

Министерство образования Республики Беларусь
Учреждение образования
«Белорусский государственный педагогический университет
имени Максима Танка»

Суханкина Н.В., Козлова-Козыревская А.Л.

**АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ.
КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ**

Практикум

Минск
2017

УДК 543.2 (075.8)
ББК 24.4я73

Печатается по решению редакционно-издательского совета БГПУ

Рецензенты:

Мельситова И. В., доцент кафедры аналитической химии БГУ,
кандидат химических наук, доцент;
кафедра химии УО «Витебский государственный университет
имени П.М. Машерова» (заведующий О. М. Балаева-Тихомирова)

Суханкина, Н.В.

Аналитическая химия. Количественный химический анализ: практикум / Н. В. Суханкина. А. Л. Козлова-Козыревская. – Минск : БГПУ, 2017. – 96 с.
ISBN 978-985-541-386-9.

В пособии излагается сущность гравиметрического и титриметрического методов анализа, описываются техника работы и основные аналитические операции, приводятся методики определения различных веществ методами осаждения и отгонки, кислотно-основного, комплексонометрического и окислительно-восстановительного титрования.

Адресуется студентам педагогических вузов, обучающихся по химико-биологическим специальностям, а также магистрантам и аспирантам при изучении ими современных методов химического анализа.

УДК 543.2 (075.8)
ББК 24.4я73

ISBN 978-985-541-386-9

© Суханкина Н. В.,
Козлова-Козыревская А. Л., 2017
© оформление. БГПУ, 2017

ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ ПО ТИТРИМЕТРИЧЕСКОМУ АНАЛИЗУ

КИСЛОТНО-ОСНОВНОЕ ТИТРОВАНИЕ

Используется для определения содержания в объектах анализа кислот, щелочей и гидролизующихся солей. В основе этих определений лежит реакция нейтрализации:



Основными рабочими растворами метода являются кислоты (чаще HCl или H_2SO_4) и щелочи (KOH или NaOH). Эти вещества не являются первичными стандартами, поэтому их точная концентрация устанавливается с помощью стандартизации.

Реакция нейтрализации не сопровождается видимыми изменениями (например, сменой окраски раствора), поэтому для фиксирования точки стехиометричности применяют индикаторы. В методе нейтрализации используются индикаторы, меняющие окраску внутри определенного интервала значений pH, называемого областью перехода индикатора. Значение pH, при котором происходит наиболее резкое изменение окраски индикатора, называется показателем титрования. Выбирая индикатор, в каждом случае следует стремиться к тому, чтобы показатель титрования был как можно ближе к pH в точке стехиометричности, значение которого предварительно рассчитывается путем построения кривых титрования.

Работа 2.1. Приготовление и стандартизация раствора гидроксида натрия

Сущность работы

Гидроксид натрия не является первичным стандартом: он гигроскопичен и легко реагирует с углекислым газом воздуха, вследствие чего всегда содержит меняющиеся количества влаги и карбонатов. Поэтому сначала готовят приблизительно 0,1 М раствор (по навеске твердого NaOH), а затем

устанавливают точную концентрацию по какому-либо стандартному веществу.

В качестве первичных стандартов можно использовать щавелевую $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (х.ч.), бензойную $\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH}$ (х.ч.), янтарную $\text{HOOC}(\text{CH}_2)_2\text{COOH}$ (х.ч.) кислоты, бифталат калия и другие вещества.

Для приготовления раствора следует пользоваться дистиллированной водой, не содержащей растворенного CO_2 (для этого воду кипятят в течение 0,5-1 часа). При хранении рабочие растворы щелочи необходимо защищать от контакта с воздухом.

Стандартизация раствора гидроксида натрия по соляной кислоте

Реагенты и оборудование

- гидроксид натрия NaOH (кр.)
- хлороводородная кислота HCl , 0,1 М раствор, приготовленный из фиксана
- фенолфталеин – 0,1 % спиртовой раствор
- весы технические; бюретка; мерная колба емкостью 1000 мл; пипетки емкостью 10–20 мл; колбы для титрования; колба коническая емкостью 1000 мл; воронки

Методика определения и расчет

Для приготовления приблизительно 0,1 М раствора NaOH отвешивают на технических весах приблизительно 4 г твердого NaOH и растворяют в конической колбе емкостью 1000 мл. Полученным раствором заполняют бюретку, предварительно хорошо очищенную, вымытую и несколько раз сполоснутую щелочью.

Отбирают пипеткой в коническую колбу 15 мл 0,1 М раствора соляной кислоты HCl , приготовленной из фиксана, прибавляют 2-3 капли раствора фенолфталеина и титруют раствором NaOH . Заканчивают титрование в тот

момент, когда окраска перемешанного после прибавления последней капли NaOH раствора сохраняется в течение 30 с.

Титрование повторяют несколько раз до получения трех близко сходящихся результатов, берут среднее арифметическое и проводят расчет:

$$c(\text{NaOH}) = \frac{c(\text{HCl}) \cdot V(\text{HCl})}{V(\text{NaOH})},$$

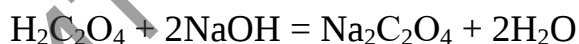
где $c(\text{NaOH})$, $c(\text{HCl})$ – концентрации растворов щелочи и кислоты, моль/л,

$V(\text{NaOH})$ – объем раствора щелочи, затраченный на титрование, мл

$V(\text{HCl})$ – объем раствора кислоты, взятый на титрование, мл

Стандартизация раствора гидроксида натрия по щавелевой кислоте

При использовании для стандартизации раствора щелочи щавелевой кислоты $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ее 0,1М раствор готовят по точной навеске или из фиксанала. Константы диссоциации щавелевой кислоты по двум ступеням относительно мало отличаются друг от друга, поэтому при титровании водных растворов кислоты раствором NaOH сразу нейтрализуются обе карбоксильные группы:



Раствор в точке стехиометричности имеет щелочную реакцию. Подходящим индикатором в этом случае является фенолфталеин (интервал перехода 8-10).

Реагенты и оборудование

- гидроксид натрия NaOH (кр.)
- щавелевая кислота $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (кр.)
- фенолфталеин – 0,1 % спиртовой раствор
- весы технические; бюретка; мерные колбы емкостью 100, 1000 мл; пипетки емкостью 10–20 мл; колбы для титрования, колба коническая емкостью 1000 мл, воронки

Методика определения и расчет

1. Метод отдельных навесок

Рассчитывают навеску щавелевой кислоты, чтобы на ее титрование расходовалось 18–20 мл 0,1 М раствора щелочи. На аналитических весах взвешивают тои навески. Растворяют навеску щавелевой кислоты примерно в 20 мл дистиллированной воды, свободной от CO₂. Прибавляют 2-3 капли фенолфталеина и титруют раствором щелочи до появления бледно-малиновой окраски, не исчезающей при взбалтывании в течение одной минуты (при продолжительном стоянии окраска индикатора исчезает из-за поглощения раствором CO₂). Из 2-3 отсчетов титрования берут среднее и по уравнению реакции вычисляют молярную концентрацию раствора NaOH.

$$c(\text{NaOH}) = \frac{2 \cdot m(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) \cdot 1000}{M(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) \cdot V(\text{NaOH})}$$

где $c(\text{NaOH})$ – молярная концентрация раствора NaOH, моль/л,

$V(\text{NaOH})$ – объем раствора щелочи, израсходованный на титрование, мл,

$M(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$ – молярная масса кислоты, г/моль,

$m(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$ – навеска щавелевой кислоты, г.

Если расхождение значений $c(\text{NaOH})$ для трех титрований не превышает 0,2%, берут среднее значение из всех результатов.

2. Метод пипетирования

При установлении молярной концентрации раствора этим методом рассчитывают навеску щавелевой кислоты, необходимую для приготовления 1000 мл 0,05 М раствора H₂C₂O₄. Взвешенную на аналитических весах навеску количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 мл через воронку. По окончании растворения кристаллов щавелевой кислоты раствор в колбе доводят до метки дистиллированной водой. Если H₂C₂O₄ готовится из фиксанала, то для этого в мерную колбу, вместимостью 1000 см³, вставляют обыкновенную воронку. В торце ампулы пробивают отверстие с помощью стеклянного бойка. Ампулу переворачивают и содержимое количественно переносят в колбу через воронку. Затем ампулу тщательно промывают

дистиллированной водой, переносят в мерную колбу. Объем жидкости доводят водой до метки и тщательно перемешивают раствор.

Ополаскивают пипетку стандартным раствором щавелевой кислоты, переносят 10,00 мл его в коническую колбу (выполняют 3 параллельные пробы), прибавляют 1–2 капли фенолфталеина и титруют раствором щелочи до появления бледно-малиновой окраски, не исчезающей при взбалтывании в течение одной минуты (при продолжительном стоянии окраска индикатора исчезает из-за поглощения раствором CO_2). Из 2–3 отсчетов титрования берут среднее арифметическое значение и вычисляют молярную концентрацию раствора NaOH

$$c(\text{NaOH}) = \frac{2 \cdot m(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) \cdot V_{\text{тит}} \cdot 1000}{M(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) \cdot V_{\text{к}} \cdot V(\text{NaOH})}$$

где $c(\text{NaOH})$ – молярная концентрация раствора NaOH, моль/л,

$V(\text{NaOH})$ – объем раствора щелочи, израсходованный на титрование, мл,

$M(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$ – молярная масса кристаллогидрата кислоты, г/моль,

$m(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$ – навеска щавелевой кислоты;

$V_{\text{тит}}$ – объем раствора кислоты (аликвота), взятый на титрование, мл,

$V_{\text{к}}$ – объем колбы, мл