

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

БРАТСКИЙ ЦЕЛЛЮЛОЗНО-БУМАЖНЫЙ КОЛЛЕДЖ
ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО БЮДЖЕТНОГО
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОГО УЧРЕЖДЕНИЯ
ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«БРАТСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Специальность 35.02.04
Технология комплексной переработки древесины

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
по выполнению лабораторных работ

по дисциплине
«АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ»
Количественный анализ

Братск 2022

Составила (разработала) Абдрахимова В.В., преподаватель кафедры химико-механических дисциплин

Методические указания для лабораторных работы студентов составлены на основании с требованиями ФГОС СПО по специальности 35.02.04 «Технология комплексной переработки древесины» по дисциплине «Аналитическая химия» Количественный анализ

Содержание

| | |
|--|----|
| Введение | 4 |
| 1 Основные правила безопасности при работе в химической лаборатории | 6 |
| 2 Правила пожарной безопасности и средства ликвидации пожаров | 9 |
| 3 Правила электробезопасности | 12 |
| 4 Правила безопасной работы с химическими веществами | 13 |
| 5 Правила работы на аналитических весах | 15 |
| 6 Первая медицинская помощь при несчастных случаях | 16 |
| 7 Лабораторные работы | 17 |
| 7.1 Лабораторная работа 1. «Определение кристаллизационной воды в кристаллогидрате хлорида бария» | 17 |
| 7.2 Лабораторная работа 2. «Определение содержания щелочи и соды при совместном присутствии» | 21 |
| 7.3 Лабораторная работа 3. «Приготовление и стандартизация раствора перманганата калия по стандартному раствору оксалата натрия» | 25 |
| 7.4 Лабораторная работа 4. «Определение хлорид-ионов методом Мора» | 27 |
| 7.5 Лабораторная работа 5. «Определение кальция и магния при их совместном присутствии» | 29 |
| Список использованных источников | 32 |

Введение

Дисциплина «Аналитическая химия» является частью общепрофессионального цикла. Имеет практическую направленность и межпредметную связь с такими дисциплинами как: «Органическая химия», «Общая и неорганическая химия», «Физическая и коллоидная химия», а также с профессиональными модулями: ПМ 01 «Определение оптимальных средств и методов анализа природных и промышленных материалов», ПМ 02 «Проведение качественных и количественных анализов природных и промышленных материалов с применением химических и физико-химических методов анализа».

Данное методическое указание разработано в соответствии с программой подготовки специалистов среднего звена для специальности 35.02.04 «Технология комплексной переработки древесины». В методическом указании представлены выполняемые лабораторные работы, также указаны основные правила безопасности при работе в химической лаборатории, правила электробезопасности, правила безопасной работы с химическими веществами, первая медицинская помощь при несчастных случаях и правила работы на аналитических весах.

Выполнение лабораторных работ рекомендуется проводить при строгом контроле преподавателя или лаборанта в следующем порядке:

- а. объяснение преподавателя по данной реакции;
- б. выполнение этой реакции каждым учащимся одновременно;
- в. самостоятельная запись реакции в лабораторный журнал каждым учащимся.

Конечная цель изучения дисциплины состоит в том, чтобы сформировать у обучающихся:

1. Системные знания по теоретическим основам качественного анализа;
2. Навыки по технике работ в химико-аналитических лабораториях;
3. Научно-обоснованное теоретическое мышление, профессиональные и организационные знания.

В результате освоения дисциплины обучающийся должен **уметь**:

- подбирать условия проведения качественного анализа в соответствии с чувствительностью и специфичностью аналитических реакций;
- подбирать условия, необходимые для изменения скорости аналитической реакции и равновесия обратимых реакций;
- рассчитывать концентрацию ионов в растворах слабых и сильных электролитов;
- проводить осаждение ионов;
- проводить дробное осаждение ионов;
- определять степень насыщения растворов;
- проводить расчет pH растворов сильных и слабых электролитов;
- проводить расчеты с целью приготовления буферных растворов;
- рассчитывать концентрацию комплексных ионов в растворе комплексной соли;
- проводить качественный анализ катионов;
- проводить качественный анализ анионов;
- выбирать оптимальный метод анализа;

В результате освоения дисциплины обучающийся должен **знать**:

- правила хранения, использования, утилизации химических реактивов;
- методов качественного анализа;
- условий проведения аналитических реакций;
- аналитической классификации ионов;
- закона действия масс;
- теории электролитической диссоциации;
- кислотно-основных свойств веществ;
- способов расчета pH растворов;
- Характеристик комплексных соединений;
- способов обнаружения катионов;
- способов обнаружения анионов;

- способов выражения концентрации;
- правил приготовления стандартных и стандартизованных растворов;

Изучаемые вопросы дисциплины направлены на формирование следующих компетенций:

ОК 1 Понимать сущность и социальную значимость своей будущей профессии, проявлять к ней устойчивый интерес;

ОК 2 Организовывать собственную деятельность, выбирать типовые методы и способы выполнения профессиональных задач, оценивать их эффективность и качество;

ОК 3 Принимать решения в стандартных и нестандартных ситуациях и нести за них ответственность;

ОК 4 Осуществлять поиск и использование информации, необходимой для эффективного выполнения профессиональных задач, профессионального и личностного развития;

ОК 5 Использовать информационно-коммуникационные технологии в профессиональной деятельности;

ОК 6 Работать в коллективе и команде, эффективно общаться с коллегами, руководством, потребителями;

ОК 7 Брать на себя ответственность за работу членов команды (подчиненных), результат выполнения заданий;

ОК 8 Самостоятельно определять задачи профессионального и личностного развития, заниматься самообразованием, осознанно планировать повышение квалификации;

ОК 9 Ориентироваться в условиях частой смены технологий в профессиональной деятельности.

Техник должен обладать профессиональными компетенциями, соответствующими видам деятельности:

ПК 1.1 Управлять технологическими процессами получения волокнистых полуфабрикатов, бумаги и картона, древесно-волокнистых (древесно-стружечных) плит, лесохимической продукции по стадиям производства;

ПК 1.3 Контролировать качество сырья, полуфабрикатов, химикатов, материалов, готовой продукции комплексной переработки древесины;

ПК 2.3 Анализировать процессы и результаты деятельности подразделения.

1 Основные правила безопасности при работе в химической лаборатории

При выполнении лабораторных работ по аналитической химии используются концентрированные кислоты, щелочи, щелочные металлы, токсичные органические вещества. При небрежном отношении к работе возможны несчастные случаи, попадание опасных веществ в глаза, на кожу, ожоги, возникновение пожаров. При работе в химической лаборатории необходимо строго соблюдать требования техники безопасности. Студенты несут ответственность за соблюдение правил поведения в химической лаборатории, техники безопасности при работе с химическими реактивами, посудой, оборудованием.

Все студенты обязаны выполнять общие правила поведения в химической лаборатории.

В химической лаборатории нельзя находиться в верхней одежде. Студенты должны работать в халатах, волосы должны быть убраны. Во время работы в лаборатории соблюдать чистоту, тишину и порядок, не отвлекать и не мешать выполнять работу другим студентам. Студенты могут находиться в лаборатории только с разрешения преподавателя или лаборанта. Не допускается присутствие в лабораториях посторонних лиц во время проведения работ.

Рабочее место должно содержаться в чистоте и порядке, его не следует загромождать бумагами, посудой и реактивами. Запрещается класть на рабочие столы одежду, вещи, сумки и любые посторонние предметы. Нельзя загромождать проходы между рабочими столами. В лаборатории запрещается принимать пищу и напитки, курить.

Категорически запрещается пробовать химические реактивы на вкус. Запах соединений определяют, осторожно направляя его пары легким движением руки. Нельзя подносить сосуд к носу и делать глубокий вдох.

Нельзя заглядывать в склянки и бутылки сверху, все наблюдения необходимо вести через боковую стенку сосуда. Необходимо следить, чтобы химические реактивы не попали на одежду, кожу. Во время работы нельзя подносить руки к лицу, глазам, волосам. Перед проведением каждой операции необходимо убедиться в исправности посуды и оборудования, правильном выборе химических реактивов. Лабораторные работы выполняются по два человека. Запрещается выполнять химический эксперимент одному.

Перед началом работы в химических лабораториях работающие должны изучить методику выполнения лабораторной работы, инструкции к приборам, последовательность выполнения операций. Прослушать текущий инструктаж преподавателя по проведению лабораторной работы.

Во время работы студенты должны соблюдать общие правила поведения и работы в химических лабораториях, выполнять требования техники безопасности при работе со щелочными металлами, кислотами и щелочами, нагревательными приборами, стеклянной посудой; меры противопожарной безопасности.

1. Использовать химические реактивы, указанные в лабораторной работе, обращая внимание на формулы веществ, их концентрации и последовательность использования. Запрещается пользоваться реактивами без этикеток или с сомнительными надписями на них.

2. Часть реактивов находится на рабочих столах студентов. Это неопасные вещества, не обладающие токсичным действием – растворы кислот, оснований, солей, твердые соли, простые вещества, индикаторы. Вещества, представляющие опасность находятся в вытяжном шкафу – концентрированные кислоты и щелочи, раствор брома в воде, щелочные металлы, горючие или токсичные вещества.

3. Реактивы, находящиеся в вытяжном шкафу нельзя переносить на рабочее место. Все работы с ними необходимо проводить только в вытяжном шкафу. Возле вытяжного шкафа не следует создавать толчею, мешать друг другу.

4. Реактивы сразу после использования закрывать теми же пробками, сразу ставить на место. Передавать реактивы можно только в закрытом состоянии. Запрещается ходить с реактивами по аудитории.

5. Перед помещением реактивов в пробирку необходимо убедиться в ее чистоте и целостности. Нельзя использовать загрязненную или треснутую посуду.

6. Необходимый объем растворов измеряется мерными пробирками, пипетками или другой мерной посудой. Лишнее количество реактивов нельзя выливать обратно в склянку. Нельзя

засасывать реактивы в пипетку ртом, нужно пользоваться резиновой грушей или дозатором.

7. При работе с кислотами следует наливать кислоту в воду. Запрещается наливать воду в кислоту, так как может произойти выброс кислоты вследствие сильного разогревания смеси.

8. При работе со щелочными металлами необходимо соблюдать особую осторожность, не допуская их соприкосновения с водой. Вынимать металлический натрий и калий следует только сухим пинцетом. Щелочные металлы нельзя брать руками. Керосин с поверхности кусочков металла удаляют фильтровальной бумагой. В реакции используют кусочки не больше горошины. Нельзя наклоняться над стаканом во время реакции.

9. Категорически запрещается выбрасывать остатки щелочных металлов в канализацию, урну.

10. В качестве нагревательных приборов используют электрические плитки с закрытой спиралью; водяные бани; спиртовки.

11. Перед зажиганием спиртовки следует убедиться, что она исправна, фитиль вытасчен на нужную высоту, а горловина и держатель фитиля сухие. Если спиртом смочен держатель фитиля и горловина спиртовки, при зажигании может произойти взрыв паров внутри.

12. Спиртовку можно зажигать только спичками, запрещается зажигать одну спиртовку от другой. Гасить спиртовку можно только одним способом – накрывать пламя фитиля колпачком. Нельзя задувать пламя, так как при этом может произойти небольшой взрыв смеси паров спирта с воздухом и горящий спирт выбросится в лицо.

13. Горящую спиртовку нельзя наклонять, перемещать, ходить с ней по аудитории во избежание разлива и загорания спирта.

14. Пробирки, используемые для нагревания должны быть чистыми, сухими и целыми. Пробирка не должна быть наполнена содержимым более чем на треть.

15. Пробирку закрепляют в держалке в верхней части пробирки. Пробирку с содержимым предварительно прогревают во избежание ее растрескивания. Отверстие пробирки при нагревании должно быть направлено в сторону от всех работающих.

По окончании работы необходимо:

1. Проверить и привести в порядок рабочее место, приборы и аппараты, вымыть руки.

2. Грязную посуду складывают на специальные противни. Не следует оставлять грязную посуду на рабочем столе.

3. Содержимое пробирок после лабораторной работы сливают в специально отведенные емкости. Нельзя выливать химические реактивы в канализацию.

При возникновении очага возгорания необходимо немедленно сообщить об этом преподавателю.

При загорании твердых горючих веществ (мебель, пол, стены и т. д.) в качестве средств пожаротушения применяют песок, накидки из толстой ткани, огнетушители пенные и порошковые, воду. При возгорании ЛВЖ и ГЖ (спирт, бензол, и др.) применяют песок, накидки, любые огнетушители. Для тушения щелочных и щелочноземельных металлов используют сухой песок или порошковые огнетушители. Применять воду, пенные и углекислотные огнетушители нельзя. Для тушения электроприборов, находящихся под напряжением, применяют накидки, песок, порошковые и углекислотные огнетушители. Нельзя тушить водой и пенными огнетушителями.

При ожогах химическими веществами, особенно кислотами и щелочами, пораженный участок кожи быстро промывают большим количеством воды, затем на обожженное место накладывают примочку: при ожогах кислотой – из 2%-ного раствора пищевой соды, при ожогах щелочью – из слабого 1–2%-ного раствора уксусной кислоты.

При попадании брызг кислоты в глаза, их немедленно нужно промыть большим количеством воды и затем 3%-ным раствором пищевой соды. После этого пострадавшего необходимо немедленно доставить в медпункт.

При порезах рук стеклом необходимо удалить из раны мелкие осколки, затем промыть раны 2%-ным раствором перманганата калия или спиртом и, смазав йодной настойкой, забинтовать.

При воспламенении одежды необходимо загасить огонь на горящем (не бегать!), набросив на него одеяло, халат, пальто и т. д. Погасив огонь, приступить к оказанию первой помощи.

Ядовитые вещества могут попасть в организм через пищеварительный тракт, дыхательные пути, иногда через кожу и слизистые оболочки. При всех случаях отравления необходимо доставить пострадавшего в медпункт или вызвать скорую помощь.

2 Правила пожарной безопасности и средства ликвидации пожаров

Все помещения лаборатории должны соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

В каждом рабочем помещении должны быть в наличии огнетушители и песок, а в помещениях с огнеопасными и легковоспламеняющимися веществами – дополнительные средства пожаротушения. Здание лаборатории должно быть оснащено пожарными кранами с пожарными рукавами.

В помещении лаборатории на видном месте должен быть вывешен план эвакуации в случае возникновения пожара.

Все работники лаборатории должны быть обучены правилам обращения с огне- и взрывоопасными веществами, газовыми приборами, а также должны уметь обращаться с противогазом, огнетушителем и другими средствами пожаротушения, имеющимися в лаборатории.

Все нагревательные приборы должны быть установлены на термоизолирующих подставках. Запрещается эксплуатация неисправных лабораторных и нагревательных приборов. К основным правилам ликвидации пожаров в химической лаборатории относятся:

1. Необходимо немедленно сообщить по телефону «01» пожарному посту (команде) о загорании или включить пожарную сигнализацию.

2. Следует перекрыть магистральные вентили, краны газовой сети, вентиляции, обесточить электропроводку.

3. Убрать из лаборатории в безопасное место все огнеопасные и взрывоопасные вещества.

4. Воспользоваться средствами ликвидации пожаров в лаборатории: вода, огнетушители, асбестовое одеяло, ящик с сухим песком.

Специфика тушения пожаров водой. Для ликвидации небольших очагов пламени берут воду из водопроводного крана. При тушении воду направляют на поверхность горящих веществ, вследствие чего их температура резко понижается до границы, при которой они не воспламеняются. Образующийся при этом водяной пар препятствует доступу кислорода к зоне горения.

Однако в условиях лаборатории область применения воды как средства тушения пожара весьма ограничена. Воду нельзя использовать для тушения горящего электрооборудования, находящегося под напряжением, горящих веществ, вступающих с водой в реакцию с выделением тепла или образованием опасных соединений (например, щелочные металлы, магний и его сплавы, 4 алюминий в порошке или стружке, карбид кальция и т.п.).

Вода неэффективна при тушении горящих углеводородов и других не смешивающихся с водой жидкостей, если их плотность меньше единицы. В некоторых случаях вода приводит не к прекращению, а к усилению горения, потому что горючие жидкости всплывают и продолжают гореть на поверхности воды, причем площадь горения при этом значительно увеличивается.

Особенно опасно попадание воды в горящие масляные бани или другие емкости с горящими высококипящими жидкостями или плавящимися при нагревании твердыми веществами. Это может привести к бурному вспениванию, разбрызгиванию и выбросу горячей жидкости, и следовательно к резкому усилению интенсивности горения и распространению очага возгорания.

Если площадь горения невелика, ее засыпают песком или плотно накрывают асбестовым одеялом. Асбестовое одеяло используют и при загорании одежды.

Огнетушители. Огнетушители являются самым эффективным средством первичного пожаротушения. Огнетушитель – переносное или передвижное устройство, используемое для тушения очагов пожара. Огнетушители классифицируются:

- в зависимости от класса пожара;
- по виду применяемого огнетушащего вещества (ОТВ);
- по назначению; - по объему корпуса,
- по способу подачи огнетушащего состава;
- по виду пусковых устройств;
- по возможности повторного использования и ремонтпригодности.

В зависимости от класса пожара огнетушители предназначаются для тушения: твердых

горючих веществ (класс пожара А), жидких горючих веществ (класс пожара В), газообразных горючих веществ (класс пожара С), металлов и металлосодержащих веществ (класс пожара D), электроустановок, находящихся под напряжением (класс пожара Е).

По виду применяемого огнетушащего вещества (ОТВ) огнетушители делят на следующие виды:

- водные (ОВ) – охлаждают зону горения, а также разбавляют горючую среду водяными парами;

- пенные – хорошо изолируют зону горения от поступления кислорода и охлаждают ее.

Подразделяются на воздушно-пенные (ОВП) и химические пенные (ОХП);

- порошковые (ОП) – изолируют очаг горения от окружающего воздуха, тормозят химические процессы горения, предупреждают взрывы;

- газовые – «разбавляют» горючую среду, снижая концентрацию и поступление кислорода, тормозят химические процессы горения, снижают температуру в очаге пожара. Подразделяются на углекислотные (ОУ) и хладоновые (ОХ);

- аэрозольные генераторы – подобны порошковым и газовым огнетушителям, но не выбрасывают заранее запасенное ОТВ, а образуют огнетушащий аэрозоль при использовании.

Широкую область применения имеют огнетушители химические пенные (ОХП), порошковые (ОП) и углекислотные (ОУ). Химические пенные огнетушители используются для тушения возгораний твердых и жидких веществ и материалов, за исключением тушения электроустановок, находящихся под напряжением, так как химические пены проводят электрический ток.

Порошковые огнетушители в зависимости от типа применяемого порошка предназначены для тушения пожаров всех классов (А, В, С, Д, Е). Преимущества этих огнетушителей по сравнению с другими типами: высокая огнетушащая способность, универсальность применения (возможность тушения пожаров различных классов), возможность тушения электрооборудования, находящегося под напряжением до 1000 В, широкий температурный диапазон применения (от минус 50 до плюс 50 °С), удобство применения, простота использования. Однако порошковыми составами можно ликвидировать горение сравнительно небольших по площади очагов пожара, и рекомендуются они к применению на начальных стадиях пожаров.

На огнетушителях делают буквенно-цифровую маркировку. Например, надпись ОВП-10(г)-2А, 55В 1 У2 ГОСТ Р 51057-97 на огнетушителе следует расшифровывать следующим образом: ОВП – огнетушитель воздушно-пенный; 10 – вместимость корпуса в литрах; г – вытеснение огнетушащего вещества осуществляется газогенерирующим элементом; 2А и 55В – предназначен для тушения 6 загорания твердых горючих материалов (2-й ранг очага) и жидких горючих веществ (ранг очага 55); 1 – модель 01; У2 – климатическое исполнение (У – для умеренного климата, категории 2); ГОСТ Р 51057-97 – государственный стандарт.

В химической лаборатории преимущественно используют углекислотные огнетушители (марки ОУ-2, ОУ-5, ОУ-8), которые заполняются сжиженным оксидом углерода (IV) под давлением 6 МПа (рисунок 1.1). При открывании запорно-пускового устройства сжиженный диоксид углерода выбрасывается из баллона через раструб. На выходе за счет частичного испарения струя сильно охлаждается и поступает в зону горения в виде снегообразной массы. Эффект огнетушения обусловлен прекращением доступа кислорода в зону горения и охлаждением горящего вещества ниже температуры воспламенения.

Однако углекислотные огнетушители малоэффективны при тушении тлеющих материалов, их нельзя использовать при тушении горячей одежды на человеке (снегообразная масса диоксида углерода при попадании на кожу вызывает обморожение), а также при горении щелочных металлов, потому что они реагируют с оксидом углерода. Для подавления горения щелочных металлов используют порошковые огнетушители.



Рисунок 1.1 – Конструкция переносного газового углекислотного огнетушителя:
1 - корпус; 2 - сифонная трубка; 3 - заряд ОТВ (диоксид углерода); 4 - раструб;
5 - запорнопусковое устройство; 6 - предохранительная чека; 7 - ручка для переноски

Тушение горячей одежды. При воспламенении одежды очень важно действовать быстро, не поддаваться панике. Нельзя совершать резких движений и бегать в горячей одежде – это усиливает горение.

При воспламенении небольшого участка иногда удается сорвать горящую одежду и затем потушить ее на полу. Сбивание пламени руками может привести к дополнительным ожогам. Если огонь охватил большую часть одежды, необходимо повалить пострадавшего на пол, чтобы пламя не распространялось к голове, и немедленно применить огнетушащие средства.

Вода наиболее эффективна при тушении загоревшейся одежды, при ее использовании уменьшается тяжесть ожогов. Другие средства огнетушения применяют только в тех случаях, когда вода по каким-либо причинам недоступна в данный момент. Допустимо использование воздушно-пенного и даже химического пенного огнетушителя. В последнем случае пену нельзя направлять на голову, а пострадавший должен закрыть глаза.

Накрывание пострадавшего асбестовым одеялом, ватником и т. п. позволяет быстро потушить пламя, но приводит к прижиманию горячей или тлеющей одежды к коже и увеличивает тяжесть ожогов, особенно при горении синтетической одежды.

После ликвидации пламени необходимо быстро удалить тлеющие остатки одежды, кроме тех, которые прилипли к обожженным участкам кожи, и немедленно приступить к оказанию первой помощи при термических ожогах.

3 Правила электробезопасности

Все помещения лаборатории должны соответствовать требованиям электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ Р 12.1.019-2009.

Все электрооборудование с напряжением свыше 36 В, а также оборудование и механизмы, которые могут оказаться под напряжением, должны быть надежно заземлены. Заземление – электрическое соединение какой-либо точки сети, электроустановки или оборудования с землей.

Для отключения электросетей на вводах должны быть рубильники или другие доступные устройства. Отключение всей сети, за исключением дежурного освещения производится общим рубильником.

В целях предотвращения электротравматизма запрещается:

- работать на неисправных электрических приборах и установках. О всех обнаруженных дефектах в изоляции проводов, неисправности рубильников, штепсельных вилок, розеток, а также заземления и ограждений следует немедленно сообщить заведующему 8 лабораторией;

- перегружать электросеть;

- переносить и оставлять без надзора включенные электроприборы;

- работать вблизи открытых частей электроустановок;

- загромождать подходы к электрическим устройствам.

- прикасаться к корпусу поврежденного прибора или токоведущим частям с нарушенной изоляцией и одновременно к заземленному оборудованию (другой прибор с исправным заземлением, водопроводные трубы, отопительные батареи), либо прикасаться к поврежденному прибору, стоя на влажном полу

В случае перерыва в подаче электроэнергии электроприборы должны быть немедленно выключены.

4 Правила безопасной работы с химическими веществами

Работа с твердыми веществами. Все сухие реактивы необходимо брать фарфоровыми ложками, шпателями. **Строго запрещается** брать реактивы незащищенными руками.

При взвешивании твердых веществ всегда надо пользоваться какойлибо тарой. Недопустимо насыпать вещества непосредственно на чашку весов.

Работы с ядовитыми и вредными твердыми веществами следует проводить только в вытяжном шкафу и со всеми мерами предосторожности.

Вытяжной шкаф следует включить за 30 мин до начала работы в лаборатории и выключать через 30 мин после окончания работы. При работах в вытяжном шкафу створки шкафа следует поднимать на высоту не более 20 -30 см так, чтобы в шкафу находились только руки, а наблюдение за ходом процесса вести через переднее стекло шкафа. Приподнятые створки должны прочно укрепляться приспособлениями, исключающими неожиданное падение этих створок. Выключатели вентиляции вытяжных шкафов должны располагаться рядом с ними, а розетки для включения приборов, располагающихся в шкафах, следует выносить на их наружные панели.

Необходимо проявлять осторожность при смешивании твердых веществ (особенно органических), т.к. образующаяся пыль может быть взрывчатой. Запрещается смешивать сухие реактивы вблизи включенных электронагревательных приборов.

Работу с порошкообразными веществами для предотвращения их распыления нужно проводить в таких местах, где нет сквозняков или сильного движения воздуха.

Строго запрещается просыпавшийся на стол реактив всыпать обратно в ту же банку, где он хранится.

Работы с щелочными металлами следует проводить в вытяжном шкафу на чистом и сухом месте, применяя минимальные их количества и пользуясь защитными очками и резиновыми перчатками. Во избежание воспламенения щелочных металлов, нельзя допускать попадания на них воды.

С пожароопасными реактивами следует работать вдали от огня и работающих нагревательных приборов.

Работа с концентрированными кислотами и щелочами. Банки и бутылки с летучими веществами должны открываться только в момент непосредственного пользования ими.

Открывать сосуды с концентрированными кислотами, щелочами и 15 летучими веществами и готовить растворы из них разрешается только в вытяжных шкафах с включенной принудительной вентиляцией.

Щелочи следует брать только с помощью шпателей или пинцета. Твердые щелочи необходимо растворять путем медленного и постепенного прибавления их к воде при непрерывном перемешивании.

Нельзя растворять сухие щелочи при нагревании, так как их растворение идет с выделением большого количества тепла, а при нагревании раствор может разбрызгаться из сосуда.

Важно: при приготовлении растворов из кислот во избежание разбрызгивания **кислоту следует прибавлять в воду**, а не наоборот. Для переливания из бутылей кислот, растворов щелочей и ядовитых жидкостей всегда следует пользоваться специальными сифонами.

При работе с растворами кислот и щелочей или другими агрессивными жидкостями **строго запрещается** набирать эти жидкости ртом; для этого необходимо использовать пипетки и резиновые груши.

По окончании работы остатки растворов кислот и щелочей следует сливать в специальные емкости (не в раковину!).

Если в ходе работы в лаборатории разлили кислоту, следует:

- немедленно сообщить преподавателю;
- надеть резиновые перчатки;
- как можно быстрее засыпать место пролива сухим песком;
- собрать песок лопаточкой или совком;
- засыпать место пролива карбонатом натрия (содой) на несколько минут для нейтрализации остатков кислоты;
- убрать соду лопаточкой или совком;

- место пролива промыть большим количеством воды.

Если в ходе работы в лаборатории разлили раствор щелочи, следует:

- немедленно сообщить преподавателю;

- надеть резиновые перчатки;

- как можно быстрее засыпать место пролива сухим песком или опилками;

- собрать песок или опилки лопаточкой или совком;

- место пролива раствора щелочи залить обильным количеством разбавленной уксусной или хлористоводородной кислоты;

- промыть большим количеством воды.

Растворы, предназначенные для нейтрализации кислот и щелочей, должны находиться всегда вблизи рабочих мест.

Работа с ядовитыми и вредными веществами. При работе в химической лаборатории нужно исходить из того, что все химические реактивы в той или иной степени ядовиты, и необходимо предотвратить возможность их проникновения в организм через пищеварительные органы, органы дыхания или кожу.

Все опыты с ядовитыми и вредными веществами должны выполняться только в вытяжном шкафу с включенной вентиляцией.

С едкими веществами следует работать в очках (маске) и защитных перчатках. Нельзя допускать попадания химических реактивов на кожу и одежду. Запрещается пробовать что-либо на вкус, а также пользоваться для питья химической посудой.

Запрещается сливать остатки опасных веществ в канализационную сеть, их следует собирать в специальную емкость, либо сдать лаборанту.

Все пролитые и просыпанные вещества на столах или на полу следует немедленно убрать и утилизировать.

Работа с пожароопасными и взрывоопасными веществами. Строго запрещается проводить работы с легковоспламеняющимися веществами вблизи огня и нагревательных приборов.

При работе с огнеопасными и взрывоопасными веществами не разрешается носить одежду из синтетических материалов.

При работе с органическими растворителями нельзя допускать их попадания на одежду или халат.

Нужно быть предельно осторожными при высушивании огнеопасных и взрывоопасных веществ, таких как металлический натрий или литий. Лучше ограничиться высушиванием между листами фильтровальной бумаги на воздухе.

Перед использованием сушильного шкафа для высушивания огнеопасных и взрывоопасных веществ необходимо убедиться в его исправности и правильности показаний термометра. Температуру следует устанавливать с учетом свойств высушиваемого вещества. Другие вещества в это время не должны находиться в сушильном шкафу.

Запрещается выливать ЛВЖ и горючие вещества в канализацию, следует собирать их в герметически закрывающуюся тару.

Если в ходе работы в лаборатории разлили легковоспламеняющуюся жидкость, следует:

- немедленно погасить в лаборатории все горелки и выключить электрические нагреватели;

- закрыть двери, открыть все окна и форточки;

- надеть средства индивидуальной защиты (защитные очки, перчатки, респираторы);

- собрать пролитую жидкость тряпкой, выжать ее над широким сосудом и перелить жидкость в герметически закрывающуюся тару;

- промыть место пролива водой;

- закончить проветривание после исчезновения запаха пролитой жидкости.

5 Правила работы на аналитических весах

1. Во время взвешивания стул не передвигайте; на кронштейн не облокачивайтесь; весы с места не смещайте.
2. Приступая к взвешиванию, проверьте равновесие ненагруженных весов, т.е. определите нулевую точку.
3. Не выполняйте на аналитических весах грубые взвешивания. Приблизительное количество вещества взвешивайте на теххимических весах. Прибавляйте или убавляйте взвешиваемое вещество только вне шкафа весов.
4. Прежде чем поставить взвешиваемый предмет на левую чашку весов, проверьте, нет ли загрязнений на его внешней поверхности.
5. Нельзя класть взвешиваемое вещество непосредственно на чашку весов. Все вещества взвешивайте в соответствующей таре: бюксах, стаканчиках, лодочках, тиглях и т.п.
6. Не ставьте на чашку весов теплые (или холодные) предметы. Взвешиваемый предмет должен предварительно остыть (или нагреться) в эксикаторе до комнатной температуры.
7. Не загружайте весы сверх предусмотренной для них предельной нагрузки.
8. Не забывайте арретировать весы, перед тем как поставить на чашку взвешиваемый предмет или разновеску. Прикасаться к весам чем бы то ни было можно только арретировав их.
9. Диск арретира поворачивайте медленно, плавно, осторожно.
10. Избегайте раскачивания чашек весов при взвешивании.
11. Разновески кладите на правую чашку весов и снимайте только пинцетом.
12. Помните, что разновески могут находиться лишь в предназначенных для них гнездах футляра или на правой чашке весов.
13. Футляр разновеса открывайте только на время работы с гирьками.
14. Подсчитывайте массу разновесок по пустым гнездам футляра; проверяйте правильность подсчета, перенося разновески на их место в футляре.
15. Все взвешивания, относящиеся к данному определению, выполняйте на одних и тех же весах с помощью одного и того же разновеса.
16. Результаты всех взвешиваний своевременно и аккуратно записывайте в лабораторный журнал.

6 Первая медицинская помощь при несчастных случаях

Химический ожог кожи. В случае попадания на кожу кислот или щелочей необходимо с помощью ватного диска щипковыми движениями снять вещество, попавшее на кожу, для предотвращения его распространения по коже и внутрь тканей. Затем также с помощью ватного диска следует обработать пораженное место при ожогах щелочами – 2 % раствором уксусной или лимонной кислоты, при ожогах кислотами – 2-3 % раствором гидрокарбоната натрия. Если на месте ожога появляется краснота, необходимо обратиться к врачу. При обширных ожогах пострадавшего немедленно направляют к врачу.

Ожог глаз. При ожогах глаза нужно многократно промыть его, для этого необходимо налить в стакан воду комнатной температуры. Нельзя применять никаких нейтрализующих жидкостей. После тщательного промывания пораженного глаза необходимо немедленно обратиться к врачу.

Ожог рта, желудка. При химических ожогах рта и желудка следует выпить большое количество воды. При попадании кислоты нужно выпить взвесь мела, а при попадании щелочей – разбавленный раствор пищевого уксуса (не эссенции) или лимонной кислоты.

Термический ожог. По степени тяжести термические ожоги принято условно подразделять на четыре группы: I степень – эритема (покраснение) кожи; II степень – образование пузырей; III степень – омертвление поверхностных участков кожи; IV степень – омертвление глубже лежащих тканей.

В случае небольших ожогов 1-2 степени необходимо осторожно обнажить обожженный участок и охладить его водой, чтобы облегчить боль и не дать жару ожога распространиться в стороны и вглубь тканей, затем закрыть его сухой асептической повязкой.

С обожженного участка нельзя снимать прилипшие остатки обгоревшей одежды и вообще как-либо очищать его. При необходимости можно срезать не прилипшую одежду только вокруг обожженного участка. Нельзя обрабатывать место ожога мазями, лосьонами и маслами, а также вскрывать пузыри.

При термических ожогах III и IV степени следует вызвать врача и немедленно доставить пострадавшего в ближайшее лечебное учреждение.

Поражение электрическим током. При поражении электрическим током другого человека необходимо немедленно обесточить линию, соблюдая меры предосторожности, чтобы самому не попасть под ток. При невозможности обесточить линию:

- если пострадавший поражен током через упавший на него провод, то следует встать на сухую доску и сухой палкой снять с него провод;
- если пострадавший взялся за токоведущие части и не может оторваться самостоятельно, то необходимо его оторвать, надев резиновые перчатки или накинув на него сухую одежду, резину и т.п.

Кровотечения от порезов. Кровотечения бывают трех видов: капиллярное, венозное, артериальное.

При капиллярном и венозном кровотечении края раны следует обработать антисептиком (3%-ной перекисью водорода или 5%-ным раствором йода) и закрыть стерильным пластырем или бинтом. Нельзя промывать рану водой и накладывать вату. При артериальном кровотечении (кровь вытекает пульсирующей струей) необходимо наложить жгут на конечность (выше раны, по направлению к сердцу) с запиской о времени наложения жгута (максимальный срок, в течение которого жгут можно не снимать, в теплое время года 1,5-2 часа, в 23 холодное – 1 час). После оказания первой медицинской помощи следует вызвать врача или доставить пострадавшего в больницу.

7 Лабораторные работы

7.1 Лабораторная работа 1. «Определение кристаллизационной воды в кристаллогидрате хлорида бария»

Цель работы: Определение массовой доли кристаллизационной воды в кристаллогидрате $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ методом отгонки.

Оборудование и реактивы:

- Бюкс стеклянный для взвешивания;
- Весы аналитические;
- Свежеперекристаллизованный химически чистый $BaCl_2 \cdot 2H_2O$.

Ход работы

В тщательно вымытый, высушенный и взвешенный, вместе с крышкой на аналитических весах бюкс, помещают 1,5 г свежеперекристаллизованный химически чистого $BaCl_2 \cdot 2H_2O$. Затем бюкс снова взвешивают на аналитических весах и определяют точную массу навески, взятой для анализа. Открыв бюкс, помещают крышку сверху, повернув ее на ребро и выдерживают бюкс в сушильном шкафу при температуре $125^\circ C$ два часа. Затем бюкс охлаждают в эксикаторе и, закрыв крышкой, взвешивают на аналитических весах. Операцию повторяют до достижения постоянной массы. Как правило, одновременно проводят не менее двух параллельных опытов. Результаты взвешиваний заносят в протокол анализа.

Протокол анализа

| | |
|--|-----------|
| Масса пустого бюкса № 1 до высушивания | 12,0296 г |
| Масса пустого бюкса № 1 после 1-го высушивания | 12,0296 г |
| Масса пустого бюкса № 1 после 2-го высушивания | 12,0296 г |
| Масса пустого бюкса № 1 после 3-го высушивания | 12,0296 г |
| Масса бюкса № 1 с веществом до высушивания | 13,5269 г |
| Масса бюкса № 1 с веществом после 1-го высушивания | 13,3180 г |
| Масса бюкса № 1 с веществом после 2-го высушивания | 13,3066 г |
| Масса бюкса № 1 с веществом после 3-го высушивания | 13,3064 г |
| Масса навески № 1 до высушивания | 1,4973 г |
| Масса навески № 1 после высушивания | 1,2768 г |
| Масса пустого бюкса № 2 до высушивания | 6,4397 г |
| Масса пустого бюкса № 2 после 1-го высушивания | 6,4397 г |
| Масса пустого бюкса № 2 после 2-го высушивания | 6,4397 г |
| Масса пустого бюкса № 2 после 3-го высушивания | 6,4397 г |
| Масса бюкса № 2 с веществом до высушивания | 7,9499 г |
| Масса бюкса № 2 с веществом после 1-го высушивания | 7,7320 г |
| Масса бюкса № 2 с веществом после 2-го высушивания | 7,2777 г |
| Масса бюкса № 2 с веществом после 3-го высушивания | 7,2777 г |
| Масса навески № 2 до высушивания | 1,5120 г |
| Масса навески № 2 после высушивания | 1,2880 г |

Расчет результатов анализа

1. Рассчитываем массу воды:

$$m_1(H_2O) = 1,4973 - 1,2768 = 0,2205 \text{ г}$$
$$m_2(H_2O) = 1,5120 - 1,2880 = 0,2222 \text{ г}$$

2. Рассчитываем массовую долю кристаллизационной воды:

$$\omega_1(H_2O) = \frac{m_1(H_2O)}{m_1(\text{нав})} \cdot 100 = \frac{0,2205}{1,4973} \cdot 100 = 14,73\%$$

$$\omega_2(H_2O) = \frac{m_2(H_2O)}{m_2(\text{нав})} \cdot 100 = \frac{0,2222}{1,5120} \cdot 100 = 14,71\%$$

$$\bar{\omega}(H_2O) = \frac{\omega_1(H_2O) + \omega_2(H_2O)}{2} = \frac{14,73 + 14,71}{2} = 14,72\%$$

3. Сравниваем с теоретической величиной.

$$\omega_{\text{теор}}(H_2O) = \frac{2M(H_2O) \cdot 100}{M(BaCl_2 \cdot 2H_2O)} = \frac{2 \cdot 18,02 \cdot 100}{244,3} = 14,75\%$$

$$\Delta\omega(H_2O) = \omega_{\text{теор}}(H_2O) - \bar{\omega}(H_2O) = 14,75 - 14,72 = 0,03\%$$

$$\varepsilon = \frac{\Delta\omega(H_2O)}{\omega_{\text{теор}}(H_2O)} \cdot 100 = \frac{0,03 \cdot 100}{14,75} = 0,2\%$$

Контрольные вопросы к защите лабораторной работы Вариант 1

1. В чем заключается сущность гравиметрического метода. Назовите его достоинства и недостатки.
2. Перечислите основные операции гравиметрического анализа в порядке их выполнения.
3. Какие факторы влияют на величину навески анализируемого вещества?
4. Приведите формулу для расчета величины навески.
5. Назовите примерный интервал допустимой величины навески в зависимости от структуры осадка.
6. Вычислить фактор пересчета:

| | | | | | |
|------------------------|----------------------------------|-------------------|--------------------------------|-------------------|-------------------|
| Определяемое вещество | K | Ba | Al | Na ₂ O | CaCO ₃ |
| Гравиметрическая форма | K ₂ PtCl ₆ | BaSO ₄ | Al ₂ O ₃ | NaCl | CaSO ₄ |

7. Какую навеску латуни, содержащей 5% олова, нужно взять для определения его в виде диоксида?
8. Вычислить объем раствора серной кислоты с массовой долей 4% необходимый для осаждения бария из навески 0,3025 г BaCl₂ · H₂O.

Вариант 2

1. Назовите основные способы гравиметрических определений.
2. В чем заключается сущность методов отгонки (прямого косвенного) и метода осаждения.
3. В каком случае осаждение считается практически полным?
4. Как рассчитывают необходимое количество осадителя?
5. Зачем применяют избыток осадителя? Как влияют свойства осадителя на величину избытка осадителя?
6. Вычислить фактор пересчета:

| | | | | | |
|------------------------|-------------------|---|--------------------------------|--------------------------------|---|
| Определяемое вещество | CaO | Ca ₃ (PO ₄) ₂ | FeO | FeSO ₄ | Mg |
| Гравиметрическая форма | CaCO ₃ | CaO | Fe ₂ O ₃ | Fe ₂ O ₃ | Mg ₂ P ₂ O ₇ |

7. Сколько процентов MgSO₄ · 7H₂O содержит проба технического сульфата магния, если из его навески 0,4085 г получено 0,1800 г Mg₂P₂O₇?

8. Рассчитать объем осадителя в виде 0,05 М раствора Na_2HPO_4 для осаждения магния в виде $MgNHPO_4$ из 100 см³ 0,02 М раствора $MgCl_2$ с использованием осадителя до 120%.

Вариант 3

1. Что такое осаждаемая форма, какие требования к ней применяются?
2. Что такое относительное пересыщение раствора?
3. Как условия осаждения влияют на структуру осадка?
4. Сформулируйте условия выделения кристаллических осадков.
5. Сформулируйте условия выделения аморфных осадков.
6. Вычислить фактор пересчета:

| Определяемое вещество | FeO | Mg | N | CuO | K_2O |
|------------------------|-----------|--------------|----------------|-------------|-------------|
| Гравиметрическая форма | Fe_2O_3 | $Mg_2P_2O_7$ | $(NH)_2PtCl_6$ | $Cu(SCN)_2$ | K_2PtCl_6 |

7. Какой должна быть навеска чугуна с массовой долей серы 2%, если для ее гравиметрического определения в виде сульфата бария, чтобы получить можно было при анализе 0,5 г осадка?

8. Какой объем раствора карбоната натрия (массовая доля 17,7%, $\rho = 1,19$) требуется для осаждения 0,2 г кальция при полуторакратном избытке осадителя?

Вариант 4

1. Какова цель промывания осадка? Какие приемы промывания существуют?
2. Как рассчитать потери при промывании осадка?
3. Чем руководствуются при выборе фильтра?
4. Чем руководствуются при выборе промывной жидкости для промывания осадков, кристаллических и аморфных?
5. Назовите основные виды соосаждения и способы уменьшения его влияния на результаты анализа.
6. Вычислить фактор пересчета:

| Определяемое вещество | Ag_2O | MoO_3 | K | MgO | CaO |
|------------------------|---------|------------------------------|-------------|--------------|----------|
| Гравиметрическая форма | $AgCl$ | $(NH_4)_3PO_4 \cdot 12MoO_3$ | K_2PtCl_6 | $Mg_2P_2O_7$ | $CaCO_3$ |

7. Вычислить массовую долю меди в образце руды, если из 0,4320 г пробы получено 0,1985 г $Cu(SCN)_2$.

8. Сколько мл 1,2%-го раствора диметилглиоксима $C_6H_8N_2O_2$ ($\rho = 1$) требуется для осаждения Ni^{2+} из раствора, содержащего 150 мг $NiCl_2$ (избыток осадителя 1,5%)?

Вариант 5

1. Что такое весовая (гравиметрическая) форма, какие требования к ней предъявляются?
2. Что такое гравиметрический фактор, как он рассчитывается?
3. Объясните, почему для гравиметрического определения массы серной кислоты в растворе в качестве осадителя используется раствор хлорида, а не нитрата бария.
4. Объясните, почему при осаждении сульфат-ионов берется 50% избыток хлорида бария по сравнению с рассчитанным стехиометрическим количеством. Почему не рекомендуется использовать двукратный избыток?
5. Объясните, с какой целью перед осаждением сульфата бария из нейтральных растворов к анализируемому раствору добавляют разбавленный раствор хлороводородной кислоты. Почему для этой цели нельзя использовать разбавленный раствор азотной кислоты?
6. Вычислить фактор пересчета:

| Определяемое вещество | K | Ba | Al | Na_2O | $CaCO_3$ |
|------------------------|-------------|----------|-----------|---------|----------|
| Гравиметрическая форма | K_2PtCl_6 | $BaSO_4$ | Al_2O_3 | $NaCl$ | $CaSO_4$ |

| | | | | | |
|-------|--|--|--|--|--|
| форма | | | | | |
|-------|--|--|--|--|--|

7. При гравиметрическом определении свинца из 2,000 г сплава получено 0,6048 г $PbSO_4$. Вычислите массовую долю свинца в сплаве.

8. Сколько нужно раствора аммиака с массовой долей 2% для осаждения алюминия из раствора, в котором растворено 0,9556 г алюмокалиевых квасцов?

Вариант 6

1. Перечислите условия, в которых осаждают сульфат бария, и обоснуйте их выбор.
2. Объясните, почему при осаждении сульфата бария раствор следует перемешивать, не касаясь стенок и дна стакана стеклянной палочкой.
3. Объясните, как проверяют полноту осаждения серной кислоты в виде сульфата бария.
4. Объясните, почему перед фильтрованием осадок сульфата бария выдерживают под маточным раствором в течение длительного времени и как можно ускорить созревание осадка.
5. Перечислите основные источники загрязнения осаждаемой формы при осаждении серной кислоты в виде сульфата бария.
6. Вычислить фактор пересчета:

| | | | | | |
|------------------------|----------|----------------|-----------|-----------|--------------|
| Определяемое вещество | CaO | $Ca_3(PO_4)_2$ | FeO | $FeSO_4$ | Mg |
| Гравиметрическая форма | $CaCO_3$ | CaO | Fe_2O_3 | Fe_2O_3 | $Mg_2P_2O_7$ |

7. Какую навеску $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ нужно взять для определения в нем железа в виде окиси железа, если максимальный вес весовой формы 0,1 г?

8. Сколько граммов раствора серной кислоты с массовой долей 5% для осаждения свинца из навески 0,5865 г сплава с массовой долей свинца 12%?

Вариант 7

1. Объясните, почему промывание осадка сульфата бария проводят холодной дистиллированной водой, а не разбавленным раствором осадителя.
2. Объясните, как проверяют полноту отмывания осадка сульфата бария от примеси хлорида бария.
3. Обоснуйте выбор фильтра, используемого для отделения осадка сульфата бария от маточного раствора.
4. Объясните, как выполняется фильтрование при отделении осадка сульфата бария от маточного раствора.
5. Объясните, почему в случае сульфата бария нельзя гравиметрическую форму получить высушиванием осадка в сушильном шкафу.
6. Вычислить фактор пересчета:

| | | | | | |
|------------------------|-----------|--------------|----------------|-------------|-------------|
| Определяемое вещество | FeO | Mg | N | CuO | K_2O |
| Гравиметрическая форма | Fe_2O_3 | $Mg_2P_2O_7$ | $(NH)_2PtCl_6$ | $Cu(SCN)_2$ | K_2PtCl_6 |

7. Какую навеску соли, содержащей по массе 85% $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$ надо взять, чтобы получить в качестве гравиметрической формы не более 0,15 г Al_2O_3 ?

8. Вычислить объем серной кислоты с массовой долей 10% для осаждения свинца из раствора, полученного растворением навески сплава 0,6856 г с массовой долей свинца 15%.

Вариант 8

1. Объясните, как проводится озоление фильтра с осадком сульфата бария.
2. Укажите значение температуры, при которой прокаливают пустой тигель и тигель с осадком сульфата бария. Объясните, что может произойти с осадком сульфата бария в случае прокаливания его при температуре около 1400°C.
3. Приведите формулы для расчета массы серной кислоты, массы сульфат-ионов и массы серы, если известна масса гравиметрической формы.

4. Назовите возможные источники возникновения систематических погрешностей при определении массы серной кислоты в растворе методом осаждения.

5. Объясните, почему при выполнении анализа обычно ограничиваются пятью параллельными определениями.

6. Вычислить фактор пересчета:

| | | | | | |
|------------------------|---------|------------------------------|-------------|--------------|----------|
| Определяемое вещество | Ag_2O | MoO_3 | K | MgO | CaO |
| Гравиметрическая форма | $AgCl$ | $(NH_4)_3PO_4 \cdot 12MoO_3$ | K_2PtCl_6 | $Mg_2P_2O_7$ | $CaCO_3$ |

7. Рассчитать массовую долю карбоната магния в известняке, если навеска его 0,9866 г, а в результате анализа получено 0,4105 г $Mg_2P_2O_7$.

8. Вычислить объем раствора Na_2HPO_4 с массовой долей 4% для осаждения магния в виде $MgNHPO_4$ из раствора содержащего 0,5228 г $MgSO_4 \cdot 7H_2O$.

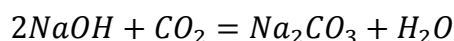
7.2 Лабораторная работа 2. «Определение содержания щелочи и соды при совместном присутствии»

Цель работы: Научиться проводить анализы нескольких веществ, присутствующих в растворе, методом нейтрализации.

Оборудование и реактивы:

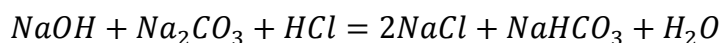
- Бюретка;
- Мерная колба на 100 мл;
- Пипетка на 10 мл;
- Конические колбы;
- Рабочий раствор соляной кислоты;
- Анализируемый раствор;
- Индикаторы: метиловый оранжевый, фенолфталеин.

Едкий натр (как и другие щелочи) поглощают из воздуха CO_2 , превращаясь в соответствующие карбонаты:



Поэтому нередко определяют содержание едкого натра $NaOH$ и карбоната натрия Na_2CO_3 при совместном присутствии их в растворе.

Титрование такого раствора соляной кислотой можно рассматривать как процесс, протекающий в две стадии:



и далее



Первая стадия завершается при $pH = 8,31$, когда изменяет окраску фенолфталеин, а вторая - при $pH = 3,84$, то есть в области перехода метилового оранжевого.

Из уравнения видно, что с фенолфталеином оттитровывается весь едкий натр и половина карбоната натрия, дотитровывают с метиловым оранжевым.

Для титрования приходится брать довольно много (4-5 капель) фенолфталеина так как небольшое его количество может обесцветиться до точки эквивалентности (под действием CO_2 воздуха).

Заканчивая титрование раствора с фенолфталеином, кислоту прибавляют медленно, чтобы вместо гидрокарбоната не образовалась угольная кислота.

Ход работы

Рассчитывая навеску образца, принимаем во внимание только содержание щелочи (щелочь загрязнена карбонатом). Навеска g рассчитывается на емкость мерной колбы 250 мл:

$$g = \frac{\text{Э}_{\text{NaOH}} \cdot N_{\text{NaOH}} \cdot 100}{1000} = \frac{40 \cdot 0,1 \cdot 250}{1000} = 1 \text{ г}$$

Взвешенную на аналитических весах навеску пересыпьте в мерную колбу емкостью 250 мл, растворите ее в воде не содержащей CO_2 , т.е. прокипяченной и охлажденной. Отбрав аликвоту 25 мл перенесите ее в киническую колбу и прибавьте 4-5 капель фенолфталеина, который окрасит раствор в малиновый цвет. Титруйте ее раствором соляной кислоты до обесцвечивания которое должно произойти от одной капли. Запишите объем соляной кислоты пошедший на титрование смеси по фенолфталеину. Затраченный объем соляной кислоты соответствует всему определяемому едкому натру и половине карбоната натрия.

После этого прибавьте к титруемому раствору 1-2 капли метилового оранжевого, в результате чего содержимое колбы окрасится в желтый цвет. Не доливая кислоты в бюретку, продолжаем титровать раствор до перехода окраски из желтой в золотисто-оранжевую. Запишите второй объем соляной кислоты пошедший на титрование по метиловому оранжевому (т.е. расход соляной кислоты пошедший на титрование половины карбоната натрия).

Точное титрование с фенолфталеином и метиловым оранжевым повторить 2-3 раза и из сходящихся объемов вычислить среднее.

Протокол анализа

| | |
|--|----------|
| Масса навески | 0,9546 г |
| V_{HCl} пошедший 1-е титрование по ф-ф | 19,5 мл |
| V_{HCl} пошедший 1-е титрование по м-о | 19,5 мл |
| V_{HCl} пошедший 2-е титрование по ф-ф | 19,8 мл |
| V_{HCl} пошедший 2-е титрование по м-о | 20,9 мл |
| V_{HCl} пошедший 3-е титрование по ф-ф | 20,7 мл |
| V_{HCl} пошедший 3-е титрование по м-о | 20,5 мл |
| Средний V_{HCl} пошедший на титрование по ф-ф | 19,60 мл |
| Средний V_{HCl} пошедший на титрование по м-о | 20,70 мл |
| $N_{\text{HCl}} = 0,0995 \text{ Н.}$ | |
| $\text{Э}_{\text{Na}_2\text{CO}_3} = 53,00$ | |

Расчет результатов анализа

На перевод Na_2CO_3 в NaHCO_3 потребовалось:

$$20,70 - 19,60 = 1,10 \text{ мл HCl}$$

На превращение карбоната в угольную кислоту:

$$1,10 \cdot 2 = 2,20 \text{ мл HCl}$$

Следовательно, на титрование NaOH израсходовано:

$$20,70 - 2,20 = 18,20 \text{ мл HCl.}$$

Титр рабочего раствора HCl по Na_2CO_3 :

$$T_{HCl/Na_2CO_3} = \frac{53,00 \cdot 0,0995}{1000} = 0,005273 \text{ г/мл}$$

Титр HCl по $NaOH$:

$$T_{HCl/NaOH} = \frac{40,00 \cdot 0,0995}{1000} = 0,003980 \text{ г/мл}$$

Таким образом, в 25 мл раствора содержится:

$$0,005273 \cdot 2,20 = 0,01160 \text{ г } Na_2CO_3$$

$$0,003980 \cdot 18,50 = 0,07363 \text{ г } NaOH$$

А в 250 мл раствора:

$$\frac{0,01160 \cdot 250}{25} = 0,1160 \text{ г } Na_2CO_3 \text{ или } \frac{0,01160 \cdot 100}{0,9546} = 12,15\% Na_2CO_3$$

$$\frac{0,07363 \cdot 250}{25} = 0,7363 \text{ г } NaOH \text{ или } \frac{0,7363 \cdot 100}{0,9546} = 77,13\% NaOH$$

Контрольные вопросы к защите лабораторной работы **Вариант 1**

1. Как классифицируют методы кислотно-основного титрования?
2. Какие титранты используют в кислотно-основном титровании?
3. Какие вещества можно определять методом кислотно-основного титрования?
4. В 500,0 мл раствора содержится 2,6578 г Na_2CO_3 . Вычислить $T(Na_2CO_3)$, $T(Na_2CO_3/HCl)$ и нормальную концентрацию Na_2CO_3 при нейтрализации этого раствора: 1) до CO_2 ; 2) до $NaHCO_3$.
5. В воде растворили 28,00 г KOH и 40,20 г $NaOH$ и разбавили водой до 1500,0 мл. Вычислить молярную концентрацию полученного раствора.
6. К 550,0 мл 0,1925 М HCl прибавили 50,00 мл раствора HCl с титром 0,02370. Вычислить молярную концентрацию и титр полученного раствора.
7. Какой объем воды надо добавить к 1,0 л 0,5300 М HCl , чтобы получить 0,5000 М раствор?
8. Какой объем 4 М HCl надо прибавить к 500,0 мл раствора HCl с титром по CaO 0,08400, чтобы получить раствор с титром по CaO 0,09000?

Вариант 2

1. Как приготовить рабочие растворы кислот (HCl , H_2SO_4) и щелочей ($NaOH$, KOH), определить их молярную концентрацию эквивалентов?
2. Как отсчитывают объемы бесцветных и окрашенных растворов?
3. Какие стандартные растворы и индикаторы применяют при титровании в кислотно-основном методе (метод нейтрализации)?
4. Какой объем раствора серной кислоты с массовой долей 9,3% ($\rho=1,05$ г/мл) потребуется для приготовления 40,00 мл 0,3500 М раствора H_2SO_4 ?
5. Какой объем раствора карбоната натрия с массовой долей 15% ($\rho=1,16$ г/мл) потребуется для приготовления 120,0 мл 0,4500 М раствора Na_2CO_3 ?
6. Какой объем раствора соляной кислоты ($\rho=1,19$ г/мл) необходим для приготовления 1 л 0,1000 М раствора?
7. Какой объем раствора серной кислоты ($\rho=1,84$ г/мл) требуется для приготовления 2,5 л 0,2000 н. раствора?
8. Для приготовления 500 мл раствора было взято 20,00 мл соляной кислоты ($\rho=1,19$ г/мл). Вычислить молярную концентрацию полученного раствора.

Вариант 3

1. Как готовят стандартные растворы кислот и оснований?
2. Как определить нормальность раствора едкой щелочи?
3. Почему применяют часто х. ч. буру (тетраборат натрия) при определении нормальности кислот?
4. Какая масса щелочи, содержащей 98% NaOH и 2% индифферентных примесей, необходима для приготовления 200,0 мл 0,1000 М раствора?
5. Из навески гидроксида натрия массой 8,5000 г, содержащего, кроме NaOH, 4% Na₂CO₃ и 8% H₂O, приготовили 1,0 л раствора. Определить молярную концентрацию эквивалента полученного раствора, если Na₂CO₃ нейтрализуется до H₂CO₃.
6. Вычислить молярную концентрацию и титр раствора HCl, если на титрование 0,4217 г буры израсходовали 17,50 мл этой кислоты.
7. Навеску H₂C₂O₄·2H₂O массой 0,6000 г растворили в мерной колбе вместимостью 100,0 мл. На титрование 20,00 мл полученного раствора израсходовали 18,34 мл NaOH. Определить молярную концентрацию раствора NaOH и его титр по H₂C₂O₄.
8. Вычислить молярную концентрацию раствора NaOH, T(NaOH) и T(NaOH/HCl), если на титрование 20,00 мл его израсходовали 19,20 мл 0,1000 М раствора HCl, приготовленного из фиксанала.

Вариант 4

1. Какие способы приготовления первичных стандартных растворов Вы знаете? Примеры первичных стандартных растворов, используемых в кислотно-основном титровании.
2. Что такое прямое титрование?
3. В чем сущность обратного титрования?
4. Навеску щелочи массой 0,5341 г, содержащую 92% NaOH и 8% индифферентных примесей, растворили и довели до метки в мерной колбе вместимостью 100,0 мл. Определить молярную концентрацию раствора хлороводородной кислоты, T(HCl) и T(HCl/NaOH), если на титрование 15,00 мл раствора NaOH израсходовали 19,50 мл кислоты.
5. Определить молярную концентрацию раствора KOH, если на титрование 15,00 мл его раствора израсходовали 18,70 мл раствора HCl с T(HCl)=0,00286.
6. До какого объема нужно довести раствор, в котором содержится 1,532 г NaOH, чтобы на титрование его аликвоты в 20,00 мл израсходовать 14,70 мл HCl (T(HCl)=0,00380)?
7. Какая масса Na₂CO₃ содержится в растворе, если на нейтрализацию до NaHCO₃ израсходовали 21,40 мл HCl [T(HCl)=0,002789]?
8. Какую массу безводной Na₂CO₃ нужно взять, чтобы на ее титрование израсходовать 20,00 мл 0,1000 М H₂SO₄?

Вариант 5

1. В каких координатах строят кривые кислотно-основного титрования?
2. Что такое вторичные стандартные растворы? Примеры вторичных стандартных растворов, используемых в кислотно-основном титровании.
3. Как определить молярность раствора по его концентрации в процентах и по плотности?
4. Какую массу щавелевой кислоты H₂C₂O₄·2H₂O нужно взять, чтобы на титрование израсходовать 20,00 мл 0,100 М NaOH?
5. Какую массу NaOH нужно взять, чтобы на титрование израсходовать 22,00 мл раствора HCl с T (HCl/Na₂O)=0,003514
6. Какую массу раствора фосфорной кислоты (ρ=1,68г/мл) необходимо перенести в колбу вместимостью 250,0 мл, чтобы на титрование 20,00 мл полученного раствора в присутствии метилового оранжевого израсходовать 18,00 мл 0,1000 М NaOH ?
7. После сжигания навески колчедана массой 0,1400 г выделившийся сернистый газ поглотили раствором H₂O₂; на титрование образовавшейся серной кислоты с феноловым красным израсходовали 24,86 мл 0,1500 М NaOH. Вычислить массовую долю (%) серы в колчедане.
8. На нейтрализацию 0,1000 г смеси, состоящей из карбонатов калия и натрия, израсходовали 22,00 мл раствора HCl. Вычислить молярную концентрацию кислоты, если содержание Na₂CO₃ в смеси 37,00 %.

Дополнительное задание

Вычислить концентрации в соответствии с данными таблицы:

| № п/п | Дано | Вычислить |
|-------|---------------------------------|---|
| 1 | $T(H_2SO_4)=0,02446$ | $c(\frac{1}{2}H_2SO_4)$ |
| 2 | $T(NaOH)=0,004020$ | $c(NaOH)$ |
| 3 | $T(HCl/KOH)=0,01353$ | $c(HCl)$ |
| 4 | $T(NaOH/HCl)=0,002914$ | $c(NaOH)$ |
| 5 | $T(NaOH/SO_3)=0,02174$ | $c(NaOH)$ |
| 6 | $c(\frac{1}{2}H_2SO_4)=0,1008$ | $T(H_2SO_4)$ |
| 7 | $c(NaOH)=0,09981$ | $T(NaOH)$ |
| 8 | $c(HCl)=0,09798$ | $T(HCl/K_2O)$ |
| 9 | $c(NaOH)=0,1021$ | $T(NaOH/SO_3)$ |
| 10 | $c(\frac{1}{2}H_2SO_4)=0,09812$ | $T(H_2SO_4/CaO)$ |
| 11 | $T(HCl)=0,03798$ | $T(HCl/K_2O)$ |
| 12 | $T(KOH)=0,005727$ | $T(KOH/H_2SO_4)$ |
| 13 | $T(H_2SO_4/KOH)=0,005643$ | $T(H_2SO_4)$ |
| 14 | $T(NaOH/HCl)=0,003645$ | $T(NaOH)$ |
| 15 | $c(\frac{1}{2}H_2SO_4)=0,01$ | $T(H_2SO_4)$ |
| 16 | $c(KOH)=0,05$ | $T(KOH)$ |
| 17 | $c(HCl)=0,1046$ | $T(HCl/CaO), T(HCl)$ |
| 18 | $T(H_2SO_4)=0,004852,$ | $C(H_2SO_4), c(\frac{1}{2}H_2SO_4), T(H_2SO_4/CaO)$ |

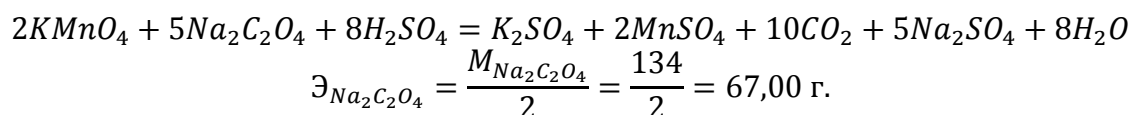
7.3 Лабораторная работа 3. «Приготовление и стандартизация раствора перманганата калия по стандартному раствору оксалата натрия»

Цель работы: установить точную концентрацию раствора $KMnO_4$.

Оборудование и реактивы:

- бюретка;
- пипетка Мора;
- коническая колба для титрования;
- мерная колба вместимостью 50-100 мл;
- мерный цилиндр (10-25 мл).
- раствор $KMnO_4 \sim 0,05$ Н.,
- кристаллический $Na_2C_2O_4$;
- 2 Н. раствор H_2SO_4 .

Определение нормальности раствора перманганата калия по оксалату натрия основано на реакции:



Ход работы

Берут такую навеску $Na_2C_2O_4$ чтобы приготовленный раствор был приблизительно той же концентрации, что и титруемый рабочий раствор $KMnO_4$. В конической колбе нагревают почти до кипения около 30 мл 2 Н раствора H_2SO_4 . В горячий раствор переносят пипеткой определенный объем раствора $Na_2C_2O_4$. Оттитровывают полученный раствор перманганатом. Первые 1-2 мл $KMnO_4$ приливают из бюретки медленно по каплям, добавляя каждую каплю только после обесцвечивания предыдущей и энергично встряхивая колбу. По мере накопления в растворе продуктов реакции перманганат обесцвечивается значительно быстрее, так как образовавшиеся

ионы Mn^{2+} являются катализатором реакции.

Титровать перманганатом следует до появления в растворе не исчезающей в течение 1 минуты розовой окраски, вызванной одной избыточной каплей $KMnO_4$. Если розоватая окраска раствора исчезнет через более продолжительное время, то на это не следует обращать внимания и титрование можно считать законченным.

Титруемый раствор оксалата натрия должен быть горячим. Если к концу титрования раствор остынет, его вновь нагревают, но не доводят до кипения. Если вместо розовой окраски получится коричнево-бурая, это значит, что при титровании допущена ошибка и опыт следует повторить.

Протокол анализа

| | |
|--|----------|
| Масса навески $Na_2C_2O_4$ | 1,4380 г |
| V_{KMnO_4} пошедший на титрование 25 мл $Na_2C_2O_4$ | 23,85 мл |

Расчет результатов анализа

Вычислим нормальность приготовленного раствора $Na_2C_2O_4$. Титр 1 Н раствора $Na_2C_2O_4 = 0,06701$ г/мл. Титр приготовленного раствора $Na_2C_2O_4$ равен:

$$\frac{1,4380}{200} = 0,007190 \text{ г/мл}$$

Нормальность приготовленного раствора вычисляем на основании следующих соотношений:

$$\begin{aligned} 0,06700 &- 1 \text{ Н} \\ 0,00719 &- x \text{ Н} \end{aligned}$$

отсюда

$$x = \frac{0,00719 \cdot 1}{0,06700} = 0,1073 \text{ Н}$$

Вычислим нормальность рабочего раствора перманганата на основании данных титрования:

$$V_{KMnO_4} N_{KMnO_4} = V_{Na_2C_2O_4} N_{Na_2C_2O_4}$$

отсюда

$$N_{KMnO_4} = \frac{V_{Na_2C_2O_4} N_{Na_2C_2O_4}}{V_{KMnO_4}} = \frac{25 \cdot 0,1073}{23,85} = 0,1125 \text{ Н}$$

Титр раствора $KMnO_4$:

$$T_{KMnO_4} = \frac{31,61 \cdot 0,1125}{1000} = 0,003556 \text{ г/мл}$$

Так же определить титр по определяемому веществу и поправочный коэффициент.

Контрольные вопросы к защите лабораторной работы

Вариант 1

1. Любая ли окислительно-восстановительная реакция может быть использована в титриметрическом анализе?

2. Какие индикаторы применяют в окислительно-восстановительном титровании?
3. До какого объема следует разбавить 900 мл 0,5 М раствора HCl, чтобы получить 0,1 М раствор? (Ответ: до 4500 мл.)
4. Вычислите молярную концентрацию раствора, полученного при смешивании 500 мл 2 М и 1500 мл 0,5 М растворов NaOH. (Ответ: 0,8750 М.)
5. Какой объем 27,3 %-ного раствора KOH ($\rho = 1,260$ г/мл) необходимо взять для приготовления 1,00 л 2,00 М раствора? (Ответ: 326 мл.)
6. Вычислите молярную концентрацию H₂SO₄, если титр раствора равен 0,004852 г/мл. (Ответ: 0,04951 моль/л.)
7. Найти молярную концентрацию NaOH, если на титрование 16,78 мл его затрачено 17,21 мл раствора соляной кислоты с титром 0,003604 г/мл. (Ответ: 0,1013 моль/л)

Вариант 2

1. Какие методы окислительно-восстановительного титрования применяют в химическом анализе?
2. В какой среде предпочтительнее титровать перманганатом калия?
3. Вычислите $c(\text{HCl})$ и титр раствора, полученного смешиванием 50,00 мл раствора HCl с титром 0,02370 г/мл и 550,0 мл 0,1925 М раствора HCl. (Ответ: 0,2306 моль/л; 0,008416 г/мл.)
4. Вычислите навеску NaCl, необходимую для приготовления 250,0 мл рабочего раствора с $T(\text{NaCl}/\text{Ag}) = 0,01080$ г/мл. (Ответ: 1,4629 г.)
5. Вычислите навеску K₂Cr₂O₇ для приготовления 500,0 мл 1,000 н. раствора. Определите $T(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7/\text{Fe})$. (Ответ: 2,4515 г; 0,005585 г/мл.)
6. Вычислите навеску Na₂S₂O₃·5H₂O, необходимую для приготовления 12,5 л 0,2000 н. раствора для иодометрии. Определите молярную концентрацию раствора. (Ответ: 621 г; 0,2000 моль/л.)
7. Навеску 0,6000 г H₂C₂O₄·2H₂O растворили в мерной колбе на 100 мл. На титрование 20,00 мл полученного раствора израсходовали 18,34 мл раствора NaOH. Определить молярную концентрацию NaOH и его титр по H₂C₂O₄. (Ответ: 0,1038 моль/л, 0,004671 г/мл.)

Вариант 3

1. В какой среде предпочтительнее титровать перманганатом калия?
2. Какие индикаторы применяют в окислительно-восстановительном титровании?
3. Вычислите $c(\text{HCl})$ и титр раствора, полученного смешиванием 50,00 мл раствора HCl с титром 0,02370 г/мл и 550,0 мл 0,1925 М раствора HCl. (Ответ: 0,2306 моль/л; 0,008416 г/мл.)
4. Навеску 0,6000 г H₂C₂O₄·2H₂O растворили в мерной колбе на 100 мл. На титрование 20,00 мл полученного раствора израсходовали 18,34 мл раствора NaOH. Определить молярную концентрацию NaOH и его титр по H₂C₂O₄. (Ответ: 0,1038 моль/л, 0,004671 г/мл.)
5. Вычислите навеску K₂Cr₂O₇ для приготовления 500,0 мл 1,000 н. раствора. Определите $T(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7/\text{Fe})$. (Ответ: 2,4515 г; 0,005585 г/мл.)
6. Вычислите молярную концентрацию H₂SO₄, если титр раствора равен 0,004852 г/мл. (Ответ: 0,04951 моль/л.)
7. Вычислите молярную концентрацию раствора, полученного при смешивании 500 мл 2 М и 1500 мл 0,5 М растворов NaOH. (Ответ: 0,8750 М.)

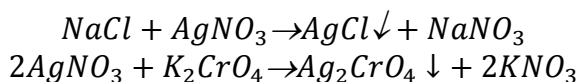
7.4 Лабораторная работа 4. «Определение хлорид-ионов методом Мора»

Цель работы: определить содержание хлорид-ионов в воде методом Мора.

Оборудование и реактивы:

- нитрат серебра, раствор 0,01 моль-экв/дм³
- хлорид натрия, раствор 0,01 моль-экв/дм³
- хромат калия, 5 % раствор
- бюретки
- конические колбы для титрования

Метод Мора основан на осаждении хлоридов азотнокислым серебром в присутствии хромата калия K_2CrO_4 , только в нейтральной среде. Нитрат серебра при наличии в растворе хлоридов первоначально реагирует с ними, а лишь затем после связывания всех хлоридов образуется хромат серебра оранжево-красного цвета.



Ход работы

Навеска исследуемого образца, необходимого для приготовления раствора рассчитывается приблизительно той же концентрации, что и стандартный раствор $AgNO_3$. На аналитических весах взвешивается навеска, близкой к рассчитанной, количественно переносится в мерную колбу емкостью 250 мл и добавляется дистиллированная вода, тщательно перемешивается и доводится до метки. Раствор хорошо перемешивают и титруют пробу стандартным раствором $AgNO_3$ (индикатор – 1-2 капли 10%-ного раствора K_2CrO_4).

Вычисляют нормальность раствора и количество хлорида в навеске, затем находят его процентное содержание.

Протокол анализа

| | |
|---|-----------|
| Масса навески $NaCl$ | 0,7305 г |
| V_{AgNO_3} пошедший на титрование 25,00 мл $NaCl$ | 21,30 мл |
| N_{AgNO_3} | 0,05141 Н |

Расчет результатов анализа

Для того чтобы рассчитать навеску, необходимо найти эквивалент:

$$Э_{NaCl} = M_{NaCl} = 58,44$$

Следовательно, для приготовления 1 л 0,05Н раствора $NaCl$ необходимо взять:

$$58,44 \cdot 0,05 = 2,9220 \text{ г } NaCl$$

а для приготовления 250 мл 0,05Н раствора $NaCl$ – 0,7305 г соли. Титр стандартного раствора $AgNO_3$ по $NaCl$:

$$T_{AgNO_3/NaCl} = \frac{Э_{NaCl} \cdot N_{AgNO_3}}{1000} = \frac{58,44 \cdot 0,05141}{1000} = 0,003004 \text{ мл}$$

Навеска содержит:

$$\frac{0,003004 \cdot 21,30 \cdot 250}{25,00} = 0,63985 \text{ } NaCl$$

Процентное содержание $NaCl$ во взятой пробе:

$$\frac{0,63985 \cdot 100}{0,7305} = 87,59\%$$

Контрольные вопросы к защите лабораторной работы

Вариант 1

1. Какую массу минерала, содержащего около 75 % KCl , следует взять для приготовления 200,0 мл раствора, чтобы на титрование 250 мл его расходовалось 20,0 мл 0,1 Н $Hg_2(NO_3)_2$

($f_{\text{экв}} = 1/2$). (Ответ: 1,59 г.)

2. К 25,00 мл раствора NaCl прибавили 50,00 мл 0,1100 М AgNO_3 , разбавили водой до 100,0 мл, отобрали на анализ 50,00 мл и оттитровали 5,23 мл 0,09800 М KSCN . Какая масса NaCl содержалась в 400,0 мл первоначального раствора? (Ответ: 4,184 г)

3. Навеску технического BaCl_2 массой 6,700 г растворили в мерной колбе вместимостью 100,0 мл. На титрование 25,00 мл раствора израсходовали 23,95 мл раствора AgNO_3 ($T_{\text{AgNO}_3} = 0,008084$). Вычислить массовую долю (%) BaCl_2 в образце. (Ответ: 70,53 %)

Вариант 2

1. Какой объем раствора, содержащего около 60 г/л NaCl , следует взять для приготовления 200,0 мл раствора, чтобы на титрование 25,0 мл его расходовалось 20,0 мл 0,05 Н $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ ($f_{\text{экв}} = 1/2$). (Ответ: 7,8 мл.)

2. Навеску технического KBr массой 0,3838 г растворили в воде и раствор оттитровали 23,80 мл раствора AgNO_3 ($T_{\text{AgNO}_3/\text{Cl}} = 0,003546$). Вычислить массовую долю (%) KBr в образце. Ответ: 73,81 %)

3. В мерную колбу вместимостью 250,0 мл растворили 2,002 г технического KBr . К 25,00 мл раствора прибавили 50,00 мл 0,05560 Н $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ ($f_{\text{экв}} = 1/2$). На титрование избытка $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ израсходовали 21,02 мл раствора NaCl ($T = 0,003522$). Вычислить массовую долю (%) KBr в образце. (Ответ: 89,90 %)

7.5 Лабораторная работа 5. «Определение кальция и магния при их совместном присутствии»

Цель работы: определить содержание кальция и магния при их совместном присутствии.

Оборудование и реактивы:

- раствор ЭДТА 0,02000 Н.
- аммиачный буферный раствор с рН 10 (67 г NH_4Cl и 570 мл 25%-ного NH_3 в 1 л раствора).
- гидроксид натрия NaOH , 2 М раствор.
- индикаторы: эриохром черный Т и мурексид (смеси с хлоридом натрия в соотношении 1:100).

Константы нестойкости этилендиаминтетраацетатов кальция и магния различаются всего на два порядка. Поэтому эти ионы нельзя оттитровать отдельно (по различию в константах нестойкости). При рН ~ 10 в качестве индикатора удобнее всего использовать хромоген черный Т. При этих условиях определяют сумму кальция и магния. Отдельно при рН > 12 (щелочность среды создают добавкой NaOH) находят содержание кальция, титруя полученную смесь раствором ЭДТА в присутствии индикатора мурексида.

По разности между результатами этих определений вычисляют содержание магния. (1,0 мл 0,0100 М раствора ЭДТА эквивалентен содержанию 0,408 мг Са и 0,243 мг Mg.)

Ход определения

Определение суммы кальция и магния

В колбу для титрования отбирают пипеткой 10,00 мл исследуемого раствора и 5 мл аммонийной буферной смеси, добавляют 15 мл дистиллированной воды, перемешивают и прибавляют на кончике шпателя 20-30 мг смеси эриохрома до появления хорошо заметной, но не очень темной винно-красной окраски. Перемешивают до полного растворения индикаторной смеси и титруют раствором ЭДТА до перехода винно-красной окраски в синюю. В конце титрования раствор ЭДТА прибавляют по одной капле, добиваясь, чтобы красноватый оттенок совершенно исчез.

Повторив титрование 2-3 раза, из сходящихся результатов для расчета берут среднее.

Определение кальция

В колбу для титрования отбирают пипеткой 10,00 мл исследуемого раствора и 2,5 мл 2 н раствора NaOH. Разбавляют водой до 25 мл, перемешивают и прибавляют на кончике шпателя 20-30 мг смеси мурексида. Перемешивают до полного растворения индикаторной смеси и титруют раствором ЭДТА до перехода розовой окраски в сине-фиолетовую, не исчезающую в течение 3 мин. В конце титрования раствор ЭДТА прибавляют по одной капле, добиваясь изменения окраски от одной капли титранта.

Содержание протокола лабораторной работы

Номер пробы

Объём аликвоты V_{α} , мл.

Концентрация трилона Б C (ТрБ), моль/л.

Объём трилона Б, расходуемый на титрование пробы с эриохромом чёрным Т:

V_1 (ТрБ), мл;

V_2 (ТрБ), мл;

V_{cp1} (ТрБ), мл.

Объём трилона Б, расходуемый на титрование пробы с мурексидом:

V_1 (ТрБ), мл;

V_2 (ТрБ), мл;

V_{cp2} (ТрБ), мл.

Обработка результатов эксперимента

1. Вычислить общее содержание кальция и магния в растворе (общую жесткость) и выразить ее в экв/л:

$$C_M(Ca^{2+}, Mg^{2+}) = \frac{C(\text{ТрБ}) \cdot V_{cp1}(\text{ТрБ})}{V_{\alpha}}$$

2. Вычислить молярную концентрацию кальция (II) и выразить ее в г/л.

$$C_M(Ca^{2+}) = \frac{C(\text{ТрБ}) \cdot V_{cp2}(\text{ТрБ})}{V_{\alpha}}, \text{ моль/л.}$$

3. Вычислить молярную концентрацию магния (II) в растворе и выразить ее в г/л.:

$$C_M(Mg^{2+}) = \frac{C(\text{ТрБ}) \cdot (V_{cp1}(\text{ТрБ}) - V_{cp2}(\text{ТрБ}))}{V_{\alpha}}, \text{ моль/л.}$$

Контрольные вопросы к защите лабораторной работы

Вариант 1

1. Сколько граммов двуводного кристаллогидрата динатриевой соли этилендиаминтетрауксусной кислоты потребуется для приготовления 500,0 мл 0,0200 М раствора? Как определить точную концентрацию полученного раствора?

2. Вычислите массу навески комплексона III, содержащего 0,3 мас.% воды, необходимую для приготовления 200,0 мл раствора с титром 0,007445 г/мл. Как определить точную концентрацию полученного раствора?

3. Рассчитайте массу навески CaO, необходимую для приготовления 500,0 мл стандартного раствора CaCl₂ с титром 0,001000 г/мл для стандартизации раствора комплексона III.

4. Вычислите молярную концентрацию раствора комплексона III с титром 0,004890 г/мл.

5. Навеска комплексона II массой 5,0000 г количественно перенесена в мерную колбу

вместимостью 250,0 мл, добавлен раствор NaOH и вода до метки. Рассчитайте молярную концентрацию полученного раствора комплексона III. Как определить точную концентрацию полученного раствора?

Вариант 2

1. Какая масса навески металлического цинка необходима для приготовления 200,0 мл 0,05000 моль/л раствора хлорида цинка? Опишите приготовление этого раствора.

2. Титр раствора ЭДТА по CaO равен 1,080 мг/мл. Рассчитайте для этого раствора молярную концентрацию, титр по MgO , титр по Fe_2O_3 .

3. Раствор ЭДТА приготовили растворением 8,6400 г чистой H_4Y (молярная масса 292,24 г/моль) в небольшом объеме гидроксида натрия и разбавлением до 500,0 мл. Рассчитайте для этого раствора: молярную концентрацию, титр по Ca^{2+} , титр по $MgCO_3$.

4. Какой должна быть вместимость мерной колбы для приготовления из фиксанала, содержащего 0,1000 моль вещества: а) 0,1 моль/л раствора $MgSO_4$; б) 0,05 моль/л раствора комплексона III?

5. Какую массу навески комплексона III необходимо взять, чтобы приготовить 5 л 0,05 моль/л раствора, используемого для контроля содержания ионов Ca^{2+} в воде? Как определить точную концентрацию приготовленного раствора?

Вариант 3

1. Рассчитайте массу навески $MgSO_4 \cdot 7H_2O$, необходимую для установления титра 0,02 моль/л раствора комплексона III способами отдельных навесок (а) и пипетирования из мерной колбы вместимостью 250,0 мл (б).

2. В мерной колбе вместимостью 200,0 мл приготовлен 0,08000 моль/л раствор комплексона III. Рассчитайте массу навески $CaCO_3$, необходимую для установления точной концентрации раствора.

3. Навеска двухводного препарата комплексона III (масса 1,32 г) растворена в 1,0 л воды. Рассчитайте молярную концентрацию, титр и титр по CaO полученного раствора. Как определить точную концентрацию полученного раствора?

4. Определите молярную концентрацию, молярную концентрацию эквивалента и титр раствора, содержащего 3,1245 г безводного этилендиаминтетраацетата натрия (ЭДТА) в объеме 2,50 л. Как определить точную концентрацию раствора?

5. Навеска двухводного кристаллогидрата динатриевой соли этилендиаминтетрауксусной кислоты (масса 0,3722 г) растворена в 200,0 мл воды. Рассчитайте титр и титр по магнию полученного раствора комплексона III. Как определить точную концентрацию полученного раствора?

Вариант 4

1. Какой объем воды следует добавить к 1,2 л 0,24 моль/л раствора комплексона III, чтобы получить 0,20 моль/л раствор? Как определить точную концентрацию полученного раствора?

2. Какой объем 0,5 моль/л раствора комплексона III нужно добавить к 200 мл 0,18 моль/л раствора комплексона III для получения 0,20 моль/л раствора? Как определить точную концентрацию полученного раствора? Как определить его точную концентрацию?

3. Какую навеску препарата, содержащего 99,80 мас. % двухводного кристаллогидрата динатриевой соли этилендиаминтетрауксусной кислоты, следует добавить к 1,0 л 0,09570 моль/л раствора комплексона III, чтобы приготовить 0,1000 моль/л раствор? Как определить точную концентрацию приготовленного раствора?

4. Какой объем раствора 0,5 моль/л комплексона III следует добавить к 200 мл раствора комплексона III с титром по кальцию 0,0012 г/мл для получения раствора с титром по кальцию 0,0030 г/мл? Как определить его точную концентрацию?

5. Определите молярную концентрацию, молярную концентрацию эквивалента и титр раствора, содержащего 2,3456 г безводного этилендиаминтетраацетата натрия (ЭДТА) в объеме 0,25 л

Список использованных источников

Основная литература

1. Аналитическая химия [Электронный ресурс]: учебное пособие/ А.И. Апарнев [и др.].— Электрон. текстовые данные.— Новосибирск: Новосибирский государственный технический университет, 2011.— 104 с.— Режим доступа: <http://www.iprbookshop.ru/44656>.
2. Аналитическая химия [Электронный ресурс]: учебное пособие/ О.Б. Кукина [и др.].— Электрон. текстовые данные.— Воронеж: Воронежский государственный архитектурно-строительный университет, ЭБС АСВ, 2014.— 162 с.— Режим доступа: <http://www.iprbookshop.ru/30833>.
3. Егорова, О.А. Основы качественного и количественного анализа [Электронный ресурс]: конспект лекций/ Егорова О.А.— Электрон. текстовые данные.— М.: Российский университет дружбы народов, 2013.— 144 с.— Режим доступа: <http://www.iprbookshop.ru/22231>.

Дополнительная литература

1. Мельникова, М.А. Практикум по общей и аналитической химии : учеб. пособие/ М.А. Мельникова; АмГУ, ИФФ. – Благовещенск: Изд-во Амур. гос. ун-та, 2008. – 128 с.
2. Васильев, В. П. Аналитическая химия: учеб.: рек. Мин. обр. РФ. Кн. 1 : / В.П. Васильев. – М.: Дрофа, 2009. – 368 с.
3. Васильев, В. П. Аналитическая химия: учеб.: рек. Мин. обр. РФ. Кн. 2: Физико-химические методы анализа / В.П. Васильев. – М.: Дрофа, 2009. – 384 с.
4. Харитонов, Юрий Яковлевич. Аналитическая химия (аналитика): В 2 кн.: учеб. для вузов: рек. Мин. обр. РФ. Кн. 1: Общие теоретические основы. Качественный анализ, 2003. – 616 с.
5. Трифонова, А.Н. Аналитическая химия [Электронный ресурс] / А.Н. Трифонова, И.В. Мельситова. – Минск: Вышэйшая школа, 2013. – 160 с. 71
6. Лурье, Ю. Ю. Справочник по аналитической химии [Текст] / Ю. Ю. Лурье. - 6-е изд., перераб. и доп. – М. : Химия, 1989. – 448 с. – Предм. указ.: с. 436-447.
7. Алыкова, Т.В. Аналитическая химия объектов окружающей среды. Лабораторные работы. Вопросы. Задачи [Текст] / Т.В. Алыкова. – М.: Кнорус, 2016. – 196 с.
8. Аналитическая химия [Электронный ресурс]: сборник лабораторных работ для студентов технических направлений дневной и заочной форм обучения / – Электрон. текстовые данные. – Новосибирск: Новосибирский государственный технический университет, 2014. – 62 с. – Режим доступа: <http://www.iprbookshop.ru/45072>.
9. Попова, Л.Ф. Аналитическая химия с основами физико-химического анализа. Лабораторный практикум. Учебно-методическое пособие. [Электронный ресурс] / Попова Л.Ф. – Архангельск, 2014. – 114 с.
10. Коваленко, И.А., Супиченко, Г.Н. Аналитическая химия. Лабораторный практикум. [Электронный ресурс] / Супиченко Г.Н. – Минск: БГТУ, 2005. – 90 с.
11. Алемасова, А.С., Енальева, Л.Я. Лекции по аналитической химии. Уч. пособие. [Электронный ресурс] / Алемасова А.С., Енальева Л.Я. – Донецк: ДонНУ, 2007. – 284 с.
12. Аналитическая химия [Электронный ресурс]: сборник лабораторных работ для студентов технических направлений дневной и заочной форм обучения / — Электрон. текстовые данные.— Новосибирск: Новосибирский государственный технический университет, 2014.— 62 с.— Режим доступа: <http://www.iprbookshop.ru/45072>.
13. Кудряшова, А.А. Химические реакции в аналитической химии с примерами и задачами для самостоятельного решения [Электронный ресурс]: учебное пособие / Кудряшова А.А.— Электрон. текстовые дан- 72 ные.— Самара: РЕАВИЗ, 2011.— 75 с.— Режим доступа: <http://www.iprbookshop.ru/10157>. — ЭБС «IPRbooks»
14. Сизова, Л.С. Аналитическая химия. Титриметрический и гравиметрический методы анализа [Электронный ресурс]: учебное пособие / Сизова Л.С., Гуськова В.П. – Электрон. текстовые данные. – Кемерово: Кемеровский технологический институт пищевой промышленности, 2006. – 132 с. – Режим доступа: <http://www.iprbookshop.ru/14355>. – ЭБС «IPRbooks»
15. Егорова, О.А. Основы качественного и количественного анализа [Электронный ресурс]:

конспект лекций / Егорова О.А. – Электрон. текстовые данные. – М.: Российский университет дружбы народов, 2013. – 144 с. – Режим доступа: <http://www.iprbookshop.ru/22231>. – ЭБС «IPRbooks»

16. Соколовский, А. Е. Аналитическая химия. Лабораторный практикум: учеб.-метод. пособие по дисциплинам «Аналитическая химия» и «Аналитическая химия и физико-химические методы анализа» для студентов химико-технологических специальностей / А. Е. Соколовский [и др.]. – Минск: БГТУ, 2012. – с. 106