования. Расчет ведут для каждой навески отдельно. Если титры первого и второго определений будут отличаться лишь

в третьей значащей цифре (при $C(\text{HCl}) = 0,05 - 0,1$ моль/л), тогда находят среднее значение титра, по нему молярную концентрацию раствора HCl . При расчетах, связанных с титрованиями данной кислотой, можно пользоваться только этими значениями. Если результаты титрования двух навесок значительно отличаются, то взвешивают еще одну навеску тетрабората натрия и, оттитровав ее и сделав расчет, сравнивают результаты с двумя первыми. Для расчета среднего значения титра и концентрации учитывают только два сходящихся результата (допускается отклонение титров $\pm 0,0001$ г при $C_{\text{H}} = 0,1$ моль-экв/л).

Пример

Масса первой навески $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ равна 0,4248 г, а объем кислоты, израсходованный на ее титрование, составляет 22,30 см³.

На основании уравнения реакции



составляют пропорцию и вычисляют массу безводного хлорида водорода HCl , содержащуюся в 22,30 см³ раствора:

$$\begin{aligned} 2 \cdot 36,46 \text{ г HCl} &\text{ соответствует } 381,37 \text{ г Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O} \\ x \text{ » HCl} &\text{ » } 0,4248 \text{ » Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O} \\ x &= 0,08122 \text{ г.} \end{aligned}$$

Вычисляют титр раствора HCl :

$$\begin{aligned} \text{в } 22,30 \text{ см}^3 &\text{ содержится } 0,08122 \text{ г безводной HCl} \\ \text{» } 1,00 \text{ »} &\text{ » } x \text{ » » HCl} \\ T(\text{HCl}) &= 0,003642 \text{ г/см}^3. \end{aligned}$$

Предположим, что вторая навеска $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ составляет 0,4654 г и объем соляной кислоты, израсходованный на ее титрование, равен 24,50 см³. Расчет результатов титрования проводится тем же образом, что и для первой навески. Титр раствора HCl по второй навеске $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ составляет 0,003632 г/см³. Результаты определения титра по обеим навескам отличаются в третьей значащей цифре на одну единицу (0,003642 – 0,003632 = 0,000010 г/см³). Следовательно, можно находить T_{cp} и по нему $C_{\text{H}}(\text{HCl})$:

$$T_{\text{cp}} = (0,003642 + 0,003632)/2 = 0,003637 \text{ г/см}^3$$

$$C_{\text{H}}(\text{HCl}) = (T_{\text{cp}} \cdot 1000)/(M(\text{HCl})) = 0,09981 \text{ моль/л.}$$

Полученные данные записывают в таблицу:

Величина	Масса навески		
	I	II	III
Масса навески, г			
Объем стандартного раствора HCl , израсходованный на титрование, см ³			

Молярная концентрация стандартного раствора HCl, моль/л			
Титр стандартного раствора HCl, г/см ³			
Среднее значение титра раствора HCl			

4. ПРИГОТОВЛЕНИЕ СТАНДАРТНОГО РАСТВОРА ЩЕЛОЧИ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЕГО МОЛЯРНОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ И ТИТРА

Приготовление стандартного раствора щелочи.

Для приготовления используют твердую щелочь (KOH, NaOH) или ее концентрированный раствор. В качестве стандартного раствора обычно употребляют раствор с концентрацией = 0,1 моль/л.

Например, для приготовления 500 см³ 0,1 М раствора гидроксида натрия, из твердой щелочи массу навески рассчитывают следующим образом:

в 1000 см³ раствора содержится 40*0,1 г NaOH

» 500 » » x » NaOH

Отсюда $x = 2$ г.

Щелочи при хранении поглощают из воздуха CO₂, поэтому всегда содержат примеси карбоната. Учитывая это свойство щелочей и гигроскопичность твердой щелочи, для приготовления раствора берут массу навески на 50 % больше рассчитанной. Следовательно, масса навески NaOH составит 3 г.

На технических весах взвешивают стакан объемом 100-200 см³ и пластмассовым пинцетом или шпателем помещают в него кусочки NaOH массой 3 г. Затем в стакан наливают 30-50 см³ дистиллированной воды и быстро сливают, и так ополаскивают кусочки 2-3 раза. При этом часть Na₂CO₃, покрывающей кусочки щелочи, растворится. Чешуйчатый вид твердой щелочи водой не обмывают и массу навески берут лишь на 10-20 % больше рассчитанной. Промытые кусочки щелочи растворяют в том же стакане охлажденной прокипяченной дистиллированной водой и через воронку сливают в мерную колбу объемом 500 см³. Для полного освобождения раствора щелочи от карбонатов к нему добавляют 20-30 см³ 10%-ного раствора хлорида бария. Выпадает белый осадок BaCO₃. Осадку дают отстояться и проверяют полноту осаждения. Убедившись в полном осаждении BaCO₃, прозрачный раствор осторожно сливают сифоном в колбу, предназначенную для хранения раствора щелочи. В ней раствор разбавляют прокипяченной дистиллированной водой до заданного объема, закрывают пробкой с трубкой, заполненной натронею известью, и осторожно перемешивают вращательными движениями.

Раствор, приготовленный таким образом, имеет ограниченное применение, так как содержит катионы бария. Предпочтительнее готовить стандартные растворы щелочей из концентрированных. В них карбонаты не растворяются, и выпадают в осадок.

Полученный раствор щелочи имеет приблизительную концентрацию, поэтому его нельзя использовать в качестве стандартного раствора до момента установления точной концентрации.

Установление точной концентрации приготовленного раствора щелочи можно проводить методом отдельных навесок по щавелевой кислоте $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (хч) или методом пипетирования по стандартному раствору кислоты, например HCl .

Определение молярной концентрации и титра стандартного раствора щелочи.

Титр и молярную концентрацию раствора щелочи устанавливают по химически чистой щавелевой $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Часто определяют концентрацию щелочи по стандартному раствору соляной кислоты, приготовленному из фиксанала или в лабораторных условиях. Для этого в чистую бюретку наливают раствор щелочи до нулевого деления так, чтобы в нижнем конце ее не было пузырьков воздуха. Бюретку закрывают трубкой с натронной известью (во избежание поглощения щелочью CO_2 из воздуха). Пипеткой отбирают определенный объем (аликвотную часть) стандартного раствора HCl и переносят его в коническую колбу объемом 100-200 cm^3 . Прибавляют 1-2 капли метилового оранжевого и постепенно приливают раствор щелочи из бюретки, помешивая раствор в колбе вращательными движениями. Титруют до изменения розовой окраски раствора в оранжевую от одной капли щелочи. Отсчитывают по шкале бюретки объем израсходованного раствора щелочи.

Титрование повторяют 2-3 раза, результаты титрования не должны отличаться более чем на 0,05 cm^3 (1-2 капли раствора титранта). Вычисляют средний объем раствора щелочи, израсходованный на титрование определенного объема (20,00-25,00 cm^3) раствора HCl . Зная молярную концентрацию или титр раствора соляной кислоты и объем щелочи, определяют молярную концентрацию и титр раствора щелочи.

Пример расчета

На титрование 20,00 cm^3 0,1 М раствора соляной кислоты израсходовано 18,00 cm^3 раствора NaOH . Требуется определить молярную концентрацию и титр раствора NaOH .

Вычисляют молярную концентрацию раствора NaOH по формуле

$$C_{\text{H}}(\text{NaOH}) = [C_{\text{H}}(\text{HCl}) \cdot V(\text{HCl})] / V(\text{NaOH})$$

$$C_{\text{H}}(\text{NaOH}) = 0,1111 \text{ моль/л.}$$

Зная молярную концентрацию раствора, вычисляют его титр по формуле

$$T(\text{NaOH}) = [C_{\text{H}}(\text{NaOH}) \cdot M(\text{NaOH})] / 1000$$

$$T(\text{NaOH}) = 0,004444 \text{ г/см}^3.$$

Полученные данные оформляют в виде таблицы:

Величина	Значение
Объем раствора HCl , cm^3	

Объем раствора щелочи, см ³ : 1-е титрование	
2-е титрование	
3-е титрование	
Средний объем раствора щелочи, см ³	
Молярная концентрация раствора HCl, моль/л	
Молярная концентрация раствора щелочи, моль/л	
Титр раствора щелочи, г/см ³	

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕЙ КИСЛОТНОСТИ ПЛОДОВ И ОВОЩЕЙ МЕТОДОМ КИСЛОТНО-ОСНОВНОГО ТИТРОВАНИЯ

Определение кислотности сока яблок

Яблоки измельчить с помощью терки или мясорубки. Отжать сок через марлю (или ручным прессом). Отфильтровать через вату. Собрать сок в стакан или колбу.

Взять пипеткой 20 см³ сока. Перенести сок в колбу для титрования (емкостью 100 см³). Прибавить 2-3 капли фенолфталеина.

Титровать стандартизированным раствором гидроксида натрия до появления бледно-малинового окрашивания, не исчезающего в течение 1 минуты.

Повторить титрование не менее трех раз. Вычислить средний объем раствора NaOH.

Вычислить молярную концентрацию эквивалента кислоты по уравнению:

$$C_{\text{H(кислоты)}} = [C_{\text{H(NaOH)}} * V_{\text{(NaOH)}}] / V_{\text{(кислоты)}}$$

Вычислить общую кислотность продукта X, %, по уравнению:

$$X = (V_1 K_T K / V_3) * 100\%$$

где V₁ – объем стандартизированного раствора гидроксида натрия, пошедшего на титрование; K_T – поправка к титру; K – коэффициент для пересчета 0,1 моль/дм³ раствора гидроксида натрия на преобладающую в образце кислоту. Для яблочной кислоты K = 0,0067; V₃ – объем сока, взятый для титрования.

Определение кислотности яблок

Измельчить яблоки с помощью терки. В предварительно взвешенный стаканчик перенести приблизительно 20 г анализируемого материала и взвесить на техномических весах с точностью до 0,01 г.

Перенести навеску в мерную колбу емкостью 200 см³, несколько раз ополоснуть стаканчик дистиллированной водой, сливая ее в ту же колбу.

Поставить колбу на водяную баню с температурой 80°C и выдержать 15 минут (для гомогенизированных продуктов – 5 минут).

Дать колбе остыть. Довести объем раствора дистиллированной водой до метки, перемешать.

Взять пипеткой 20 см³ прозрачной вытяжки (если необходимо, предварительно отфильтровать вытяжку через вату), перенести ее в колбу для титрования (емкостью 100 см³).

Добавить 2-3 капли фенолфталеина и титровать стандартизированным раствором гидроксида натрия до появления бледно-малинового окрашивания, не исчезающего в течение 1 минуты.

Вычислить молярную концентрацию эквивалента кислоты по уравнению:

$$C_{H(\text{кислоты})} = [C_{H(\text{NaOH})} * V_{(\text{NaOH})}] / V_{(\text{кислоты})}$$

Вычислить общую кислотность продукта X, %, по уравнению:

$$X = (V_1 K_T K / M V_3) * 100\%$$

где V₁ – объем стандартизованного раствора гидроксида натрия, пошедшего на титрование; K_T – поправка к титру; K – коэффициент для пересчета 0,1 моль/дм³ раствора гидроксида натрия на преобладающую в образце кислоту. Для яблочной кислоты K = 0,0067; V₃ – объем сока, взятый для титрования; M – масса навески.

Таблица 7 - Значения **K** для пересчета 0,1 М раствора гидроксида натрия на преобладающую в образце кислоту для различных продуктов

Продукты	Преобладающая кислота	K
Семечковые и косточковые плоды	Яблочная кислота	0,0067
Ягоды и цитрусовые плоды	Лимонная кислота	0,0064
Щавель, шпинат	Щавелевая кислота	0,0063
Виноград	Винная кислота	0,0075
Маринады	Уксусная кислота	0,0060
Солено-квашеные продукты	Молочная кислота	0,0090

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОСТИ КВАШЕНОЙ КАПУСТЫ (ПО ГОСТ 12229-66)

Отобрать 25 см³ рассола (сока) из среднего образца с помощью пипетки.

Перенести 25 см³ рассола в мерную колбу на 250 см³, долить дистиллированной водой до метки, перемешать.

В колбу для титрования на 250 см³ перенести 50 см³ исследуемого раствора (вытяжки) с помощью пипетки или бюретки, прибавить 3-5 капель 1 % раствора фенолфталеина и титровать 0,1 М раствором гидроксида натрия до появления устойчивого розового оттенка, не исчезающего в течение 30 секунд.

Повторить титрование не менее трех раз. Вычислить средний объем раствора NaOH.

$$C_{H(\text{кислоты})} = [C_{H(\text{NaOH})} * V_{(\text{NaOH})}] / V_{(\text{кислоты})}$$

Вычислить кислотность сока капусты X, % (в пересчете на молочную кислоту), по формуле:

$$X = (VV_1 * 0,009 / V_2 V_3) * 100\%$$

где V – объем 0,1 М раствора NaOH, пошедший на титрование, см³; V₁ – объем, до которого доведен взятый для исследования раствор, (250 см³); V₂ – объем взятого рассола, мл, (25 см³); V₃ – объем раствора, взятый для титрования, мл, (50 см³); 0,009 – коэффициент пересчета на молочную кислоту.

Вычисления проводят с точностью до 0,01%. Качество солено-квашеной продукции оценивают по показателям, приведенным в таблице 8.

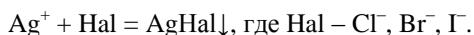
Таблица 8 - Общая кислотность солено-квашеной продукции

Продукты	Общая кислотность, %, в пересчете на молочную кислоту	
	1 сорт	2 сорт
Квашеная капуста	0,7-1,3	1,3-1,8
Рассол огурцов	0,6-1,2	1,2-1,4
Соленые помидоры	0,8-1,2	1,2-1,5

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 7 ОСАДИТЕЛЬНОЕ ТИТРОВАНИЕ

1. ПРИГОТОВЛЕНИЕ СТАНДАРТНЫХ РАСТВОРОВ ДЛЯ АРГЕНТОМЕТРИИ

Аргентометрический метод определения галогенид-ионов основан на реакции их осаждения ионами серебра с образованием практически нерастворимых галогенидов серебра:



Рабочим раствором для этих определений служат:

- раствор азотнокислого серебра AgNO₃, если анализ веществ производится на содержание в них галогенид-ионов;
- раствор хлорида натрия NaCl или калия KCl, если вещество анализируется на содержание в нем серебра.

В качестве индикатора при этом способе применяется раствор K₂CrO₄, который в точке эквивалентности образует с азотнокислым серебром красный осадок Ag₂CrO₄, растворимость которого (0,65*10⁻⁴ моль-экв/л) больше растворимости AgCl (1,25* 10⁻⁵ моль-экв/л).

При этом индикатор всегда приливается к раствору галогенид-ионов и титрование производится нитратом серебра.

Так как в кислых средах нитрат серебра с индикатором K₂CrO₄ осадка Ag₂CrO₄ не образует, а в щелочных растворах ионы серебра осаждаются в

виде практически нерастворимого гидроксида серебра AgOH , переходящему затем в нерастворимый оксид серебра Ag_2O , argentометрический метод определения применяют только при титровании нейтральных или слабощелочных растворов (рН от 7 до 10). Кроме того, этот метод не применим для анализа растворов, содержащих в своем составе ионы аммония, так как ионы серебра образуют с ними растворимую комплексную соль; этот метод не применим также и для анализа растворов, которые содержат ионы, образующие с CrO_4^{2-} , осадки (Ba^{2+} , Sr^{2+} , Pb^{2+} и др.).

Таким образом, argentометрия имеет ограниченное применение и используется главным образом для анализа хлоридов, дающих бесцветные растворы (NaCl , KCl , CaCl_2 , MgCl_2 и т.п.).

Приготовление стандартного раствора хлорида натрия (калия)

Исходные растворы. В качестве исходного раствора для установки титра раствора нитрата серебра, служит раствор хлорида натрия или калия, которые можно сравнительно легко получить химически чистыми. Для этого, при нагревании, готовят насыщенный раствор этих солей и через этот раствор очень медленно пропускают газообразный хлористый водород, который получают в круглодонной колбе с газоотводной трубкой действием 20-30%-ным раствором серной кислоты на твердый хлорид натрия. При этом из раствора хлорида натрия или калия выпадает мелкокристаллический осадок химически чистых NaCl (или KCl), состав которых точно соответствует их химическим формулам. Затем маточную жидкость с осадка сливают, осадок просушивают вначале на воздухе, а затем в сушильном шкафу при температуре 110-120°C.

Химически чистые NaCl и KCl можно получить также следующим способом. В нагретой до кипения воде готовят насыщенный раствор NaCl или KCl , полученный раствор фильтруют через складчатый фильтр в широкий стакан, кристаллизатор или большого размера фарфоровую чашку. Затем этот сосуд покрывают бумагой и оставляют стоять открытым на несколько (5-7) дней. При этом по мере естественного испарения воды из насыщенного раствора хлоридов будут выпадать кристаллы NaCl (или KCl). Для того чтобы кристаллы получились более мелкие, раствор необходимо время от времени помешивать стеклянной палочкой. После того как кристаллов образуется достаточное количество, маточный раствор сливают, кристаллы высушивают, вначале между листами фильтровальной бумаги, а затем – в сушильном шкафу.

Из полученных, таким образом, химически чистых хлоридов натрия или калия готовятся стандартные растворы по точной навеске. Они служат для установки титра нитрата серебра.

Приготовление рабочего раствора нитрата серебра. Установка его нормальности и титра

Так как нитрат серебра является дорогим реактивом, его растворы готовятся обычно не выше 0,02-0,05 н. Масса эквивалента AgNO_3 равна 169,9 г. Следовательно, для приготовления 250 мл 0,02 н. раствора AgNO_3 теоретиче-

ская навеска его составит:

$$(169,9 \cdot 250 \cdot 0,02) / 1000 = 0,8495 \text{ г.}$$

Так как технический нитрат серебра содержит обычно некоторое количество примесей, то практически его навеску берут около 0,85-0,86 г (на техно-химических весах), растворяя ее в 250 мл воды. Хранят раствор AgNO_3 в посуде из темного стекла или обернутой в черную бумагу, так как на свету нитрат серебра разлагается с выделением металлического серебра.

Для установки нормальности и титра AgNO_3 готовят 0,02 н. стандартный раствор хлорида натрия.

Отбирают пипеткой 20 или 25 мл приготовленного раствора NaCl , переносят их в коническую колбу, добавляют 5-10 капель раствора K_2CrO_4 и осторожно по каплям титруют приготовленным 0,02 н. раствором AgNO_3 до момента перехода белой окраски осадка в слабо-розовую. Титрование проводят при постоянном перемешивании титруемой жидкости.

Пример расчета.

В мерной колбе емкостью 250 мл растворено точно 0,3064 г химически чистого NaCl , а в склянке или плоскодонной колбе растворено 0,8524 г нитрата серебра в 250 мл воды. При титровании 25 мл раствора NaCl израсходовано 25,8 мл AgNO_3 .

Теоретически рассчитанная навеска NaCl для приготовления 250 мл его 0,02 н. раствора равна:

$$(58,45 \cdot 0,02 \cdot 250) / 1000 = 0,29225 \text{ г.}$$

Следовательно, приготовленный раствор NaCl (из навески 0,3064 г) имеет поправку на нормальность, равную:

$$K_{\text{NaCl}} = 0,3064 / 0,29225 = 1,04842$$

т.е. раствор содержит $0,02 \cdot 1,04842 = 0,020968$ моль-экв/л NaCl . Отсюда нормальность и титр приготовленного раствора нитрата серебра:

$$C_{\text{H}}(\text{AgNO}_3) = 25 \cdot 0,020968 / 25,8 = 0,020318 \text{ моль-экв/л}$$

$$T(\text{AgNO}_3) = 169,9 \cdot 0,020318 / 1000 = 0,003452 \text{ г/мл}$$

Титр приготовленного раствора AgNO_3 по хлориду натрия:

$$T(\text{AgNO}_3/\text{NaCl}) = 58,45 \cdot 0,020318 / 1000 = 0,001187 \text{ г/мл}$$

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ NaCl В ПОВАРЕННОЙ СОЛИ МЕТОДОМ АРГЕНТОМЕТРИИ

Приготовление индикатора

В 100 мл воды растворяют 10 г хромата калия K_2CrO_4 . 5-10 капель этого раствора приливают к титруемой жидкости перед началом титрования.

Определение NaCl в поваренной соли

Производят прямым титрованием приготовленного раствора этой соли стандартным раствором нитрата серебра.

Берут точную навеску поваренной соли (~ 0,3 г.). Растворяют ее в 250 мл дистиллированной воды. 25 мл этого раствора оттитровывают стандартным раствором нитрата серебра в присутствии K_2CrO_4 .

Пример расчета

Взята навеска поваренной соли в количестве 1,4873 г. Из нее приготовлено 500 мл раствора (~ 0,05 н.).

При титровании 10 мл этого раствора, разбавленных до 25 мл водой, израсходовано 24,2 мл 0,020318 н. раствора $AgNO_3$, титр которого по NaCl равен 0,001187 г/мл.

Следовательно, во взятой навеске содержится NaCl:

$$m_{NaCl} = (24,2 * 0,001187 * 500) / 10 = 1,4363 \text{ г.}$$

или:

$$1,4363 * 100 / 1,4873 = 96,6\% \text{ NaCl.}$$

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 8 ОКИСЛИТЕЛЬНО-ВОССТАНОВИТЕЛЬНОЕ ТИТРОВАНИЕ

1. ПРИГОТОВЛЕНИЕ СТАНДАРТНЫХ РАСТВОРОВ ДЛЯ ПЕРМАНГАНОМЕТРИИ

Перманганатометрическое титрование главным образом проводят в кислой среде. Рекомендуется применять раствор $KMnO_4$, $c(1/5KMnO_4) \approx 0,05$ моль/л. Установлено, что даже одна капля $KMnO_4$ при $c(1/5 KMnO_4) = 0,01$ моль/л окрашивает ~50 см³ раствора в розовый цвет, что вполне обеспечивает установление окончания титрования. Поскольку титрование перманганатом проводят в кислой среде, то молярная масса эквивалентов равна $158,04:5 = 31,61$ г/моль. Массу навески, например, для приготовления 250 см³ раствора, вычисляют из пропорции:

в 1000 см³ раствора содержится 0,05*31,61 г $KMnO_4$

» 250 > » » x » $KMnO_4$

$$x = (250 * 0,05 * 31,61) / 1000 = 0,3951 \approx 0,4 \text{ г.}$$

Перманганат всегда содержит примеси MnO_2 , а также часть его расходуется на окисление имеющихся в воде восстановителей. Поэтому отвешивают навеску $KMnO_4$ немного больше вычисленной. Следовательно стан-

дартный раствор KMnO_4 невозможно приготовить растворением точной навески.

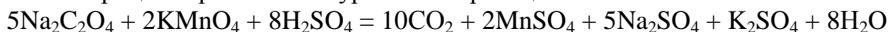
На технических весах в бюксе или на часовом стекле отвешивают навеску массой $0,40 \text{ г} + 10 - 20\%$, ссыпают ее в стакан и растворяют в горячей дистиллированной воде при тщательном перемешивании образующегося раствора, стараясь, чтобы все кристаллы KMnO_4 растворились в стакане. Затем раствор осторожно сливают через воронку в склянку с меткой 250 см^3 . Разбавляют холодной дистиллированной водой до 250 см^3 и тщательно перемешивают, предварительно закрыв склянку притертой стеклянной пробкой. Приготовленный раствор KMnO_4 оставляют стоять на 7 - 10 дней, при этом отстаивается осадок MnO_2 , содержащийся в качестве примеси в навеске KMnO_4 . Кроме того, часть перманганата калия восстанавливается до MnO_2 за счет восстановителей, содержащихся в воде. Выделившийся осадок MnO_2 отделяют от раствора фильтрованием через воронку со стеклянной ватой или раствор KMnO_4 осторожно сливают в другую склянку при помощи сифона. Хранят раствор KMnO_4 обязательно в склянках, защищенных от света, так как на свету он восстанавливается до MnO_2 , и концентрация приготовленного раствора изменяется. Раствор KMnO_4 не должен долго соприкасаться с резиной, поэтому при титровании перманганатом калия лучше пользоваться бюретками со стеклянным крапом.

При продолжительном нахождении KMnO_4 в бюретках и другой стеклянной посуде на стенках образуется коричнево-бурый налет MnO_2 . Отмывают его со стекла осторожно концентрированной соляной кислотой (в вытяжном шкафу) или смесью растворов серной и щавелевой кислоты (1:1), концентрация которых равна 1 моль/л.

Для определения точной концентрации приготовленного раствора KMnO_4 чаще всего используют щавелевую кислоту $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, оксалат аммония $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, оксалат натрия $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$. Удобнее пользоваться оксалатом натрия, так как он не содержит кристаллизационной воды, не изменяет химический состав при хранении, не гигроскопичен.

Определение точной концентрации перманганата калия может быть проведено методом отдельных навесок или методом пипетирования. Рассмотрим метод пипетирования.

Процесс протекает по уравнению реакции:



Берут навеску $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ из расчета, чтобы приготовленный раствор был приблизительно той же концентрации, что и приготовленный раствор KMnO_4 ($\sim 0,05$ моль/л). $M(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 134,00 \text{ г/моль}$, $z(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 2$, $M(1/2\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 67,00 \text{ г/моль}$.

Для вычисления концентрации раствора KMnO_4 достаточно приготовить $100,00 \text{ см}^3$ раствора $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$.

Масса навески составит:

в 1000 см^3 содержится $67,00 \cdot 0,05 \text{ г Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$

» 100 » » x » Na₂C₂O₄

$$x = (67,00 * 0,05 * 100) / 1000 = 0,3350 \text{ г.}$$

$$m(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 0,3350 \text{ г.}$$

На аналитических весах в бюксе или на часовом стекле точно взвешивают около 0,3350 г Na₂C₂O₄, переносят количественно через воронку в мерную колбу объемом 100 см³, остатки соли из бюкса или со стекла смывают в воронку дистиллированной водой из промывалки. Содержимое колбы перемешивают вращательными движениями до полного растворения навески. Если на «холоду» навеска полностью не растворится, тогда колбу с раствором подогревают на водяной бане. Объем раствора доводят до метки холодной дистиллированной водой. Колбу закрывают пробкой и тщательно перемешивают приготовленный раствор. Затем точно отбирают из мерной колбы 20 - 25 см³ оксалата натрия, переносят в коническую колбу объемом 200 - 250 см³, подкисляют 25 - 30 см³ раствора серной кислоты $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 2$ моль/л, смесь нагревают в бане до 70 - 80°C. В бюретку наливают раствор KMnO₄ до нулевого деления (отсчет по верхнему мениску) и титруют горячий раствор Na₂C₂O₄ перманганатом. Первые 2 - 3 капли раствора KMnO₄ обесцвечиваются очень медленно, поэтому каждую каплю добавляют только после обесцвечивания предыдущей, энергично встряхивая колбу. По мере накопления в растворе сульфата марганца MnSO₄(Mn²⁺), который является катализатором реакции, процесс протекает быстрее, перманганат калия обесцвечивается мгновенно. Титруют перманганатом калия до появления слабо-розового окрашивания от одной капли KMnO₄, не исчезающего в течение 1 мин. Титруемый раствор Na₂C₂O₄ должен быть горячим. Если к концу титрования раствор остынет, его вновь нагревают и продолжают титрование до слабо-розовой окраски раствора. Титрование повторяют 3 раза, затем находят средний объем раствора KMnO₄, затраченный на титрование. Если вместо розовой окраски получится коричневато-бурая, это значит, что при титровании допущена какая-то ошибка, например, прилито недостаточно раствора H₂SO₄. Опыт следует повторить.

Молярную концентрацию эквивалентов и титр раствора KMnO₄ вычисляют следующим образом. Например, навеску Na₂C₂O₄ (хч) массой 0,3580 г растворили в объеме 100 см³. На титрование 20,00 см³ полученного раствора в среднем требуется 21,20 см³ раствора KMnO₄. Для вычисления молярной концентрации и молярной концентрации эквивалентов необходимо вычислить массу вещества, содержащуюся в 1000 см³.

Из пропорции вычисляют массу Na₂C₂O₄ в 1000 см³ раствора:

в 100 см³ раствора содержится 0,3580 г Na₂C₂O₄

» 1000 » » » x » Na₂C₂O₄

$$x = (0,3580 * 1000) / 100 = 3,580 \text{ г.}$$

Вычисляют молярную концентрацию эквивалентов Na₂C₂O₄:

$$c(1/2\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) = m(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4)/M(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 3,580/67 = 0,05343 \text{ моль/л.}$$

Определяют молярную концентрацию эквивалентов раствора KMnO_4 :

$$c(1/2\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) \cdot V(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4)/C(1/5\text{KMnO}_4) = (0,05343 \cdot 20,00)/21,20 = 0,05041 \text{ моль/л.}$$

Определяют титр раствора KMnO_4 :

$$T(\text{KMnO}_4) = [c(1/5 \text{KMnO}_4) \cdot M(1/5 \text{KMnO}_4)]/1000;$$

$$T(\text{KMnO}_4) = 0,05041 \cdot 31,61/1000 = 0,001593 \text{ г/см}^3.$$

Полученные результаты оформляют в виде таблицы:

Величина	Значение
Масса навески $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$, г	
Объем мерной колбы, см^3	
Объем пипетки, см^3	
Объем стандартного раствора KMnO_4 см^3 : 1-е титрование	
2-е »	
3-е »	
Средний объем стандартного раствора KMnO_4 , см^3	
Молярная концентрация эквивалентов раствора $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$, моль/л	
Молярная концентрация эквивалентов раствора KMnO_4 , моль/л	
Титр раствора KMnO_4 , г/ см^3	

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ЖЕЛЕЗА (II) В СОЛИ МОРА

Соль Мора $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ является наиболее устойчивым соединением железа (II). Определение Fe^{2+} в ней можно вести как методом пипетирования, так и методом отдельных навесок. Целесообразнее выполнять эту работу методом отдельных навесок, так как соль Мора имеет большую молярную массу.

Расчет навески соли Мора

Для титрования необходимо брать такие навески исследуемого вещества, чтобы на их титрование расходовалось 20,00 - 25,00 см^3 раствора KMnO_4 , с $(1/5 \text{KMnO}_4) \approx 0,05$ моль/л. Молярная масса соли Мора $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ равна 392,14 г/моль.

Расчет массы навески выполняют, исходя из пропорции:

в 1000 см^3 раствора содержится 0,05 * 392,14 г $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

» 20,00 » » x $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

$$x = (0,05 \cdot 392,14)/20 = 0,3921 \text{ г}$$

Взвешивание навески

На аналитических весах взвешивают сухое часовое стекло, пинцетом снимают его с чашки весов, помещают около 0,4 г соли Мора и точно взвешивают на аналитических весах. Стекло с навеской осторожно переносят в лабораторию, навеску соли Мора пересыпают через сухую воронку в кониче-

скую колбу объемом 200 - 250 см³. Струей воды из промывалки хорошо смывают соль Мора со стекла и с воронки в колбу. Объем раствора должен получиться около 25,00 - 30,00 см³. Вынимают воронку и перемешивают содержимое колбы плавными круговыми движениями до полного растворения навески соли Мора, в колбу добавляют 25,00 - 30,00 см³ раствора H₂SO₄, c(1/2H₂SO₄) = 2 моль/л.

Титрование

Бюретку ополаскивают 2 раза стандартным раствором KMnO₄ и заполняют раствором KMnO₄ до нулевого деления с учетом, чтобы в нижней оттянутой трубке не оказалось пузырьков воздуха. Титруют перманганатом на холоду до появления в растворе бледно-розовой окраски.

По израсходованному на титрование объему перманганата калия и его молярной концентрации эквивалентов вычисляют и массовую долю железа (II) в образце.

Пример расчета

На титрование 0,4020 г соли Мора израсходовано 36,40 см³ раствора KMnO₄. Молярная концентрация эквивалентов раствора KMnO₄ равна 0,05 моль/л.

Вычисляем титр раствора KMnO₄ по Fe:

$$T(\text{KMnO}_4/\text{Fe}) = [c(1/5 \text{ KMnO}_4) \cdot M(\text{Fe})] / 1000 = 0,002795 \text{ г/см}^3.$$

Определяют, какая масса Fe эквивалентна 36,40 см³ раствора KMnO₄:

1 см³ раствора KMnO₄ эквивалентен 0,002795 г Fe

36,40 » KMnO₄ » x » Fe

$$x = 0,002795 \cdot 36,40 = 0,1017 \text{ г.}$$

Такая же масса железа содержится в 0,4020 г навески соли Мора.

Вычисляют массовую долю (%) железа в соли Мора.

в 0,4020 г (NH₄)₂Fe(SO₄)₂·6H₂O содержится 0,1017 г Fe

» 100 » (NH₄)₂Fe(SO₄)₂·6H₂O » x » Fe

$$x = (0,1017 \cdot 100) / 0,4020 = 25,31 \%$$

Для проведения анализа необходимо брать не менее двух-трех навесок и определять среднее значение из полученных сходящихся результатов.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 9 КОМПЛЕКСОМЕТРИЧЕСКОЕ ТИТРОВАНИЕ

1. ПРИГОТОВЛЕНИЕ СТАНДАРТНОГО РАСТВОРА КОМПЛЕКСОНА III

Раствор комплексона III готовят из точной навески. Его химическая формула $\text{Na}_2\text{H}_2\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_8\text{N}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Молярная масса 372,30 г/моль.

Число эквивалентности равно 2 (независимо от степени окисления катионов металла). Следовательно, молярная масса эквивалентов равна 1/2 моль, т.е. 186,15 г/моль.

Чаще всего используют растворы с молярной концентрацией эквивалентов 0,01 - 0,1 моль/л. Для приготовления 1 л раствора комплексона III, имеющего $c(1/2\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}) = 0,1$ моль/л, необходимо 18,615 г кристаллического комплексона III.

Расчет массы навески можно вести по формуле:

$$m(\text{навески}) = c(1/2\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}) \cdot M(1/2\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}) \cdot V.$$

Расчитанную навеску или близкую к ней по массе точно взвешивают на аналитических весах, переносят через воронку в мерную колбу объемом 1 л, остатки со стекла смывают струей воды из промывалки в ту же колбу. Вращательными движениями тщательно перемешивают содержимое колбы до полного растворения навески, доводят раствор дистиллированной водой до метки. Колбу плотно закрывают пробкой и снова тщательно перемешивают.

Титр приготовленного раствора можно проверить методом пипетирования по стандартному раствору, например сульфата магния (хч), приготовленного из фиксанала.

Пипеткой точно отбирают определенный объем (20,00 - 25,00 см³) приготовленного из фиксанала раствора сульфата магния, переносят в коническую колбу объемом 250 см³, прибавляют 10,00 см³ раствора аммонийной буферной смеси, 5-7 капель спиртового раствора индикатора кислотного хром темно-синего или эриохрома черного (можно сухой смеси индикатора с NaCl на кончике шпателя). Раствор окрасится в вишнево-красный цвет вследствие образования комплексного соединения индикатора с катионами магния. Раствор в колбе титруют приготовленным раствором комплексона III при тщательном перемешивании до перехода вишнево-красной окраски в сине-фиолетовую. Для точного установления точки эквивалентности в титруемый раствор добавляют еще 1 каплю комплексона III. Появление синей окраски свидетельствует о конце титрования и о полном связывании катионов Mg^{2+} в прочное внутрикомплексное соединение $\text{Na}_2[\text{MgY}]$. Титрование повторяют 3 раза и находят средний объем комплексона III.

Для более точного фиксирования точки эквивалентности титрование рекомендуется проводить в присутствии «свидетеля».

Молярную концентрацию эквивалентов комплексона III вычисляют по формуле:

$$c(1/2Na_2H_2Y) = [c(1/2MgSQ_4) \cdot V(MgSO_4)] / V(1/2Na_2H_2Y)$$

Зная молярную концентрацию эквивалентов комплексона III, вычисляют его титр:

$$T(Na_2H_2Y) = [c(1/2Na_2H_2Y) \cdot M(1/2Na_2H_2Y)] / 1000$$

Приготовление раствора комплексона III и определение его точной концентрации занимают много времени, поэтому, если в лаборатории имеется фиксиранный комплексон III, рекомендуется готовить стандартный раствор из него. Раствор комплексона III очень устойчив (долго не изменяется концентрация) и может храниться в закрытой склянке продолжительное время.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕЙ ЖЕСТКОСТИ ВОДЫ

В коническую колбу объемом 250 см³ вносят 100 см³ исследуемой воды. Затем прибавляют 5,00 см³ аммонийной буферной смеси, 0,01 г эриохрома черного с сухим хлоридом натрия или калия (1:100) и сразу же титруют раствором комплексона III. К концу титрования раствор комплексона III прибавляют по каплям, тщательно встряхивая смесь в колбе после добавления каждой капли. Титрование продолжают до изменения вишнево-красной окраски раствора в фиолетовую и от одной следующей капли комплексона III – в синюю. Определение проводят три раза. Результаты анализа оформляют в виде таблицы:

Объем трилона Б, израсходованный на титрование				Общая жесткость, ммоль-экв/л
1	2	3	среднее	

Нечеткое изменение окраски раствора в точке эквивалентности указывает на присутствие в воде катионов Cu²⁺, Zn²⁺, Mn²⁺, мешающих определению. Для устранения влияния мешающих катионов к отмеренной для титрования пробе воды прибавляют 1,00-2,00 см³ 1,5-2%-ного раствора сульфида натрия Na₂S, после чего, не отделяя осадка сульфидов Cu²⁺, Zn²⁺, Mn²⁺, проводят титрование раствором комплексона III, как указывалось выше.

Расчет общей жесткости производят по формуле:

$$Ж = \frac{A \cdot C_{\text{трилона}} \cdot K \cdot 1000}{V}$$

где А – объем трилона Б, израсходованный на титрование, мл; C_{трилона} – концентрация трилона Б, моль-экв/л; К – поправочный коэффициент; V – объем воды, взятый для определения, мл.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ИОНОВ КАЛЬЦИЯ

Для определения жесткости воды, обусловленной присутствием только солей кальция, к 100 см³ исследуемой воды добавляют 5-6 см³ раствора щелочи

NaOH или KOH, молярная концентрация которой равна 2 моль/л, сухую смесь мурексида с NaCl (раствор приобретает розовую окраску) и титруют раствором комплексона III до перехода окраски в сине-фиолетовый цвет.

Определение проводят три раза. Результаты анализа оформляют в виде таблицы:

Объем трилона Б, израсходованный на титрование				Содержание ионов Ca^{2+} , ммоль-экв/л
1	2	3	среднее	

Расчет содержания ионов Ca^{2+} производят по формуле приведенной выше. Зная объем раствора комплексона III, израсходованный на титрование Ca^{2+} и Mg^{2+} с эриохром черным, и объем раствора, пошедший на титрование только Ca^{2+} , находят объем раствора комплексона III, который расходуется на титрование Mg^{2+} , и рассчитывают его содержание (в ммоль-экв/л).

Задания для автоматизированного тестового контроля

- В поляриметрическом анализе концентрация пропорциональна ...
 - углу вращения плоскости поляризованного света
 - показателю преломления
 - интенсивности светового потока, возникающего при эмиссии
 - оптической плотности
- Вещество, у которого отсутствует значение произведения растворимости, имеет формулу...
 - AgNO_3
 - Ag_3PO_4
 - AgCl
 - Ag_2SO_4
- Физические методы анализа основаны на взаимодействии определяемого вещества с...
 - количеством электричества
 - внешним давлением
 - внешним напряжением
 - электромагнитным излучением
- Для получения деионизированной (не содержащей ионов) воды чаще других используется метод...
 - перекристаллизации
 - ионообменной хроматографии
 - сублимации

экстракции

5. Расположите в порядке увеличения растворимости оксалата кальция гетерогенные системы...

	вода – осадок оксалата кальция
	0,1М водный раствор соляной кислоты – осадок оксалата кальция
	0,1М водный раствор хлорида кальция – осадок оксалата кальция

6. В спектральных методах анализа величиной, пропорциональной количеству определяемого вещества, является...

- сила тока
- напряжение поля
- оптическая плотность
- электронный потенциал

7. Объектом анализа в фотоколориметрии является ...

- суспензия
- неокрашенный истинный раствор
- эмульсия
- окрашенный истинный раствор

8. На полную нейтрализацию раствора серной кислоты затрачено 20 мл 0,1М раствора NaOH. Масса серной кислоты с исходном растворе равна ___ грамма.

- 0,196
- 0,98
- 0,098
- 1,96

9. Факторами, влияющими на величину скачка на кривой комплекснометрического титрования ,являются...

- значение константы устойчивости образующегося комплекса
- скорость прибавления титранта
- концентрация титранта

10. Индикаторами, которые НЕ применяют в редоксиметрии являются ...

- дифениламин
- эриохром черный
- флуоресцен
- метиловый красный

11. pH раствора, в 1 литре которого содержится 0,5 моль уксусной кислоты ($K_a=1,8 \cdot 10^{-5}$), равен ...

- 9,5
- 6,5
- 11,5
- 2,5

12. Ионному произведению воды соответствует формула ...

- $[\text{H}^+]/[\text{OH}^-] = 10^{-14}$
- $[\text{H}^+][\text{OH}^-] = 10^{-7}$
- $[\text{H}^+] = [\text{OH}^-] = 10^{-14}$
- $[\text{H}^+][\text{OH}^-] = 10^{-14}$

13. При титровании 15 мл КОН израсходовано 12мл р-ра HNO_3 с молярной конц 0,1 моль/л масса щелочи в 200мл этого р-ра ___грамма

- 3,586
- 1,792
- 0,896
- 2,688

14. Метод люминесценции, основанный на возбуждении молекул электромагнитным излучением в виде света видимой и ультрафиолетовой области, называется...

- хемолюминесценцией
- электролюминесценцией
- фотолюминесценцией
- биолюминесценцией

15. Присутствие иона Cu^{2+} в смеси с ионами Fe^{3+} . Fe^{2+} . Zn^{2+} можно доказать, используя в качестве реактива ...

- раствор H_2S
- раствор $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$
- раствор аммиака
- раствор $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$

16. Раствор гидроксида бария имеет рН = 12. Концентрация основания в растворе при 100% диссоциации равна _____ моль/л

- 0,01
- 0,005
- 0,1
- 0,001

17. Индикационным параметром для установления качественного состава веществ спектральными методами является ...

- интенсивность линии
- сила тока
- оптическая плотность

) длина волны

18. В спектральном приборе монохроматором может служить...

] дифракционная решетка

] призма

] фотоэлемент

19. При титровании 15мл раствора азотной кислоты израсходовано 20 мл раствора гидроксида калия с молярной концентрацией эквивалента 0,03 моль/л. Масса кислоты в 500 мл этого раствора равна ___грамма

) 0,63

) 2,52

) 1,26

) 5,04

20. В кислотно-основном титровании НЕ применяются _____ индикаторы

] металлохромовые

] адсорбционные

] редокс-

] pH –

21. При количественном определении веществ по методу прямой потенциометрии используют зависимость...

) потенциала индикаторного электрода от концентрации определяемого вещества

) силы тока от концентрации определяемого вещества

) силы тока от потенциала

) потенциала индикаторного электрода от объёма прилитого титранта

22. Для обнаружения в растворе катионов кальция используют ...

) хлорид аммония

) сульфид аммония

) оксалат аммония

) нитрат аммония

23. Оптическая плотность раствора с концентрацией вещества 1 моль/л при толщине слоя 1 см называется...

) молярным коэффициентом светопоглощения

) молярной электрической проводимостью

) удельной электрической проводимостью

) удельным сопротивлением

24. В основе титриметрического метода анализа лежит закон ...

) эквивалентов

- постоянства состава
- Авогадро
- действующих масс

25. Концентрация ионов серебра в насыщенном растворе хлорида серебра ($IP_{AgCl} = 1.8 \cdot 10^{-10}$) равна ____ моль/л

- $3,6 \cdot 10^{-5}$
- $1,3 \cdot 10^{-5}$
- $2,6 \cdot 10^{-5}$
- $7,2 \cdot 10^{-5}$

26. Формула реагента, используемого для качественного определения ионов аммония в растворе, имеет вид...

- $Fe(OH)_2$
- $BaCl_2$
- $NaOH$
- H_2SO_4

27. Разделение методом осаждения основано на различной _____ соединений разделяемых ионов при действии специфических реагентов.

- сублимации
- экстракции
- реакционной способности
- растворимости

28. Ядерно-химические методы анализа основанные на самопроизвольном распаде ядер некоторых изотопов, которые называются...

- люминесцентными
- электрохимическими
- фотометрическими
- радиоактивными

29. Раствор гидроксида калия имеет $pH = 12$. Концентрация основания в растворе при 100% диссоциации равна ____ моль/л

- 0,1
- 0,01
- 0,005
- 0,001

30. Ионы Ba^{2+} в растворе можно обнаружить с помощью реагента, формула которого...

- H_2S
- H_2SO_4
- CH_3COOH

HNO_3

31. Для очистки растворимых солей от растворимых примесей применяют метод...

- фильтрации
- возгонки
- кристаллизации
- дистилляции

32. При количественном определении веществ по методу потенциометрического титрования используют зависимость...

- величины ЭДС потенциометрической ячейки от объема прилитого титранта
- силы тока от концентрации определяемого вещества
- силы тока от потенциала
- напряжения, подаваемого на ячейку, от концентрации определяемого вещества

33. Концентрация ионов магния в насыщенном растворе карбоната магния ($\text{PP}_{\text{MgCO}_3} = 1 \cdot 10^{-5}$) равна ___ моль/л

- $3,2 \cdot 10^{-3}$
- $1 \cdot 10^{-3}$
- $5 \cdot 10^{-3}$
- $6,4 \cdot 10^{-3}$

34. Метод, основанный на переводе вещества в парообразное состояние и конденсации паров при охлаждении, называется ...

- кристаллизацией
- дистилляцией
- эксракцией
- фильтрацией

35. Для водного раствора при 25°C значение произведения концентраций ионов водорода и гидроксид-ионов $[\text{H}^+][\text{OH}^-]$

- 14
- 7
- $1 \cdot 10^{-7}$
- $1 \cdot 10^{-14}$

36. При анализе фотоколориметрическим методом градуировочный график строится в координатах...

- оптическая плотность от длины волны
- оптическая плотность от концентрации окрашенного раствора
- показатель преломления от концентрации анализируемого вещества
- молярный коэффициент поглощения от длины волны

37. Методы анализа, основанные на способности вещества поглощать свет определенной длины волны, называются ...

- спектрофотометрическими
- потенциометрическими
- радиометрическими
- фотоэмиссионными

38. Величина, показывающая отношение суммарной концентрации всех форм вещества в органической фазе к суммарной концентрации всех форм вещества в водной фазе, называется коэффициентом ...

- удаления
- отделения
- выделения
- распределения

39. Реагентом для обнаружения ионов цинка в растворе является раствор...*

- H_2SO_4
- HCl
- H_2S
- H_3PO_4

40. При количественном определении веществ по методу кондуктометрического титрования используют зависимость ...

- потенциала индикаторного заряда от концентрации определяемого вещества
- удельной электропроводности от объема прилитого титранта
- удельной электропроводности от концентрации определяемого иона
- силы тока от объема прилитого титранта

41. Кислую среду имеют растворы солей...

- $CaCl_2$
- K_2SiO_3
- $AlCl_3$
- $(NH_4)_2SO_4$

42. Круглодонная колба, термометр, холодильник, приемник-набор оборудования в лаборатории для проведения процесса..

- экстракции
- фильтрования
- возгонки
- дистилляции

43. Метод разделения, идентификации и выделения веществ, основанный на различии их поведения в системе двух несмешивающихся фаз-подвижной и неподвижной, называется..

- хроматография
- сублимация

- дистилляция
 ректификация

44. Аналитическим сигналом при проведении качественного анализа методом полярографии является

- потенциал полуволны
 высота полуволны
 величина предельного тока
 потенциал начала восстановления

45. Расположите в порядке увеличения растворимости оксалата кальция гетерогенные системы...

	0,1М водный раствор ЭДТА – осадок оксалата кальция
	0,1М водный раствор оксалата аммония – осадок оксалата кальция
	вода – осадок оксалата кальция

46. Идентификация нуклидов в методе активационного анализа обычно основана на различных значениях ...

- периодов полураспада
 молярных масс
 времени полного разложения
 температуры испарения

47. Расположите в порядке увеличения растворимости гидроксида железа(III) гетерогенные системы

	0,1 М водный раствор нитрата аммония - осадок гидроксида железа(III)
	вода-осадок гидроксида железа(III)
	0,1 М водный раствор соляной кислоты -осадок гидроксида железа(III)

48. Величина pH больше 7 для растворов, содержащих равное число моль веществ ...

- KOH и HCOOH
 NaOH и HNO₃
 CH₃COOH и NH₄OH
 CH₃COOH и NaOH

49. В водном растворе гидролизу не подвергаются соли...

- K₂SO₄
 K₂SiO₃
 NaNO₃
 AlCl₃

50. Чаще других методом экстракции определяются ионы ...

- Cu²⁺, Co²⁺, Ni²⁺

- () Zn^{2+} , NH_4^+ , K^+
- () Cd^{2+} , NH_4^+ , Na^+
- () Na^+ , K^+ , Be^{2+}

51. Одним из наиболее точных методов определения молекулярной массы органических веществ является метод...

- () масс – спектрометрии
- () ЯМР – спектроскопии
- () УФ – спектроскопии
- () рефрактометрии

52. При титровании 15мл раствора хлорной кислоты ($HClO_4$)потребовалось 20 мл раствораNaOH с молярной концентрацией 0,1моль/л. Масса кислоты в 500 мл этого раствора равна ___ грамма.

- () 26,8
- () 6,7
- () 3,35
- () 19,2

53. Индикаторами, которые НЕ применяют в иодометрии являются ...

- [] флуоресцен
- [] фенолфталеин
- [] крахмал
- [] мурексид

54. Реагентом на ионы Fe^{3+} является вещество, формула которого ...

- () NH_4Cl
- () KOH
- () NH_4CNS
- () K_2SO_4

55. Расположите в порядке увеличения растворимости AgCl гетерогенные системы...

	0,1М водный раствор NH_3 - осадок AgCl 3
	вода-осадок AgCl 2
	0,1М раствор NaCl-осадок AgCl 1

56. Методы количественного анализа веществ, основанный на поглощении излучения молекулами, называется ...

- () кулонометрией
- () потенциометрией
- () кондуктометрией
- () спектрофотометрией

57. Ионнообменный метод разделения катионитов основан на реакции...

- $nRH + Me^{n+} = MeH_n + nR^+$
- $nRH + Me^{n+} = R_nMe + nH^+$
- $nRH + A^{n-} = H_nA + nR^+$
- $nROH + Me^{n+} = Me(OH)_n + nR^+$

58. Индикаторами, которые НЕ применяют при титровании слабой кислоты сильным основанием, являются...

- фенолфталеин
- метиловый оранжевый
- метиловый красный

59. При взаимодействии ионов меди (II) с раствором $K_4[Fe(CN)_6]$ образуется

- черный осадок
- фиолетовый раствор
- красно-коричневый осадок
- раствор желтого цвета

60. В протолитическом равновесии $H_2O \leftrightarrow OH^- + H_3O^+$ вода проявляет свойства

- кислоты
- основания
- несолеобразующего оксида
- кислоты и основания

61. В методе потенциометрии величиной, измеряемой экспериментально, является...

- напряжение
- ЭДС
- количество электричества
- сопротивление

62. Расположите соединения в порядке уменьшения растворимости...

	BaSO ₄
	MgSO ₄
	SrSO ₄
	CaSO ₄

63. Зависимость величины оптической плотности от концентрации вещества в растворе называется уравнением...

- Эйнштейна
- Ламберта-Бугера-Бера
- Вант-Гоффа

Ван-Дер-Ваальса

64. При анализе сплава на содержание серебра из навески 0,1058 г получено 0,1196 г хлорида серебра AgCl. Массовая доля серебра в сплаве составляет _ %

8,5

85

17

0,17

65. Молярной концентрацией растворенного вещества называется отношение

числа моль растворенного вещества к объему раствора

числа моль растворенного вещества к общему числу молей в растворе

массы растворенного вещества к массе раствора

массы растворителя к общей массе раствора

66. Факторами, влияющими на величину скачка на кривой комплексонометрического титрования, являются...

скорость прибавления титранта

концентрация титранта

значение константы устойчивости образующегося комплекса

67. Катализатору Циглера-Натта соответствует система ...

$\text{Al}(\text{C}_2\text{H}_5)_3 + \text{TiCl}_4$

$\text{AlCl}_3 + \text{HBr}$

$\text{C}_6\text{H}_5\text{-N}=\text{N-OH}$

$\text{NaNH}_2 + \text{NH}_3(\text{ж})$

68. С помощью метода нефелометрии можно определить _____ коллоидной частицы

показатель преломления

плотность

заряд

размер

69. Окислители используют для обнаружения иона

SO_3^{2-}

CO_3^{2-}

SO_4^{2-}

PO_4^{3-}

70. Ионы калия окрашивают пламя в _____ цвет

зеленый

фиолетовый

желтый

красный

71. Роданид калия (KCNS) с ионом железа Fe^{3+} образует раствор ...

- бледно-зеленый
- кроваво-красный
- желтый
- синий

72. В основе потенциометрического метода анализа лежит уравнение

- Фарадея
- Нернста
- Гиббса
- Ламберта-Бугера-Бера

73. Расположите в порядке увеличения растворимости гидроксида алюминия гетерогенные системы.

<input type="checkbox"/>	1 М водный раствор соляной кислоты - осадок гидроксида алюминия
<input type="checkbox"/>	вода- осадок гидроксида алюминия
<input type="checkbox"/>	0,1 М водный раствор соляной кислоты – осадок гидроксида алюминия

74. pH раствора, в 2 литре которого содержится 0,2 моль уксусной кислоты ($K_a=1,8 \cdot 10^{-5}$), равен ...

- 7,5
- 5,9
- 6,5
- 2,9

75. Присутствие сероводородной кислоты в водном растворе можно обнаружить с помощью

- фенолфталеина и хлорида бария
- фенолфталеина и гидроксида натрия
- лакмуса и нитрата свинца
- лакмуса и сульфата свинца

76. Полному гидролизу подвергаются соли...

- $Al_2(SiO_3)_3$
- Cr_2S_3
- $Cr_2(CO_3)_3$
- $CrCl_3$

77. На различной адсорбционной способности веществ основан метод количественного и качественного анализа, который называется ...

- полярографией
- голографией
- флюорографией

хроматографией

78. Перевод вещества в атомарное состояние чаще всего осуществляется с использованием ...

радиочастоты

пламени

высокого давления

ультразвука

79. При титровании раствора, содержащего 0,015г образца удобрения, израсходовано 10,5 мл раствора нитрата серебра с молярной концентрацией 0,015 моль/л. Массовая доля хлорида калия в образце равна ___%

78,2

58,7

97,8

39,1

80. Для нейтрализации 40 мл раствора уксусной кислоты с молярной концентрацией 0,5 моль/л требуется раствор, содержащий _____ моль гидроксида натрия

0,04

0,01

0,05

0,02

81. В желтый цвет окрашивает пламя ион...

K^+

Rb^+

Na^+

Cs^+

82. Присутствие нитарт-ионов в растворе можно доказать, используя в качестве реактива ...

магнизальную смесь

раствор щелочи

раствор йода

дифениламин

83. Качественная реакция на ион аммония описывается уравнением ...

$2NH_4Cl + Na_2SO_4 = (NH_4)_2SO_4 + 2NaCl$

$2NH_4Cl + Cu(OH)_2 = 2NH_4OH + CuCl_2$

$NH_4Cl + NaOH = NaCl + NH_3 + H_2O$

$NH_4Cl + AgNO_3 = AgCl + NH_4NO_3$

84. Для определения pH растворов потенциометрическим методом, в качестве индикаторного, наиболее часто используется _____ электрод.

- каломельный
- металлический
- газовый
- стеклянный

85. Хлорной водой и бензолом обнаруживают в исследуемом растворе ион ...

- NO_2^-
- S^{2-}
- NO_3^-
- J^-

86. В методе кондуктометрического титрования НЕ используют реакцию ...

- осаждения
- комплексообразования
- изотопного обмена
- нейтрализации

87. Физический метод анализа, основный на изучении спектров испускания, называется....

- электронно-графическим
- атомно-абсорбционным
- эмиссионным
- рентгено -графическим

88. В методе экстракции в качестве экстрагентов чаще других используются

- сильные кислоты
- неорганические вещества
- сильные основания
- органические вещества

89. При взаимодействии ионов Fe^{3+} с гексацианоферратом (II) калия наблюдается образование ...

- темно-синего осадка
- бурого осадка
- кроваво-красного раствора
- белого осадка

90. Признаком протекания качественной реакции окисления $\text{Cr(III)} \rightarrow \text{Cr(VI)}$ в щелочной среде является изменение окраски

- синяя --- оранжевая
- зеленая --- фиолетовая
- фиолетовая ---- зеленая
- зеленая --- желтая

91. Реагент, который можно использовать для качественного определения сульфат-ионов в растворе, имеет название ...

- нитрат аммония
- нитрат бария
- нитрат калия
- нитрат натрия

92. На титрование раствора, содержащегося 0,0375г нитрита натрия NaNO_2 , израсходовано 20 мл 0,05н раствора KMnO_4 . Массовая доля чистого NaNO_2 в образце составляет ____ граммов.

- 92
- 46
- 100
- 88

93. Математическая запись закона разбавления Оствальда имеет вид...

$\alpha = \sqrt{K * C}$

$\alpha = \frac{K}{C}$

$\alpha = \sqrt{\frac{K}{C}}$

$\alpha = \frac{C_{\text{ион}}}{C_{\text{общ}}}$

94. Вещество, на поверхности которого происходит разделение и концентрирование анализируемых веществ в методе хроматографии, называется ...

- сорбтивом
- элюентом
- сорбентом
- сорбатом

95. Значение рОН в растворе, рН которого 10, равно ...

- 14
- 1
- 7
- 4

96. Для осуществления ионного обмена в составе катионов должны присутствовать функциональные группы ...

- SO₃H, -Br, -NO₂
- SO₃H, -COOH, -OH
- NO₃, Cl⁻, CN
- CN, -COOH, NO₃

97. Ионное произведение воды выражается уравнением ...

- $K_{H_2O} = [H^+][OH^-]$
- $K_{H_2O} = [H^+][H_2O]$
- $K_{H_2O} = [OH^-][H_2O]$
- $K_{H_2O} = [H^+][OH^-]/[H_2O]$

98. При одинаковых условиях (концентрация растворов и температура) в наибольшей степени гидролиз протекает в растворе ...

- хлорида железа (II)
- хлорида железа (III)
- хлорида кальция
- хлорида меди (II)

99. Основой кулонометрического метода анализа является уравнение...

- Ламберта - Бугера - Бера
- Фарадея
- Гесса
- Нернста

100. Фенолфталеин окрашивается в малиновый цвет в водном растворе ...

- C₆H₁₂O₆
- NaNO₃
- FeCl₃
- Na₂CO₃

101. Хроматографический метод разделения веществ, основанный на различной растворимости осадков компонентов смеси с реагентом на носителе, называется _____ хроматографией.

- вытеснительной
- осадочной
- ионообменной
- адсорбционной

102. Процесс перевода вещества в атомарное состояние называется...

- распылением
- ионизацией
- атомизацией
- эмиссией

103. Наиболее специфическая реакция на ион марганца Mn^{2+} описывается уравнением...

- $Mn(NO_3)_2 + 2NaOH + H_2O_2 = MnO_2 + 2NaNO_3 + 2H_2O$
 $2Mn(NO_3)_2 + 5PbO_2 + 6HNO_3 \xrightarrow{t} 2HMnO_4 + 5Pb(NO_3)_2 + 2H_2O$
 $Mn(NO_3)_2 + 2NH_3 \cdot H_2O = Mn(OH)_2 + 2NH_3NO_3$
 $Mn(NO_3)_2 + H_2S = MnS + 2HNO_3$

104. Расположите в порядке увеличения растворимости $AgCl$ гетерогенные системы...

	0,1М водный раствор $NaCl$ - осадок $AgCl$
	вода - осадок $AgCl$
	1М водный раствор $NaCl$ - осадок $AgCl$

105. Расположите в порядке увеличения растворимости оксалата кальция гетерогенные системы...

	0,1М раствор KCl - осадок оксалата кальция
	0,1 М водный раствор HCl – осадок оксалата кальция
	вода–осадок оксалата кальция

106. Физический метод анализа, в основе которого используется способность электромагнитного излучения вызывать свечение исследуемого объекта, называется...

- спектрофотометрическим
 люминесцентным
 эмиссионным
 атомно-абсорбционным

107. Масса осадка, образующаяся при сливании 200 мл раствора карбоната натрия с молярной концентрацией 0,1 моль/л и 100 мл раствора хлорида кальция с молярной концентрацией 0,15 моль/л, равна _____ грамма(ам)

- 4,0
 2,0
 1,5
 4,5

108. Хлорид серебра можно перевести в раствор, добавляя...

- $NH_3 \cdot H_2O$
 H_2SO_4
 HCl
 $NaOH$

109. Аналитическим сигналом при проведении *количественного* анализа методом полярографии является...

- величина предельного тока
- величина приложенного потенциала
- скачок потенциала
- потенциал процесса окисления или восстановления

110. Групповым реагентом на ионы кальция, стронция и бария является раствор...

- гидроксида натрия
- серной кислоты
- азотной кислоты
- сероводорода

111. При внесении в бесцветное пламя горелки анализируемого образца, содержащего медь, цвет пламени становится...

- кирпично-красным
- желтым
- фиолетовым
- зеленым

112. Гидролизу по аниону подвергаются соли...

- K_2CO_3
- $AlCl_3$
- K_2SO_4
- Na_3PO_4

113. Индикаторами, которые НЕ применяют при титровании слабого основания сильной кислотой, являются ...

- мурексид
- фенолфталеин
- метиловый красный
- эриохромовый черный Т

114. Хроматографический метод разделения веществ, основанный на различной растворимости осадков компонентов смеси с реагентом на носителе, называется _____ хроматографией

- выгеснительной
- адсорбционной
- ионнообменной
- осадочной

115. Объем 0,2 н раствора H_2SO_4 , необходимый для осаждения ионов бария из 100 мл 0,2 н раствора $BaCl_2$, равен _____ мл.

- 20
- 50
- 100

() 200

116. Концентрация ионов свинца в насыщенном растворе сульфата свинца ($PP_{PbSO_4} = 1.6 \cdot 10^{-8}$) равна ___ моль/л

() $0,63 \cdot 10^{-4}$

() $3,2 \cdot 10^{-4}$

() $2,52 \cdot 10^{-8}$

() $1,26 \cdot 10^{-4}$

117. Для селективного обнаружения ионов железа (II) в растворе используется раствор...*

() красной кровяной соли $K_3(Fe(CN)_6)$

() соли Мора

() реактива Несслера

() кислоты Каро

118. К адсорбционным индикаторам относятся...

[] эозин

[] флуоресцеин

[] родамин 6G

[] фенолфталеин

119. Спектральный метод анализа, основанный на измерении интенсивности излучаемого веществом видимого света при облучении ультрафиолетовыми лучами, называется...

() рефрактометрией

() полярометрией

() люминесценцией

() нефелометрией

120. Метод анализа, основанный на точном измерении массы определяемого вещества или его составных частей, выделяемых в виде соединений постоянного состава, называется...

() титриметрическим

() гравиметрическим

() колориметрическим

() физическим

121. Методы анализа, основанные на способности вещества поглощать свет определенной длины волны, называются ...

() радиометрическими

() потенциметрическими

() фотоэмиссионными

спектрофотометрическими

122. При титровании раствора, содержащего 0,1 г вещества, израсходовано 21,5 мл раствора HCl с молярной концентрацией 0,1 моль/л. Массовая доля гидроксида натрия в образце равна ___ %

- 76
- 96
- 100
- 86

123. Для приготовления 500 г раствора с массовой долей сульфата калия 10% навеску соли необходимо растворить в ___ граммах воды

- 475
- 50
- 400
- 450

124. Качественная реакция на ионы Fe³⁺ описывается уравнением...

- $2\text{FeCl}_3 + 3\text{Cu}(\text{OH})_2 = 2\text{Fe}(\text{OH})_3 + 3\text{CuCl}_2$
- $\text{FeCl}_3 + 3\text{KSCN} = \text{Fe}(\text{SCN})_3 + 3\text{KCl}$
- $2\text{FeCl}_3 + 3\text{K}_2\text{CO}_3 = \text{Fe}_2(\text{CO}_3)_3 + 6\text{KCl}$
- $\text{FeCl}_3 + 3\text{KF} = \text{FeF}_3 + 3\text{KCl}$

125. Метод, основанный на поглощении (адсорбции) электромагнитного излучения атомами вещества в свободном состоянии, называется ...

- атомно-абсорбционным
- эмиссионным
- люминесцентным
- фотометрическим

126. Качественным реагентом на фосфат-ионы является ...

- красная кровяная соль
- магнезиальная смесь
- дифениламин
- реактив Несслера

127. В методе спектрофотометрии экспериментальной величиной, значение которой пропорционально концентрации вещества, является...

- пропускательность
- длина волны
- оптическая плотность
- сила тока

128. Присутствие йодоводородной кислоты в водном растворе можно обнаружить с помощью...

- фенолфталеина и хлорида серебра
- лакмуса и нитрата бария
- лакмуса и нитрата серебра
- фенолфталеина и гидроксида натрия

129. Величина, которая является качественной характеристикой вещества и зависит от его природы в методе спектрофотометрии, называется...

- разностью потенциалов
- световым потоком
- амплитудой сигнала
- длиной волны

130. Хроматографические методы анализа основаны на различной _____ способности определяемых веществ.

- окислительно-восстановительной
- фотохимической
- сорбционной
- электрохимической

131. Зависимость количества поглощенного образцом излучения от концентрации и толщины поглощающего слоя описывается законом...

- Ламберта-Бугера-Бера
- Эйнштейна
- Ван-Дер-Ваальса
- Вант-Гоффа

132. Степень диссоциации гидроксида аммония увеличивается при ...

- добавлении NaOH
- разбавлении
- охлаждении
- добавлении хлорида аммония

133. К физико-химическим методам анализа относятся ...

- электрохимические и спектральные
- титрометрические и электрохимические
- гравиметрические и титрометрические
- спектральные и гравиметрические

134. Метод определения количественного и качественного состава вещества, основанный на образовании радионуклидов в результате протекания ядерных реакций, называется ___ анализ

- активационный
- полярографический
- электрохимический

хроматографический

135. По запаху «грушевой эссенции», добавляя серную кислоту и амиловый спирт к исследуемому раствору, обнаруживают ион ..

NO_3^-

NO_2^-

CO_3^{2-}

CH_3COO^-

136. Для нейтрализации 40 мл раствора уксусной кислоты с молярной концентрацией 0,5 моль/л требуется раствор, содержащий ____ моль гидроксида натрия.

0,04

0,05

0,02

0,01

137. Наиболее селективным реагентом для обнаружения катионов аммония является...

раствор CuSO_4

раствор кислоты;

раствор KMnO_4

раствор щелочи

Правильные ответы:

Вопрос	Ответ	Вопрос	Ответ
1.	1	35.	4
2.	1	36.	2
3.	4	37.	1
4.	2	38.	4
5.	3;1;2	39.	3
6.	3	40.	2
7.	4	41.	3;4
8.	1	42.	4
9.	1;4	43.	1
10.	2;3;4	44.	1
11.	4	45.	2;3;1
12.	4	46.	1
13.	3	47.	2;1;3
14.	3	48.	1;4
15.	3	49.	1;3
16.	1	50.	1
17.	4	51.	1
18.	1;2	52.	2
19.	3	53.	1;2;4
20.	1;2;3	54.	3
21.	1	55.	3;2;1
22.	3	56.	4
23.	1	57.	2
24.	1	58.	2;3
25.	2	59.	3
26.	3	60.	4
27.	4	61.	2
28.	4	62.	2;4;3;1
29.	2	63.	2
30.	2	64.	2
31.	3	65.	1
32.	1	66.	3;4
33.	1	67.	1
34.	2	68.	4

Вопрос	Ответ	Вопрос	Ответ
69.	1	104.	3;1;2
70.	2	105.	3;2;1
71.	2	106.	2
72.	2	107.	3
73.	2;3;1	108.	1
74.	4	109.	1
75.	3	110.	2
76.	1;2	111.	4
77.	4	112.	1;4
78.	2	113.	1;4
79.	1	114.	4
80.	4	115.	3
81.	3	116.	4
82.	4	117.	1
83.	3	118.	1;3
84.	4	119.	3
85.	4	120.	2
86.	3	121.	4
87.	3	122.	4
88.	4	123.	4
89.	1	124.	2
90.	4	125.	1
91.	2	126.	2
92.	1	127.	3
93.	3	128.	3
94.	3	129.	4
95.	4	130.	3
96.	2	131.	1
97.	1	132.	2
98.	2	133.	1
99.	2	134.	1
100.	4	135.	4
101.	2	136.	3
102.	3	137.	1
103.	1		

Учебное издание

Чекин Геннадий Владимирович

Аналитическая химия

Издание второе

Редактор Лебедева Е.М.

Подписано к печати 04.09.2014 г. Формат 60x84¹/₁₆.

Бумага офсетная. Усл. п. л. 4,18. Тираж 50 экз. Изд. № 2495.

Издательство Брянской государственной сельскохозяйственной академии
243365 Брянская обл., Выгоничский район, с. Кокино, Брянская ГСХА