

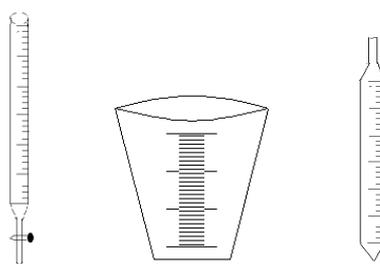
МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РЕСПУБЛИКИ
УЗБЕКИСТАН
ЦЕНТР РАЗВИТИЯ МЕДИЦИНСКОГО ОБРАЗОВАНИЯ
ТАШКЕНТСКИЙ ФАРМАЦЕВТИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ

АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

Учебно-методическое пособие
для студентов 2 курса фармацевтического факультета

Часть вторая

Титриметрический анализ



Ташкент-2016

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РЕСПУБЛИКИ УЗБЕКИСТАН
ЦЕНТР РАЗВИТИЯ МЕДИЦИНСКОГО ОБРАЗОВАНИЯ
ТАШКЕНТСКИЙ ФАРМАЦЕВТИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ

“УТВЕРЖДАЮ”

Проректор по учебной работе

к.ф.н С.У. Алиев

“-----”

АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

Учебно-методическое пособие
для студентов 2 курса фармацевтического факультета

Часть вторая

Титриметрический анализ

Ташкент-2016

Составители: д.х.н., профессор А.А. Шабилалов

к.х.н. доцент М.Фатхуллаева

Рецензенты: заведующий кафедрой фармацевтической химии

проф. В.Н. Абдуллабекова

заведующий кафедрой аналитической химии

химического факультета НУУз д.х.н., доц. З.А. Сманова

Учебно-методическое пособие обсуждено и утверждено на заседании
Центрального методического совета Ташфарми, протокол № от 2016
года.

Председатель

С.У. Алиев

Утверждено и разрешено к печати на заседании Ученого совета
Ташкентского фармацевтического института, протокол № от “_____”
2016 г.

Ученый секретарь

В.Р. Хайдаров

Введение

Объемные (титриметрические) методы количественного анализа основаны на точном измерении объема раствора реагента с точной концентрацией израсходованного на полное связывание анализируемого вещества.

В зависимости от применяемой реакции титриметрические методы подразделяются на:

1. Кислотно-основные (методы нейтрализации).
2. Окислительно-восстановительные.
3. Осадительные.
4. Комплексообразовательные методы.

Процесс прибавления, при постоянном перемешивании рабочего раствора (титранта), к точному объему раствора анализируемого вещества до изменения окраски индикатора называют *титрованием*.

Титриметрические методы основаны на **законе эквивалентов** $N_1V_1=N_2V_2$, согласно которому растворы равной эквимольной концентрации (нормальности) реагируют в равных объемах.

Точность титриметрических методов ($\pm 2\%$) меньше точности гравиметрических ($\pm 0,2\%$). Однако благодаря простоте и экспрессности титриметрические методы больше применяются в анализе, чем гравиметрические. Титриметрические методы анализа имеют существенное значение при медико-биологическом, клиническом анализе, контроле качества и стандартизации лекарственных препаратов.

В данном учебно-методическом руководстве предусмотрено проведение 18 ти (с 19 по 31), лабораторных занятий IV семестра по титриметрическому анализу на 2 курсе фармацевтического факультета.

Основные понятия титриметрических методов анализа

Рабочий раствор (титрант) – раствор с точной эквимолярной концентрации, используемый при титровании.

Стандартный раствор – раствор установочного вещества, стандарта, точной концентрации, используемый для стандартизации установления точной концентрации раствора титранта.

Точка эквивалентности – момент титрования, при котором реагировали равноценные (эквивалентные) количества титранта и титруемого вещества.

Индикатор – вещество, изменяющее свою окраску в узком интервале рН (или равновесного окислительно-восстановительного потенциала) вблизи точки эквивалентности, указывая на конец титрования.

Скачок титрования – резкое изменение рН или $E_{\text{равн}}$ титруемого раствора вблизи точки эквивалентности.

Точка конца титрования – величина рН, при которой происходит резкое изменение окраски индикатора, соответствующее величине показателя титрования pT_{Jnd} .

Показатель титрования pT_{Jnd} индикатора – это показатель константы диссоциации индикатора. При $pH = pT_{\text{Jnd}}$ происходит изменение цвета индикатора.

Прямое титрование – титрант непосредственно взаимодействует с анализируемым веществом.

Косвенное заместительное титрование – титрант взаимодействует с заместителем эквивалентным количеством анализируемого вещества.

Косвенное обратное титрование – титрант взаимодействует с остатком первого титранта, вступившего в реакцию с анализируемым веществом.

ОСНОВНЫЕ РАСЧЕТНЫЕ ФОРМУЛЫ, ИСПОЛЬЗУЕМЫЕ В ТИТРИМЕТРИЧЕСКИХ МЕТОДАХ

1. Расчет массы навески (a) для приготовления раствора объемом (W) и молярной концентрации эквивалента (N) вычисляются по формуле:

$$a = \frac{N \cdot \mathcal{E} \cdot W}{1000}$$

где \mathcal{E} – эквивалент вещества.

Расчет навески с известной массовой долей вещества ($B\%$) проводят по формуле:

$$a = \frac{N \cdot \mathcal{E} \cdot W \cdot 100}{1000 \cdot B\%}$$

2. Расчет эквимольной концентрации стандартного раствора по точной ($m_1 - m_2$) навеске:

$$N = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 1000}{\mathcal{E} \cdot W} \text{ (г.экв/дм}^3\text{)}$$

где m_1 – масса стаканчика с веществом

m_2 – масса стаканчика со следами вещества, оставшимися после перенесения вещества в мерную колбу.

3. Расчет объема более концентрированного раствора известной плотности (ρ) и процентной концентрацией ($\%$) для приготовления рабочего раствора (титранта) с эквимольной концентрацией N в объеме $W \text{ см}^3$:

$$V_{\%} = \frac{N \cdot \mathcal{E} \cdot V \cdot 100}{1000 \cdot c \cdot \%} \text{ (см}^3\text{)} \quad \text{или} \quad V_{\%} = \frac{N \cdot \mathcal{E} \cdot V}{10 \cdot c \cdot \%} \text{ см}^3$$

4. Расчет титра раствора:

а. по точной навеске:

$$T = \frac{(m_1 - m_2)}{W} \text{ (г/см}^3\text{)}$$

б. через эквимольную концентрацию:

$$T = \frac{N \cdot \mathcal{E}}{1000} \text{ (г/см}^3\text{)}$$

5. Расчет нормальности (эквиволярной концентрации) при стандартизации титранта (В) раствором стандарта (С):

$$N_C V_C = N_B V_B \quad N_B = \frac{N_C V_C}{V_B} \text{ (г.экв/дм}^3\text{)}$$

6. Расчет титра соответствия титранта (В) по определяемому веществу (А):

$$T_{B/A} = \frac{N_B \cdot \mathcal{E}_A}{1000} \text{ (г/см}^3\text{)}$$

7. Расчет массы анализируемого вещества (А) в титруемом растворе при прямом и заместительном титровании:

$$m_A = \frac{\mathcal{E}_A \cdot N_B \cdot V_B}{1000} \quad \text{или} \quad m_A = T_{B/A} \cdot V_B$$

8. Расчет массы анализируемого вещества (А) в растворе объемом W при прямом и заместительном титровании его аликвотного объема (способ пипетирования):

$$m_A = \frac{\mathcal{E}_A \cdot N_B \cdot V_B}{1000} \cdot \frac{W}{V_{\text{алк}}} \quad \text{или} \quad m_A = T_{B/A} \cdot V_B \cdot \frac{W}{V_{\text{алк}}} \text{ (г)}$$

9. Расчет массы анализируемого вещества (А) в растворе объемом W при обратном титровании его аликвотного объема способом пипетирования:

$$m_A = \frac{(N_1 V_1 - N_2 V_2) \cdot \mathcal{E}_A}{1000} \cdot \frac{W}{V_{\text{алк}}}$$

10. Расчет процентного содержания анализируемого вещества (А) в навеске $a = (m_1 - m_2)$, растворенного в объеме (W) при титровании его аликвотного объема ($V_{\text{ал}}$) прямым и заместительным титрованием:

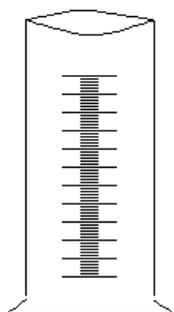
$$\%_A = \frac{\mathcal{E}_A \cdot N_B \cdot V_B}{1000} \cdot \frac{W}{V_{\text{алк}}} \cdot \frac{100}{a}$$

ИЗМЕРИТЕЛЬНАЯ ПОСУДА, ИСПОЛЬЗУЕМАЯ В ОБЪЕМНОМ АНАЛИЗЕ

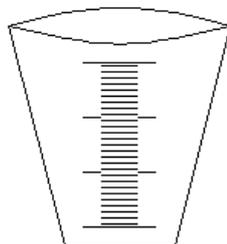
Титриметрия является объемным методом анализа, в котором необходимо измерять объемы жидкостей, поэтому познание видов измерительной посуды, ее назначения, отличительных признаков, а также практические навыки по ее использованию составляют одну из основных квалификационных характеристик провизора-аналитика.

По точности измеряемого объема жидкости различают посуду приближенной точности и точную измерительную посуду.

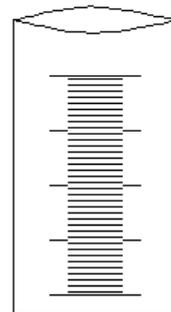
I. Посуда приближенной точности – мензурка, стакан, мерная склянка, цилиндр используется при приготовлении *растворов приближенной концентрации для отмеривания концентрированных или вспомогательных растворов:*



1-цилиндр

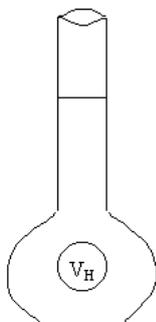


2-мензурка



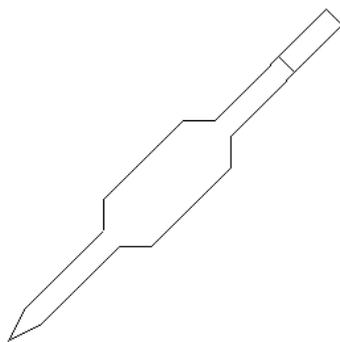
3-стакан

II. Точная измерительная посуда:



4.

4. Мерные колбы с номинальным объемом 1000, 500, 250, 200, 100, 50 см³ используют для приготовления стандартных растворов по точной навеске стандартного (установочного) вещества или по фикс-налу (заводская стеклянная ампула с точным количеством вещества или раствора).



5.

5. Пипетка Мора – с номинальным объемом: 20, 15, 10 см³, используемая для отбора аликвотного (небольшого, точного) объема титруемого раствора.



6.

6. Бюретка – с номинальным объемом 50, 25 см³, используемая при титровании для приливания небольших, точных объемов титранта к титруемому раствору.



7.

7. Пипетка градуированная – с номинальным объемом 1, 2, 5, 10 см³, предназначена для отмеривания небольших, точных объемов раствора точной концентрации.

Литература

Основная:

1. М. Отто “Современные методы аналитической химии” 3-е издание – М., “Техносфера”, 2008 г.
2. Ю.Я. Харитонов "Аналитическая химия. Аналитика. ", часть II, – М., "Высшая Школа", 2003 г.

Дополнительная:

3. В.Д. Пономарев "Аналитическая химия", М., "Высшая школа", часть II, 1982 г.
4. Ю.Ю. Лурье "Справочник по аналитической химии", – М., "Химия", 1997 г.

5. Практикум по по аналитической химии. Под ред. В.Д. Пономарева, Л.И. Ивановой. Москва, "Высшая школа", 1983 г.

У ГЛАВА. МЕТОДЫ КИСЛОТНО-ОСНОВНОГО ТИТРОВАНИЯ КОЛИЧЕСТВЕННОГО АНАЛИЗА

Занятие № 19

Проверка емкости мерной посуды. Приготовление стандартного раствора щавелевой кислоты

Цель занятия – знакомство с измерительной посудой, применяемой в титриметрическом анализе; точная и приближительная измерительная посуда; обучение использования посуды по цели назначения. Приготовление стандартного раствора и обучение пользованию различными выражениями концентраций раствора.

Значимость темы: знание теории и практические навыки, приобретенные на лабораторных занятиях, необходимые для изучения последующих тем.

Титриметрический анализ:

Стандартизация растворов титранта. Определение количества кислот или оснований в растворе, а также массу или массовую долю гидролизующих солей. Количественный анализ смеси кислот или их солей.

Инструментальные методы:

Стандартизация растворов кислот и оснований. Определение массы кислот и оснований в контрольном растворе.

Интеграция с профильными дисциплинами

Фармацевтическая химия

Приготовление и определение титра раствора серной кислоты. Анализ карбоновых кислот и лекарственных веществ, содержащих непредельные поликарбоновые кислоты в составе

лактоновой группы.

Фармацевтическая технология

Приготовление растворов микстуры.
Разбавление растворов из более концентрированных.

Самоподготовка

1. Отличия приблизительной и точной измерительной мерной посуды.
2. Разбавление раствора мерной колбы до мениска.
3. Расчет массы навески для приготовления стандартного раствора.
4. Взвешивание навески на аптечных и аналитические весах.
5. Растворение навески в мерной колбе и разбавление ее до мениска колбы.
6. Расчет точной концентрации и титра стандартного раствора по точной навеске.

Практическая работа 1

Расчет истинной емкости мерной колбы, содержащейся в ней по массе воды

При проверке мерной посуды ее емкость определяют по массе вливаемой или выливаемой воды. Для точного определения емкости необходимо вводить три поправки:

1. На изменение плотности воды в зависимости от температуры (А);
2. на взвешивание в воздухе (Б);
3. на изменение емкости мерного сосуда в зависимости от температуры (С).

Все эти поправки вычислены и сведены в таблицу.

| Температура °С | Поправка А | Поправка В | Поправка С | Сумма поправок А+В+С | 1000-(А+В+С) |
|----------------|------------|------------|------------|----------------------|--------------|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 15 | 0,87 | 1,07 | 0,13 | 2,07 | 997,93 |
| 16 | 1,03 | 1,07 | 0,10 | 2,20 | 997,80 |

| | | | | | |
|----|------|------|-------|------|--------|
| 17 | 1,20 | 1,07 | 0,06 | 2,35 | 997,65 |
| 18 | 1,38 | 1,06 | 0,05 | 2,49 | 997,51 |
| 19 | 1,57 | 1,06 | 0,03 | 2,66 | 997,34 |
| 20 | 1,77 | 1,05 | 0,00 | 2,82 | 997,18 |
| 21 | 1,98 | 1,05 | -0,03 | 3,00 | 997,00 |
| 22 | 2,20 | 1,05 | -0,05 | 3,20 | 996,80 |
| 23 | 2,43 | 1,04 | -0,08 | 3,39 | 996,61 |
| 24 | 2,67 | 1,04 | -0,10 | 3,61 | 996,39 |
| 25 | 2,92 | 1,03 | -0,13 | 3,82 | 996,18 |
| 26 | 3,18 | 1,03 | -0,15 | 4,06 | 995,94 |
| 27 | 3,45 | 1,03 | -0,18 | 4,30 | 995,70 |
| 28 | 3,73 | 1,02 | -0,20 | 4,55 | 995,45 |
| 29 | 4,02 | 1,02 | -0,23 | 4,81 | 995,19 |
| 30 | 4,32 | 1,01 | -0,25 | 5,08 | 994,92 |

Значение последней графы называется кажущейся плотностью воды (ρ_{H_2O}).

1. Проверка истинной емкости мерных колб

Предположим, что хотят проверить емкость мерной колбы емкостью 250 см³. Тщательно вымыв и высушив колбу, помещают ее на левую чашу технических весов и рядом на ту же чашу кладут разновески соответственно номинальной емкости, т.е. "250 г. точно", уравнивают весы какой-либо тарой (дробью, разновесками из другого набора и т.д.). Когда равновесие достигнуто, весы арретируют и, не трогая тары, снимают с левой чаши весов разновески и колбу.

Колбу наполняют до метки дистиллированной водой, после чего обтирают ее снаружи полотенцем. Затем снова ставят колбу на левую чашу весов и уравнивают их, помещая нужное количество мелких разновесок на правую или на левую чашу весов, смотря по тому, которая из них легче. Допустим, на левую чашу весов положено 0,45 г. Это значит, что вода, находящаяся внутри колбы, весит на 0,45 г меньше, чем разновески, которые находились на этой чаше. Таким образом, масса воды равна $250 - 0,45 = 249,55$ г. Далее измеряют температуру воды в колбе, которая, допустим, равна 24°. Отсюда действительная емкость колбы будет равна величине массы воды с прибавкой $-1/4$ части поправки из таблицы, отвечающей 24°C

$$V_{\text{ист}} = 249,55 + \frac{3,61}{4} = 250,45 \text{ см}^3 \quad \text{или} \quad V_{\text{ист}} = \frac{m_{\text{H}_2\text{O}}}{\rho_{\text{H}_2\text{O}}} = \frac{249,55}{0,9964} = 250,45$$

Таким образом, поправка к номинальной вместимости колбы будет равна $250,45 \text{ см}^3$.

Тот же результат можно получить при решении следующей пропорции:

1000 см^3 воды весит – 996,4 г

X мл – 249,55 г.

$$X = \frac{249,55 \cdot 1000}{996,42} = 250,45 \text{ см}^3$$

МЕТОД НЕЙТРАЛИЗАЦИИ

К методу нейтрализации относятся все определения, в основе которых лежит реакция $\text{H}^+ + \text{OH}^- \rightarrow \text{H}_2\text{O}$ или $\text{H}_3\text{O}^+ + \text{OH}^- \rightarrow 2\text{H}_2\text{O}$

Метод нейтрализации позволяет количественно определить кислоту титрованием раствора щелочи (*алкалиметрия*) или количество щелочи титрованием растворов кислот (*ацидиметрия*) или другие вещества, реагирующие в стехиометрических соотношениях с кислотами и основаниями в водных растворах (соли аммония, карбонаты и т.п.).

КИСЛОТНО – ОСНОВНОЕ ТИТРОВАНИЕ

Метод, основанный на реакции нейтрализации, называется кислотно-основным титрованием. По применяемому титранту метод делится на два вида:

| | Метод титрования | Титрант | Стандарт | Определяемые вещества |
|---|------------------|---------|--|---|
| 1 | Алкалиметрия | Щелочь | $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ | Кислоты и гидролизующие по катиону соли |
| 2 | Ацидиметрия | Кислота | Na_2CO_3 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ | Щелочи и гидролизующие по аниону соли |

Реактивы:

1. Перекристаллизованная щавелевая кислота.
2. Дистиллированная вода.

Лабораторная работа 1

Приготовление 250 см³ 0,1 н раствора щавелевой кислоты и расчет его нормальности

Расчет навески (расчет приближенный)

$$\mathcal{E}_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} = \frac{\text{ММ}}{2} = \frac{126}{2} = 63$$

$$a = \frac{N \cdot W \cdot \mathcal{E}}{1000} = \frac{250 \cdot 0,1 \cdot 63}{1000} = 1,6 \text{ г}$$

На аптечных весах отвешивают около 1,6 г щавелевой кислоты, переносят в сухой бюкс с известной массой и взвешивают бюкс с веществом на аналитических весах (m_1). Щавелевую кислоту переносят через воронку в мерную колбу емкостью 250 см³, взвешивают бюкс с остатками вещества (m_2). Точную навеску (рассчитанную по разности $m_1 - m_2$), растворяют в малом количестве воды, затем объем воды в мерной колбе доводят до метки и тщательно перемешивают. Готовый раствор переливают в чистую склянку, предварительно ополоснув ее небольшой порцией приготовленного раствора, и маркируют.

Нормальность приготовленного раствора рассчитывают по формуле:

$$N_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 1000}{W \cdot \mathcal{E}_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}}}$$

Нормальность и титр раствора выражают четырьмя значащими цифрами.

Контрольные вопросы

- 1.Смысл поправок А, В, С, используемых при определении истинного объема точной и измерительной посуды.
- 2.Понятие о видах титриметрического анализа.
- 3.Кислотно-основное титрование.
- 4.Установочные вещества и требования, предъявляемые к ним.
- 5.Приготовление растворов стандартов и титрантов.

Ситуационные задачи

1. Можно ли готовить стандартный раствор, растворив его точную навеску в обычной склянке в дистиллированной воде, измеренной цилиндром, если нет, то почему?
2. Что делать, если при разбавлении водой уровень мениска жидкости в мерной колбе превысил ее метку?

**Укажите последовательность приготовления стандартного раствора
(блиц-игра)**

| № | Сущность работы | Последовательность | Правильный ответ | Ошибка |
|---|--|--------------------|------------------|--------|
| 1 | Взвешивание стаканчика на технических весах. | | | |
| 2 | Перевод навески в мерную колбу. | | | |
| 3 | Расчет навески. | | | |
| 4 | Взвешивание навески на аптечных весах. | | | |
| 5 | Расчет нормальной концентрации раствора. | | | |
| 6 | Взвешивание стаканчика с | | | |

| | | | | |
|----|---|--|--|--|
| | порошком на аналитических весах. | | | |
| 7 | Навеску сначала растворяют и доводят до метки, перемешивают. | | | |
| 8 | Остаток навески в стаканчике взвешивают на аналитических весах. | | | |
| 9 | Небольшим объемом (5-10 мл), приготовленного в мерной колбе раствора, ополаскивают чистую склянку, куда переливают готовый раствор из мерной колбы. | | | |
| 10 | Маркируют. | | | |

Литература

1. 43
2. 68-75
3. 44-68
4. 147-160

Занятие № 20

Приготовление и стандартизация рабочих растворов NaOH, H₂SO₄.

Цель занятия – приготовление и стандартизация рабочих растворов NaOH, H₂SO₄ для алкали- и ацидиметрического титрования. Решение типовых задач по теме.

Значимость темы: знание теории и практические навыки, приобретенные на лабораторных занятиях, необходимые для изучения последующих тем.

Кислотно-основное титрование:

Определение массового содержания щелочи в контрольном растворе по ацидиметрическому титрованию, а также массовую долю хлорида аммония в сухом препарате.

Инструментальные методы:

Определение массы кислоты потенциометрическим методом.

Интеграция с профильными дисциплинами

| | |
|-----------------------------|--|
| Фармацевтическая химия | Анализ неорганических веществ (карбоновые кислоты и их соль). |
| Фармацевтическая технология | Концентрированные растворы. Приготовление микстуры из сухих веществ. |

Целевые задачи

1. Приготовление 0,1 н раствора серной (или хлористоводородной) кислоты путем разбавления более концентрированного раствора известной концентрации.
2. Приготовление 0,1 н раствора едкого натрия путем разбавления более концентрированного раствора известной концентрации.
3. Стандартизация раствора едкого натрия по раствору щавелевой кислоты.

4. Стандартизация раствора серной (или хлористоводородной) кислоты по раствору едкого натрия.

Задания для самоподготовки:

К занятию необходимо знать:

1. Основы титриметрического анализа. Требования к реакциям, применяемым в титриметрическом анализе.
2. Смысл стандартизации. Закон эквивалентов – как теоретическая основа титриметрического анализа. Его математическое выражение.
3. Установочные (исходные вещества) метода нейтрализации, требования, предъявляемые к ним. Понятие об эквиваленте. Фактор эквивалентности и расчет грамм-эквивалента веществ.
4. Точка эквивалентности и точка конца титрования.
5. Теория индикаторов.
6. Кривые титрования.

Лабораторная работа 2

Приготовление 0,1 н 200 см³ рабочего раствора щелочи для алкалометрического титрования

Щелочи не отвечают требованиям, предъявляемым к установочным веществам, потому что они сильно поглощают влагу и углекислый газ из точной навески. Рабочий раствор NaOH готовят разбавлением более концентрированного раствора с известной плотностью, измеренной ареометром и соответствующей данной плотности процентной концентрации (из табл. 18 на стр. 156 справочника Лурье). Расчет объема (навески) раствора проводят по формуле 3 стр. 4.

Вычисляют объем добавляемой воды:

$$V_{\text{NaOH}} = 0,1 \cdot 40 \cdot 200 \cdot 100 / 1000 \cdot d \cdot \%$$

$$V_{\text{H}_2\text{O}} = 200 - V_{\% \text{NaOH}}$$

Ход работы:

Измерив *цилиндром* объем крепкого раствора щелочи, переносят в чистую *склянку*. Рассчитанный *объем воды измеряют цилиндром*, добавляют в *склянку с щелочью*, закрыв крышку, перемешивают и маркируют.

Лабораторная работа 3

Приготовление 0,1 н 100 см³ рабочего раствора серной кислоты для ацидиметрического титрования

Концентрированная серная кислота гигроскопична, не отвечает требованиям к стандартным веществам, поэтому ее раствор приближенной концентрации так же готовят из более концентрированного раствора. Объем исходного (крепкого) раствора H₂SO₄ рассчитывают по формуле.

Необходимый объем воды рассчитывают по формуле:

$$V_{\%H_2SO_4} = 0,1 \cdot 100 \cdot 49 \cdot 100 / 1000 \cdot d \cdot \%$$

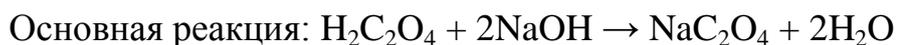
$$V_{H_2O} = 100 - V_{\%H_2SO_4}$$

Ход работы:

Измерив плотность исходного, концентрированного раствора ареометром из таблицы 18-Б стр. 147, находят соответствующую ей процентную концентрацию и вычисляют по вышеприведенной формуле нужный объем. Рассчитанные объемы кислоты и воды смешивают в чистой склянке, закрыв крышку, перемешивают, маркируют.

Лабораторная работа 4

Стандартизация приготовленного раствора едкого натра по раствору щавелевой кислоты



В точка эквивалентности рН раствора будет определять соль NaC₂O₄, имеющая, вследствие гидролиза, слабо-щелочную среду (по расчету рН=8,37). Это означает, что титрование следует проводить в присутствии

кислотно-основного индикатора, имеющего показатель титрования, близкий к 8,37. Таким индикатором является фенолфталеин (рТ - 9).

В колбу для титрования отмеривают пипеткой Мора 10,00 мл щавелевой кислоты, прибавляют 1-2 капли раствора фенолфталеина и титруют раствором едкого натра до появления устойчивой (в течение 30 с) слабо-розовой окраски.

ПОМНИТЬ! Пипетку и бюретку перед работой ополоснуть теми растворами, которыми они будут наполняться. Соблюдать меры предосторожности при пользовании пипеткой Мора.

Титрование повторяют 3 раза, каждый раз доливая бюретку раствором до нулевой отметки. Объемы титранта при параллельных титрованиях не должны различаться между собой более, чем на 0,05 мл. В противном случае количество титрований увеличивают.

Результаты титрования записывают в таблицу:

| № п/п | Объем раствора $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ см ³ | Объем раствора NaOH см ³ |
|-------|---|-------------------------------------|
| 1. | 10,00 | |
| 2. | 10,00 | |
| 3. | 10,00 | |

Точную нормальность раствора едкого натра рассчитывают по формуле (расчет точный), т.е. результаты расчета записывают с четырьмя значащими цифрами:

$$N_{\text{NaOH}} = \frac{N_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4} \cdot V_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4}}{V_{\text{NaOH}}} \cdot \Gamma \cdot \text{ЭКВ/ДМ}^3$$

Для расчета (здесь и дальше) используют V_{NaOH} – среднее из трех определений.

Титр раствора NaOH рассчитывают по формуле (расчет точный):

$$T_{\text{NaOH}} = \frac{N_{\text{NaOH}} \cdot \mathcal{E}_{\text{NaOH}}}{1000} \cdot \Gamma/\text{СМ}^3$$

Лабораторная работа 5

Стандартизация приготовленного раствора серной кислоты по раствору едкого натра

Основная реакция: $\text{H}_2\text{SO}_4 + 2\text{NaOH} \rightarrow \text{Na}_2\text{SO}_4 + 2\text{H}_2\text{O}$

В точке эквивалентности среда раствора будет нейтральной (рН-7). Это означает, что титрование можно проводить при любом индикаторе, рТ которого попадает в область скачка титрования (рН от 4 до 10). В таких случаях предпочитают использовать индикаторы, рТ которых лежит ниже 7, т.к. такие индикаторы не чувствительны к углекислоте воздуха.

В колбу для титрования отмеривают пипеткой 10,00 мл раствора едкого натра, прибавляют 1-2 капли метилоранжа и титруют раствором серной кислоты до перехода желтой окраски в абрикосовую. Для лучшего улавливания перехода окраски рекомендуется использовать "свидетель" – (40 мл водопроводной воды и 1-2 капли метилоранжа). Следует титровать до того момента, когда окраска анализируемого раствора станет чуть розовее свидетеля. Титрование проводят не менее 3-х раз. Результаты заносят в таблицу:

| № п/п | Объем раствора NaOH см ³ | Объем раствора H ₂ SO ₄ см ³ |
|-------|-------------------------------------|---|
| 1. | 10,00 | |
| 2. | 10,00 | |
| 3. | 10,00 | |

Точную нормальность и титр раствора серной кислоты рассчитывают по формуле (расчеты точные)

$$N_{\text{H}_2\text{SO}_4} = \frac{N_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}}}{V_{\text{H}_2\text{SO}_4}} \text{ г} \cdot \text{эКВ/дМ}^3; \quad T_{\text{H}_2\text{SO}_4} = \frac{N_{\text{H}_2\text{SO}_4} \cdot \text{Э}_{\text{H}_2\text{SO}_4}}{1000} \text{ г/см}^3$$

Контрольные вопросы

1. Интервал (ΔpH_{Ind}) pH изменения окраски индикатора и показатель титрования индикатора – pT_{Ind} ?
2. Скачек титрования ΔpH , точка эквивалентности и точка pH в конце титрования (К.Т.Т.)?
3. Правило выбора индикатора.
4. Значимость построения и анализа кривой титрования.

Ситуационные задачи

1. Напишите измерительную посуду, используемую при приготовлении рабочих (титрантов) приближенной концентрации и стандартных растворов.
2. Укажите цвета индикаторов метилоранжа и фенолфталеина при $pH=3$; 7; 9.
3. Рассчитайте титр соответствия щелочи по серной кислоте.

Укажите последовательность приготовления рабочего раствора титранта H_2SO_4 (блиц-игра)

| № | Сущность работы | Последовательность | Правильный ответ | Ошибка |
|---|---|--------------------|------------------|--------|
| 1 | Измерение рассчитанного объема крепкого раствора H_2SO_4 с известной плотностью и процентной концентрацией. | | | |
| 2 | Расчет объема концентрированного раствора. | | | |
| 3 | Чистка склянки для приготовления раствора. | | | |

| | | | | |
|---|---|--|--|--|
| 4 | Расчет объема воды, которое необходимо смешать с измеренным цилиндром концентрированным раствором H_2SO_4 . | | | |
| 5 | Сливание концентрированного раствора H_2SO_4 , измеренного цилиндром, в склянку с водой. | | | |
| 6 | Маркировка склянки с готовым раствором. | | | |
| 7 | Сливание измеренного цилиндром нужного объема воды в приготовленную чистую склянку. | | | |
| 8 | Перемешивание. | | | |

Литература

1. 43
2. 68-135
3. 44-75
4. 156-162

Занятие № 21

Определение массы серной и борной кислот при их совместном присутствии в контрольном растворе

Цель занятия – определение массы сильной и слабой кислоты при их совместном присутствии методом кислотно-основного титрования и выбор индикаторов.

Значимость темы: знание теории и практические навыки, приобретенные на лабораторных занятиях, необходимые для изучения последующих тем.

Метод нейтрализации:

Количественный анализ солей карбоната и бикарбоната при их совместном присутствии в контрольном растворе, а также хлориды, сульфаты, бораты и многие органические кислоты, применяемые в качестве лекарственных препаратов.

Инструментальные методы:

Методы электрохимического титрования в количественном анализе.

Интеграция с профильными дисциплинами

| | |
|-------------------------|---|
| Фармацевтическая химия | Количественный анализ лекарственных препаратов, содержащий NaHCO_3 . |
| Токсикологическая химия | Определение количества кислот в хими-ко-токсикологических исследованиях. |

Целевые задачи

1. Титрование серной и борной кислот в контрольном растворе с титрованным раствором щелочи.
2. Расчет массы кислот на основании полученных результатов.

Задания для самоподготовки:

К занятию необходимо знать:

1. Сущность реакций кислотно-основного титрования.
2. Сущность кривой титрования слабой кислоты с сильным основанием.
3. Ошибки метода кислотно-основного титрования.
4. Теория выбора индикаторов.

Лабораторные работы

Реактивы:

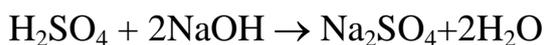
1. Кислотно-основные индикаторы.
2. Глицерин.

Мерная посуда:

1. Бюретка, $V=25,00 \text{ см}^3$.
2. Цилиндр или градуированная пробирка, $V=5-10 \text{ см}^3$.

Лабораторная работа 6

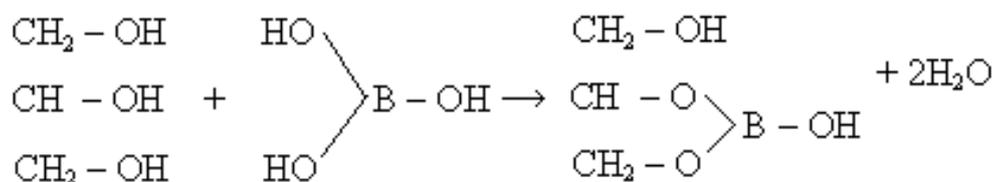
Определение граммowego содержания серной и борной кислот при их совместном присутствии в контрольном растворе



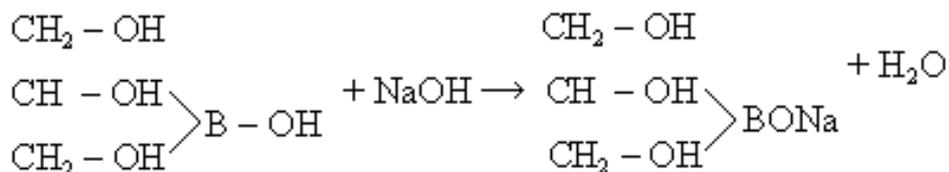
$$Э_{\text{H}_2\text{SO}_4} = M/2 = 49$$

Титрование серной кислоты проводят в присутствии индикатора метилоранжа, так как у точки эквивалентности рН изменяется от 4 до 10 и метилоранжа устойчив к воздействию CO_2 воздуха.

Борная кислота – кислота настолько слабая ($pK=10$), что оттитровать ее не удастся из-за небольшой величины скачка титрования, но в присутствии избытка глицерина борная кислота образует глицероборную кислоту, которая является сравнительно сильной одноосновной кислотой и ее можно



оттитровать щелочью в присутствии фенолфталеина, так как продукт титрования у точки эквивалента, вследствие гидролиза, обуславливает слабощелочную среду.



Ход работы:

К контрольной задаче, содержащей смесь серной и борной кислот, добавляют I каплю метилоранжа и титруют 0,1 н раствором NaOH до перехода красной окраски метилоранжа в желтую. При этом оттитровывается только серная кислота (количество израсходованной кислоты V_1). Затем в тот же раствор добавляют 3 см³ глицерина, хорошо перемешивают, добавляют 2 капли фенолфталеина и продолжают титровать до перехода окраски из желтой в оранжевую. Общее количество израсходованной кислоты V_2 .

Титрование повторяют 3 раза и результаты заносят в таблицу:

| № опыта | Объем NaOH (V_1) | Объем NaOH (V_2) |
|---------|----------------------|----------------------|
| 1. | | |
| 2. | | |
| 3. | | |

Граммовое содержание серной и борной кислот вычисляют по формуле (расчет точный):

$$\text{где } \mathcal{E}_{\text{H}_2\text{SO}_4} = \text{MM}/2 \quad m_{\text{H}_2\text{SO}_4} = \frac{\mathcal{E}_{\text{H}_2\text{SO}_4} \cdot N_{\text{NaOH}} \cdot V_1}{1000}$$

Поскольку H_3BO_3 титруется в виде одноосновной глицероборной кислоты, его фактор эквивалентности равен единице:

$$\text{где } \mathcal{E}_{\text{H}_3\text{BO}_3} = \text{ММ} \quad m_{\text{H}_3\text{BO}_3} = \frac{\mathcal{E}_{\text{H}_3\text{BO}_3} \cdot N_{\text{NaOH}} \cdot (V_2 - V_1)}{1000}$$

Контрольные вопросы

1. При каких условиях точка эквивалентности кривой титрования совпадает с точкой нейтрализации?
2. Какие вещества можно определить методом кислотно-основного титрования?
3. Применение метода нейтрализации в клиническом анализе.

Ситуационные задачи

1. Какая индикаторная ошибка произойдет при титровании уксусной кислоты с щелочью в присутствии индикатора фенолфталеина?
2. Какие кислоты количественно можно определить методом нейтрализации?
3. Что такое титр соответствия?
4. Количественное определение препарата Кодеина проводят титрованием раствором HCl с интервалом $\Delta\text{pH}=4,2-6,3$ в присутствии индикатора метиловый красный. Объясните, почему pH в точке эквивалентности наблюдается в слабо кислой среде?

Литература

1. 43
2. 81-128
3. 44-75
4. 156-160

Занятие № 22

Кислотно-основное титрование. Определение массовой доли уксусной кислоты и аммиака методом обратного титрования.

Цель занятия – научить определению процента вещества в сухом препарате, а также определению кислот и оснований в биологическом объекте или лекарственном препарате.

Значимость темы: количественное определение гидролизующих солей по катиону или аниону методом кислотно-основного титрования.

Редоксиметрическое титрование:

Изучение заместительного и обратного титрования.

Инструментальные методы:

Количественный анализ методов титрования потенциометрии, кондуктометрии и амперометрии.

Интеграция с профильными дисциплинами

| | |
|-------------------------|--|
| Фармацевтическая химия | Анализ неорганических веществ (перекись водорода, бора, бария, магния, кальция, цинка, соединений железа), а также ароматических кислот. |
| Токсикологическая химия | Определение анионов в некоторых химико-токсикологических испытаниях. |

Целевые задачи

1. Приготовление 0,1 N раствора NH_4Cl по точной навеске и определение массовой доли его в сухом препарате
2. Титрование аликвотной части приготовленного раствора с титрованным раствором щелочи по заместительному титрованию.
3. Определить массовую долю NH_4Cl и рассчитать доверительный интервал.

Задачи для самоподготовки:

1. Виды кислотно-основного титрования (прямое, обратное, заместительное).
2. Расчет граммowego содержания определяемого вещества в растворе по формуле 7, а также массовой доли вещества в навеске по формуле 10 стр. 5.
3. Виды ошибок титрования.
4. Объясните изменение цвета индикатора фенолфталеина согласно ионной теории.

Лабораторные работы*Реактивы:*

1. Сухая соль NH_4Cl .
2. Индикаторы метилоранж, фенолфталеин
3. Промывалка с дистиллированной водой.
4. Титрованный раствор щелочи.
5. 10% раствор формалина.
6. Кислота хлороводородная 0,1 М раствор

Мерная посуда:

1. Технические и аптечные весы с разновесами.
2. Аналитические весы с разновесами.
3. Мерная колба $V=250 \text{ см}^3$ 2 штуки.
4. Воронка и стаканчик 2 штуки.
5. Пипетка Мора $V=10 \text{ см}^3$ 2 штуки.
6. Колбы для титрования $V=50 \text{ см}^3$ 10 штук.

Лабораторная работа 7

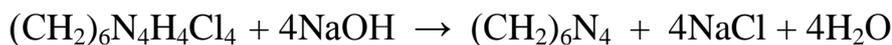
Определение массовой доли NH_4Cl в сухом препарате

Сущность метода заключается в том, что при добавлении к соли аммония избытка формалина выделяется эквивалентное количество солянокислой соли уротропина:



Согласно протолитической теории образуется солянокислая соль уротропина.

Выделившуюся солянокислую соль уротропина (заместитель) титруют раствором щелочи



В связи с этим количество израсходованной щелочи эквивалентно количеству определяемой соли аммония.

Подобное титрование называется заместительным титрованием.

Ход работы:

Из препарата (NH_4Cl) готовят 250 см^3 $0,1 \text{ н}$ раствора. Рассчитывают навеску по формуле (расчет приближенный):

$$a_{\text{NH}_4\text{Cl}} = \frac{N \cdot W \cdot \text{Э}}{1000} = \frac{0,1 \cdot 250 \cdot 53}{1000} = 1,3 \text{ г}$$

Около $1,3 \text{ г}$ NH_4Cl отвешивают на аптечных весах, переносят в сухой бюкс и взвешивают на аналитических весах (m_1). Навеску с помощью воронки переносят в мерную колбу емкостью 250 см^3 , растворяют в дистиллированной воде, после чего уровень воды доводят до метки, перемешивают. Взвешивают на аналитических весах бюкс с остатками вещества (m_2). По разности $m_1 - m_2$ определяют точную навеску хлорида аммония, растворенной в мерной колбе $250,00 \text{ см}^3$.

В колбу для титрования вносят 3 см^3 10% формалина, измеренные цилиндром, затем с помощью пипетки Мора аликвотную часть ($10,00 \text{ см}^3$)

приготовленного раствора NH_4Cl . Смесь тщательно перемешивают, дают постоять ~ 3 мин, добавляют 2 капля индикатора фенолфталеина (ф/ф) и титруют рабочим раствором NaOH до слабого розового окрашивания. Титрование повторяют 5 раз. Результаты титрования и расчетов % NH_4Cl , вычисленные по формуле, заносят в таблицу:

$$\% \text{NH}_4\text{Cl} = \frac{N_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}} \cdot \mathcal{E}_{\text{NH}_4\text{Cl}} \cdot 100 \cdot W_{\text{разб}}}{1000 \cdot V_{\text{алк.}} \cdot a}$$

| № | V_{NaOH} | % NH_4Cl | $\overline{\% \text{NH}_4\text{Cl}}$ | $\Delta = \% - \% \bar{n}$ | Δ^2 | $\Sigma \Delta^2$ |
|---|-------------------|--------------------------|--------------------------------------|----------------------------|------------|-------------------|
| 1 | | | | | | |
| 2 | | | | | | |
| 3 | | | | | | |
| 4 | | | | | | |
| 5 | | | | | | |

Расчет результатов доверительного интервала проводят по следующему алгоритму:

1. Среднеквадратичное отклонение:

$$y = \sqrt{\frac{\sum \Delta^2}{n-1}} \quad n - \text{количество титрования}$$

2. Среднеквадратичная ошибка:

$$y\% = \frac{y}{\sqrt{n}}$$

3. Доверительный интервал:

$$\text{Еб} = \sigma_{\%} \cdot t_{\alpha}$$

t_{α} - нормальное отклонение от средней величины (коэффициент Стьюдента) находят из таблицы критерий Стьюдента для столбца с вероятностью 0,95:

| K=n-1 | α | | | | | |
|-------|----------|------|------|------|------|-------|
| | 0,5 | 0,7 | 0,9 | 0,95 | 0,99 | 0,999 |
| 1 | 1,00 | 1,96 | 6,31 | 12,7 | 63,6 | 636,6 |

| | | | | | | |
|-----|------|------|------|------|------|-------|
| 2 | 0,82 | 1,34 | 2,92 | 4,30 | 9,92 | 31,60 |
| 3 | 0,76 | 1,25 | 2,35 | 3018 | 5,84 | 12,94 |
| 4 | 0,74 | 1,19 | 2,13 | 2,78 | 4,60 | 8,61 |
| 5 | 0,73 | 1,16 | 2,01 | 2,57 | 4,03 | 6,86 |
| 6 | 0,72 | 1,13 | 1,94 | 2,45 | 3,71 | 5,60 |
| 7 | 0,71 | 1,12 | 1,89 | 2,36 | 3,50 | 5,40 |
| 8 | 0,70 | 1,11 | 1,86 | 2,31 | 3,55 | 5,04 |
| 9 | 0,70 | 1,00 | 1,83 | 2,26 | 3,25 | 4,78 |
| 10 | 0,70 | 1,09 | 1,81 | 2,23 | 2,17 | 4,59 |
| 20 | 0,69 | 1,06 | 1,72 | 2,09 | 2,84 | 3,85 |
| 30 | 0,68 | 1,05 | 1,70 | 2,04 | 2,75 | 3,65 |
| 60 | 0,68 | 1,05 | 1,67 | 2,00 | 2,66 | 3,46 |
| 120 | 0,68 | 1,04 | 1,66 | 1,98 | 2,62 | 3,31 |

Доверительный интервал средней величины:

$$\overline{\%NH_4Cl} \pm E_b$$

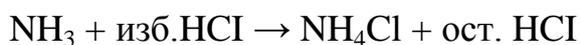
4. Относительная ошибка:

$$\text{Ошибка отн.} = \frac{E_\alpha}{\%} \cdot 100$$

Лабораторная работа 8

Определение массовой доли аммиака в растворе

Аммиак является летучим веществом, поэтому определение его содержания в растворе проводят способом обратного титрования по следующим реакциям:



Согласно протолитической теории образуется солянокислая соль аммония. Остаток кислоты титруют по обратному титрованию со щелочью.

Ход работы:

В колбу для титрования вносят с помощью пипетки Мора аликвотную часть (10,00 мл) исследуемого раствора аммиака и тут же прибавляют к нему

из бюретки избыток 20,00 мл стандартного раствора HCl. Смесь тщательно перемешивают, добавляют 2 капли индикатора метилового оранжевого (м.о) и титруют стандартным раствором NaOH до перехода красной окраски в желтую. Результаты титрования вычисляют по формуле:

$$\% \text{NH}_3 = \frac{\text{Э NH}_3 (\text{N} \cdot V_{\text{HCl}} - \text{N} \cdot V_{\text{NaOH}}) \cdot 100}{1000 \cdot 10,00}$$

$$\text{Э NH}_3 = \text{ММ}$$

Лабораторная работа 9

Определение массовой доли уксусной кислоты в растворе

В основе данного определения лежат следующие реакции:



Ход работы:

В колбу для титрования вносят с помощью пипетки Мора 10,00 мл исследуемого раствора уксусной кислоты. Затем к раствору прибавляют избыток 20,00 мл стандартного раствора NaOH. Смесь тщательно перемешивают, добавляют 8-10 капли индикатора фенолфталеина и титруют стандартным раствором HCl до обесцвечивания раствора. Результаты титрования вычисляют по формуле:

$$\% \text{CH}_3\text{COOH} = \frac{\text{Э CH}_3\text{COOH} (\text{N} \cdot V_{\text{NaOH}} - \text{N} \cdot V_{\text{HCl}}) \cdot 100}{1000 \cdot 10,00}$$

$$\text{Э CH}_3\text{COOH} = \text{ММ}$$

Контрольные вопросы

1. Возможно ли определение слабых кислот и оснований прямым титриметрическим определением?
2. Виды кислотно-основных индикаторов.
3. Применение кислотно-основного заместительного титрования.
4. Вычисление процентного содержания NH_4Cl в навеске.
5. Применение кислотно-основного обратного титрования.

Ситуационные задачи

1. Выберите титрант и индикатор для титрования растворов цианистого калия.
2. Индикаторные ошибки, причины возникновения, способы устранения.
3. Почему в титриметрии не используют титрование слабых кислот с растворами слабых оснований?
4. Рассчитайте титр соляной кислоты по стандарту $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$.

Количественное определение NH_4OH в контрольном растворе

«Вертушка»

| № | Сущность работы | Последовательность | Правильный ответ | Ошибка |
|---|--|--------------------|------------------|--------|
| 1 | Титрант а) KOH б) H_2SO_4 | | | |
| | | | | |
| 2 | Метод титрования а. Алкаиметрия б. Ацидиметрия | | | |
| | | | | |
| 3 | Титрант | | | |

| | | | | |
|---|--|--|--|--|
| | а. В бюретке б. В колбе титрования | | | |
| 4 | Индикатор а. Метилоранж б. Фенолфталеин | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| 5 | Изменения окраски индикатора а. Желтый – оранжевый б. Бесцветный – розовый в. Розовый – бесцветный д. Красный – желтый | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| 6 | Расчет массы NH_4OH а) $m_{\text{NH}_4\text{OH}} = T_{\text{B/A}} \cdot V_{\text{NH}_4\text{OH}}$ б) $m_{\text{NH}_4\text{OH}} = \frac{\text{Э}_{\text{NH}_4\text{OH}} \cdot N \cdot V}{1000}$ в) $M_{\text{NH}_4\text{OH}} = \frac{\text{Э}_{\text{NH}_4\text{OH}} \cdot N_{\text{NH}_4\text{OH}} \cdot V_{\text{NH}_4\text{OH}}}{1000}$ | | | |
| | | | | |
| | | | | |

Литература

1. 43
2. 81-135
3. 44-78
4. 161-167

Занятие № 23

Кислотно-основное титрование. Определение массовой доли смесей NaOH+Na₂CO₃ и Na₂CO₃+NaHCO₃. 5 – TEST.

Цель занятия – научить определять количество карбонатов и гидрокарбонатов в смеси методом ацидиметрического титрования с применением двух индикаторов. Проверка знаний студентов по кислотно-основному титрованию методом тестирования.

Значение темы: знание теории и практические навыки, приобретенные на лабораторных занятиях, необходимые для изучения последующих тем.

Комплексиметрическое титрование:

Определение общей жесткости воды.

Инструментальные методы:

Методы кондуктометрического и амперометрического титрования.

Интеграция с профильными дисциплинами

Фармацевтическая химия

Количественный анализ бикарбоната и салицилата натрия, а также анализ карбоновых кислот и их солей.

Целевые задачи

1. Определение массы смеси солей карбонатов и бикарбонатов ацидиметрическим титрованием, используя разные индикаторы.
2. Определение массы NaOH и Na₂CO₃ ацидиметрическим титрованием смеси их растворов.

Задачи для самоподготовки:

1. Сущность кривой титрования смесей карбонатов с сильной кислотой.
2. Связь между показателем титрования и pT_{Ind} индикатора и значений pH скачка титрования.

3. Способы титрования слабых кислот (H_3PO_4 , H_3BO_3 , H_2CO_3).
4. Сущность и виды индикаторных ошибок, объемные ошибки титрования.

Лабораторные работы

Реактивы:

1. Индикаторы кислотно-основного титрования.
2. Титрованный раствор кислоты.
3. Дистиллированная вода.

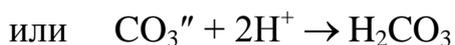
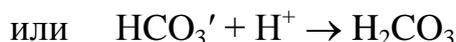
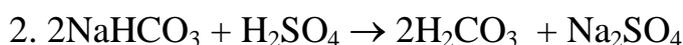
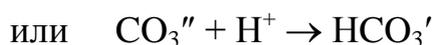
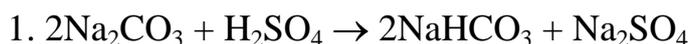
Мерная посуда:

1. Бюретки $V=25,00 \text{ см}^3$.
2. Колбы для титрования $V=50 \text{ см}^3$.

Лабораторная работа 10

Определение граммowego содержания карбоната и бикарбоната натрия при их совместном присутствии

Сущность определения этой смеси заключается в том, что карбонаты титруются кислотой в две ступени



Окончание первой ступени титрования фиксируется фенолфталеином (рН $\text{NaHCO}_3 - 8,35$); окончание второй ступени – метилоранжем (рН $\text{H}_2\text{CO}_3 - 4,0$). Как видно из приведенных реакций, на полную нейтрализацию Na_2CO_3 (титрование до H_2CO_3) расходуется ровно в 2 раза больше кислоты, чем на титрование карбоната до бикарбоната.

Сравни: $\text{CO}_3^{''} + \text{H}^+ \rightarrow \text{HCO}_3$ при использовании фенолфталеина

$\text{CO}_3^{''} + 2\text{H}^+ \rightarrow \text{H}_2\text{CO}_3$ при использовании метилоранжа

т.е., при фенолфталеине оттитровывается половина карбоната. Что касается соли NaHCO_3 , то она титруется в одну ступень до H_2CO_3 в присутствии метилоранжа. Таким образом, при титровании смеси Na_2CO_3 и NaHCO_3 в присутствии фенолфталеина оттитровывается половина Na_2CO_3 . Предположим, что при этом израсходовано $V_1 \text{ см}^3$ кислоты. При дальнейшем титровании в присутствии метилоранжа оттитровывается вторая половина карбоната и весь бикарбонат. Предположим, что на все титрование с обоими индикаторами израсходовано $V_2 \text{ см}^3$ кислоты. Из них $2V_1$ израсходовано на титрование карбоната и $V_2 - 2V_1$ на титрование бикарбоната.

Ход работы:

К задаче, содержащей смесь карбонатов и бикарбонатов прибавляют 2 капли фенолфталеина и титруют рабочим раствором кислоты до ее обесцвечивания (отмечают объем V_1). Затем в этот же раствор прибавляют 1 каплю метилоранжа, и, не доливая бюретку, продолжают титрование до перехода желтой окраски раствора в абрикосовую (отмечают объем V_2). Граммовое содержание Na_2CO_3 и NaHCO_3 в смеси вычисляют по формулам (расчет точный):

$$m_{\text{Na}_2\text{CO}_3} = \frac{N_{\text{H}_2\text{SO}_4} \cdot \mathcal{E}_{\text{Na}_2\text{CO}_3} \cdot 2\bar{V}_{1\text{H}_2\text{SO}_4}}{1000}, \quad \mathcal{E}_{\text{Na}_2\text{CO}_3} = \text{мм}/2$$

$$m_{\text{NaHCO}_3} = \frac{N_{\text{H}_2\text{SO}_4} \cdot \mathcal{E}_{\text{NaHCO}_3} \cdot (\bar{V}_2 - 2\bar{V}_1)_{\text{H}_2\text{SO}_4}}{1000}, \quad \mathcal{E}_{\text{NaHCO}_3} = \text{мм}$$

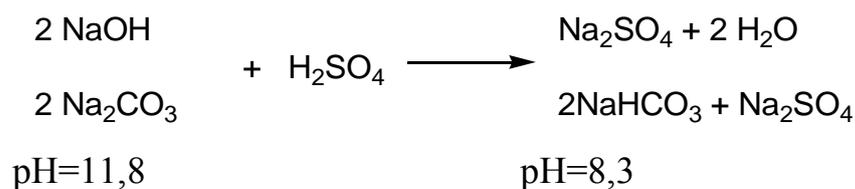
Лабораторная работа 11

Определение массовой доли натрия гидроксида и натрия карбоната в смеси

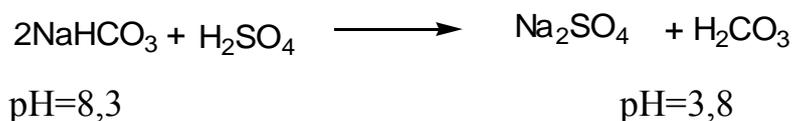
Известно, что щелочные растворы способны поглощать углекислый газ из воздуха с образованием карбонатов:



Поэтому щелочи часто содержат примеси карбонатов. Определение щелочи и карбонатов при их совместном присутствии проводят ацидиметрическим методом с двумя индикаторами: фенолфталеином (pT=9) и метиловым оранжевым (pT=4). Вначале оттитровывают всю щелочь и карбонат до бикарбоната по фенолфталеину до исчезновения розовой окраски раствора



Объем кислоты израсходованный на титрование с фенолфталеином – V_1 . Затем в раствор прибавляют индикатор метиловый оранжевый и оттитровывают бикарбонат до перехода окраски раствора из желтой в оранжевую:



Объем кислоты израсходованный на титрование с фенолфталеином и метиловым оранжевым – V_2 .

Объем кислоты израсходованный для полного титрования карбонатов в смеси равен $2(V_2 - V_1)$. Исходя из этого, объем кислоты израсходованный на титрование щелочи равен:

$$V_2 - 2(V_2 - V_1) = V_2 - 2V_2 + 2V_1 = 2V_1 - V_2$$

Ход работы:

К заданному раствору содержащему натрия гидроксида и натрия карбоната прибавляют 8-10 капель индикатора фенолфталеина и титруют стандартным раствором кислоты до обесцвечивания раствора. Затем к этому раствору добавляют 1-2 капли индикатора метилового оранжевого и не доливая кислоты в бюретку, продолжают титровать до перехода желтой окраски раствора в оранжевую. Титрование повторяют 2-3 раза и полученные результаты записывают в таблицу.

| № | $V_1 \text{ H}_2\text{SO}_4,$ см^3 | $V_2 \text{ H}_2\text{SO}_4,$ см^3 | $2(V_2 - V_1)$ $\text{H}_2\text{SO}_4, \text{см}^3$ | $2V_1 - V_2$ $\text{H}_2\text{SO}_4, \text{см}^3$ |
|---|--|--|--|--|
| 1 | | | | |
| 2 | | | | |
| 3 | | | | |

$$\% \text{NaOH} = \frac{N_{\text{H}_2\text{SO}_4} \cdot \text{Э}_{\text{NaOH}} \cdot (2V_1 - V_2 \text{H}_2\text{SO}_4)}{1000} \quad \text{Э}_{\text{NaOH}} = \text{MM}$$

$$\% \text{Na}_2\text{CO}_3 = \frac{N_{\text{H}_2\text{SO}_4} \cdot \text{Э}_{\text{Na}_2\text{CO}_3} \cdot 2(V_2 - V_1) \text{H}_2\text{SO}_4}{1000} \quad \text{Э}_{\text{Na}_2\text{CO}_3} = \text{MM}/2$$

Контрольные вопросы

1. Количественное определение раствора Na_2CO_3 можно титровать с помощью одного или двух разных индикаторов. В каком случае титрования ошибок титрования будет меньше?
2. Объясните метод обратного титрования.
3. Положение точки эквивалентности в скачке титрования?
4. Какие вещества нельзя определить прямым титрованием в методе кислотно-основного титрования?

Ситуационные задачи

1. Выбрать титрант и индикатор для количественного анализа раствора соли Na_2HPO_4 .
2. Ход работы определения раствора сильной кислоты.
3. Рассчитайте титр соответствия HCl по KOH .
4. Как определить массу Na_2CO_3 , содержащуюся в щелочи?

Образцы пятого тестового контроля

1. Какой закон является основой титриметрического анализа?

- А. Закон эквивалентов.
- В. Закон постоянства состава.
- С. Закон молярных отношений.
- Д. Закон весовых отношений.
- Е. Закон сохранения массы.

2. Концентрация титрантов выражается различными способами, подберите определение выражения молярной концентрации.

- А. Число молей вещества в 1 литре раствора.
- В. Масса вещества в граммах в 1 дм^3 раствора.
- С. Число эквивалентов растворенного вещества в 1 литре раствора.
- Д. Масса определяемого вещества в граммах, взаимодействующая с 1 см^3 титранта
- Е. Масса определяемого вещества в граммах, взаимодействующая с 100 г твердого образца.

3. Для проведения анализа титриметрическим методом необходимо наличие:

- А. Мерной посуды для точного отмеривания объемов
- В. Мерной посуды для отмеривания объемов приближенной точности
- С. Индикаторов или приборов для фиксирования точки конца титрования
- Д. Титрантов
- Е. Всего вышеперечисленного

4. В качестве индикаторов в методах кислотно-основного титрования применяют вещества:

- А. реагирующие на изменение pH среды
- В. изменяющие строение и окраску в зависимости от pH среды
- С. изменяющие окраску в процессе титрования.
- Д. по разному окрашенные в различных средах
- Е. ионная и молекулярная формы которых окрашены по разному не зависимо от pH

5. Указать стандарты кислотно-основного титрования.1. $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 2. NaCl 3. $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 4. $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 5. $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 6. $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$

A. 2,3,4 B. 1,2,3 C. 4,5,6. D. 1,3,5 E. 2,3,6

6 Указать вещества, растворы которых могут быть применены в качестве титранта в ацидометрии.1. H_2SO_4 2. HCl 3. NaOH 4. KOH 5. NH_4OH 6. $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

A. 2,3 B. 1,2 C. 3,4 D. 5,6 E. 4,5

7. Как можно подобрать индикатор для кислотно-основного титрования:

A. рТ индикатора должен находиться в пределах скачка титрования

B. рТ индикатора должен находиться за пределами скачка титрования

C. рТ должно совпадать со значением рН титранта

D. рТ индикатора не должно совпадать со значением рН титранта в точке эквивалента

E. Можно использовать любой индикатор для кислотно-основного титрования

8. Укажите расчётную формулу навески для приготовления стандартного раствора $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ A. $N \cdot \Delta / W \cdot 1000$ B. $W \cdot N \cdot \Delta / 1000$ C. $W \cdot \Delta / N \cdot 1000$ D. $\Delta \cdot 1000 / W \cdot N$ E. $N \cdot \Delta \cdot 1000 / W$ **9. Приготовление 300мл 0,1 N раствора серной кислоты из более концентрированного раствора.**A. Рассчитанный объем кислоты отмеривают цилиндром, наливают в мерную колбу, разбавляют водой до 300 см^3 , перемешиваютB. Рассчитанный объем кислоты измеряют пипеткой, переносят в склянку, разбавляют водой до 300 см^3 , перемешиваютC. Рассчитанный объем кислоты отмеривают цилиндром, наливают в склянку и доливают до 300 см^3 дистиллированной водойD. Рассчитанный объем кислоты измеряют пипеткой, переносят в мерную колбу, разбавляют водой до 300 см^3 , перемешивают

E. A и D

10. Стандартизация приготовленного 0,1 N раствора едкой щелочи.

A. Титруют раствор щелочи раствором щавелевой кислоты, индикатор метилоранж

B. Титруют раствор щавелевой кислоты раствором щелочи индикатор фенолфталеин

C. Титруют раствор щелочи раствором серной кислоты, индикатор метилоранж

D. Титруют раствор серной раствором щелочи, индикатор метилоранж

E. Титруют раствор щелочи раствором щавелевой кислоты, индикатор метилоранж

11. Расчет N и T раствора NaOH проводят по формулам.

$$A. N_{\text{щ}}=N_{\text{к}} \cdot V_{\text{щ}}/V_{\text{к}} \quad T_{\text{щ}}= N_{\text{щ}} \cdot \text{Э}_{\text{щ}} /1000$$

$$B. N_{\text{щ}}=V_{\text{к}} \cdot \text{Э}_{\text{щ}}/V_{\text{щ}} \quad T_{\text{щ}}=N_{\text{к}} \cdot \text{Э}_{\text{щ}} /1000$$

$$C. N_{\text{щ}}=N_{\text{к}} \cdot V_{\text{к}}/V_{\text{щ}} \quad T_{\text{щ}}= N_{\text{щ}} \cdot \text{Э}_{\text{щ}} /1000$$

$$D. N_{\text{щ}}= V_{\text{щ}} \cdot \text{Э}_{\text{щ}}/1000 \quad T_{\text{щ}}= N_{\text{щ}} \cdot 1000/ \text{Э}_{\text{щ}}$$

$$E. N_{\text{щ}}=V_{\text{к}} \cdot \text{Э}_{\text{щ}}/1000 \quad T_{\text{щ}}=N_{\text{к}} \cdot \text{Э}_{\text{щ}} /1000$$

12. Определение солей аммония проводят:

A. Методом прямого титрования раствором щелочи

B. Методом обратного титрования, используют два титранта: формальдегид и HCl

C. Методом заместительного титрования, титрант щелочь

D. Методом заместительного титрования, титрант соляная кислота

E. Методом прямого титрования раствором соляной кислоты

Литература

1. 43
2. 81-128
3. 44-78
4. 164-165

VI ГЛАВА. МЕТОДЫ РЕДОКСИМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ КОЛИЧЕСТВЕННОГО АНАЛИЗА

Занятие № 24

4-рубежный контроль. Перманганатометрия. Приготовление и стандартизация раствора KMnO_4 .

Цель занятия – проверка знаний студентов по 5 главе рубежной письменной контрольной работы. Сущность перманганатометрического титрования, приготовление и стандартизация раствора KMnO_4 .

Значимость темы: многие биохимические процессы, протекающие в живом организме, являются окислительно-восстановительными процессами.

Методом перманганатометрического титрования можно определить количество восстановителей в биологическом объекте.

Редоксиметрическое титрование:

Количественный анализ окислителей или восстановителей.

Инструментальные методы:

Изучение методов титрования полярографии и кулоно-амперометрии количественного анализа.

Интеграция с профильными дисциплинами

| | |
|-------------------------|---|
| Фармацевтическая химия | Приготовление раствора титранта и определение титра раствора (KMnO_4). Анализ неорганических веществ (перекись водорода, соединения железа (II)). |
| Токсикологическая химия | Количественное определение восстановителей в биологическом материале. |

Целевые задачи

1. Приготовление 0,1 н раствора перманганата калия путем разбавления 5% раствора.
2. Стандартизация раствора перманганата калия по раствору щавелевой кислоты.

Задачи для самоподготовки:

1. Основные окислители и восстановители.
2. Основные понятия стандартного и реального потенциала редокс-пары. Составить уравнение окислительно-восстановительной реакции на основе их стандартных потенциалов.
3. Классификация методов редоксиметрического титрования.
4. Требования, предъявляемые к окислительно-восстановительным реакциям.
5. Индикаторы редоксиметрического титрования.

Лабораторные работы

Реактивы:

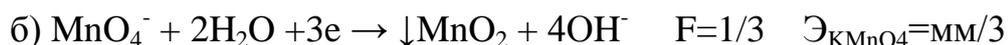
1. 5% раствор KMnO_4 .
2. 2 н раствора H_2SO_4 .
3. Раствор щавелевой кислоты, приготовленный на занятии №19.
4. Дистиллированная вода.

Мерная посуда:

1. Цилиндры $V=20\text{см}^3$, $V=10\text{см}^3$, $V=100\text{см}^3$.
2. Бюретки $V=25,00\text{ см}^3$.
3. Колбы для титрования.
4. Пипетка Мора $V=10,00\text{ см}^3$.

Перманганатометрия

Перманганатометрия – метод оксидиметрии, при которой в качестве титранта применяют раствор перманганата калия. Окислительная способность раствора перманганата объясняется восстановлением иона перманганата в катион двухвалентного марганца в кислой среде и в двуокись марганца в слабокислой и нейтральной средах.



Ион перманганата окрашен в красно-фиолетовый цвет, ион двухвалентного марганца бесцветен. Если раствор перманганата постепенно прибавлять к раствору восстановителя, то перманганат обесцвечивается. Избыточная капля перманганата окрашивает раствор в розовый цвет. Поэтому перманганатометрия является безиндикаторным методом. Из схемы восстановления перманганата калия видно, что потенциал системы сильно зависит от pH раствора.

Рабочий раствор KMnO_4

Установочное вещество $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Раствор щавелевой кислоты готовят по точной навеске, а раствор перманганата калия – сначала приблизительно нужной нормальности из сухого препарата или из заранее приготовленного более концентрированного раствора, а затем точную нормальность его устанавливают по титрованному (стандартизируют) раствору щавелевой кислоты.

Лабораторная работа 1

Приготовление 150 см³ 0,1н раствора перманганата калия из 5% раствора ($\rho=1$)

Расчет приближенного объема 5% раствора KMnO_4 для приготовления раствора проводят по формуле:

$$V_{5\% \text{ KMnO}_4} = \frac{0,1 \cdot 150 \cdot 32}{1000 \cdot 5 \cdot 1} = 9,6 \text{ см}^3 \approx 10 \text{ см}^3$$

$$V_{\text{воды}} = 150 - 10 = 140 \text{ см}^3$$

Отмеренные с помощью цилиндра 10 мл 5% раствора перманганата калия переносят в приготовленную склянку из темного стекла и добавляют 140 см³ дистиллированной воды. Перемешивают и маркируют.

Лабораторная работа 2

Стандартизация раствора перманганата калия по раствору щавелевой кислоты

В коническую колбу для титрования наливают около 5 см³ 2 н серной кислоты, отмеренной цилиндром и отобранные пипеткой Мора 10,00 мл раствора щавелевой кислоты, нагревают до кипения на песочной бане, перемешивают и титруют раствором перманганата калия. Первые капли титранта обесцвечиваются медленно, Титруют до получения устойчивой розовой окраски раствора. Титрование повторяют не менее 3 раз. Отсчет уровня титранта в бюретке проводят по верхнему мениску. Результаты титрования записывают в виде таблицы. Уравнение реакции:



| № | V H ₂ C ₂ O ₄ , см ³ | V KMnO ₄ , см ³ |
|---|--|---------------------------------------|
| 1 | 10,00 | |
| 2 | 10,00 | |

Нормальность и титр KMnO₄ рассчитывают по формуле (точно):

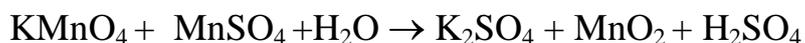
$$N_{\text{KMnO}_4} = \frac{N_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4} \cdot V_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4}}{V_{\text{сп KMnO}_4}} \cdot \text{г.ЭКВ/дм}^3 \quad T_{\text{KMnO}_4} = \frac{N_{\text{KMnO}_4} \cdot \mathcal{E}_{\text{KMnO}_4}}{1000} \text{ г/см}^3$$

Контрольные вопросы

1. Виды редоксиметрического титрования и их применение.
2. Почему при титровании щавелевой кислоты перманганатом первые капли титранта обесцвечиваются медленно, в чем необходимость нагрева раствора в начале титрования?
3. Почему перманганатометрическое титрование проводится в кислой среде?
4. Можно ли приготовить стандартный раствор KMnO_4 по точной навеске?
5. Почему KMnO_4 не отвечает требованиям стандарта?

Ситуационные задачи

1. Как можно определить массовую долю в сухом препарате $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$?
2. Уравнять реакции и рассчитать грамм-эквивалента окислителя и восстановителя в данных реакциях:



3. Как определить окислители методом перманганатометрии? Объясните на примере KClO_3 .
4. Определить направление окислительно-восстановительной реакции, исходя из стандартных потенциалов редокс-пар $\text{MnO}_4^-/\text{Mn}^{+2}$ и $\text{Cl}_2/2\text{Cl}^-$. Объясните лабораторный способ получения хлора из концентрированного раствора HCl добавлением MnO_2 .

Литература

1. 87
2. 137-166
3. 105-110
4. 187-188

Занятие № 25

Определение содержания массы железа в растворе соли Мора.

Определение массовой доли пероксида водорода в растворе.

Цель занятия – зная протекание закономерностей окислительно-восстановительных реакций, научить студентов определению восстановителей методом перманганатометрии биологических и санитарно-гигиенических объектов, а также лекарственных препаратов.

Значимость темы: используя высокое окислительное свойство перманганата калия его можно применять при определении восстановителей. Определение массы железа (II) и массовой доли H_2O_2 методом перманганатометрического титрования. Знание теории и практические навыки по лабораторным занятиям необходимы для изучения последующих тем.

Редоксиметрическое титрование:

Количественный анализ окислителей или восстановителей.

Инструментальные методы:

Изучение электрохимических методов, основанных на методах окислительно-восстановительных реакций.

Интеграция с профильными дисциплинами

| | |
|-------------------------|--|
| Фармацевтическая химия | Анализ неорганических лекарственных веществ (препараты железа (II)). |
| Токсикологическая химия | Анализ крови в биологических объектах. |

Целевые задачи

1. Определение содержания массы железа в растворе соли Мора.
2. Приготовление $100,00\text{ см}^3$ 0,1 N раствора H_2O_2 из 3% раствора.
3. Определить массовую долю H_2O_2 .

Задания для самоподготовки:

1. Что такое окисление, восстановление, окислитель, восстановитель?
2. Какие вещества можно определить прямым перманганатометрическим титрованием?
3. Для чего используют уравнение Нернста?
4. Требования, предъявляемые к реакциям редоксиметрического титрования.

Лабораторные работы

Реактивы:

1. (1:4) раствор H_2SO_4 .
2. 3% раствор H_2O_2 .
3. Дистиллированная вода.

Мерная посуда:

1. Цилиндр $V=10\text{см}^3$.
2. Бюретки $V=25,00\text{ см}^3$.
3. Градуированная пипетка $V=10,00\text{ см}^3$.
4. Колба мерная $V=100,00\text{ см}^3$.

Лабораторная работа 3

Определение содержания массы железа (II) в растворе соли Мора

Препараты, содержащие двухвалентное железо, применяются для лечения анемии и др. заболеваний крови. Количественное определение в них железа имеет большое практическое значение в фармацевтическом анализе.

Перманганатометрическое титрование двухвалентного железа основано на реакции: $\text{MnO}_4^- + 5\text{Fe}^{+2} + 8\text{H}^+ \rightarrow \text{Mn}^{+2} + 5\text{Fe}^{+3} + 4\text{H}_2\text{O}$

$$Э_{\text{Fe}} = \text{ат.м} = 55,84$$

Студенты получают две параллельные контрольные задачи в конических колбах.

К заданной задаче прибавляют $\sim 3 \text{ см}^3$ серной кислоты разведения (1:4) и титруют раствором перманганата калия до розовой окраски. Титрование повторяют 2 раза и результаты анализа заносят в таблицу:

| № | $V_{\text{KMnO}_4}, \text{ см}^3$ | $\bar{V}_{\text{KMnO}_4}, \text{ см}^3$ |
|----|-----------------------------------|---|
| 1. | | |
| 2. | | |

Граммовое содержание железа в растворе соли Мора рассчитывают по

формуле:
$$m_{\text{Fe}} = \frac{N_{\text{KMnO}_4} \cdot \mathcal{E}_{\text{Fe}} \cdot V_{\text{KMnO}_4}}{1000}$$

Лабораторная работа 4

Определение массовой доли H_2O_2 в растворе

Метод основан на окислении пероксида водорода перманганатом по реакции: $5\text{H}_2\text{O}_2 + 2\text{MnO}_4^- + 6\text{H}^+ \rightarrow 5\text{O}_2 + 2\text{Mn}^{+2} + 8\text{H}_2\text{O}$ (прямое титрование).

I этап работы:

Навеску 3% пероксида водорода рассчитывают по формуле (расчет приближенный)

$$V_{3\% \text{H}_2\text{O}_2} = a = \frac{\mathcal{E} \cdot n \cdot V \cdot 100}{1000 \cdot \% \text{H}_2\text{O}_2} = \frac{17 \cdot 0,1 \cdot 100 \cdot 100}{1000 \cdot 1 \cdot 3} = 6,00 \text{ мл, где}$$

$\mathcal{E} = \text{мм}/2$ в соответствии с реакцией $\text{H}_2\text{O}_2 - 2e \rightarrow \text{O}_2 + 2\text{H}^+$. Так как плотность 3% пероксида водорода равна единице, отбирают градуированной пипеткой точно $6,00 \text{ см}^3$ анализируемого раствора, переносят в мерную колбу на 100 см^3 , доливают до метки водой, перемешивают. $10,00 \text{ см}^3$ приготовленного раствора с помощью пипетки Мора переносят в колбу для титрования, добавляют 3 см^3 серной кислоты разведения (1:4) и титруют раствором перманганата калия до устойчивой слабо-розовой окраски. Титрование повторяют не менее 3-х раз, заносят результаты в таблицу:

| № | $V_{\text{H}_2\text{O}_2}, \text{ см}^3$ | $\bar{V}_{\text{KMnO}_4}, \text{ см}^3$ |
|----|--|---|
| 3. | 10,00 | |
| 4. | 10,00 | |
| 5. | 10,00 | |

Процентное содержание пероксида водорода рассчитывают по формуле (расчет точный). Результат расчета записывают до сотых процентов (два знака после запятой):

$$\%_{\text{H}_2\text{O}_2} = \frac{\text{Э}_{\text{H}_2\text{O}_2} \cdot N_{\text{KMnO}_4} \cdot V_{\text{KMnO}_4} \cdot W_{\text{разб}} \cdot 100}{1000 \cdot a \cdot V_{\text{алк}}}$$

Контрольные вопросы

1. Объясните взаимосвязь между окислительно-восстановительным потенциалом и уравнением Нернста?
2. Почему раствор перманганата калия не готовят по точной навеске?
3. Чему равен грамм-эквивалент перманганата калия в кислой, нейтральной и щелочной средах?
4. Как определить окисляемость воды? Единицы измерения показателя жесткости воды.

Ситуационные задачи

1. Определение массы нитрита натрия методом перманганатометрического титрования.
2. 1,00 см³ раствора H₂O₂ разбавили водой 100,00 см³ (ρ=1,0 г/см³). Для титрования аликвотной части 20,00 см³ раствора H₂O₂ израсходован 16,90 см³ раствора KMnO₄ с нормальностью 0,0198. Определить массовую долю медицинского препарата H₂O₂.
3. Определить массу Fe (II) в одной таблетке, если таблетка содержит примерно 0,28 г FeSO₄·7H₂O. Рассчитайте нормальность раствора KMnO₄ для титрования аликвотного объема раствора, приготовленного растворением одной таблетки в мерной колбе 100 см³.

«Domino»

| | |
|--|---|
| Расчетная формула для приготовления 100,00 см ³ 0,1 N раствора перекиси водорода из 3% го раствора. | 10,00 см ³ H ₂ C ₂ O ₄ ·2H ₂ O и 2 N H ₂ SO ₄ нагревают на песчанной бане и титруют с KMnO ₄ до слабой розовой окраски. |
| Расчетная формула массы железа (II) в составе соли Мора. | Из 3% го раствора перекиса с помощью градуированной пипетки отбирают аликвотную часть раствора, переносят в мерную колбу для разбавления с водой до метки. |
| Определение КТТ прямым перманганатометрическим методом. | $V \% = \frac{\Xi \cdot N \cdot V \cdot 100}{1000 \cdot C \cdot \rho}$ |
| Ход работы приготовление 100,00 см ³ 0,1 N раствора перекиси водорода из 3% го раствора. | Раствор титруют до слабой розовой окраски. |
| Стандартизация раствора KMnO ₄ | $\% = \frac{\Xi \cdot N \cdot V \cdot W \cdot 100}{1000 \cdot V_{\text{aliquot}} \cdot a}$ |
| Ход работы приготовление 150,00 см ³ 0,1 N раствора KMnO ₄ из 5% го раствора. | $m = \frac{\Xi \cdot N \cdot V}{1000}$ |
| Расчетная формула массовой доли перекиси водорода | Рассчитанный объем 5% раствор KMnO ₄ измеряют с помощью цилиндра, переносят в затемненную склянку и разбавляют с водой. |

Литература

1. 87
2. 159-186
3. 117-127
4. 183-192

Занятие № 26

Броматометрия. Приготовление стандартного раствора $KBrO_3$. Определение массы салицилата натрия в контрольном растворе

Цель занятия – дать представление о броматометрическом титровании и разъяснить применение метода обратного титрования для определения многих органических веществ, таких как фенол и его производные.

Значимость темы: броматометрическое титрование является одним из методов редоксиметрии, основанном на окислителении восстановителей броматом калия, который в кислой среде является сильным окислителем. Броматометрию применяют для определения неорганических восстановителей – мышьяка (III), сурьмы (III). Кроме того, броматометрию применяют для определения многих органических соединений, благодаря выделению эквивалентного количества брома бромат-бромидной смесью в кислой среде. Знание теории и практические навыки по лабораторным занятиям необходимы для изучения последующих тем.

Редоксиметрическое титрование:

Определение окислителей и восстановителей прямым методом титрования.

Инструментальные методы:

Изучение методов титрования полярографии и амперометрии.

Интеграция с профильными дисциплинами

Фармацевтическая химия

Анализ лекарственных препаратов, содержащих ароматические органические вещества (фенол, парацетамол, тимол).

Анализ ароматических кислот, а также окси-кислот и их производных (кислота салициловая, ацетилсалициловая кислота).

Целевые задачи

1. Приготовление 0,05 N 250,00 см³ раствора KBrO₃ по точной навеске, расчет ее нормальности и титра.
2. Определение массы салицилата натрия в контрольном растворе бромат-бромидным методом с йодометрическим окончанием.

Задания для самоподготовки:

1. В чем сущность йодометрии, применяемой для определения окислителей и восстановителей?
2. Определение восстановителей и окислителей методом йодометрии.
3. Приготовление и стандартизация раствора Na₂S₂O₃.
4. Приготовление титранта методом броматометрии.
5. Сущность и применение метода обратного титрования.

Лабораторные работы

Реактивы:

1. Сухая соль KBrO₃.
2. Соль KBr.
3. 10% раствор калий йодида.
4. 0,05 н титрованный раствор Na₂S₂O₃.
5. Раствор H₂SO₄ разведения (1:4) .
6. Хлороформ или бензол.

Весы и измерительная посуда:

1. Аптечные весы, гири.
2. Аналитические весы, гири.
3. Колба мерная, V=250,00 см³.
4. Пипетка Мора, V=20,00 см³.
5. Цилиндр V=10 см³.
6. Бюретка.

Броматометрия

Броматометрический метод основан на окислении восстановителей броматом калия, который в кислой среде является сильным окислителем.

Восстановление бромат-иона протекает по схеме:



Лабораторная работа 5

Приготовление 250 см³ 0,05 н раствора бромата калия по точной навеске

Навеску рассчитывают по формуле: (расчет приближенный)

$$a_{\text{KBrO}_3} = \frac{\text{Э} \cdot N \cdot W}{1000} = \frac{28 \cdot 0,05 \cdot 250}{1000} = 0,35 \text{ г}$$

Отвешивают на аптечных весах около 0,35 г бромата калия, переносят в сухой бюкс и взвешивают на аналитических весах (m_1). Навеску количественно, с помощью воронки, переносят в мерную колбу на 250 см³, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, после чего уровень воды доводят до метки и перемешивают. Взвешивают бюкс с остатками вещества на аналитических весах (m_2). По разности ($m_1 - m_2$) определяют навеску бромата калия, рассчитывают нормальность приготовленного раствора (расчет точный)

$$N_{\text{KBrO}_3} = \frac{a \cdot 1000}{\text{Э} \cdot W} \text{ (г.экв/ дм}^3\text{)}; \quad \text{где } a = (m_1 - m_2)$$

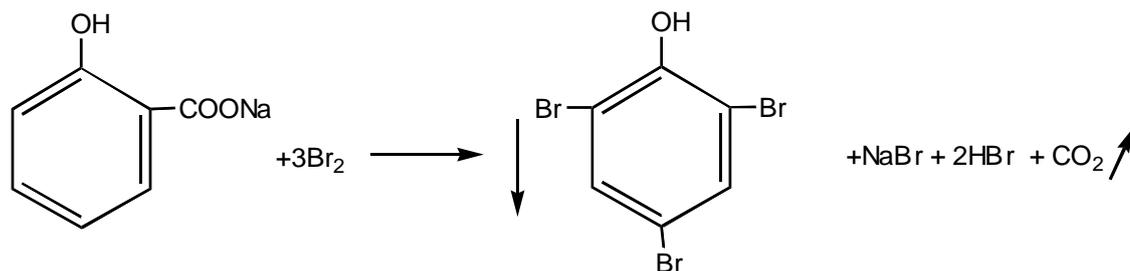
Готовый раствор из мерной колбы переливают в чистую склянку, предварительно ополоснув ее приготовленным раствором KBrO_3 и маркируют.

Лабораторная работа 6

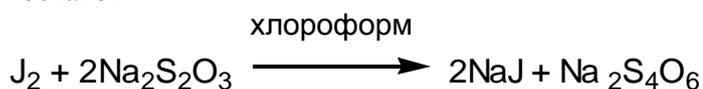
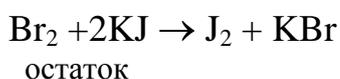
Определение массы массы салицилата натрия в контрольном растворе бромат-бромидным методом

Бромат ион в кислой среде реагирует с бромид-ионами, образуя свободный бром: $\text{KBrO}_3 + 5\text{KBr} + 3\text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow 3\text{Br}_2 + 3\text{H}_2\text{SO}_4 + 3\text{H}_2\text{O}$

Образовавшийся бром вступает в реакцию бромирования с салицилата натрия:



Остаток брома реагирует с KJ, образует свободный йод, который оттитровывают титрованным раствором $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ в присутствии хлороформа или бензола:



Ход работы:

В контрольный раствор (в склянках с притертой пробкой), приливают из бюретки или пипеткой Мора $20,00 \text{ см}^3$ титрованного раствора бромата калия, добавляют $0,5 \text{ г}$ сухого бромида калия и 3 см^3 раствора серной кислоты разведения (1:4). Содержимое склянки перемешивают и задерживают $5-6 \text{ мин}$ в темном месте. В течение этого времени протекают вышеуказанные реакции.

Результаты титрования заносят в таблицу:

| № | $V_{\text{KBrO}_3}, \text{ см}^3$ | $V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}, \text{ см}^3$ |
|----|-----------------------------------|---|
| 1. | 20,00 | |
| 2. | 20,00 | |

Граммовое количество салицилата натрия в растворе рассчитывают по формуле обратного титрования (расчет точный):

$$m_{\text{сал Na}} = \frac{(N_{\text{KBrO}_3} \cdot V_{\text{KBrO}_3} - N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \cdot V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}) \cdot \mathcal{E}_{\text{сал Na}}}{1000} \quad \mathcal{E}_{\text{сал Na}} = \text{мм}/6$$

Контрольные вопросы

1. Факторы, влияющие на направление окислительно-восстановительной реакции.
2. В чем преимущества окислителя дихромата калия от перманганата калия?
3. Индикаторы, применяемые в броматометрии.
4. Формулы расчета массы вещества методами обратного и заместительного титрования.

Ситуационные задачи

1. Для титрования молекулярного йода, выделившего при взаимодействии KJ, образуется при добавлении 10% раствора KJ к 20,10 см³ 25,00 см³ хлорной воды раствора Na₂S₂O₃. Рассчитать граммовое содержание хлора в 1 дм³ хлорной воды.
2. Рассчитайте объемы 4% и 0,7% растворов Na₂S₂O₃ смешиванием двух исходных растворов.
3. В чем разница броматометрического и бромат-бромидного способа титрования? Приведите примеры.
4. Определение массы As (III) в контрольном растворе броматометрическим методом. Реакции титрования и изменения цвета индикатора.

Литература

1. 87
2. 186-193
3. 127-128
4. 193-195

Занятие № 27

Нитритометрия. Приготовление стандартного раствора NaNO_2 . Определение массы стрептоцида в контрольном растворе

Цель занятия – разъяснить метод нитритометрического титрования и его возможности для количественного анализа органических аминов.

Значение темы: нитритометрическим методом можно определять неорганические восстановители, такие как Sn (II), Fe (II), Sb (III), As (III), а также многие лекарственные вещества, содержащие аминогруппу (стрептоцид, сульфасалицил, норсульфазол и др.). Знание теории и практические навыки по лабораторным занятиям необходимы для изучения последующих тем.

Редоксиметрическое титрование:

Определение окислителей или восстановителей в растворе. Цериметрия.

Инструментальные методы:

Изучение окислительно-восстановительной реакции на основе инструментального метода.

Интеграция с профильными дисциплинами

| | |
|-------------------------|--|
| Фармацевтическая химия | Качественный и количественный анализ лекарственных веществ (NaNO_2 , KBr). Анализ лекарственных веществ группы аминокислот. |
| Токсикологическая химия | Использование редоксиметрии в химико-токсикологических исследованиях |

Целевые задачи

1. Приготовление 0,05 н 250,00 см³ раствора NaNO_2 . Расчет нормальности и титра приготовленного раствора.
2. Определение массы стрептоцида в контрольном растворе.

Задания для самоподготовки:

1. Приготовление стандартного раствора титранта.
2. Реакция диазотирования.
3. Основа нитритометрического титрования. Определяемые вещества.

Лабораторные работы*Реактивы:*

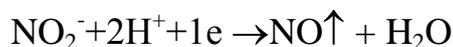
1. Сухая соль NaNO_2 .
2. Соль KBr .
3. Индикаторы тропеолин-00, метиленовый синий.

Весы и измерительная посуда:

1. Аптечные весы, гири.
2. Аналитические весы, гири.
3. Колба мерная, $V=250,00 \text{ см}^3$.
4. Пипетка Мора, $V=10,00 \text{ см}^3$.
5. Бюретка, $V=25,00 \text{ см}^3$.

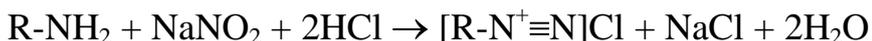
Лабораторная работа 7*Приготовление 0,05 н 250,00 см³ раствора NaNO_2 по точной навеске*

Нитрит-ион, как окислитель в кислой среде восстанавливается до двуокиси азота.



$$\mathcal{E}_{\text{NaNO}_2} = \text{М.М.} = 69$$

или восстанавливается до катиона диазония



Навеску рассчитывают по формуле (расчет приближенный)

$$a_{\text{NaNO}_2} = \frac{N \cdot W \cdot \mathcal{E}}{1000} = \frac{69 \cdot 0,05 \cdot 250}{1000} = 0,86 \text{ г} \approx 0,9 \text{ г}$$

Около 0,9 г нитрита натрия (точная навеска) растворяют в мерной колбе на 250,00 см³. Перемешивают, переливают в чистую склянку, ополоснув ее

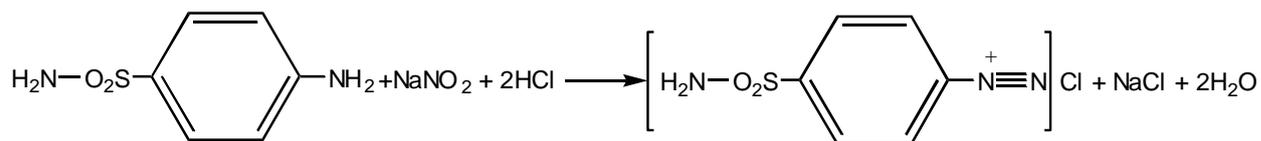
раствором, маркируют. По разности ($m_1 - m_2$) точная навеска, рассчитывают нормальность и титр приготовленного раствора:

$$N_{\text{NaNO}_2} = \frac{a \cdot 1000}{\text{Э} \cdot W} \quad (\text{г.экв/дм}^3), \quad \text{где } a = (m_1 - m_2)$$

Лабораторная работа 8

Определение массы стрептоцида в контрольном растворе

В фармацевтическом анализе нитритометрию используют для стандартизации сульфаниламидных препаратов и других лекарств на основе аминокислот, содержащих $-\text{NN}_2$, $=\text{NH}$ функциональных групп. Их определение основано на реакции диазотирования. Определение стрептоцида основано на реакции:



Ход работы:

Студенты получают в колбах для титрования 2 параллельные задачи, содержащие стрептоцид в растворе соляной кислоты. В каждую задачу прибавляют 15 см³ воды, 0,5 г бромида калия, 1 каплю раствора тропеолина «00», 1 каплю раствора метиленового синего и при перемешивании титруют рабочим раствором нитрита натрия, добавляя его со скоростью 2 см³ в минуту, а в конце титрования (за 0,5 см³ до эквивалентной точки) по 0,05 мл в минуту. Титрование проводят при температуре на выше 18-20°C до перехода красно-фиолетовой окраски в светло-зеленую.

Результаты титрования заносят в таблицу. Количество стрептоцида в растворе рассчитывают по формуле (расчет точный)

| № | $V_{\text{NaNO}_2}, \text{ см}^3$ |
|---|-----------------------------------|
| 1 | |
| 2 | |

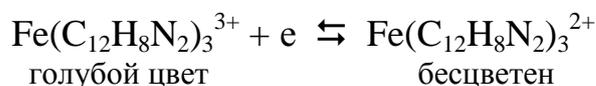
$$m_{\text{стр.}} = \frac{\text{Э}_{\text{стр.}} \cdot N_{\text{NaNO}_2} \cdot V_{\text{NaNO}_2}}{1000} \quad \text{Э}_{\text{стр.}} = \text{ММ}$$

Контрольные вопросы

1. Принцип определения органических аминов нитритометрическим методом. Напишите уравнение реакции.
2. Стандартизация раствора NaNO_2 , приготовленного из навески, содержащей примесь.
3. Как проводится реакция диазотирования.

Ситуационные задачи

1. Нитрит натрия применяется в медицине как сосудорасширяющий препарат при стенокардии. Разовая доза его составляет 0,1-0,2 г. Анализ препарата проводился следующим образом: 10,00 см³ 0,5% раствора NaNO_2 разбавили в мерной колбе 200,00 см³. К 20,00 см³ приготовленного раствора NaNO_2 добавили 40,00 см³ 0,01025 н раствора KMnO_4 , 20 см³ H_2SO_4 разведения 1:4. Смесь оставили на 10 минут. Затем смесь нагрели до 70-80⁰С и на титрование остатка KMnO_4 до обесцвечивания. Израсходовано 21,45 см³ раствора $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ с 0,01035 н. Рассчитайте массовую долю NaNO_2 .
2. Окисленная форма редокс-индикатора ферроина, имеющая голубую окраску, обесцвечивается в избытке титранта восстановителя.



Рассчитайте интервал равновесного потенциала, изменяющий окраску индикатора, если стандартный потенциал равен: $E^0_{\text{фер.}} = 1,14 \text{ В}$.

Литература

- 1.87
2. 193-201
3. 128-131
4. 195-197

Занятие № 28

Аргентометрия. Приготовление стандартного раствора NaCl и титрантов AgNO_3 , NH_4NCS . 6 - Тест.

Цель занятия – оценка знаний студентов по окислительно-восстановительному титрованию методом тестирования. Основные сведения о реакциях осаждения, применяемых в осадительном титровании. Приготовление стандартных растворов и титрантов для осадительного титрования.

Значимость темы: аргентометрия является фармакопейным методом анализа, применяется при определении галогенидов. Знание теории и практические навыки по лабораторным занятиям необходимы для изучения последующих тем.

| | |
|------------------------------------|--------------------------------|
| Хроматографические методы анализа: | Ионообменная хроматография |
| Инструментальные методы: | Потенциометрическое титрование |

Интеграция с профильными дисциплинами

| | |
|-----------------------------|---|
| Технология готовых лекарств | Количественное определение KBr в составе лекарственного раствора CaCl_2 . |
| Фармацевтическая химия | Количественное определение подлинности лекарственных веществ, содержащих галогениды, а также 0,9% физиологический раствор NaCl. |

Целевые задачи

1. Приготовление 0,05 н стандартного раствора хлорида натрия по точной навеске, расчет его нормальности.
2. Приготовление 0,05 н растворов нитрата серебра и роданида аммония

путем разбавления из 5% раствора.

Задания для самоподготовки:

1. Иметь знания о видах осадительного титрования и применяемых индикаторах.
2. Уметь приготовить стандартные и рабочие растворы.

Лабораторные работы

Реактивы:

1. Сухая соль NaCl.
2. 5% раствор AqNO₃.
3. 5% раствор NH₄NCS.

Мерная посуда:

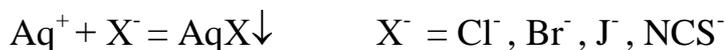
- | | |
|--|---------|
| 1. Мерная колба 100,00 см ³ | 1 штука |
| 2. Воронка 40 см ³ | 1 штука |
| 3. Бюкс | 1 штука |
| 4. Затемненная склянка V=200 см ³ | 1 штука |

Приборы:

1. Аптечные весы.
2. Электронные весы.
3. Аналитические весы.
4. Гири.

Сущность аргентометрического титрования

Осадительное титрование основано на применении реакций, сопровождающихся образованием малорастворимых соединений. Наиболее важное значение имеют методы, основанные на реакциях осаждения малорастворимых солей серебра:



Подобные методы объединяют в особый раздел метода осаждения, называемый **аргентометрией**. Кроме аргентометрии, в осадительном

титровании используется сульфат с рабочим раствором H_2SO_4 , *меркурометрия* – с рабочим раствором $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$, *тиоцианатометрия* – с рабочим раствором NH_4NCS .

В аргентометрии существует несколько различных способов фиксирования точки эквивалентности: *метод Мора*, когда в качестве индикатора используют раствор хромата калия, *метод Фольгарда* – индикатор железоаммонийные квасцы, *метод Фаянса* – адсорбционные индикаторы: растворы флуоресцеина, эозина и т.д.

Известен также безиндикаторный метод – *метод Гей-Люссака*.

Аргентометрия является фармакопейным методом анализа галогенидов и широко используется в практической деятельности провизора-аналитика.

Рабочие растворы – AgNO_3 и NH_4NCS .

Установочное вещество – KCl или NaCl .

Раствор установочного вещества готовят по точной навеске, а растворы нитрата серебра и роданида аммония сначала приблизительно нужной нормальности из заранее приготовленных 5% растворов, а затем стандартизируют по установочному веществу.

Лабораторная работа 1

Приготовление 0,05 н 100,00 см³ раствора NaCl

Навеску хлорида натрия рассчитывают по формуле (расчет приближенный):

$$a_{\text{NaCl}} = N \cdot W \cdot \mathcal{E} / 1000 = 0,05 \cdot 100 \cdot 58 / 1000 = 0,29 \text{ г}$$

$$\mathcal{E} = \text{м.м.}$$

Около 0,30 г хлорида натрия (точная навеска) растворяют в мерной колбе на 100,00 см³. По формуле $N_{\text{NaCl}} = \frac{a \cdot 1000}{W \cdot \mathcal{E}}$ (г.эquiv/дм³) рассчитывают нормальность приготовленного раствора (расчет точный). Раствор перемешивают в мерной колбе, небольшим объемом ополаскивают чистую склянку, куда переливают готовый раствор и маркируют.

Лабораторная работа 2

Приготовление 100 см³ 0,05 н раствора AgNO₃ из 5% раствора.

(расчет приближенный)

$$V_{5\%AgNO_3} = \frac{N \cdot \Xi \cdot V \cdot 100}{1000 \cdot c \cdot \%} = \frac{0,05 \cdot 100 \cdot 170 \cdot 100}{1000 \cdot 5 \cdot 1} = 17 \text{ см}^3$$

$$V_{H_2O} = 100 - 17 = 83 \text{ см}^3$$

ВНИМАНИЕ! Вся посуду, используемую для измерения раствора AgNO₃, тщательно промыть 3 раза дистиллированной водой!

Отмеренные с помощью цилиндра 17 см³ 5% раствора нитрата серебра переносят в приготовленную, тщательно промытую дистиллированной водой, склянку из темного стекла и добавляют 83 см³ дистиллированной воды, перемешивают и маркируют.

Лабораторная работа 3

Приготовление 0,05 н раствора NH₄NCS из 5% раствора.

(расчет приближенный)

$$V_{5\%NH_4NCS} = \frac{N \cdot \Xi \cdot V \cdot 100}{1000 \cdot c \cdot \%} = \frac{100 \cdot 0,05 \cdot 76 \cdot 100}{1000 \cdot 5 \cdot 1} = 7,6 \approx 8 \text{ см}^3$$

$$V_{H_2O} = 100 - 17 = 83 \text{ см}^3$$

Отмеренные с помощью цилиндра 8 см³ 5% раствора роданида аммония переносят в приготовленную склянку, добавляют 92 см³ воды, перемешивают и маркируют.

Контрольные вопросы

1. Расчет концентрации (молярный, эквимольный, процентный) и титра приготовленного стандартного раствора хлорида натрия.
2. Почему растворы нитрата серебра и роданида аммония не готовят по точной навеске?

3. Кривые осадительного титрования. Расчет величины pCl в начале и конце скачка титрования, а также в точке эквивалентности.
4. Виды осадительного титрования.
5. Сущность аргентометрии и ее разновидностей по применяемым индикаторам.
6. Преимущества и недостатки аргенто- и меркурометрического титрования.
7. Условия образования осадка и понятие о произведении растворимости.

Ситуационные задачи

1. При приготовлении раствора титранта $AgNO_3$ один из студентов заметил помутнение измеряемого 5% раствора $AgNO_3$ в цилиндре. У другого студента раствор помутнел при переливании в приготовленную склянку, у третьего приготовленный прозрачный раствор $AgNO_3$ помутнел при заполнении бюретки. Какие ошибки допустили эти студенты?
2. Почему при смешивании следов водопроводной воды растворы $AgNO_3$ образуют белую муть, а раствор NH_4NCS остается прозрачным?
3. Укажите цвета малорастворимых солей серебра: $AgCl$, AgI , $AgNCS$, Ag_2CrO_4 ?

Образцы шестого тестового контроля

- 1. Необходимым условием применимости реакции окисления-восстановления для количественного анализа является ЭДС, она должна быть:**
 А. Не менее 0,4 – 0,5 В В. Не более 0,4 – 0,5 В С. Не менее 0,1 – 0,2 В
 Д. Не более 0,1 – 0,2 В Е. Численное значение может быть любым
- 2. Как определить грамм эквивалент окислителя и восстановителя?**
 А. По числу протонов, участвующих в реакции
 В. По числу гидроксильных ионов в реакции
 С. По числу отданных или приобретенных электронов
 Д. По числу молекул воды, участвующих в реакции
 Е. По числу одновалентных ионов, участвующих в реакции

3. Сущность метода йодометрии.

- А. В основе иодиметрического титрования лежат реакции окисления свободного иода до иодид ионов
- В. В основе иодометрического титрования лежат реакции осаждения иодид ионов
- С. В основе иодометрического титрования лежат реакции окисления иодид ионов в свободный иод
- Д. В основе иодометрического титрования лежат реакции восстановления свободного иода до иодид ионов

4. Механизм действия редокс-индикаторов.

- А. Они меняют свое строение и цвет при изменении рН среды
- В. В свободном виде они обладают одним цветом, в виде комплекса, другим
- С. Они изменяют цвет при изменении окислительно-восстановительного потенциала
- Д. Они образуют с титрантом осадок, который окрашивается в другой цвет
- Е. Цвет редокс – индикатора зависит от его стандартного потенциала

5. Какая реакция лежит в основе нитритометрического определения сульфаниламидных препаратов (стрептоцида, норсульфазола и др.)

- А. Реакция восстановления NaNO_2 до NO В. Реакция диазотитрования
- С. Реакция нитрования Д. Реакция окисления NaNO_2 до NaNO_3
- Е. Реакция восстановления NaNO_2 до N_2O

6. Какие соединения можно количественно определить перманганатометрическим титрованием.

1. H_2O_2 2. FeSO_4 3. $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ 4. NaNO_2 5. NaNO_3
- А. 1,2,3 В. 2,4,5 С. 1,2,4 Д. 1,2,5 Е. 2,3,4

7. Укажите виды окислительного-восстановительного титрования по типу применяемого титранта

- | | |
|---|----------------------------|
| 1. KMnO_4 | a. хлорйодометрическое |
| 2. I_2 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ | b. перманганатометрическое |
| 3. KBrO_3 | c. бромометрическое |
| 4. $\text{Br}_2(\text{KBrO}_3 + \text{KBr})$ | d. цериметрическое |
| 5. $\text{Ce}(\text{SO}_4)$ | e. броматометрическое |
| 6. JCl | f. иодометрическое |
- А. 1a, 2f, 3d, 4e, 5b, 6c В. 1f, 2a, 3c, 4d, 5b, 6e С. 1b, 2c, 3e, 4d, 5f, 6a
- Д. 1b, 2f, 3e, 4c, 5d, 6a Е. 1b, 2a, 3c, 4d, 5e, 6f

8. Как определяют окислители (KMnO_4 CuSO_4 H_2O_2) иодометрическим титрованием?

- А. Прямым титрованием р-ром I_2
- В. Прямым титрованием р-ром $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
- С. Обратным титрованием, т.е. добавляют избыток р-ра $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, его остаток оттитровывают р-ром I_2
- Д. Заместительным титрованием, т.е. к р-ру окислителя добавляют KJ в кислой среде и выделившуюся I_2 титруют раствором $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Е. Заместительным титрованием к р-ру окислителя добавляют $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ в кислой среде и выделившуюся J_2 титруют $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

9. Сущность цериметрического титрования.

А. Используют восстановительные свойства церия (III) для количественного определения окислителей (As^{5+} , Fe^{2+} , Sb^{3+} и др.)

В. Используют окислительные свойства церия (IV) для количественного определения восстановителей (As^{3+} , Fe^{2+} , Sb^{3+} и др.)

С. Используется способность церия (IV) осаждать многие катионы и на этом основано количественное определение Ca^{2+} , Ba^{2+} , Al^{3+} и др.

Д. Используется способность церия (IV) образовывать комплексное соединение, на этом основано количественное определение Mg^{2+} , Ca^{2+} , Ba^{2+} и др.

Е. Основано на окисление церия (III) до церия (IV)

10. Стабилизацию раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ проводят:

А. Можно не проводить, т.к. р-р $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ устойчив при хранении

В. Добавлением Na_2CO_3 С. Добавлением крахмала

Д. Добавлением KJ

Е. Добавлением H_2SO_4

11. К какому методу оксидиметрического титрования относится определение массы салицилата натрия?

А. Иодометрическому

В. Нитритометрическому

С. Перманганометрическому

Д. Бромометрическому

Е. Броматометрическому

12. Кривая редоксиметрического титрования.

А. Графическая зависимость объема добавленного титранта от равновесного потенциала титранта.

В. Графическая зависимость потенциала титруемого раствора от объема прибавленного титранта.

С. Графическая зависимость рН титруемого раствора от объема прибавленного титранта.

Д. Зависимость стандартного потенциала титруемого вещества стандартного потенциала

Е. Это кривая зависимость объема прибавленного титранта от стандартного потенциала титруемого вещества.

Литература

1. 67

2. 245-261

3. 78-87

4. 173-176

Занятие № 29**5-рубежный контроль****Стандартизация рабочих растворов AgNO_3 и NH_4NCS .****Определение массы бромида калия в контрольном растворе**

Цель занятия – оценка знаний студентов письменной контрольной работой по окислительно-восстановительному титрованию. Стандартизация рабочих растворов AgNO_3 и NH_4NCS . Определение массы KBr в контрольном растворе.

Значимость темы: Отмечены в занятии № 28.

Целевые задачи

1. Стандартизация рабочих растворов AgNO_3 и NH_4NCS .
2. Определение массы KBr в контрольном растворе.

Задания для самоподготовки:

1. Классификация осадительного титрования. Роль и значение аргентометрии.
2. Укажите достоинства и недостатки методов Мора, Фольгарда, Фаянса.
3. Сущность и значение кривой осадительного титрования.
4. Расчет формулы массы или массовой доли веществ в титриметрическом анализе.

Лабораторные работы*Реактивы:*

1. Приготовленные 0,05 н растворы NaCl , AgNO_3 и NH_4NCS .
2. 5% раствор K_2CrO_4 .
3. Железоаммонийные квасцы.
4. 0,5% раствор эозина.

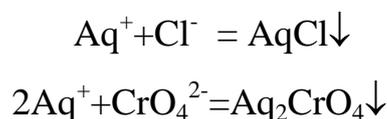
Мерная посуда:

1. Бюретка 25,00 см³
2. Колба для титрования 100 см³
3. Пипетка Мора 10,00 см³

Лабораторная работа 4

Стандартизация раствора нитрата серебра по раствору хлорида натрия по способу Мора

Определение основано на использовании в качестве индикатора раствора хромата калия, который после количественного осаждения хлорид-ионов образует с избыточной каплей нитрата серебра кирпично-красный осадок.



Среда для титрования должна быть нейтральной или слабо-щелочной.

Ход работы:

В колбу для титрования пипеткой Мора отмеривают 10,00 см³ титрованного раствора хлорида натрия, прибавляют 0,5 см³ раствора хромата калия и титруют раствором нитрата серебра до перехода окраски осадка из желтой в красноватую. Титрование повторяют не менее 3-х раз, записывая результаты в таблицу:

| № | V NaCl, см ³ | V AgNO ₃ , см ³ |
|----|-------------------------|---------------------------------------|
| 1. | 10,00 | |
| 2. | 10,00 | |
| 3. | 10,00 | |

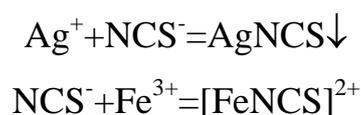
Нормальность нитрата серебра рассчитывают по формуле (расчет точный):

$$N_{\text{AgNO}_3} = \frac{N_{\text{NaCl}} \cdot V_{\text{NaCl}}}{V_{\text{AgNO}_3}} \cdot \text{г.ЭКВ/дм}^3; \quad T_{\text{AgNO}_3} = \frac{N_{\text{AgNO}_3} \cdot \text{Э}_{\text{AgNO}_3}}{1000} \cdot \text{г/см}^3$$

Лабораторная работа 5

Стандартизация раствора роданида аммония по раствору нитрата серебра по методу Фольгарда

Определение основано на использовании в качестве индикатора железо-аммонийных квасцов, которые после количественного осаждения ионов серебра тиоционат-ионом, избыточная капля последнего образует красное окрашивание раствора вследствие образования тиоционата:



Ход работы:

В колбу для титрования отмеривают пипеткой Мора 10,00 см³ титрованного раствора нитрата серебра, прибавляют 1 мл железо-аммонийных квасцов, 5-6 см³ 10% раствора HNO₃ (для подавления гидролиза соли железа) и титруют раствором тиоционата аммония до появления слабо-розовой окраски раствора. Титрование повторяют не менее 3-х раз, записывая результаты в таблицу:

| № | V AgNO ₃ , см ³ | V NH ₄ NCS, см ³ |
|---|---------------------------------------|--|
| 1 | 10,00 | |
| 2 | 10,00 | |
| 3 | 10,00 | |

Нормальность тиоционата аммония рассчитывают по формуле (расчет точный):

$$N_{\text{NH}_4\text{NCS}} = \frac{N_{\text{AgNO}_3} \cdot V_{\text{AgNO}_3}}{V} \cdot \text{г.ЭКВ/дм}^3; T_{\text{NH}_4\text{NCS}} = \mathcal{E}_{\text{NH}_4\text{NCS}} \cdot N_{\text{NH}_4\text{NCS}} / 1000$$

Лабораторная работа 6

Определение граммowego содержания бромида калия в растворе по методу Фольгарда

Определение основано на использовании метода обратного титрования.

Ход работы:

Студенты получают 3 параллельные задачи в колбах для титрования, приливают в каждую колбу по 20,00 см³ титрованного раствора нитрата серебра, 5 см³ 10% раствора азотной кислоты, 1 см³ железо-аммонийных квасцов. Содержимое колбы перемешивают и титруют раствором роданида аммония до слабо-розовой окраски раствора. Результаты титрования записывают в виде таблицы.

Содержимое бромида калия рассчитывают по формуле (расчет точный)

$$m_{\text{KBr}} = \frac{(N_{\text{AgNO}_3} \cdot V_{\text{AgNO}_3} - N_{\text{NH}_4\text{NCS}} \cdot V_{\text{NH}_4\text{NCS}}) \cdot \mathcal{E}_{\text{KBr}}}{1000} \text{ (г)} \quad \mathcal{E}_{\text{KBr}} = \text{м.м.} = 119$$

Лабораторная работа 7

Определение граммowego содержания йодида натрия в растворе по методу Фаянса (контрольная задача)

Метод основан на использовании адсорбционных индикаторов, которые являются слабыми кислотами $[\text{AqJnAq}]^{n+} + n\text{Jnq}^- \rightarrow [\text{AqJnAq}]\text{Jnqn}$

Ион Jnq^- , адсорбируясь на поверхности положительно заряженной мицеллы, обуславливает изменение окраски осадка.

Ход работы:

Студенты получают 2 параллельные задачи в колбах для титрования, прибавляют по 5 капель раствора индикатор эозина и титруют раствором нитрата серебра до окрашивания осадка в красный цвет.

Результаты титрования заносят в таблицу. Содержание йодида натрия рассчитывают по формуле (расчет точный)

$$a_{\text{NaI}} = \frac{N_{\text{AgNO}_3} \cdot V_{\text{AgNO}_3} \cdot \mathcal{E}_{\text{NaI}}}{1000}, \quad \mathcal{E}_{\text{NaI}} = \text{м.м.}$$

Контрольные вопросы

1. Почему определение хлоридов по методу Мора необходимо проводить в нейтральной или слабощелочной среде?
2. В какой среде следует проводить титрование по Фольгарду и почему?

3. Какие галогениды определяют эозином?
4. Сущность и индикаторы меркурометрического титрования.
5. Почему используется 0,5% раствор индикатора K_2CrO_4 в методе Мора?

Ситуационные задачи

1. При титровании остатка $AgNO_3$ по методу Фольгарда при добавлении индикатора образовавшийся осадок окрасился в красно-бурый цвет уже в начале титрования. Чем это объясняется?
2. Для титрования 20 см^3 аликвотного объема КJ, взято из мерной колбы на 100 см^3 , при индикаторе эозината натрия израсходован $19,68\text{ см}^3$ раствора $AqNO_3$. Рассчитайте концентрацию КJ в исходном растворе, его титр и массу КJ в мерной колбе. (Ответ: $0,0234\text{мол/л}$, $0,003888\text{г/см}^3$, $0,3888\text{г}$)

Задачи для самостоятельного решения

1. 25 см^3 аликвоты из 100 см^3 раствора, содержащего ионы цинка, титровали $0,0518\text{ м}$ раствором $K_4[Fe(CN)_6]$ до изменения фиолетовой окраски индикатора фенолфталеина до светлозеленой и израсходован $15,45\text{ см}^3$ титранта. Рассчитайте концентрацию катиона Zn^{2+} , титр и массу цинка в исходном растворе. (Ответ: $0,0480\text{ мол/л}$, $0,003140\text{г/мл}$, $0,314\text{г}$).
2. Рассчитайте навеску тригидрата калия гексацианоферрата (II) с фактором эквивалентности, равным единице, для приготовления 1 дм^3 $0,05\text{ н}$ раствора. (Ответ: 21 г).
3. Для меркурометрического титрования $0,1050\text{ г}$ $NaCl$ затрачено $20,00\text{ см}^3$ раствора $Hg_2(NO_3)_2$. Рассчитайте эквимольную концентрацию (нормальность) $Hg_2(NO_3)_2$. (Ответ: $0,0898\text{ м}$).

4. Для титрования 25 см³ раствора Hg₂(NO₃)₂ затрачено 18,02 см³ стандартного раствора NaCl с молярной концентрацией эквивалента 0,1000 н. (Ответ: 0,07208 н).
5. Рассчитайте навеску для приготовления 100 см³ 0,1 н раствора Hg₂(NO₃)₂. (Ответ: 2,626 г).
6. Рассчитайте навеску для приготовления 100 см³ 0,1 н раствора AgNO₃. (Ответ: 1,700 г).
7. При определении катиона цинка образуется осадок состава K₂Zn₃[Fe(CN)₆]₂. Рассчитайте эквивалентную массу осадителя K₄[Fe(CN)₆]. (Ответ: 122,66).

**Определение массы KBr в контрольном растворе
(блиц-игра)**

| № | Вопрос: Укажите последовательность титрования | Индивидуальная оценка | Оценка группы | Ответ препод. | Индивидуальная ошибка | Ошибка группы |
|---|--|--------------------------|------------------|------------------|--------------------------|------------------|
| 1 | NH ₄ Fe(SO ₄) ₂ | | | | | |
| 2 | HNO ₃ | | | | | |
| 3 | KBr | | | | | |
| 4 | NH ₄ NCS | | | | | |
| 5 | AgNO ₃ | | | | | |
| 6 | Розовый цвет | | | | | |
| 7 | Колба для титрования | | | | | |

Литература

1. 67
2. 245-262
3. 78-83
4. 173-177

Занятие № 30

Комплексонометрия. Приготовление и стандартизация растворов $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ и трилона «Б»

Цель занятия – закрепить навыки работы по приготовлению стандартных растворов и титрантов, а также дать основные сведения о комплексонометрическом титровании.

Значимость темы: комплексонометрия основана на использовании реакций, которые сопровождаются образованием комплексных соединений металлов с органическими реактивами, называемыми комплексонами и применяется при количественном определении щелочноземельных или тяжелых металлов.

Знание теории и практические навыки по лабораторным занятиям необходимы для изучения последующих тем.

| | |
|------------------------------------|-----------------------------------|
| Хроматографические методы анализа: | Ионообменная хроматография |
| Инструментальные методы: | Потенциометрическое титрование |

Интеграция с профильными дисциплинами

| | |
|-------------------------|---|
| Фармацевтическая химия | Определение подлинности хлорида кальция и жесткости воды. |
| Токсикологическая химия | Количественное определение свинца и цинка. |

Целевые задачи

1. Приготовление стандарта $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ и титранта трилона «Б».
2. Стандартизация приготовленного раствора трилона «Б».

Задания для самоподготовки:

1. Понятие о комплексонах и комплексонатах.
2. Индикаторы метода комплексонометрии и в какой среде проводят комплексонометрическое титрование.

Лабораторные работы*Реактивы:*

1. Химически чистый кристаллогидрат $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.
2. Сухой препарат трилона «Б».
3. Аммиачный буферный раствор.
4. Сухая смесь индикатора хромогена черного и KCl в соотношении 1:100.

Мерная посуда:

1. Мерная колба $V=250,00 \text{ см}^3$.
2. Слянка для трилона «Б».
3. Бюкс.
4. Воронка $V 50,00 \text{ см}^3$.
5. Бюретки $V=25,00 \text{ см}^3$.
6. Колба для титрования $V=100,00 \text{ см}^3$.
7. Дистиллированная вода.

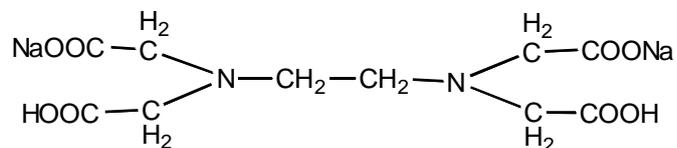
Приборы:

1. Аптечные весы и гири.
2. Электронные весы.
3. Аналитические весы и гири.

Понятие о комплексонометрическом титровании

Комплексонометрия основана на использовании реакций, которые сопровождаются образованием комплексных соединений катионов с органическими реактивами, называемыми *комплексонами*. *Комплексонами называют органические соединения, представляющие собой производные*

аминэполикарбоновых кислот. Наибольшее значение имеет так называемый комплексон III или трилон Б – динатриевая соль этилендиамин-тетрауксусной кислоты (ЭДТА), графическая формула которого:

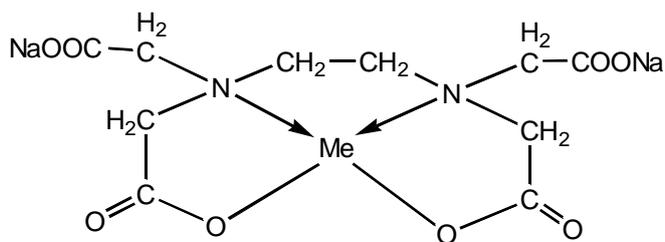


Сокращенная формула: $\text{Na}_2[\text{H}_2\text{Y}]$

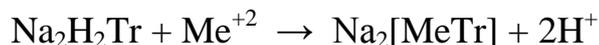
$\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_8\text{N}_2\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} \sim 372$ а.б. $\text{Э}_{\text{ЭДТА}}=186$

Комплексоны наряду с карбоксильными группами содержат третичные амины ($>\text{N}-$), благодаря чему эти соединения отличаются полидентатностью, т.е. способностью образовывать несколько связей с ионами металлов-комплексообразователей, образуя вокруг центрального иона металлоциклы.

Комплексон III образует со многими катионами устойчивые, малодиссоциированные, растворимые в воде внутрикомплексные соли, причем реакция между комплексоном и ионом металла-комплексообразователя протекает стехиометрически, т.е. в строго эквивалентных соотношениях, что открывает широкие возможности применения комплексонов для количественного определения многих катионов.

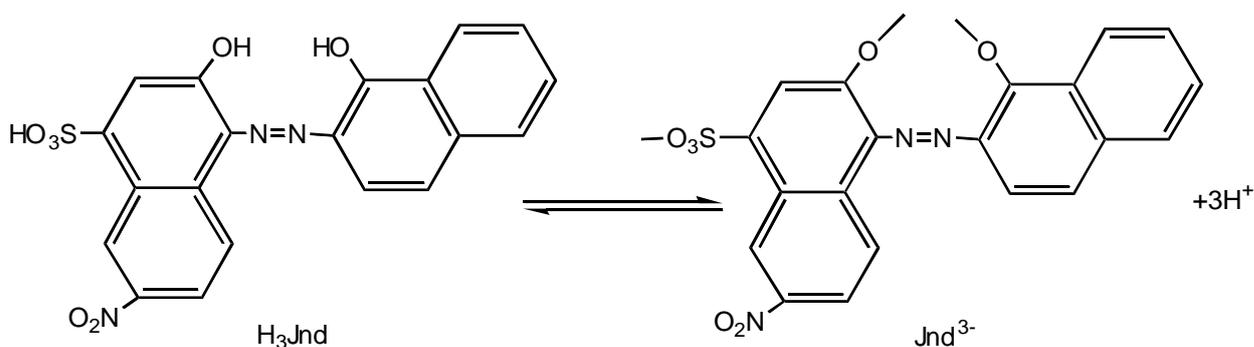


Сокращенно реакцию образования комплексоната записывают так:



Образуемые внутрикомплексные соединения отличаются очень большой устойчивостью (рК от 10 до 17).

Для определения точки конца титрования (Т.К.Т.) используют металлохромные индикаторы эриохром черный или мурексид (Э.Х.Ч). Эриохром черный – 1(1-окси-2нафтилазо)-6-нитро-2нафтол-4сульфокислота.



Комплексометрию проводят в аммиачно-буферной среде (pH=9-10). Индикатор (Э.Х.Ч) в слабощелочной среде, замещая два кислых протона фенольных групп на ион металла изменяет свою окраску от синего на красную.

Лабораторная работа 1

Приготовление 0,1 н 250,00 см³ стандартного раствора MgSO₄·7H₂O

Навеску семиводного сульфата магния рассчитывают по формуле (расчет приближенный)

$$a = \frac{\text{Э} \cdot N \cdot W}{1000} = \frac{123 \cdot 0,1 \cdot 250}{1000} = 3,2 \text{ г}$$

$$\text{Э MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} = M/2$$

Около 3 г MgSO₄·7H₂O (точная навеска) растворяют в мерной колбе на 250,0 см³. Нормальность приготовленного раствора рассчитывают по формуле (расчет точный):

$$N_{\text{MgSO}_4} = \frac{a \cdot 1000}{W \cdot \text{Э}} \text{ (г. экв/ дм}^3\text{)}, \text{ где } a = m_1 - m_2$$

Лабораторная работа 2

Приготовление 0,1 н 100 см³ раствора трилона «Б»

из сухого препарата

Навеску трилона Б рассчитывают по формуле (расчет приближенный)

$$a = \frac{\text{Э} \cdot N_3 \cdot W}{1000} = \frac{186 \cdot 0,1 \cdot 100}{1000} = 1,86 \text{ г}$$

$$\text{Э}_{\text{тр. Б}} = M/2$$

Около 1,86 г трилона Б, отвешенного на аптечных весах, растворяют в 100 см³ воды в обычной склянке, перемешивают и маркируют.

Лабораторная работа 3

Стандартизация раствора трилона «Б» по стандартному раствору $MgSO_4 \cdot 7H_2O$

Ход работы:

В колбу для титрования отмеривают пипеткой Мора 10,00 см³ титрованного раствора сульфата магния, прибавляют 5-6 см³ аммиачной буферной смеси, на кончике шпателя – индикатор (эриохром черный), перемешивают и титруют раствором трилона Б до перехода красной окраски раствора в зеленовато-синюю. Титрование проводят не менее 2-х раз, занося результаты в таблицу.

| № | $V_{MgSO_4}, \text{см}^3$ | $V_{ЭДТА}, \text{см}^3$ |
|---|---------------------------|-------------------------|
| 1 | 10,00 | |
| 2 | 10,00 | |

Нормальность трилона Б рассчитывают по формуле (расчет точный)

$$N_{ЭДТА} = \frac{N_{MgSO_4} \cdot V_{MgSO_4}}{V_{ЭДТА}} \text{ г.экв/дм}^3 \quad T = \frac{N \cdot Э}{1000} \text{ г/см}^3$$

Контрольные вопросы

1. Напишите графическую формулу комплексона III и продукта его реакции с катионом двухвалентного металла.
2. Напишите графическую формулу индикатора эриохрома черного в депротонированном виде и его продукта с металл-ионами. Укажите цвет индикатора при двух состояниях: свободном и закомплексованном.
3. Почему комплексометрическое титрование проводится в слабощелочной среде?

4. Приготовление и стандартизация стандартного раствора и титранта.

Ситуационные задачи

1. При титровании $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ с трилоном Б в присутствии индикатора эриохрома черного в растворе никаких изменений не было. Как это можно объяснить?

Задачи для самостоятельного решения

1. Для титрования раствора навески 0,1045 г известняка, растворенного в кислоте, после нейтрализации избытка кислоты израсходован 21,06 мл раствора трилона Б. Рассчитайте молярную концентрацию титранта и его титр по CaO . (Ответ: 0,0496 м; 0,002780 г/см³).
2. Рассчитайте навеску ЭДТА· 2Н₂О для приготовления 500 см³ его раствора с концентрацией 0,0200 м. (Ответ: 3,7 г).
3. Для титрования раствора NiCl_2 израсходован 20,45 см³ 0,05115 м раствора комплексона (III). Рассчитайте массу соли в титруемом растворе.

Литература

1. 76
2. 209-238
3. 90-105
4. 178-183

Занятие № 31

Определение жесткости воды и массы Pb(II) в контрольном растворе комплексонометрическим титрованием. 7- Тест.

Цель занятия – дать представление о прямом и обратном комплексонометрическом титровании. Тестирование студентов по осадительному и комплексонометрическому титрованию.

Значимость темы: Изложено в занятии № 30.

Целевые задачи

1. Определение жесткости питьевой воды.
2. Определение массы Pb(II) в контрольном растворе.

Задания для самоподготовки:

1. Сущность комплексонометрического титрования.
2. Металлохромные индикаторы. Требования, предъявляемые к ним.
3. Сущность жесткости воды, единица измерения и меры смягчения.
4. Сущность обратного титрования и формула расчета результатов.
5. Титр ЭДТА и титр соответствия по кальцию и магнию.

Лабораторные работы

Реактивы:

1. Приготовленный стандартный и рабочий раствор.
2. Аммиачный буферный раствор.
3. Сухая смесь хромогена черного и KCl в соотношении 1:100.

Мерная посуда:

1. Бюретки $V=25,00 \text{ см}^3$ 8 штук.
2. Колба для титрования $V=100 \text{ см}^3$ 8 штук.
3. Пипетка Мора $V=10,00 \text{ см}^3$ 4 штуки.

4. Воронка $V=40\text{см}^3$ 4 штуки.

Лабораторная работа 4

Определение общей жесткости воды (контрольная задача)

Жесткость воды обусловлена наличием в ней растворенных солей кальция и магния. Различают временную и постоянную жесткость. Временная жесткость обусловлена наличием в ней солей $\text{Mg}(\text{HCO}_3)_2$ и $\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$. Постоянная жесткость обусловлена наличием солей: MgCl_2 ; MgSO_4 ; CaCl_2 ; CaSO_4 .

Комплексометрически определяют лишь суммарную (общую) жесткость, которую выражают в мг-эквивалентах на литр.

50,00 см^3 воды, отмеренные мерной колбой, помещают в колбу для титрования, добавляют 10-12 см^3 аммиачного буферного раствора, немного индикатора (эриохром черный), титруют раствором комплексона III (трилона Б) до перехода красной окраски в зеленовато-синюю. Титрование повторяют 2-3 раза, занося результаты в таблицу.

| № | $V_{\text{воды}}, \text{см}^3$ | $V_{\text{ЭДТА}}, \text{см}^3$ |
|---|--------------------------------|--------------------------------|
| 1 | 50,00 | |
| 2 | 50,00 | |

Жесткость воды рассчитывают по формуле (расчет точный):

$$N_{\text{H}_2\text{O}} = \frac{N_{\text{ЭДТА}} \cdot V \cdot 1000}{V_{\text{воды}}} \text{ мг экв/дм}^3$$

Лабораторная работа 5

Определение массы Pb(II) в контрольном растворе

Определение основано на использовании метода обратного титрования. Студенты получают 2 параллельные задачи в колбах для титрования, приливают в каждую колбу по 20,00 см^3 титрованного раствора трилона Б, 10-12 см^3 аммиачной буферной смеси, вносят на кончике шпателя индикатор

эриохром черный и перемешивая, титруют раствором $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ до перехода синей окраски в красную. Граммовое содержание свинца рассчитывают по формуле:

$$m \text{Pb}^{2+} = [\text{N}_{\text{H}_2\text{Y}^{2-}} \cdot V_{\text{H}_2\text{Y}^{2-}} - \text{N}_{\text{MgSO}_4} \cdot V_{\text{MgSO}_4}] \cdot \text{Э}_{\text{Pb}^{2+}} / 1000$$

$$\text{Э}_{\text{Pb}^{2+}} = m/2 = 103,5$$

Контрольные вопросы

1. Предотвращение постоянной жесткости воды. Качество воды, выражаемое в единицах жесткости.
2. Как определяют общую и магниевую жесткость воды?
3. В каких единицах выражают жесткость воды?
4. В каких целях в фармацевтическом анализе применяется комплексонометрическое титрование?
5. Кривая комплексонометрического титрования.
6. Факторы, влияющие на скачок комплексонометрического титрования.

Ситуационные задачи

1. Определить кальциевую и магниевую жесткость воды; если на титрование $100,00 \text{ см}^3$ ее в присутствии аммиачного буфера и индикатора эриохрома черного потребовалось $5,15 \text{ см}^3$ раствора трилона Б $\text{N}_{\text{тр.Б}} = 0,1001$, а на титрование такой же порции воды в присутствии 20% раствора едкого натра и мурексида – $2,62 \text{ см}^3$ того же раствора трилона Б. (Ответ: 5,15; 2,82; 2,53 мг экв/дм³).

Задачи для самостоятельного решения

К $25,00 \text{ см}^3$ раствора $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ добавили избыток раствора комплексоната магния. Для титрования выделившихся ионов магния (II) израсходован $22,45 \text{ см}^3$ 0,05145 м раствора ЭТДА. Рассчитайте а) молярную, б) процентную концентрацию исходного раствора. (Ответ: а) 0,14620, б) 1,5).

0,9003 г руды, содержащей цинк, растворили в кислоте. Для титрования нейтрализованного (кислоты) раствора затрачено $19,51 \text{ см}^3$ 0,1015

м раствора ЭТДА. Рассчитайте массовый процент цинка в руде. (Ответ: 14,30).

Образцы седьмого тестового контроля

1. Сущность комплексонометрического титрования:

А) основано на реакции катионов некоторых металлов с комплексонами с образованием устойчивых малодиссоциированных, плохо растворимых в воде комплексных солей.

В) основано на реакции катионов некоторых металлов с комплексонами с образованием устойчивых малодиссоциированных, хорошо растворимых в воде без цветных комплексонатов

С) основано на реакции катионов некоторых металлов с комплексонами с образованием соединений, обладающих окислительно - восстановительными свойствами.

Д) основано на реакции, катионов некоторых металлов с комплексонами с образованием цветных и прочных комплексов различного состава.

Е) основано на реакции образования комплексов металлов с индикаторами, которые являются более прочными, чем комплексы металлов с комплексонами.

2. В какой среде проводится комплексонометрическое титрование S^{2-} элементов?

А) в кислой В) в сильно-кислой С) в нейтральной Д) в щелочной

Е) в слабо щелочной

3. Протофильные растворители

1. повышают 2. понижают 3. нивелируют 4. дифференцируют 5. не меняют, силу растворенных в ней кислот.

А) 1 В) 2 С) 3 Д) 4 Е) 5

4. Металлохромные индикаторы это вещества:

А) которые при взаимодействии с ионами металлов образуют окрашенные соединения, менее устойчивые по сравнению с их комплексонатами.

В) которые при взаимодействии с ионами металлов образуют окрашенные соединения более устойчивые по сравнению с их комплексонатами.

С) которые при взаимодействии с ионами металлов и комплексонами образуют окрашенные соединения.

Д) которые образуют окрашенные соединения только с комплексонами и не образуют окрашенных соединений с металлами.

Е) которые образуют с ионами металлов и комплексонами окрашенные соединения, одинаковые по устойчивости.

5. Укажите титранты следующих видов осадительного титрования:

1. аргентометрическое а) $BaCl_2$ или H_2SO_4

2. тиоцианатометрическое в) $AgNO_3$

3. меркурометрическое с) NH_4SCN

4. сульфатометрическое д) $Hg_2(NO_3)_2$

А) 1а;2в;3с;4д В) 1в;2а;3д;4с С) 1д;2а;3с;4в Д) 1в;2с;3д;4а Е) 1с;2а;3д;4в

6. Укажите стандартные вещества, применяемые в следующих методах:

- | | |
|------------------------|--|
| 1. трилонометрический | а) NaCl |
| 2. аргентометрический | в) AgNO ₃ |
| 3. меркурометрический | с) MgSO ₄ · 7H ₂ O |
| 4. тиоцианометрический | д) NH ₄ SCN |

- А) 1с; 2а; 3а; 4в Д) 1с; 2д; 3в; 4а
 В) 1а; 2в; 3д; 4с Е) 1д; 2а; 3с; 4д
 С) 1в; 2а; 4а; 3с

7. К какому методу относится меркурометрическое титрование?

- А) осадительному
 В) комплексометрическому
 С) редоксиметрическому
 Д) кислотно-основному
 Е) сульфатометрическому.

8. Каким методом определяют массу KBr в растворе препарата?

- А) методом Мора, прямое титрование
 В) методом Фольгарда, обратное титрование
 С) методом Мора, обратное титрование
 Д) методом Фаянса, прямое титрование
 Е) методом Фаянса, обратное титрование

9. Вещество обуславливающее сине-голубую окраску при комплексонометрическом титровании.

- А. Анион индикатора
 В. Протонированная форма индикатора
 С. Комплекс магния с индикатором
 Д. Анион трилона Б

10. В каком случае скачок на кривой титрования будет больше?

если $PP_{AgCl} = 1 \cdot 10^{-10}$ $PP_{AgBr} = 1 \cdot 10^{-13}$ $PP_{AgI} = 1 \cdot 10^{-16}$

- А. При титровании раствора йодида калия раствором нитрата серебра
 В. При титровании раствора хлорида натрия раствором нитрата серебра
 С. При титровании раствора бромиды калия раствором нитрата серебра
 Д. во всех случаях титрования скачок будет одинаковым.

11. Количественное определение каких из ниже перечисленных ионов можно провести методом Мора.

1. Хлориды 2. Бромиды 3. Иодиды 4. Роданиды 5. Фториды
 А) 1, 4 В) 2, 3 С) 3, 4 Д) 1, 2 Е) 1, 5

12. Укажите растворы используемые для стандартизации раствора тиоционата аммония.

1. Хлорид натрия 2. 10 % раствор азотной кислоты. 3. Калия хромата 4. аммиачный буфер 5. нитрат серебра 6. Железо (III) аммонийные квасцы.

- А) 1, 2, 3 В) 3, 2, 6 С) 2, 5, 6 Д) 3, 4, 5 Е) 1, 3, 4

**Определение жесткости воды
(блиц-игра)**

| № | Вопрос: Укажите последовательность титрования | Индивидуальная оценка | Оценка группы | Ответ препод. | Индивидуальная ошибка | Ошибка группы |
|---|--|--------------------------|------------------|------------------|--------------------------|------------------|
| 1 | Источник воды | | | | | |
| 2 | Колба для титрования | | | | | |
| 3 | Мерная колба | | | | | |
| 4 | Эриохром черный | | | | | |
| 5 | Аммиачный буфер | | | | | |
| 6 | Трилон Б | | | | | |
| 7 | Синий | | | | | |
| 8 | Винно-красный | | | | | |

Литература

1. 76
2. 212-245
3. 90-105
4. 178-180