

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

УДК 543.2 (075.8)
ББК 24.4я73

Минск
2017

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.

ISBN 978-985-541-386-9

**УДК 543.2 (075.8)
ББК 24.4я73**

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

Техника работы в титриметрическом анализе

Мерные колбы. Мерные колбы служат для приготовления стандартных растворов и для разбавления исследуемых растворов до определенного объема. Это плоскодонные колбы с длинным узким горлом, на котором нанесена круговая метка (рис. 2.1). Колбы калибруют на содержание в них определенного объема жидкости (на вливание). Объем, указанный на стенке колбы, соответствует объему жидкости (при температуре калибрования), если колба наполнена так, что нижняя часть мениска жидкости касается метки, причем доведение объема жидкости до метки должно осуществляться так, чтобы глаза наблюдателя и метка находились на одном уровне (метка сливается в прямую линию). На горле колбы над меткой не должно быть капель жидкости, внутренние стенки колбы должны быть чистыми, и жидкость должна смачивать их ровным слоем. Закрывают колбы специальными притертыми пробками.

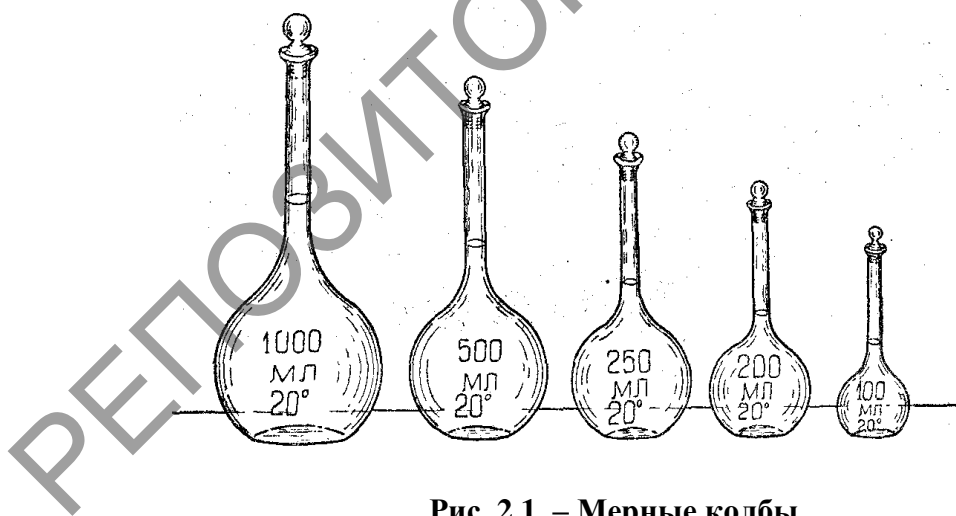


Рис. 2.1. – Мерные колбы

Нагревать мерные колбы нельзя, иначе может произойти деформация стекла, что повлечет за собой изменение их вместимости. Мерные колбы различаются по вместимости: 25; 50; 100; 200; 250; 500 и 1000 мл. Единицей является литр (л) – объем, занимаемый 1 кг воды при 3,98⁰С и нормальном атмосферном давлении; тысячная доля литра – миллилитр (мл).

Бюретки. Бюретки позволяют отмерять нужные объемы жидкости и калиброваны на выливание. В зависимости от назначения бюретки бывают разных размеров и разных конструкций. Обычные лабораторные макробюретки представляют собой градуированные цилиндрические трубки с суженным концом, который снабжен специальным краном или соединен резиновой трубкой с оттянутой стеклянной трубочкой (рис. 2.2). В резиновую трубку вставляют маленький стеклянный шарик. Если слегка нажать резинку в том месте, где помещен шарик, то между ней и шариком образуются узкие каналы, по которым жидкость вытекает из бюретки. По вместимости эти бюретки бывают разные (обычно от 10 до 100 мл). Их калибруют в миллилитрах и их десятых долях (т. е. каждое маленькое деление бюретки соответствует 0,1 мл). Нулевое деление находится в верхней части бюретки.

Перед работой бюретки следует тщательно вымыть моющими смесями и водой так, чтобы жидкость стекала с внутренних стенок ровным слоем, не оставляя капель. Перед работой бюретку нужно три раза ополоснуть раствором, который будет в нее налит, этим раствором должна быть промыта вся внутренняя поверхность, чтобы при последующем заполнении бюретки раствором он не менял свою концентрацию за счет разбавления водой, смачивающей стенки бюретки. После ополаскивания бюретки ее закрепляют строго вертикально в штативе и заполняют раствором до уровня, превышающего нулевую отметку на 2-3 см. Нужно проследить, чтобы вся бюретка целиком до самого кончика была заполнена раствором. В бюретке не должно быть пузырьков воздуха, особенно часто они возникают в суженной ее части. Для удаления пузырьков воздуха из бюреток обычно дают вытечь части раствора сильной струей, для бюреток отгибают кверху стеклянную трубочку и выпускают некоторую часть жидкости.

После этого вновь наливают раствор выше нулевой метки и устанавливают исходный нулевой уровень раствора. Поместив уровень нулевой отметки на уровень глаз, выпускают жидкость из бюретки до тех пор, пока край ее нижнего мениска не коснется отметки 0,00 мл. Если не соблюдать

это правило, то неизбежна ошибка от параллакса. Для правильного установления мениска и при заполнении бюретки, и при последующих отсчетах объемов жидкости, израсходованных на титрование, удобно поместить сзади бюретки экран, который делают из плотной белой бумаги или картона (5x5 см), оклеенного белой бумагой и закрашенного наполовину черной тушью (рис. 2.3). Есть бюретки со специальным оптическим устройством, облегчающим отсчет показаний.

В процессе титрования выливать жидкость из бюретки нужно не очень быстро; после окончания титрования нужно подождать 30 с, прежде чем производить отсчет объема раствора, вылитого из бюретки. Это делается для того, чтобы жидкость, оставшаяся на стенках бюретки, успела стечь. Отсчет по бюретке проводят всегда с точностью до 0,01 мл. Перед каждым титрованием уровень раствора нужно доводить до нулевого положения, то есть пользоваться всегда одной и той же частью бюретки. Важен объем жидкости, идущей на титрование. Он должен быть и не слишком мал, и не слишком велик. Он не должен превышать вместимость бюретки и должен составлять примерно от 1/3 по 2/3 ее вместимости.

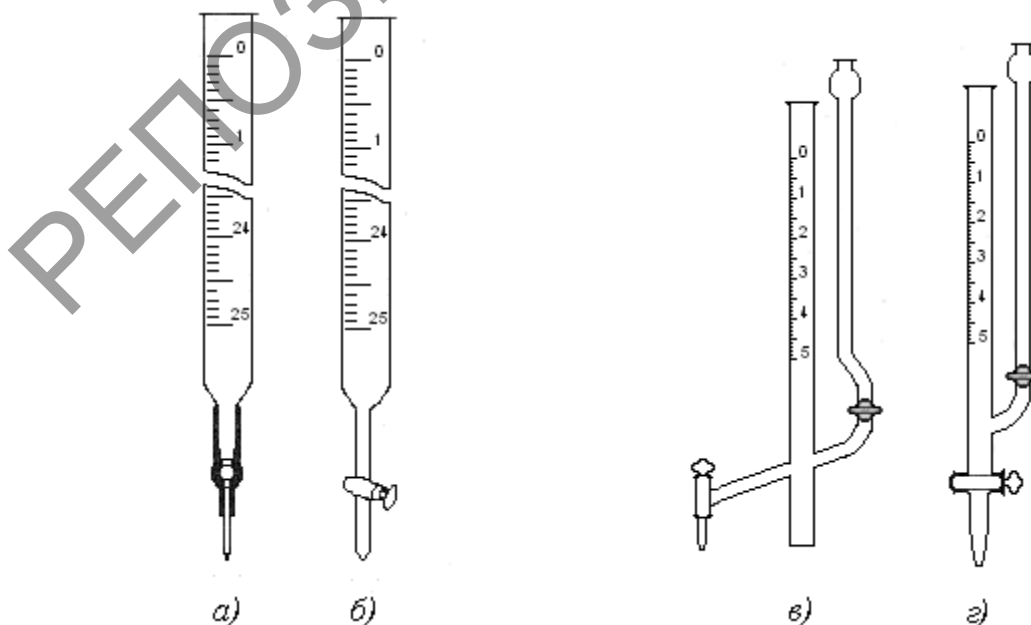


Рисунок 2.2. – Бюретки (а, б) и микробюретки (в, г)

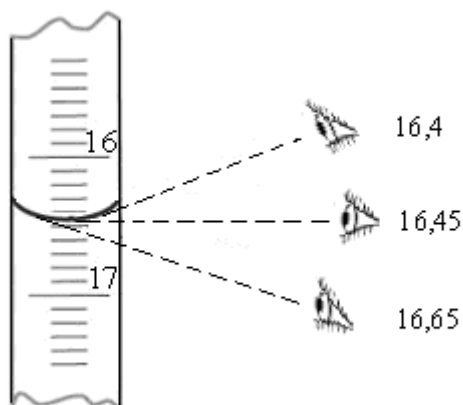


Рисунок 2.3. – Отсчеты по бюретке при различных положениях глаз

Пипетки применяются для точного отмеривания определенного объема раствора и перенесения его из одного сосуда в другой. Они бывают двух типов: градуированные (измерительные) и мерные (последние, как правило, и применяются в титриметрии). Мерные пипетки представляют собой узкие трубки с расширением в середине. В верхней узкой части находится круговая метка. Пипетки бывают разной вместимости, обычно 10; 15; 20; 25; 50 мл. Пипетки калиброваны на выливание: если заполнить пипетку до метки и вылить жидкость, ее объем будет соответствовать вместимости, указанной на пипетке, но при этом нужно соблюдать нижеследующие правила обращения с пипеткой (рис. 2.4).

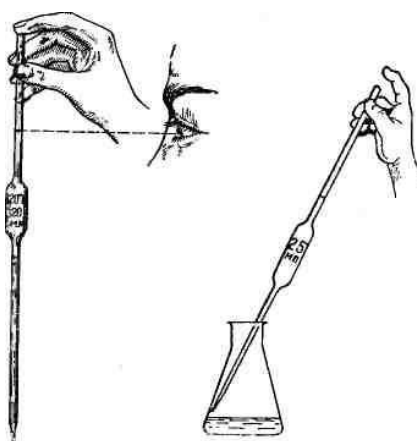


Рис.2.4 – Техника отбора жидкостей с помощью пипетки

Пипетку тщательно моют моющими смесями, заполняя ими пипетку с помощью специального приспособления (пипетатора или шприца), затем ее

многократно ополаскивают сначала водопроводной, а затем дистиллированной водой. Убедившись в том, что вода смачивает внутренние стенки ровным слоем, не оставляя капель (в противном случае мытье пипетки повторяют), всю внутреннюю поверхность пипетки ополаскивают 2-3 раза тем раствором, который предполагается отбирать пипеткой. Для этого раствор наливают в сухой чистый стакан и используют его исключительно для промывания пипетки. Нельзя погружать непромытую пипетку в колбу с исследуемым или стандартным раствором. Ополаскивая пипетку раствором, заполняют ее каждый раз примерно на $1/3$ объема, горизонтально вращая, смачивают раствором всю внутреннюю поверхность пипетки. Затем берут пипетку большим и средним пальцами правой руки, вытирают ее внешнюю часть кусочком фильтровальной бумаги и, погружая ее нижний конец глубоко в раствор, наполняют ее раствором так, чтобы уровень жидкости в ней оказался выше метки примерно на 2 см. После этого быстро зажимают верхнее отверстие пипетки указательным пальцем и, подняв пипетку, удаляют капли раствора с внешней стороны пипетки кусочком фильтровальной бумаги. Затем слегка приоткрывают отверстие, чтобы стекла лишняя жидкость и нижний край мениска коснулся метки (при этом метка должна находиться на уровне глаз). Вновь плотно закрывают отверстие и переносят пипетку в заранее подготовленный сосуд (чаще всего в колбу для титрования). Держа пипетку вертикально, отнимают от ее отверстия палец и дают жидкости свободно вытекать; когда вся жидкость вытечет, прикасаются кончиком пипетки к стенке сосуда и ждут 20 с, пока вытекут остатки. Затем вынимают пипетку и не обращают внимания на небольшое количество раствора, оставшегося в ее носике: калибрование пипеток рассчитано именно на такой способ выливания. Чтобы объем вытекающей из пипетки жидкости был постоянным (а это необходимое условие в титриметрии), нужно выливать раствор из пипетки всегда в одинаковых условиях. Выдувание оставшейся в пипетке капли раствора недопустимо, так как в этом случае невозможно добиться совпадения результатов измерения объемов.

Различают пипетки Мора (с расширением в середине, рис. 2.5, а), позволяющие отмеривать строго определенный объем, а также измерительные пипетки (с нанесенными на них делениями, рис. 2.5, б)

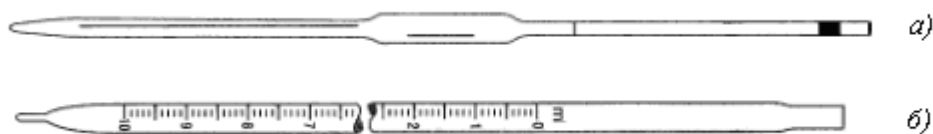


Рисунок 2.5. - Пипетки: а) Мора; б) измерительная

Определение объема капли бюретки. Чистую бюретку наполняют дистиллированной водой до нулевой отметки. Выпускают из бюретки 100 капель (вода должна капать равномерно со скоростью 2-3 капли/с) и замечают на бюретке объем, отсчет которого производят не ранее чем через 30 с после выливания воды. Полученный объем делят на 100. Операцию повторяют не менее трех раз, каждый раз вычисляя объем капли с точностью до 0,01 мл. Расхождение между тремя измерениями не должно превышать 0,01 мл.