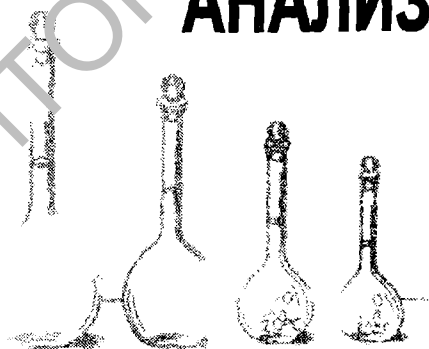


АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ



Министерство образования Республики Беларусь

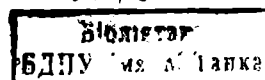
Учреждение образования
«Белорусский государственный педагогический университет
имени Максима Танка»

АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

Лабораторный практикум

Минск 2006



УДК 54(075.8)

ББК 24я73

А 64

Печатается по решению редакционно-издательского совета БГПУ,
рекомендовано секцией естественных и сельскохозяйственных наук
(протокол № 7 от 15.12.05)

Автор-составитель

преподаватель кафедры химии БГПУ Н. В. Суханкина

Рецензент

доктор химических наук, профессор кафедры органической химии
БНТУ А. Э. Щербина

Аналитическая химия. Титриметрический анализ — лаборатор.
А64 практикум / авт.-сост. Н. В. Суханкина. — Мн.: БГПУ, 2006. — 46 с.

ISBN 985-501-163-5

В пособии излагаются сущность титриметрического анализа, приводятся классификация методов, основные понятия и расчеты. Даются методики определения различных веществ методами кислотно-основного, комплексометрического и окислительно-восстановительного титрования.

Адресуется студентам отделения «Биология. Химия» БГПУ, преподавателям, аспирантам, всем интересующимся проблемами по курсу аналитической химии.

УДК 54(075.8)

ББК 24я73

ISBN 985-501-163-5

© Суханкина, Н. В., авт.-сост., 2006

© БГПУ, 2006

ВВЕДЕНИЕ

Аналитическая химия — наука, разрабатывающая принципиальные методы и приемы определения химического состава вещества. Включает качественный и количественный анализы. Задача качественного анализа — обнаружение отдельных компонентов анализируемого образца и идентификация соединений. Задача количественного анализа — определение количеств (концентрации или массы) компонентов. Задачи как качественного, так и количественного анализа можно решать химическими и физико-химическими методами.

Количественный химический анализ включает гравиметрические (весовые) и титриметрические (объемные) методы. Несмотря на «возраст», эти классические методы анализа не потеряли своего значения и в настоящее время. Их используют для определения больших и средних концентраций веществ, а также для приготовления эталонов, в которых содержание компонентов устанавливается с большой точностью. Они имеют достаточно высокую точность и универсальность, сравнительно просты и не требуют сложной аппаратуры. Кроме того, в отличие от физико-химических методов, при применении химических методов анализа нет необходимости в использовании стандартных образцов и калибровочных графиков.

В настоящем пособии приводятся методики проведения лабораторных работ по титриметрическим методам анализа. Операции этих методов представляют для студентов большую методическую ценность, поскольку развивают такие качества, как внимательность, аккуратность, столь необходимые в работе химика.

ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

СУЩНОСТЬ МЕТОДА. ОСНОВНЫЕ ПОНЯТИЯ

Титриметрический (объемный) анализ — метод количественного химического анализа, основанный на измерении объема раствора реагента точно известной концентрации, затраченного на реакцию с данным количеством определяемого вещества.

Раствор реагента, имеющий точно известную концентрацию, называется *рабочим, титрованным, стандартным раствором* или *титрантом*. Титрант добавляют к раствору анализируемого вещества до тех пор, пока его количество не станет стехиометричным (то есть соответствующим уравнению реакции) количеству реагирующего с ним определяемого вещества. Этот процесс называется *титрованием*.

Момент титрования, при котором достигается стехиометрическое соотношение реагирующих веществ, называется *точкой стехиометричности*.

Точку стехиометричности можно установить различными способами:

- по изменению окраски раствора определяемого вещества или реагента;
- по изменению окраски индикатора;
- по изменению каких-либо физико-химических свойств раствора.

Экспериментально зафиксированный конец титрования называется *конечной точкой* титрования (КТТ). В идеальном случае ТС и КТТ совпадают, поскольку ТС является теоретической КТТ. Однако довольно часто на практике в силу различных причин эти точки несколько различаются. Возникают погрешности титрования.

Реакция, лежащая в основе титрования, должна отвечать следующим требованиям:

- быть строго стехиометричной;
- протекать быстро;
- протекать количественно;
- должна иметься возможность фиксирования ТС.

КЛАССИФИКАЦИЯ МЕТОДОВ. СПОСОБЫ ТИТРОВАНИЯ

Методы титриметрического анализа принято классифицировать **по характеру химической реакции**, лежащей в основе определения веществ. При этом все объемные определения можно разделить на четыре группы:

- методы кислотно-основного титрования (методы нейтрализации);

- методы осаждения;
- методы комплексообразования;
- методы окисления-восстановления.

По **способу выполнения титрования** различают:

- метод прямого титрования;
- метод обратного титрования (или титрования по остатку);
- метод замещения (титрование заместителя).

При **прямом титровании** титрант непосредственно добавляют к определяемому веществу (или наоборот). Такой способ применим только при выполнении всех требований к реакциям, перечисленным выше.

Если скорость реакции мала, не удается подобрать индикатор или наблюдаются побочные эффекты (например, потери определяемого вещества вследствие летучести), можно использовать прием **обратного титрования**. В этом случае к анализируемой пробе прибавляют определенный избыточный объем титранта, и, после завершения его взаимодействия с определяемым веществом, оттитровывают избыток титранта, вступивший в реакцию, другим раствором известной концентрации. Разность между первоначально прибавленным объемом титранта и оставшимся непрореагировавшим избытком даст объем, израсходованный на взаимодействие с определяемым веществом.

Если реакция нестехиометрична или протекает медленно, можно использовать **титрование заместителем**. Для этого проводят стехиометрическую реакцию определяемого вещества со вспомогательным реагентом, а получающийся в эквивалентном количестве продукт оттитровывают подходящим титрантом.

Обычно при титриметрических определениях проводят несколько параллельных титрований. При этом возможны два варианта выполнения титрования: **метод пипетирования** и **метод отдельных навесок**.

В методе пипетирования навеску анализируемого вещества растворяют в мерной колбе, раствор разбавляют до метки и тщательно перемешивают. Пипеткой отбирают отдельные порции раствора, содержащие определенную (аликвотную) часть навески, и титруют их.

В методе отдельных навесок берут несколько близких по величине навесок анализируемого вещества и, растворив каждую из них в произвольном объеме растворителя, целиком титруют получаемые при этом растворы.

Метод пипетирования более быстрый и менее трудоемкий, однако менее точный, чем метод отдельных навесок.

СТАНДАРТНЫЕ РАСТВОРЫ

В титриметрических определениях необходимо знать точную концентрацию титранта. По способу приготовления различают **первичные** и **вторичные стандартные растворы**.

Первичный стандартный раствор готовят растворением точного количества чистого химического вещества известного стехиометрического состава (первичного стандарта) в определенном объеме растворителя.

Для получения **вторичного стандарта** готовят сначала раствор с концентрацией, близкой к желаемой, а затем устанавливают точную его концентрацию (стандартизируют) по подходящему первичному стандарту.

Для приготовления многих стандартных растворов можно использовать **фиксаналы**. Фиксанал представляет собой ампулу, в которой запаяно точно известное количество вещества в сухом виде или в растворе (обычно 0.1 моль). Для приготовления раствора известной концентрации ампулу разбивают, содержимое ее количественно переносят в мерную колбу подходящего объема и разбавляют водой до метки.

СПОСОБЫ ВЫРАЖЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИИ РАСТВОРОВ

В титриметрическом анализе необходимо знать точные значения концентраций. В общем случае **концентрация** — величина, выражающая состав системы (раствора, сплава, смеси). Это соотношение между одной из величин — числом частиц N_B , массой вещества m или его химическим количеством n — и объемом системы.

В первом случае мы имеем **числовую концентрацию** C_B :

$$C_B = \frac{N_B}{V} (\text{м}^{-3}),$$

используется **глазным образом** в физических исследованиях.

Еще один способ выражения концентрации раствора — **массовая концентрация**. Она обозначается ρ^* (чтобы не путать с плотностью ρ), γ или β (в разных источниках):

$$\gamma = \frac{m_B}{V}.$$

Единицы измерения кг/м^3 или дольные единицы г/л.

Основным способом выражения концентрации является **молярная концентрация** или **концентрация количества вещества** — количество растворенного вещества в молях, содержащееся в 1 дм^3 раствора.

$$C_B = \frac{n_B}{V}$$

Единицы измерения моль/дм³, или дольные производные моль/л.

Эту единицу можно обозначить также буквой М, но ее следует ставить перед формулой растворенного в воде вещества. Например, если $c(\text{HCl}) \approx 2$ моль/л, то это можно записать в виде 2М HCl (двумолярный раствор HCl).

Раньше на практике, особенно при проведении однотипных определений часто пользовались кратной единицей — г/мл, называемой *титром* (количество граммов вещества в 1 мл раствора) или *титром по определяемому веществу* (масса определяемого вещества, с которой реагирует 1 мл стандартного раствора). До недавнего времени в количественном анализе широко использовалась **нормальная концентрация** или **молярная концентрация эквивалента** — количество моль эквивалентов растворенного вещества в 1 литре раствора. Поскольку эквивалент вещества зависит от типа реакции, то при использовании нормальной концентрации необходимо указывать фактор эквивалентности. Следует отметить, что применение эквивалентов и нормальной концентрации имеет ряд недостатков. Во-первых, для нахождения эквивалентов определяемого вещества необходимо составить уравнение реакции. Однако если это сделано, то более удобно расчеты вести непосредственно по этому уравнению, применяя молярную концентрацию. Во-вторых, для многих веществ эквивалент и фактор эквивалентности имеет различные значения при изменении условий протекания реакции (например, pH раствора). Так, для KMnO_4 значение эквивалента различно в кислой, нейтральной и щелочной средах. Вследствие этого в последнее время для расчетов предпочитают пользоваться молярной концентрацией.

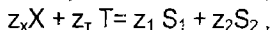
Еще один способ выражения состава раствора — **доли**. Различают три вида долей: молярная, объемная и массовая доли. **Молярная доля** — отношение количества растворенного вещества в молях к суммарному количеству всех веществ, составляющих раствор. **Объемная доля** — отношение объема вещества до его растворения к сумме объемов всех веществ до образования раствора. Наиболее часто в титриметрии рассчитывают **массовую долю** — отношение массы растворенного вещества к суммарной массе всех веществ, составляющих раствор:

$$\omega(B) = \frac{m_B}{\sum m_i}$$

Массовая доля выражает состав раствора, но не является концентрацией.

РАСЧЕТЫ В ТИТРИМЕТРИЧЕСКОМ АНАЛИЗЕ

Титриметрический анализ основан на измерении количества реагента, израсходованного на реакцию с определяемым веществом. Если определяемый компонент X взаимодействует с реагентом Т в стехиометрических отношениях, то независимо от типа протекающей реакции, можно найти количество компонента X. В общем виде реакцию, протекающую в ходе титриметрического анализа, можно представить в следующем виде:



где X — анализируемое вещество, Т — титрант, S_1 и S_2 — продукты реакции, z_x, z_T, z_1, z_2 — стехиометрические коэффициенты в уравнении реакции.

Данная реакция может представлять собой кислотно-основной процесс или процессы окисления-восстановления, комплексообразования, осаждения.

Количество титранта n_T находится по его молярной концентрации c_T и объему раствора V_T , израсходованного на титрование

$$n_T = c_T V_T$$

Используя отношение между количествами реагирующих веществ n_x и n_T и коэффициентами стехиометрии z_x и z_T

$$\frac{n_T}{n_x} = \frac{z_T}{z_x}, \text{ рассчитываем } n_x = \frac{z_x n_T}{z_T}.$$

Масса вещества X (m_x) в анализируемом растворе рассчитывается по соотношению:

$$m_x = n_x M(X), \text{ где } M(X) — \text{молярная масса вещества X.}$$

ТЕХНИКА РАБОТЫ

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. 1). Колбы калибруют на содержание в них определенного объема жидкости (на вливание). Объем, указанный на стенке колбы, соответствует объему жидкости (при температуре калибровки), 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.

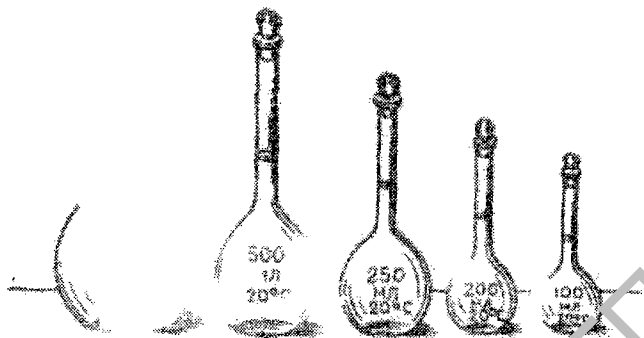


Рис. 1. Мерные колбы

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 3,98°C 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. В резиновую трубку вставляют маленький стеклянный шарик. Если слегка нажимать 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 стекла 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 сужен-

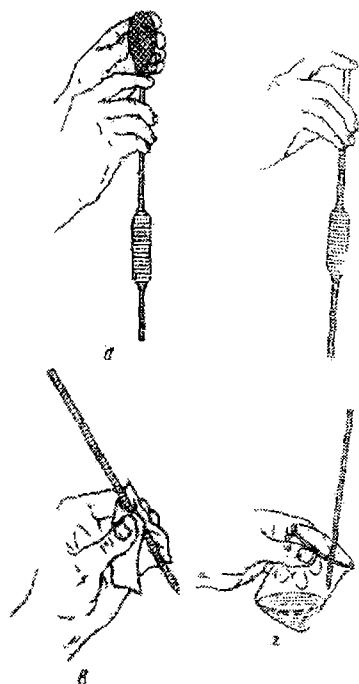
ной ее части. Для удаления пузырьков воздуха из бюреток обычно дают вытечь части раствора сильной струей, для бюреток отгибают кверху стеклянную трубочку и выпускают некоторую часть жидкости.

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 (5х5 см), оклеенного белой бумагой и закрашенного наполовину черной тушью. 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 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.

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 круглая 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 строго соблюдать следующие правила обращения с пипеткой.

Пипетки 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 пи-



петку 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 (рис. 2). Затем вынимают пипетку и не обращают внимания на небольшое количество раствора, оставшегося в ее носике: калибровка пипеток рассчитана именно на такой способ выливания. Чтобы объем вытекающей из пипетки жидкости был постоянным (а это необходимо 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.

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.

Растворы, применяемые в титриметрии

В титриметрии применяют растворы реагентов с известной концентрацией. Эти растворы называются стандартными (или титрованными). Различают первичные и вторичные стандартные растворы. Первичные стандартные растворы получают растворением точной навески реагента и разбавлением раствора до определенного объема, то есть получают раствор с точно известной концентрацией. Для приготовления таких растворов могут быть использованы только стандартные вещества, которые должны удовлетворять ряд требований: 1) быть химически чистыми; 2) строго отвечать химической формуле; 3) быть устойчивыми как в твердом виде, так и в растворе.

Техника приготовления первичных стандартных растворов.

Первичные стандартные растворы готовят в мерных колбах. Колбу тщательно моют и ополаскивают дистиллированной водой. На внутренней поверхности колбы не должно быть капель жидкости, жидкость должна смачивать стенки колбы ровным слоем. В горлышко колбы вставляют чистую сухую воронку. Взвешивают на аналитических весах чистый сухой бюкс (или весовой стаканчик), переносят его на технические весы и отвешивают рассчитанное количество стандартного вещества, после чего взвешивают бюкс с веществом на аналитических весах. Нет необходимости добиваться, чтобы взятая навеска точно отвечала рассчитанной, важно знать ее истинную величину, по которой легко определить концентрацию полученного раствора. Например, при приготовлении 1 л 0,1000 М раствора карбоната натрия вместо рассчитанного его количества 0,5299 г отвешено 0,5400 г. Молярную концентрацию полученного раствора (М) легко найти из соотношения:

$$0,1000 \cdot 0,5299$$

$$M = 0,5400$$

$$M = \frac{0,5400 \cdot 0,100}{0,5299} = 0,1020.$$

Навеску вещества осторожно, не распыляя, пересыпают через воронку в колбу, бюкс очень тщательно и многократно ополаскивают водой из промывалки, стежки бюкса над воронкой, после чего ополаскивают воронку и вынимают ее из горлышка колбы. Можно использовать другой способ взятия навески, называемый «взятием навески по разности». Добавляют в колбу воду (чтобы колба была заполнена примерно на 2/3 объема) и полностью растворяют вещество, перемешивая содержимое колбы плавным круговым движением. Когда все вещество перейдет в раствор, доводят объем раствора водой до метки (последний миллилитр воды нужно добавлять по каплям, держа колбу так, чтобы метка и глаза были на одном уровне). После этого колбу плотно закрывают пробкой и тщательно пере-

мешивают раствор, многократно перевортывая и встряхивая колбу (пробку следует придерживать указательным пальцем).

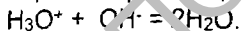
Вторичные стандартные растворы получают растворением многих веществ, применяемых в титриметрии. При приготовлении этих растворов нет необходимости брать точную навеску вещества, так как при всей тщательности взятия навески нельзя получить раствор с известной концентрацией. Например, щелочи всегда содержат неопределенное количество воды и карбоната, и как бы точно ни была взята навеска щелочи, получить раствор с известной концентрацией невозможно. Поэтому при приготовлении вторичных стандартных растворов навеску вещества берут на технических весах, растворяют ее и разбавляют раствор до определенного объема. Точную концентрацию вторичных стандартных растворов устанавливают титрованием с помощью подходящего первичного стандартного раствора.

Процесс определения концентрации вторичного стандартного раствора титрованием по первичному стандартному раствору (иногда и по вторичному) называется стандартизацией раствора. Стандартизация заключается в постепенном прибавлении из бюретки одного раствора к другому, находящемуся в конической колбе. Добавление раствора из бюретки проводят до изменения окраски соответствующего индикатора.

Нужно иметь в виду, что как при стандартизации растворов, так и при определении тех или иных веществ каждое титрование проводят не менее трех раз. Расхождения между титрованиями должны быть не больше 0,10 мл. Нужно помнить, что перед работой бюретку и пипетку ополаскивают растворами, которыми их наполняют.

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 H₂SO₄) 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 рН в точке стехиометричности, значение которого предварительно рассчитывается путем построения кривых титрования.

АЛКАЛИМЕТРИЧЕСКОЕ ТИТРОВАНИЕ

Работа № 1. Приготовление и стандартизация раствора гидроксида натрия

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 рабочих растворов щелочи необходимо защищать от контакта с воздухом.

Стандартизация раствора гидроксида натрия по соляной кислоте

Реактивы и оборудование:

- гидроксид натрия NaOH (кр.);
- хлороводородная кислота HCl — 0,1 М раствор, приготовленный из фиксанала;
- 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 фиксанала, прибавляют 2–3 капли раствора фенолфталеина и титруют раствором NaOH. Заканчивают титро-

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

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

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

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

где $c(\text{NaOH})$, $c(\text{HCl})$ — концентрации растворов щелочи и кислоты, моль/дм³, $V(\text{NaOH})$, $V(\text{HCl})$ — объемы растворов щелочи и кислоты, см³

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 0,1 М 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 ее карбоксильные группы:



Раствор в точке стехиометричности имеет щелочную реакцию. Наиболее удобным индикатором в этом случае является фенолфталеин (интервал перехода окраски 8—10).

Реагенты и оборудование:

- гидроксид натрия NaOH (р.);
- 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 1500 мл, воронки.

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 три навески. Растворяют навеску щавелевой кислоты примерно в 20 мл дистиллированной воды, свободной от CO_2 . 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 CO_2). Из 2—3 отсчетов титрования берут

среднее и по уравнению реакции вычисляют молярную концентрацию раствора NaOH.

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

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 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$. 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 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 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

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

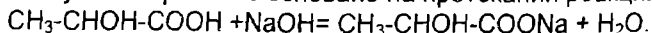
Работа № 2. Анализ молока.

Определение кислотности молока.

В качестве объекта исследования берут молоко. Присутствующая в нем молочная кислота ($\text{CH}_3\text{-CHON-COOH}$) обуславливает его кислотность. В 1 литре свежего молока должно содержаться 2,88—3,24 г молочной кислоты. Максимальное содержание — 3,89 г.

Определение органических кислот проводят прямым титрованием стандартным раствором щелочи (предварительно установив его точную концентрацию).

В нашем случае титрование основано на протекании реакции:



В точке стехиометричности образуется соль слабой кислоты и сильного основания, поэтому раствор будет иметь слабощелочную реакцию. Наиболее удобным индикатором для титрования является фенолфталеин ($\text{pT}=9$).

Реагенты и оборудование:

- гидроксид натрия NaOH (кр.);
- фенолфталеин – 0,1% спиртовой раствор.

Весы технические, бюретка, мерная колба емкостью 1000 мл, пипетки емкостью 25 мл, колбы для титрования, колба коническая емкостью 1000 мл, воронки.

Методика определения и расчет

В коническую колбу отбирают 25 см³ молока, придают 4 капли раствора фенолфталеина и титруют смесь стандартным раствором щелочи. Небольшими порциями при постоянном перемешивании содержимого колбы добавляют титрант до тех пор, пока появляющаяся розовая окраска не будет сохраняться хотя бы 30 секунд. Проводят 2—3 параллельных титрования и затем берут среднее арифметическое значение объема щелочи. Рассчитывают массовую концентрацию молочной кислоты в г/л:

$$\gamma(\text{CH}_3\text{-CHON-COOH}) = \frac{M(\text{CH}_3\text{CHONCOOH}) \cdot V(\text{NaOH}) \cdot c(\text{NaOH})}{V_{\text{пл}}},$$

где $c(\text{NaOH})$ — молярная концентрация раствора NaOH , моль/л,
 $V(\text{NaOH})$ — объем раствора щелочи, израсходованный на титрование аликвоты молока, мл,
 $M(\text{CH}_3\text{-CHON-COOH})$ — молярная масса молочной кислоты, г/моль,
 $V_{\text{пл}}$ — объем аликвоты молока, мл.

Делают пробу молока на кипячение. Нагревают в пробирке несколько миллилитров молока и смотрят, свертывается оно или нет. При нагревании молочная кислота расщепляется на воду и лактиды (циклические сложные эфиры). Свертывание молока может произойти только в том случае, если в молоке содержится больше 2,07 г молочной кислоты в 1 литре молока.

Работа № 3. Определение массовой доли CaCO_3 в известняке

Реагенты и оборудование:

- гидроксид натрия NaOH (кр.);
- хлороводородная кислота HCl — 0,1 М раствор, приготовленный из фиксанала;
- 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

1. Приготовление стандартного 0,1 М раствора хлороводородной кислоты (из фиксанала).
2. Стандартизация 0,1 М раствора NaOH . Точную концентрацию раствора щелочи определяют стандартизацией по хлороводородной кислоте.
3. Определение массовой доли CaCO_3 методом обратного титрования.

Взвешиваем навеску CaCO_3 (приблизительно 0,03 г). Находим массу навески по разности. Отмеряем пипеткой (на 15 мл, 30 см³ 0,1 М раствора HCl , добавляем в колбу с CaCO_3 , ставим на электроплитку и доводим до кипения, растворяя CaCO_3 и добиваясь удаления CO_2 . Затем охлаждаем колбу до комнатной температуры и оттитровываем содержимое колбы стандартизованным раствором NaOH , добавляя индикатор фенолфталеин.

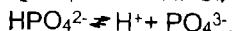
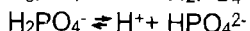
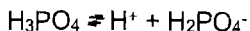
РАСЧЕТНАЯ ЧАСТЬ

- $n(\text{NaOH}) = c(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH})$
- $n(\text{HCl})_{\text{изб}} = n(\text{NaOH})$
- $n_{\text{пр}}(\text{HCl}) = n_{\text{исх}}(\text{HCl}) - n(\text{HCl})_{\text{изб}}$
- $n(\text{CaCO}_3) = 1/2 n(\text{HCl})_{\text{пр}}$
- $m(\text{CaCO}_3) = n(\text{CaCO}_3) \cdot M(\text{CaCO}_3)$
- $w(\text{CaCO}_3) \% = \frac{n(\text{CaCO}_3)}{m_{\text{нав}}} \cdot 100\%$

Работа № 4. Определение ортофосфорной кислоты в растворе

Определение ортофосфорной кислоты является одним из примеров титрования слабых многоосновных кислот стандартным раствором щелочи.

Ортофосфорная кислота – кислота трехосновная, в водном растворе она диссоциирует ступенчато:



Соответственно ступенчатой диссоциации, нейтрализация кислоты также протекает по ступеням. Так как отношение $\frac{K_{a1}}{K_{a2}} > 10^4$ и $\frac{K_{a2}}{K_{a1}} > 10^4$ то теоретически возможно ее дифференцированное титрование по всем трем ступеням. Но поскольку абсолютное значение K_{a3} очень мало, третьего скачка на кривой титрования не наблюдается, и прямым методом можно оттитровать H_3PO_4 лишь по двум первым ступеням. Первая точка стехиометричности ($pH_1=4,67$) фиксируется по индикатору метиловому оранжевому, вторая ($pH_2=9,79$) — по фенолфталеину.

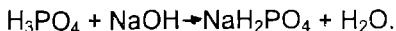
Реагенты и оборудование:

- $NaOH$, 0,1 М;
- индикаторы — метиловый оранжевый и фенолфталеин;
- бюретки;
- мерная колба емкостью 50 или 100 мл;
- пипетки емкостью 10 или 20 мл;
- колбы для титрования.

Методика определения и расчет

1 способ. Анализируемый раствор в мерной колбе доводят до метки дистиллированной водой, содержимое колбы тщательно перемешивают. Отбирают пипеткой 10 мл раствора в колбу для титрования, прибавляют одновременно 2 капли метилового оранжевого и 6 капель фенолфталеина, при этом раствор окрашивается в розовый цвет. Титруют щелочью до появления желтой окраски. Отмечают по бюретке объем раствора щелочи ($V_{1щ}$), пошедший на титрование. Не добавляя щелочи в бюретку, продолжают титрование до появления оранжевой окраски. Оранжевая окраска раствора получается при смешении желтой окраски (цвет щелочной формы метилоранжа) с розовой (цвет щелочной формы фенолфталеина), которая появляется при достижении pH , приблизительно соответствующего значению pH во второй точке стехиометричности. Замечают по бюретке объем щелочи, пошедший на титрование фосфорной кислоты в присутствии фенолфталеина (от нулевого деления) — $V_{2щ}$. При тщательной работе $V_{2щ}$ получается в два раза больше $V_{1щ}$.

В первом случае (с метилоранжем) ортофосфорная кислота титруется как одноосновная:



Во втором случае (с фенолфталеином) кислота титруется как двухосновная:



Титрование повторяют до получения трех сходящихся результатов и для расчетов берут среднее арифметическое значение.

Расчет количества вещества m (в граммах) проводят по формулам:

$$m = \frac{c_{\text{щел.}} V_{1\text{щел.}} M(\text{H}_3\text{PO}_4) V_{\text{к}}}{V_{\text{пип}} 1000} \quad (\text{в присутствии метилового оранжевого}) \quad (1),$$

$$m = \frac{c_{\text{щел.}} V_{2\text{щел.}} M(\text{H}_3\text{PO}_4) V_{\text{к}}}{2 V_{\text{пип}} 1000} \quad (\text{в присутствии фенолфталеина}) \quad (2),$$

где $c_{\text{щел.}}$ — молярная концентрация щелочи, моль/л;

$V_{1\text{щел.}}$ — объем щелочи, затраченный на титрование аликвоты в присутствии метилового оранжевого, мл;

$V_{2\text{щел.}}$ — объем щелочи, затраченный на титрование аликвоты в присутствии фенолфталеина, мл;

$M(\text{H}_3\text{PO}_4)$ — молярная масса фосфорной кислоты, г/моль;

$V_{\text{пип}}$ — объем пипетки, мл;

$V_{\text{к}}$ — объем мерной колбы, мл.

2 способ. В бюретку наливают стандартный раствор гидроксида натрия. Для титрования H_3PO_4 до H_2PO_4^- отбирают пипеткой 10,00 мл анализируемого раствора фосфорной кислоты, прибавляют 10 мл дистиллированной воды, 1 каплю метилового оранжевого и титруют раствором гидроксида натрия до изменения окраски раствора из розовой в чисто желтую. Титрование проводят в присутствии свидетеля. В качестве свидетеля применяют 0,033 М раствор NaH_2PO_4 . Для приготовления свидетеля в коническую колбу отбирают мерным цилиндром 50 мл раствора NaH_2PO_4 и прибавляют 1 каплю метилового оранжевого.

Для титрования H_3PO_4 до HPO_4^{2-} отбирают пипеткой 10,0 мл анализируемого раствора фосфорной кислоты, прибавляют 10 капель фенолфталеина и титруют раствором гидроксида натрия до изменения окраски индикатора.

Расчет проводят аналогично, согласно формулам (1) и (2).

Работа № 5. Определение аммиака в солях аммония формальдегидным методом

С помощью метода кислотно-основного титрования можно определить содержание аммиака в солях аммония. Прямое титрование невозможно из-за отсутствия скачка на кривой титрования, поэтому для таких определений применяют косвенные методы, например, метод замещения.

В этом случае к раствору соли аммония прибавляют раствор формальдегида HCON (формалин). Протекает реакция



в результате которой образуются уротропин (или гексаметиленetetрамин) $(\text{CH}_2)_6\text{N}_4$ и кислота.

Поскольку количество получающейся кислоты стехиометрично взятому количеству соли аммония, то, оттитровав ее раствором NaOH , можно рас-

считать содержание соли, а следовательно, и NH_3 в анализируемом образце.

Обычно формальдегид содержит кислые примеси, например, муравьиную кислоту, поэтому прежде чем проводить определение, раствор формальдегида необходимо нейтрализовать щелочью. В противном случае на титрование пробы будет израсходован завышенный объем щелочи и результат определения будет неверным.

Реагенты и оборудование:

- NaOH , 0,1 М, раствор;
- формальдегид, 20 % раствор;
- индикатор — фенолфталеин;
- бюретки;
- мерная колба емкостью 100 мл;
- пипетка емкостью 20 мл;
- колбы для титрования.

Методика определения и расчет

Раствор соли аммония разбавляют в мерной колбе до метки дистиллированной водой.

В колбу для титрования из бюретки отбирают 10 мл 20 % раствора формальдегида и прибавляют 2 капли фенолфталеина, нейтрализуют формальдегид стандартным раствором NaOH (из бюретки) до слабозеленой окраски. После этого устанавливают уровень раствора щелочи в бюретке на нуле.

К нейтрализованному раствору формальдегида прибавляют пипеткой 20 мл раствора соли аммония и дают постоять 1—2 минуты для более полного протекания реакции. В делительную кислоту титруют 0,1 М раствором NaOH в присутствии фенолфталеина до порозовения раствора от прибавления последней капли NaOH . Окраска должна сохраняться в течение 30 с.

Массу аммиака (в граммах) вычисляют по формуле:

$$m_{\text{NH}_3} = \frac{c_{\text{щел.}} V_{\text{щел.}} M(\text{NH}_3) V_k}{V_{\text{мл}} 1000},$$

где $c_{\text{щел.}}$ — молярная концентрация щелочи, моль/л;

V_{NaOH} — объем раствора NaOH , затраченный на титрование, мл;

$M(\text{NH}_3)$ — молярная масса аммиака, г/моль;

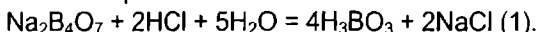
V_k — объем мерной колбы, мл;

$V_{\text{пип}}$ — объем пипетки, мл.

Работа № 6. Приготовление и стандартизация 0,1 М раствора хлороводородной кислоты (HCl)

Сущность работы

Стандартизация раствора хлороводородной кислоты методом отдельных навесок основана на титровании точной навески буры раствором кислоты в присутствии метилового оранжевого:



Стандартный раствор хлороводородной кислоты готовят разбавлением концентрированного раствора HCl.

Реактивы, посуда

Хлороводородная кислота (HCl) — концентрированная. Тетраборат натрия $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ (кр.). Метилоранжевый — 0,1% раствор.

Колба мерная вместимостью 500 мл. Бюретка вместимостью 25 мл. Цилиндр мерный вместимостью 10 мл. Колба коническая вместимостью 250—300 мл. Весовой стаканчик.

Выполнение работы

Рассчитывают объем концентрированной хлороводородной кислоты (HCl) плотностью $1,17 \text{ г/см}^3$, необходимый для приготовления 500 мл 0,1 М раствора. Рассчитанный объем кислоты (4,5—4,6 мл) переносят в мерную колбу вместимостью 500 мл, ополаскивают мерный цилиндр 2—3 раза дистиллированной водой. Сливая промывную жидкость в ту же колбу. Разбавляют раствор водой до метки и тщательно перемешивают.

Для определения точной концентрации кислоты используют тетраборат натрия $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ (бур), карбонат натрия и другие вещества.

Расчет навески буры на одно титрование (расход кислоты — 20 мл) проводят по уравнению реакции (1):

$$m(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = [V(\text{HCl})V(\text{HCl})/1000] \cdot M(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O})/2 = \\ = (0,1 \cdot 20)/1000 \cdot 381,4/2 \approx 0,38 \text{ г}.$$

Методом отсыпания взвешивают несколько точных навесок буры ($0,38 \pm 0,04 \text{ г}$) в конические колбы для титрования.

В каждую колбу приливают приблизительно по 20 мл дистиллированной воды, перемешивают до растворения всех кристаллов буры и вводят 1—2 капли индикатора метилового оранжевого.

Бюретку ополаскивают 2—3 раза несколькими миллилитрами (2—3 мл) приготовленного раствора кислоты, заполняют и, установив уровень кислоты в бюретке на нуле, приступают к титрованию. Кислоту добавляют сначала быстро (до 15 мл), все время, перемешивая круговыми движениями содержимое колбы, а затем по каплям до перехода окраски от желтой к оранжевой. Делают отсчет объема кислоты, затраченного на титрование (с точностью до сотых долей миллилитра), и записывают в журнал. Для титрования второй навески буры снова доливают кислоту и

бюретку, устанавливают уровень раствора на нулевом делении и титруют вторую навеску, а затем третью. Рассчитывают молярную концентрацию раствора хлороводородной кислоты для каждой навески по формуле:

$$C(\text{HCl}) = \frac{m(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) \cdot 1000 \cdot 2}{M(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O})V(\text{HCl})}$$

Если расхождение между отдельными определениями не превышает 0,2—0,3 %, берут среднее значение молярной концентрации HCl из трех результатов.

Работа № 7. Определение карбонатной жесткости воды

Жесткость обусловлена присутствием в воде растворимых солей кальция и магния.

Карбонатная жесткость зависит от содержания в воде гидрокарбонатов кальция и магния. Она почти полностью устраняется кипячением, при котором гидрокарбонаты разлагаются:

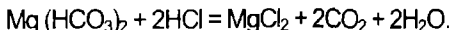
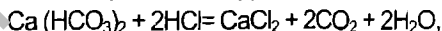


поэтому карбонатную жесткость называют также **устранимой** или **временной**.

Некарбонатная жесткость вызывается присутствием в воде сульфатов, а также хлоридов кальция и магния. Кипячением она не устраняется и поэтому называется **постоянной**. Сумма карбонатной и некарбонатной жесткости дает **общую жесткость воды**.

Жесткость принято выражать количеством миллимоль солей кальция и магния, содержащихся в 1 л воды. (Практически при этом указывают молярную концентрацию раствора солей, умноженную на 1000).

Карбонатную жесткость определяют титрованием определенного объема воды рабочим раствором соляной кислоты с метиловым оранжевым. Химизм процесса выражается уравнениями:



Ход определения

В коническую колбу отмеряют пипеткой 100,0 мл анализируемой воды, прибавляют 2—3 капли метилового оранжевого и титруют рабочим раствором соляной кислоты до перехода желтой окраски индикатора в бледно-розовую. Повторяют титрование 2—3 раза и из сходящихся отсчетов берут среднее. Удобно выполнять титрование со «свидетелем».

Чтобы вычислить карбонатную жесткость в моль/л воды, находят молярную концентрацию раствора солей и умножают ее на 1000:

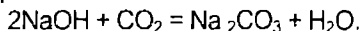
$$Ж(\text{карбон.}) = (V_{\text{HCl}} C_{\text{HCl}} / V_{\text{H}_2\text{O}}) 1000.$$

Допустим, что на титрование 100 мл воды пошло в среднем 12,25 мл 0,1016 М раствора соляной кислоты. Тогда

$$Ж(\text{карбон.}) = (12,25 \cdot 0,1016 / 100) \cdot 1000 = 12,45 \text{ ммоль/л.}$$

Работа № 8. Определение NaOH и Na₂CO₃ при совместном присутствии

Как известно, твердые щелочи поглощают из воздуха CO₂, превращаясь в соответствующие карбонаты:

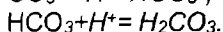
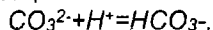


Вследствие этого раствор гидроксида натрия всегда содержит примесь Na₂CO₃. В некоторых случаях необходимо знать содержание NaOH и Na₂CO₃ при их совместном присутствии в растворе.

Определение содержания NaOH и Na₂CO₃ в их смеси может быть выполнено двумя методами, основанными на различных принципах.

1. Метод фиксирования двух точек стехиометричности

При титровании раствора Na₂CO₃ раствором HCl протекают следующие реакции:



Первую точку стехиометричности (pH=8,34) можно зафиксировать, используя индикатор фенолфталеин. Значение pH во второй точке стехиометричности (pH=4) совпадает с показателем титрования метилового оранжевого.

Следовательно, в присутствии фенолфталеина оттитровывается лишь половина Na₂CO₃, в присутствии метилового оранжевого — весь Na₂CO₃. С фенолфталеином оттитрована вся щелочь и половина Na₂CO₃, с метиловым оранжевым — вся щелочь и весь карбонат натрия. Результаты титрования исследуемого раствора с этими двумя индикаторами позволяют вычислить содержание NaOH и Na₂CO₃.

Реагенты и оборудование:

- HCl 0,1 М, раствор;
- индикаторы — фенолфталеин;
- бюретка;
- мерная колба (100 мл);
- пипетки;
- колбы для титрования.

Методика определения и расчет

Анализируемую смесь NaOH и Na₂CO₃ помещают в мерную колбу, разбавляют до метки дистиллированной водой, не содержащей CO₂, и тщательно перемешивают. Отмеривают пипеткой 20 мл полученного раствора и, прибавив к

нему 2 капли раствора фенолфталеина, титруют стандартным 0,1 М раствором HCl до исчезновения пурпурной окраски раствора от одной капли титранта.

Объем кислоты, затраченный на это титрование, записывают

Затем прибавляют к анализируемому раствору 4 капли метилового оранжевого (при этом раствор окрасится в желтый цвет) и продолжают титрование до появления не исчезающей розовой окраски. Снова делают отсчет по бюретке.

Точное титрование повторяют 3 раза и из полученных результатов находят среднее.

Для проведения расчета введем обозначения:

- C_{HCl} — молярная концентрация раствора кислоты, моль/л;
- V_{1HCl} — объем раствора кислоты, затраченный на титрование, мл;
- V_{2HCl} — общий объем раствора кислоты, затраченный на титрование, мл;
- V_k — объем мерной колбы, мл;
- $V_{пип}$ — объем пипетки, мл;
- $M(NaOH)$ и $M(Na_2CO_3)$ — молярные массы $NaOH$ и Na_2CO_3 г/моль;
- Следовательно, $(V_{2HCl} - V_{1HCl})$ — объем раствора кислоты, затраченный на титрование половины Na_2CO_3 ;
- $2(V_{2HCl} - V_{1HCl})$ — объем раствора кислоты, затраченный на титрование всего Na_2CO_3 ;
- $[V_{2HCl} - 2(V_{2HCl} - V_{1HCl})]$ — объем раствора кислоты, затраченный на титрование $NaOH$.

Молярная концентрация анализируемого раствора относительно Na_2CO_3 и $NaOH$ рассчитывается из соотношений:

$$C_{Na_2CO_3} = \frac{C_{HCl} [V_{2HCl} - V_{1HCl}]}{V_{пип}},$$

$$C_{NaOH} = \frac{C_{HCl} [V_{2HCl} - 2(V_{2HCl} - V_{1HCl})]}{V_{пип}}.$$

Тогда количество Na_2CO_3 ($m_{Na_2CO_3}$) и $NaOH$ (m_{NaOH}) в объеме мерной колбы (в граммах) составит соответственно:

$$m_{Na_2CO_3} = \frac{C_{Na_2CO_3} M(Na_2CO_3) V_k}{1000},$$

$$m_{NaOH} = \frac{C_{NaOH} M(NaOH) V_k}{1000}.$$

2. Метод с применением осаждения CO_3^{2-} -ионов

Одну порцию исследуемого раствора титруют стандартным раствором HCl с метиловым оранжевым, а в другой предварительно осаждают CO_3^{2-} -ионы, прибавляя раствор $BaCl_2$. Затем, не отфильтровав осадок $BaCO_3$, титруют эту порцию раствора с фенолфталеином. Первое титрование дает объ-

ем титранта (V_{HCl}), затраченный на нейтрализацию суммы Na_2CO_3 и NaOH , второе титрование — объем стандартного раствора ($V_{2\text{HCl}}$), израсходованный на титрование только NaOH . Разность ($V_{2\text{HCl}} - V_{1\text{HCl}}$) дает объем раствора кислоты, затраченный на нейтрализацию Na_2CO_3 . Этот метод более точен, чем предыдущий.

Реагенты и оборудование:

- HCl 0,1 М раствор;
- индикаторы — фенолфталеин;
- бюретки;
- мерная колба (100 мл);
- пипетки;
- колбы для титрования;
- BaCl_2 , 0,1 М раствор.

Методика определения и расчет

Раствор, содержащий смесь NaOH и Na_2CO_3 , разбавляют в мерной колбе до метки дистиллированной водой, не содержащей CO_2 , и тщательно перемешивают. Отмеривают пипеткой аликвотную часть раствора (10—20 мл) и, прибавив к нему 1—2 капли раствора метилового, оранжевого, титруют стандартным 0,1 М раствором HCl . Точное титрование повторяют 3 раза и из полученных результатов находят среднее. Затем, отмерив пипеткой 10—20 мл раствора, прибавляют к нему 5—10 мл 1 М BaCl_2 и 8—10 капель фенолфталеина. Не отфильтровывая осадок BaCO_3 , оттитровывают стандартным 0,1 М раствором HCl , осторожно перемешивая его, до исчезновения пурпурной окраски раствора от одной капли титранта. Точное титрование повторяют 3 раза и из полученных результатов находят среднее.

Тогда содержание Na_2CO_3 ($m_{\text{Na}_2\text{CO}_3}$) и NaOH (m_{NaOH}) в объеме мерной колбы (в граммах) составит соответственно:

$$m_{\text{Na}_2\text{CO}_3} = \frac{C_{\text{HCl}} (V_{2\text{HCl}} - V_{1\text{HCl}}) M(\text{Na}_2\text{CO}_3) V_k}{1000 V_{\text{пип}}},$$

$$m_{\text{NaOH}} = \frac{C_{\text{HCl}} V_{2\text{HCl}} M(\text{NaOH}) V_k}{1000 V_{\text{пип}}}.$$

КОМПЛЕКСОМЕТРИЧЕСКОЕ ТИТРОВАНИЕ

Комплексометрия основана на реакциях образования комплексов. Из множества реакций с участием неорганических (монодентатных) лигандов в титриметрии применяют реакции образования галогенидов ртути (II), фторидов алюминия, циркония, тория и цианидов некоторых тяжелых металлов (Ni , Co , Zn). На образовании этих комплексов основаны методы меркуриметрии, фторидометрии и цианидометрии.

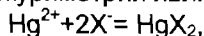
Реакции комплексообразования с участием органических (полиидентатных) лигандов используются в методе, получившем название комплексонометрии (хелатометрии).

Точка стехиометричности фиксируется с помощью индикаторов, химически взаимодействующих с избытком титранта (например, в меркуриметрии) или с помощью металлохромных индикаторов (в хелатометрии).

Титрование проводят прямым методом и косвенными, используя обратное или вытеснительное титрование.

МЕРКУРИМЕТРИЯ

Основной реакцией в меркуриметрии является реакция



где X^- Cl^- , Br^- , SCN^- и некоторые другие ионы.

В результате образуются малодиссоциированные соединения ртути (II).

Наиболее часто применяемым титрантом в методе меркуриметрии является раствор нитрата ртути $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$, точную концентрацию которого устанавливают по титрованному раствору $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

В качестве индикатора используют пентагидроксинитрозоферрат натрия (нитропруссид натрия) $\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}]$ или дифенилкарбазон.

Нитропруссид натрия образует с ионами $\text{Hg}(\text{II})$ белый мелкокристаллический осадок $\text{Hg}[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}]$, точку стехиометричности устанавливают по появлению исчезающей белой пуги в растворе. Титрование с дифенилкарбазоном проводят до появления сине-фиолетовой окраски раствора.

Определение анионов можно проводить методом прямого титрования в кислой среде. Одним из наиболее важных практических применений меркуриметрии является определение хлорид-иона в природных и сточных водах, а также анализ органических соединений на содержание хлора, анализ биологических жидкостей, медицинских проб и других объектов на содержание галогенидов, тиоцианатов и цианидов различных металлов.

Прямые меркуриметрические определения хлорид- и бромид-ионов выполняются с погрешностью, не превышающей 0,1%; погрешность других меркуриметрических методов составляет 0,3—0,5%.

Работа № 9. Приготовление и стандартизация раствора нитрата ртути (II)

Нитрат ртути (II) гигроскопичен, поэтому нельзя приготовить стандартный раствор по точной навеске этого вещества. Обычно сначала готовят раствор нитрата ртути приблизительно требуемой концентрации, а затем стандартизируют его по 0,1 М раствору NaCl .

Реагенты и оборудование:

- $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 1/2 \text{H}_2\text{O}$ твердый;

- HNO_3 , 6 М раствор;
- NaCl , 0,1 М раствор;
- индикаторы — нитропруссид натрия (10% раствор) или дифенилкарбазон (1—2% спиртовой раствор);
- технические весы;
- воронка;
- мерная колба емкостью 1 л;
- бюретка;
- пипетки емкостью 10 и 20 мл;
- колбы для титрования.

Методика определения и расчет

Отвешивают в бюксе на технических весах 17 г $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 1\frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$. Вавеску переносят в мерную колбу емкостью 1 л, добавляют 20 мл 6 М раствора HNO_3 (для предупреждения гидролиза соли ртути) и немного воды. Когда соль полностью растворится, доводят объем раствора до метки водой и хорошо перемешивают. Получают приблизительно 0,05 М раствор $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$. Заполняют этим раствором бюретку.

В колбу для титрования отбирают пипеткой 10–20 мл 0,1 М раствора NaCl , добавляют 6 капель раствора нитропруссид-натрия (или 1 мл раствора дифенилкарбазона) и титруют раствором $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ до появления не исчезающей белой мути от образования нитропруссид-ртути (или до появления не исчезающей сине-фиолетовой окраски раствора). Титрование проводят до получения трех сходящихся результатов. Для расчета находят среднее. Расчет проводят по формуле:

$$C_{\text{Hg}(\text{NO}_3)_2} = \frac{C_{\text{NaCl}} V_{\text{NaCl}}}{2 V_{\text{Hg}(\text{NO}_3)_2}},$$

где $C_{\text{Hg}(\text{NO}_3)_2}$, C_{NaCl} — молярные концентрации NaCl и $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ соответственно, моль/л;

V_{NaCl} — объем раствора NaCl , взятый для титрования, мл;

$V_{\text{Hg}(\text{NO}_3)_2}$ — объем раствора $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$, затраченный на титрование, мл.

Работа № 10. Определение хлорид-ионов в воде

Определение хлорид-ионов меркуриметрическим методом основано на том же принципе, что и стандартизация раствора нитрата ртути (II) по хлориду натрия. При добавлении раствора нитрата ртути (II) к раствору хлорида ионы Hg^{2+} образуют слабодиссоциирующие комплексы с хлорид-ионами: HgCl_4^{2-} , HgCl_3^- , HgCl_2 и HgCl^+ . Наиболее устойчивый из них HgCl_2 , и как только хлорид в растворе превращается в это соединение, резко возрастает концентрация свободных ионов Hg^{2+} , которые можно обнаружить с помощью подходящего индикатора.

$$\text{Hg}^{2+} + 2\text{Cl}^- \rightleftharpoons \text{HgCl}_2 \text{ (малодиссоциированное соединение).}$$

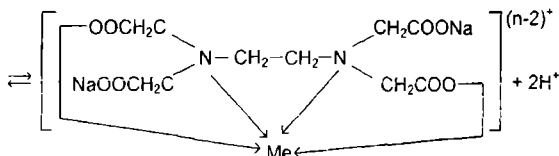
- $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$, 0,05 М раствор;
- HNO_3 , 2 М раствор;
- индикаторы — нитропруссид натрия (10% раствор) или дифенилкарбазон (1—2% спиртовой раствор);
- бюретка;
- Пипетки емкостью 10, 20 и 100 мл;
- Колбы для титрования.

Отбирают в колбу для титрования 100 мл анализируемой воды, прибавляют 10 мл 2 М раствора HNO_3 и 6 капель раствора нитропруссид натрия (или 1 мл раствора дифенилкарбазона). Титруют полученную смесь 0,05 М раствором нитрата ртути (II) до появления не исчезающей белой муты (или до появления не исчезающей сине-фиолетовой окраски раствора). Титрование проводят до получения трех сходящихся результатов, для расчета берут среднее.

$$m_{Cl} = \frac{2 \cdot C_{Hg(NO_3)_2} \cdot V_{Hg(NO_3)_2} \cdot M(Cl^-)}{1000},$$

$M(\text{Cl}^-)$ — молярная масса хлорида, г/моль.

$$\begin{array}{c} \text{HOOCH}_2\text{C} \\ \text{NaOOCH}_2\text{C} \end{array} \text{N}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{N} \begin{array}{c} \text{CH}_2\text{COONa} \\ \text{CH}_2\text{COOH} \end{array} \cdot \text{H}_2\text{O} \quad (\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y})$$

$$\begin{array}{c} \text{HOOCH}_2\text{C} \\ \text{NaOOCH}_2\text{C} \end{array} \text{N}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{N} \begin{array}{c} \text{CH}_2\text{COONa} \\ \text{CH}_2\text{COOH} \end{array} + \text{Me}^{n+} \rightleftharpoons$$


Металл замещает ионы водорода карбоксильных групп и связывается одновременно координационной связью с атомами азота. Независимо от заряда катиона в реакции комплексообразования принимает участие один анион H_2Y^{2-} и происходит выделение двух ионов водорода.

Для установления точки сехиометричности в комплексонометрии применяются так называемые металлоиндикаторы. Металлоиндикаторы – органические красители, образующие с ионами металлов окрашенные комплексные соединения, менее прочные, чем комплексы этих металлов с комплексоном.

В точке стехиометричности происходит полное разрушение комплекса металла с индикатором, и раствор приобретает окраску самого индикатора (комплексы металлов с комплексоном в большинстве случаев бесцветны).

Стандартный раствор трилона Б готовят по точной навеске вещества растворением соли $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Для приготовления 1 л раствора (0,05 М) необходимо взвесить 18,61 г трилона Б (либо готовится из фиксанала).

Реагенты и оборудование:

- 30

- мерная колба емкостью 1 л;
- бюретка;
- пипетки емкостью 10, 20 мл;
- колбы для титрования.

Методика определения и расчет

Взвешивают 18,61 г препарата $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, переносят в мерную колбу емкостью 1 л, растворяют в дистиллированной воде, доводят раствор до метки. Заполняют полученным раствором бюретку.

Пипеткой отбирают 10—20 мл стандартного 0,05 М раствора MgSO_4 (или ZnSO_4) и помещают в колбу для титрования. Прибавляют 10 мл аминного буферного раствора ($\text{pH} = 10$) и на кончике шпателя немного индикатора эриохром черного Т. Раствор окрашивается в винно-красный цвет. Разбавляют раствор дистиллированной водой до объема приблизительно 50 мл и титруют раствором трилона Б до перехода окраски из винно-красной в четко синюю. В конце титрования прибавляют раствор трилона Б по одной капле, чтобы красноватый оттенок окраски исчез. Если возникло сомнение, следует ли закончить титрование, делают отсчет и добавляют еще одну каплю раствора. Если при этом окраска изменится, титрование еще не закончено.

Титрование повторяют до получения трех сходящихся результатов и для расчета берут среднее.

Расчет проводят по формуле: $C_{\text{тр.Б}} \cdot V_{\text{тр.Б}} = C_{\text{MgSO}_4} \cdot V_{\text{MgSO}_4}$, где $C_{\text{тр.Б}}$ и C_{MgSO_4} — молярные концентрации растворов трилона Б и MgSO_4 соответственно, моль/л; V_{MgSO_4} — объем раствора MgSO_4 , взятый для титрования, мл; $V_{\text{тр.Б}}$ — объем раствора трилона Б, затраченный на титрование, мл.

Работа № 12. Определение кальция и магния при совместном присутствии

Константы устойчивости этилендиаминтетраацетатов кальция и магния различаются на 2 порядка (логарифмы констант устойчивости равны 10,7 и 8,7 для кальция и магния соответственно при 20 °С и ионной силе 0,1). Поэтому эти ионы нельзя оттитровать отдельно, используя только различие в константах устойчивости комплексонатов. При $\text{pH} = 10$ в качестве металлоиндикаторов используют эриохром черный Т. При этих условиях определяют сумму кальция и магния. В другой аликвотной части создают $\text{pH} > 12$, вводят NaOH , при этом магний осаждается в виде гидроксида, его не отфильтровывают, и в растворе определяют комплексонометрически кальций в присутствии мурексида, флуорексона или кальциона, являющихся металлоиндикаторами на кальций. Магний определяют по разности.

Метод пригоден для определения жесткости воды. Следы тяжелых металлов титруются совместно с кальцием и магнием: поэтому их маскируют перед титрованием цианидом калия или осаждают сульфидом натрия либо диэтилдитиокарбаминатом натрия. Практически все ионы, прису-

тствующие в воде, можно замаскировать цианидом калия и триэтаноламином; не маскируются щелочные металлы, кальций и магний.

Реагенты:

- ЭДТА, 0,0500 М стандартный раствор;
- аммиачный буферный раствор с $pH=10$ (67 г NH_4Cl и 570 мл 25% NH_3 в 1 л раствора);
- $NaOH$ или KOH , 2 М растворы.

Металлоиндикаторы: эриохромовый черный Т; мурексид; флуорексон; кальцион (смеси с хлоридом натрия в соотношении 1:100).

Выполнение определения

1. Определение суммы кальция и магния

Отбирают пипеткой 10,00 мл анализируемого раствора из мерной колбы вместимостью 100 мл в коническую колбу для титрования вместимостью 100 мл, прибавляют 2—3 мл буферного раствора с $pH=10$, 15 мл воды, перемешивают и прибавляют на кончике шпателя 20—30 мг смеси эриохромового черного Т и хлорида натрия. Перемешивают до полного растворения индикаторной смеси и титруют раствором ЭДТА до изменения окраски раствора из винно-красной в голубую. На титрование суммы кальция и магния идет объем раствора ЭДТА, равный $V''_{ЭДТА}$.

2. Определение кальция

Отбирают пипеткой 10,00 мл анализируемого раствора в коническую колбу вместимостью 100 мл, прибавляют 2—3 мл раствора $NaOH$ или KOH , вводят 20—30 мг индикаторной смеси мурексида, флуорексона или кальциона с хлоридом натрия и титруют раствором ЭДТА до изменения окраски раствора от одной капли раствора ЭДТА. Отмечают объем раствора ЭДТА ($V'_{ЭДТА}$), взятого на титрование.

Изменение окраски в конечной точке титрования зависит от выбранного металлоиндикатора. При использовании мурексида окраска изменяется из розовой в фиолетовую; при использовании флуорексона — из желтой с зеленой флуоресценцией в бесцветную или розовую с резким уменьшением интенсивности флуоресценции; при использовании кальциона — из бледно-желтой в оранжевую. В последнем случае щелочную среду создают только 2 М раствором KOH . Содержание ионов кальция рассчитывают по формуле:

$$m_{Ca^{2+}} = \frac{C_{ЭДТА} \cdot V'_{ЭДТА} \cdot M(Ca^{2+}) \cdot V_k}{1000 V_{пип}}$$

3. Определение магния

Объем титранта, израсходованный на титрование магния, вычисляют по разности объемов ЭДТА, пошедшей на титрование при $pH=10$ $V''_{ЭДТА}$ и при $pH=12$ ($V'_{ЭДТА}$).

$$m_{Mg^{2+}} = \frac{C_{ЭДТА} (V''_{ЭДТА} - V'_{ЭДТА}) \cdot M(Mg^{2+}) \cdot V_k}{1000 V_{пип}}$$

Работа № 13. Определение железа (III)

Определение основано на образовании устойчивого комплексного соединения Fe (III) с ЭДТА ($\lg \beta = 24,23$). Титрование проводят в кислой среде в присутствии специфического для железа металлохромного индикатора — сульфосалициловой кислоты, которая образует при pH 2—3 моносульфосалицилат железа $[\text{FeSSal}]^+$, имеющий фиолетово-розовую окраску.

Реагенты и оборудование:

- ЭДТА, 0,05 М раствор;
- H_2O_2 , 3% раствор;
- аммиак, 25% раствор;
- HCl: 4 М и 6 М растворы;
- индикатор — сульфосалициловая кислота (25% раствор);
- бюретка;
- пипетки емкостью 10, 20 мл;
- колбы для титрования.

Методика определения и расчет

Отбирают пипеткой 10—20 мл анализируемого раствора и переносят в колбу для титрования. Если возможно присутствие Fe (II), его следует окислить, прокипятив раствор с H_2O_2 . После охлаждения раствор осторожно нейтрализуют, прибавляя по каплям при энергичном перемешивании 25% раствор аммиака до появления слабой муты, которую растворяют в 1—2 каплях 6 М HCl. Затем прибавляют к раствору 4 мл 4 М HCl, разбавляют его дистиллированной водой до объема 25 мл, добавляют 4 капли 25% раствора сульфосалициловой кислоты и титруют по каплям раствором ЭДТА до перехода красно-фиолетовой окраски сульфосалицилата железа в светло-желтую (или бесцветную), характерную для комплексного соединения железа. Вблизи точки стехиометричности прибавлять раствор ЭДТА следует медленно.

Расчет содержания железа (III) ($m_{\text{Fe}^{3+}}$) в граммах проводят по формуле:

$$m_{\text{Fe}^{3+}} = \frac{C_{\text{ЭДТА}} V_{\text{ЭДТА}} M(\text{Fe}^{3+}) V_{\text{к}}}{1000 V_{\text{пип}}},$$

где $C_{\text{ЭДТА}}$ — молярная концентрация раствора ЭДТА, моль/л;

$V_{\text{ЭДТА}}$ — объем раствора ЭДТА, пошедший на титрование, мл;

$V_{\text{к}}$ — объем мерной колбы, мл;

$V_{\text{пип}}$ — объем пипетки, мл;

$M(\text{Fe}^{3+})$ — молярная масса ионов железа (III), г/моль.

Работа № 14. Определение меди (II)

Комплексонометрическое определение меди (II) проводят в кислой среде (при $pH=5$) в присутствии индикатора пиридилазонафтола (ПАН). Для ускорения реакции титрование проводят в горячем растворе либо в растворах, содержащих 50% этанола, метанола или ацетона.

Точку стехиометричности фиксируют в момент изменения окраски раствора из темно-фиолетовой (окраска комплекса $Cu(II)$ с ПАН) — в канареечно-желтую (окраска свободного индикатора в слабокислой среде).

Реагенты и оборудование:

- ЭДТА, 0,05 М раствор;
- индикатор — ПАН (1% раствор в этаноле);
- ацетатный буферный раствор ($pH = 5$);
- этанол;
- бюретка;
- пипетки емкостью 10, 20 мл;
- колбы для титрования.

Методика определения и расчет

Пипеткой отбирают 10—20 мл нейтрального анализируемого раствора и переносят в колбу для титрования. Добавляют 5 мл ацетатного буферного раствора и 3—5 капель раствора индикатора. Тотчас доводят раствор до кипения и титруют раствором ЭДТА до резкого перехода окраски из темно-фиолетовой в канареечно-желтую. Вместе нагревания раствор можно разбавлять спиртом (от 30 до 50%) и титровать при комнатной температуре.

Расчет содержания меди (II) ($m_{Cu^{2+}}$) в граммах проводят по формуле:

$$m_{Cu^{2+}} = \frac{C_{ЭДТА} \cdot V_{ЭДТА} \cdot M(Cu^{2+}) V_k}{1000 V_{пип}},$$

где $C_{ЭДТА}$ — молярная концентрация раствора ЭДТА, моль/л;

$V_{ЭДТА}$ — объем раствора ЭДТА, пошедший на титрование, мл;

V_k — объем мерной колбы, мл;

$V_{пип}$ — объем пипетки, мл;

$M(Cu^{2+})$ — молярная масса ионов железа (III), г/моль.

ОКИСЛИТЕЛЬНО-ВОССТАНОВИТЕЛЬНОЕ ТИТРОВАНИЕ (РЕДОКСИМЕТРИЯ)

В основе этих методов титриметрического анализа лежит взаимодействие веществ, сопровождающееся изменением степени окисления входящих в их состав элементов.

Необходимым условием протекания реакции является наличие разности потенциалов у реагирующих пар. Процесс титрования сопровождается из-

менением потенциала системы, которое сначала идет медленно, а около точки стехиометричности резко — скачком.

Конечная точка титрования может быть зафиксирована несколькими способами:

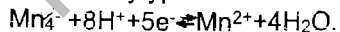
- с помощью индикаторов, окисляющихся при определенном значении потенциала системы (с образованием окрашенных продуктов);
- с помощью индикаторов, дающих специфические реакции с титруемым веществом или с титрантом;
- по изменению окраски раствора титранта.

Прямые методы редоксиметрии дают возможность с помощью стандартных растворов окислителей определять различные восстановители: соединения железа (II), марганца (II), олова (II), йодиды, сульфиды, сульфиты, нитриты, различные органические восстановители. И наоборот, при использовании титрантов-восстановителей можно определять различные окислители: соединения железа (III), меди (II), хроматы и дихроматы, свободные галоиды и т. п. Косвенные окислительно-восстановительные методы позволяют также определять вещества, не обладающие окислительно-восстановительными свойствами, но реагирующие с окислителями или восстановителями в стехиометрических отношениях с образованием осадков или комплексных соединений, например, соединения кальция (реагируют с CrO_4^{2-} -ионами с образованием осадка оксалата кальция), соединения бария (образуют с CrO_4^{2-} — ионами осадок хромата бария) и т. п. Определение таких веществ проводят по количеству прореагировавшего с ними окислителя или восстановителя.

Название методов определяется названием титрантов: перманганометрия, дихроматометрия, йодометрия, титанометрия и т. п.

ПЕРМАНГАНОМЕТРИЯ

Метод основан на применении в качестве титранта стандартного раствора перманганата калия. Перманганат является сильным окислителем, в зависимости от pH среды он восстанавливается до ионов Mn^{2+} (pH < 4), $\text{MnO}(\text{OH})_2$ (pH 5-8), ионов MnO_4^{2-} (pH > 9). Чаще всего используется окисление перманганатом в кислой среде. Реакция восстановления перманганата идет по этому уравнению:



Стандартный окислительный потенциал пары $\text{E}^0 \text{MnO}_4^-/\text{Mn}^{2+} = 1,51\text{В}$ велик, следовательно, перманганат в кислой среде может быть использован для прямого определения большого числа восстановителей. При анализе окислителей применяется метод обратного титрования. К раствору анализируемого окислителя вливают избыток стандартного раствора восстанови-

теля, а затем не вступившее в реакцию избыточное количество этого восстановителя оттитровывают стандартным раствором KMnO_4 .

Определение проводится в сернокислой среде (в среде HCl возможна сопряженная реакция окисления $\text{Cl}^- \rightleftharpoons \text{Cl}^0$).

Перманганатометрия — безиндикаторный, метод титрования, точка стехиометричности фиксируется по появлению розовой окраски раствора от добавления первой избыточной капли окрашенного титранта.

Работа № 15. Приготовление и стандартизация раствора перманганата калия

Стандартный раствор перманганата калия нельзя приготовить по точной навеске кристаллического препарата, так как в нем всегда содержится некоторое количество MnO_2 и другие продукты разложения.

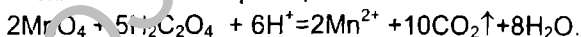
Вначале готовят приблизительно 0,01 М раствор и выдерживают его в темной склянке в течение 7—10 дней. За это время происходит окисление восстановителей, присутствующих в дистиллированной воде (пыль, следы органических соединений и т. д.), сама вода частично восстанавливает перманганат



(такое же действие оказывает и прямой солнечный свет). Для ускорения этих процессов раствор перманганата калия иногда кипятят. По истечении 7—10 дней раствор KMnO_4 осторожно сливают с осадка или фильтруют через стеклянный фильтр.

В качестве первичных стандартов для установления точной концентрации раствора перманганата используют оксалат натрия $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$, щавелевую кислоту $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, оксид мышьяка — (III) As_2O_3 , металлическое железо и др.

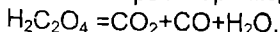
Реакция взаимодействия перманганата калия со щавелевой кислотой относится к автокаталитическим реакциям:



Она катализируется ионами Mn^{2+} . Первые капли перманганата даже при прибавлении к горячему раствору щавелевой кислоты обесцвечиваются очень медленно. В ходе титрования концентрация ионов Mn^{2+} возрастает, и скорость реакции увеличивается: реакция сама себе поставяет катализатор.

Стандартный раствор щавелевой кислоты (или оксалата натрия) можно приготовить из фиксанала или по точной навеске.

Щавелевая кислота и оксалаты в растворе медленно разлагаются:



Этот процесс ускоряется на свету, поэтому растворы оксалатов рекомендуется хранить в темных склянках. Подкисленные растворы оксалатов более устойчивы, чем нейтральные или щелочные.

Реагенты и оборудование:

- $H_2C_2O_4$, 0,01 М раствор;
- H_2SO_4 , 1 М раствор;
- бюретка;
- пипетки емкостью 10,20 мл;
- мерный цилиндр емкостью 50—100 мл.;
- колбы для титрования;
- электрическая плитка.

Методика определения и расчет

Отбирают пипеткой в колбу для титрования 10—20 мл приготовленного стандартного раствора щавелевой кислоты, прибавляют 10—15 мл 1 М раствора H_2SO_4 и нагревают до 60—70°C (не кипятят, так как при кипячении щавелевая кислота разлагается).

Далее к горячему раствору щавелевой кислоты по каплям прибавляют из бюретки раствор $KMnO_4$. Каждую следующую каплю прибавляют только после того, как исчезнет окраска от предыдущей капли. Титрование проводят медленно — до появления не исчезающей бледно-розовой окраски.

Точное титрование проводят не менее трех раз и из сходящихся результатов берут среднее значение.

Концентрацию раствора перманганата находят по формулам (согласно стехиометрическому соотношению реагирующих веществ):

$$C_{KMnO_4} = \frac{C_{H_2C_2O_4} \cdot V_{H_2C_2O_4}}{V_{KMnO_4}} \cdot \frac{2}{5}$$

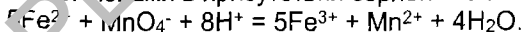
где C_{KMnO_4} и $C_{H_2C_2O_4}$ — молярные концентрации растворов, моль/л;

$V_{H_2C_2O_4}$ — объем раствора щавелевой кислоты, мл;

V_{KMnO_4} — объем раствора перманганата калия, пошедший на титрование, мл.

Работа № 16. Определение железа в растворе соли Мора

Титрование железа (II) раствором перманганата имеет большое практическое значение для определения железа в сплавах, рудах, металлах, солях, силикатах. Метод основан на реакции окисления ионов железа (II) перманганат-ионами в присутствии серной кислоты:



Таким способом можно определить, к примеру, содержание железа в соли Мора $(NH_4)_2SO_4 \cdot FeSO_4 \cdot 6H_2O$.

Реагенты и оборудование:

- $KMnO_4$, 0,01 М раствор;
- H_2SO_4 , 1 М раствор;
- бюретка;
- пипетки емкостью 10, 20 мл;

- мерная колба емкостью 100 мл;
- мерный цилиндр емкостью 50—100 мл;
- колбы для титрования.

Методика определения и расчет

Исследуемый раствор соли Мора разбавляют в мерной колбе до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Отбирают пипеткой в колбу для титрования 10—20 мл этого раствора, подкисляют 10—15 мл 1 М серной кислотой и титруют на холоде раствором KMnO_4 до появления бледно-розовой окраски от одной избыточной капли реагента.

Титрование повторяют 2—3 раза и из полученных результатов находят среднее.

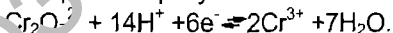
Количество железа $m_{\text{Fe}}(\text{г})$ вычисляют по формуле (учитывая коэффициенты стехиометрии):

$$m_{\text{Fe}} = \frac{C_{\text{KMnO}_4} \cdot V_{\text{KMnO}_4} \cdot M(\text{Fe}) V_{\text{к}}}{1000 V_{\text{пип}}} \cdot 5,$$

где $C(\text{KMnO}_4)$ — молярная концентрация раствора KMnO_4 , моль/л;
 $V(\text{KMnO}_4)$ — объем раствора KMnO_4 , пошедший на титрование, мл;
 $V_{\text{к}}$ — объем мерной колбы, мл;
 $V_{\text{пип}}$ — объем пипетки, мл;
 $M(\text{Fe})$ — молярная масса ионов железа, г/моль.

ДИХРОМАТОМЕТРИЯ

Метод дихроматометрии основан на применении в качестве титранта раствора дихромата калия $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$. В кислой среде ион $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ является сильным окислителем, восстанавливаясь в присутствии восстановителей до иона Cr^{3+} :



Стандартный окислительный потенциал пары $\text{E}^0(\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}/2\text{Cr}^{3+}) = +1,33\text{В}$. Сопоставление этой величины со стандартным потенциалом $\text{E}^0(\text{Cl}_2/2\text{Cl}^-) = +1,36\text{В}$ показывает, что ионы $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ не будут являться окислителями по отношению к ионам Cl^- и, следовательно, титрование раствором дихромата калия можно проводить в соляно-кислых растворах (дихромат калия окисляет соляную кислоту только при концентрации ее более 2 М и при кипячении раствора). Это является существенным преимуществом метода дихроматометрии по сравнению с перманганатометрией.

Важным преимуществом дихроматометрии является также стойкость растворов дихромата калия и возможность приготовления растворов по точной навеске вещества. Недостатками дихроматометрии является более сложный по сравнению с методом перманганатометрии способ установления конца титрования и необходимость применения индикаторов.

В качестве индикаторов в методе дихроматометрии чаще всего применяют дифениламин, дифениламинсульфонат натрия (или бария) и фенилантраниловую кислоту

Наиболее важным является применение дихроматометрии для определения железа в рудах, сплавах, шлаках и тому подобных веществах.

Работа № 17. Приготовление стандартного раствора $K_2Cr_2O_7$

Дихромат калия отвечает требованиям, предъявляемым к стандартным веществам, поэтому стандартный раствор его можно приготовить, исходя из точной навески перекристаллизованной соли или из фиксаля.

Реагенты и оборудование:

- $K_2Cr_2O_7$, кристаллический;
- мерная колба емкостью 1 л;
- бюкс стеклянный (для взвешивания);
- аналитические весы;
- разновесы.

Работа № 18. Определение содержания железа (II)

Определение основано на прямом титровании ионов Fe (II) стандартным раствором дихромата в серно-кислой или соляно-кислой среде в присутствии фосфорной кислоты:



В качестве индикатора применяют дифениламин или фенилантраниловую кислоту.

Стандартный потенциал пары Fe^{3+}/Fe^{2+} ($E^0=+0,77$ В) довольно близок к стандартному окислительному потенциалу дифениламина ($E^0=+0,76$ В), поэтому дифениламин частично окисляется ионами железа (III). Чтобы предотвратить этот процесс и избежать появления сине-фиолетовой окраски индикатора до точки стехиометричности, к раствору перед титрованием добавляют H_3PO_4 . Фосфорная кислота образует с ионами железа (III) прочный комплекс $[Fe(PO_4)_2]^{3-}$, вследствие этого концентрация свободных ионов железа (III) резко уменьшается и окисления дифениламина не происходит.

Стандартный окислительный потенциал перехода для фенилантраниловой кислоты ($E^0 = +1,00$ В) значительно выше, чем потенциал пары Fe^{3+}/Fe^{2+} , поэтому при использовании в качестве индикатора фенилантраниловой кислоты прибавлять фосфорную кислоту нет необходимости.

Реагенты и оборудование:

- $K_2Cr_2O_7$, 0,00167 М (0,01 н) раствор;
- индикатор — дифениламин или фенилантраниловая кислота;
- H_3PO_4 , 1:1;
- H_2SO_4 , 1 М раствор;

- бюретка;
- пипетки емкостью 10, 20 мл;
- мерная колба емкостью 100 мл;
- мерный цилиндр емкостью 50—100 мл;
- колбы для титрования.

Методика определения и расчет

Отмеривают пипеткой в колбу для титрования 10—20 мл раствора соли, железа (II), подкисляют его 15—20 мл 1 М серной кислоты, добавляют 4—5 мл H_3PO_4 (1:1), 1—2 капли индикатора. Титруют стандартным раствором дихромата калия до появления устойчивой сине-фиолетовой (в случае применения дифениламина) или красно-фиолетовой (в случае применения фенилантрапиновой кислоты) окраски раствора.

Расчет количества железа (m_{Fe} , г) проводят после получения трех сходящихся результатов и нахождения среднего. В формулу учитывают стехиометрическое соотношение реагирующих веществ:

$$m_{\text{Fe}} = \frac{6 \cdot C_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} \cdot V_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} \cdot M(\text{Fe}) V_{\text{к}}}{1000 V_{\text{ип}}},$$

где $C(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)$ — молярная концентрация раствора $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, моль/л;

$V(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)$ — объем раствора $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, пошедший на титрование, мл;

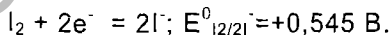
$V_{\text{к}}$ — объем мерной колбы, мл;

$V_{\text{ип}}$ — объем пипетки, мл;

$M(\text{Fe})$ — молярная масса железа, г/моль.

ЙОДОМЕТРИЯ

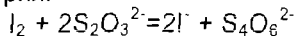
В основе йодометрических определений лежит полуреакция:



На практике для увеличения растворимости I_2 применяют растворы йода в KI , в этой системе образуются комплексные ионы I_3^- . Образование I_3^- лишь незначительно сказывается на величине стандартного окислительно-го потенциала, потому для простоты используют приведенную схему записи (пишут I_2 , а не I_3^-).

Пара $\text{I}_2/2\text{I}^-$ может играть роль окислителя или восстановителя в зависимости от величины потенциала второй реагирующей пары. Восстановители ($E^\circ < +0,545 \text{ В}$) определяются прямым методом с использованием в качестве титранта раствора йода. Окислители ($E^\circ > +0,545 \text{ В}$) определяются в большинстве случаев по методу замещения: добавляют к окислителю избы-

ток йодида калия, а выделившийся йод оттитровывают стандартным раствором тиосульфата натрия:



Методы, основанные на прямом окислении веществ растворами йода, иногда называют **йодиметрическими**, а методы, в которых окисляется йодид с последующим титрованием выделившегося йода, — **йодометрическими**. Однако эта терминология соблюдается не строго и обе группы методов часто называют **йодометрическими**.

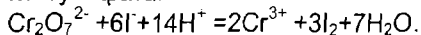
В качестве индикатора в йодометрии применяют свежеприготовленный раствор крахмала. При взаимодействии с йодом крахмал образует комплексно-адсорбционное соединение, окрашенное в интенсивный синий цвет. Чувствительность этой реакции очень высока, порядка 10^{-5} моль/л, вследствие этого йодометрия является одним из самых точных методов титриметрического анализа.

Работа № 19. Приготовление и стандартизация раствора тиосульфата натрия

Тиосульфат натрия $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ не является первичным стандартом: его растворы неустойчивы в кислых средах, тиосульфат разлагается под действием CO_2 , окисляется кислородом воздуха, а также разлагается тиобактериями, которые всегда находятся в воздухе и легко попадают в раствор.

Стандартизацию раствора тиосульфата натрия следует проводить не менее чем через 5 дней после его приготовления, поскольку в первое время после приготовления раствора в нем протекают все перечисленные процессы, часть из них ведет к увеличению концентрации, а часть — к уменьшению.

Для стандартизации раствора обычно используют дихромат калия, но поскольку тиосульфат реагирует с сильными окислителями нестехиометрично, используют метод замещения. Сначала к смеси KI и H_2SO_4 прибавляют точно отмеренный объем стандартного раствора $K_2Cr_2O_7$, а затем оттитровывают йод, выделившийся в количестве эквивалентном $K_2Cr_2O_7$, исследуемым раствором тиосульфата:



Конечную точку титрования устанавливают с помощью крахмала, по переходу синей окраски соединения йода с крахмалом в светло-зеленую окраску ионов Cr^{3+} , остающихся в растворе.

Реагенты и оборудование:

- $K_2Cr_2O_7$, 0,008 М раствор;
- H_2SO_4 , 1 М раствор;
- $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$, приблизительно 0,05 М раствор;
- KI , 10% раствор;

- крахмал, 1% раствор;
- бюретка;
- пипетки емкостью 10, 20 мл;
- мерный цилиндр емкостью 50—100 мл;
- колбы для титрования.

Методика определения и расчет

В колбу для титрования наливают мерным цилиндром 15 мл 1 М H_2SO_4 и 15 мл 10% раствора KI , затем добавляют пипеткой 10 мл стандартного раствора дихромата калия. Для завершения реакции смесь помещают на 3—5 мин в темное место, затем разбавляют дистиллированной водой и титруют по каплям раствором $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ до бледно-желтой окраски раствора, добавляют 1—2 мл 1% раствора крахмала и продолжают титровать медленно при энергичном перемешивании до перехода окраски раствора из синей в зеленоватую (цвет ионов Cr^{3+}).

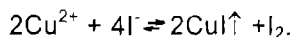
Иногда через 10—15 мин оттитрованный раствор снова синее. На результатах это не отражается, так как окраска появляется вследствие медленного окисления кислого раствора KI кислородом воздуха. Появление синей окраски раствора сразу же после окончания титрования указывает на то, что выделение йода из KI дихроматом калия пошло не до конца и разбавление было проведено слишком рано. Такое титрование неправильно.

Точное титрование повторяют 2—3 раза и из сходящихся результатов берут средний.

Концентрацию раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ рассчитывают по формулам, учитывая коэффициенты стехиометрии.

Работа № 20. Определение меди в растворе $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

Определение меди основано на реакции окисления йодида калия ионами меди (II) с последующим титрованием выделившегося йода раствором тиосульфата, то есть определение меди в йодометрии проводится методом замещения:



Реакция протекает слева направо количественно, поскольку восстановленная форма системы $\text{Cu}^{2+}/\text{Cu}^+$ ($E^0 \text{Cu}^{2+}/\text{Cu}^+ = +0,15\text{В}$) связана в малорастворимый йодид меди, что приводит к образованию системы $\text{Cu}^{2+} / \text{CuI}$ со стандартным окислительным потенциалом $E^0 \text{Cu}^{2+}/\text{Cu}^+ = +0,86\text{В}$. Еще большее повышение этого потенциала достигается введением иона роданида, образующего менее растворимую соль, чем йодид ($\text{IP}_{\text{CuI}} = 1,1 \cdot 10^{-12}$, $\text{IP}_{\text{CuCNS}} = 4,8 \cdot 10^{-15}$), следовательно, равновесие реакции



будет смещено вправо. Для подавления гидролиза солей меди в раствор вводят уксусную или серную кислоту.

Реагенты и оборудование:

- $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$;
- KI , 10% раствор;
- KSCN , 10% раствор;
- H_2SO_4 , 1М раствор;
- крахмал, 1% раствор;
- бюретка;
- пипетки емкостью 10, 20 мл;
- мерная колба емкостью 100 мл;
- колбы для титрования.

Методика определения и расчет

Анализируемый раствор $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ разбавляют дистиллированной водой в мерной колбе и тщательно перемешивают. Отбирают пипеткой в колбу для титрования 10—20 мл раствора, подкисляют его 4—5 мл 1 М H_2SO_4 и затем прибавляют по 10 мл 10% раствора KI и 10% раствора KSCN . Титруют выделившийся йод тиосульфатом, не обращая внимания на образующийся осадок CuSCN . Под конец титрования, когда раствор будет иметь соломенно-желтую окраску, прибавляют 3—5 мл раствора крахмала и дотитровывают до обесцвечивания раствора. При этом синяя окраска должна исчезнуть от одной последней капли тиосульфата.

При достижении точки стехиометричности раствор не становится прозрачным, так как в нем содержится осадок CuSCN .

Точное титрование повторяют 2—3 раза и из сходящихся результатов находят среднее.

Количество меди в анализируемом растворе (m_{Cu}) вычисляют по формуле, исходя из уравнения реакции и с учетом коэффициентов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Алексеев В. Н. Количественный анализ. М., 1972.
2. Васильев В. П. Аналитическая химия. В 2 ч. М., 1989. Ч. 1.
3. Индикаторы / под ред. И. Н. Марова. В 2 т. М., 1976. Т. 1.
4. Крешков А. П. Основы аналитической химии. В 3 кн. М., 1976. Кн. 2.
5. Основы аналитической химии / под ред. Ю. А. Золотова. В 2 кн. М. 1996. Кн. 2.
6. Ушакова Н. Н., Николаева Е. Р., Моросанова С. А. Пособие по аналитической химии. М., 1978.
7. Мечковский С. А. Аналитическая химия. Мн., 1991

Содержание

ВВЕДЕНИЕ	3
ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ	4
СУЩНОСТЬ МЕТОДА. ОСНОВНЫЕ ПОНЯТИЯ	4
КЛАССИФИКАЦИЯ МЕТОДОВ. СПОСОБЫ ТИТРОВАНИЯ	4
СТАНДАРТНЫЕ РАСТВОРЫ	6
СПОСОБЫ ВЫРАЖЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИИ РАСТВОРОВ	6
РАСЧЕТЫ В ТИТРИМЕТРИЧЕСКОМ АНАЛИЗЕ	8
ТЕХНИКА РАБОТЫ.	8
РАСТВОРЫ, ПРИМЕНЯЕМЫЕ В ТИТРИМЕТРИИ	12
КИСЛОТНО-ОСНОВНОЕ ТИТРОВАНИЕ	13
АЛКАЛИМЕТРИЧЕСКОЕ ТИТРОВАНИЕ .	14
<i>Работа № 1. Приготовление и стандартизация раствора гидроксида натрия</i>	<i>14</i>
<i>Работа № 2. Анализ молока. Определение кислотности молока.</i>	<i>16</i>
<i>Работа № 3. Определение массовой доли CaCO_3 в известняке</i>	<i>18</i>
<i>Работа № 4. Определение ортофосфорной кислоты в растворе</i>	<i>18</i>
<i>Работа № 5. Определение аммиака в солях аммония формальдегидным методом.</i>	<i>20</i>
<i>Работа № 6. Приготовление и стандартизация 0,1 М раствора хлороводородной кислоты (HCl)</i>	<i>22</i>
<i>Работа № 7. Определение карбонатной жесткости воды</i>	<i>23</i>
<i>Работа № 8. Определение NaOH и Na_2CO_3 при совместном присутствии</i>	<i>24</i>
КОМПЛЕКСОМЕТРИЧЕСКОЕ ТИТРОВАНИЕ	26
МЕРКУРИМЕТРИЯ	27
<i>Работа № 9. Приготовление и стандартизация раствора нитрата ртути (II)</i>	<i>27</i>
<i>Работа № 10. Определение хлорид-ионов в воде.</i>	<i>28</i>

КОМПЛЕКСОМЕТРИЯ (ХЕЛАТОМЕТРИЯ).	29
Работа № 11. Приготовление и стандартизация раствора трилона Б	30
Работа № 12. Определение кальция и магния при совместном присутствии	31
Работа № 13. Определение железа (III)	33
Работа № 14. Определение меди (II)	34
ОКИСЛИТЕЛЬНО-ВОССТАНОВИТЕЛЬНОЕ ТИТРОВАНИЕ (РЕДОКСИМЕТРИЯ)	34
ПЕРМАНГАНАТОМЕТРИЯ	35
Работа № 15. Приготовление и стандартизация раствора перманганата калия	36
Работа № 16. Определение железа в растворе соли Морра	37
ДИХРОМАТОМЕТРИЯ	38
Работа № 17. Приготовление стандартного раствора $K_2Cr_2O_7$	39
Работа № 18. Определение содержания железа (II)	39
ЙОДОМЕТРИЯ	40
Работа № 19. Приготовление и стандартизация раствора тиосульфата натрия	41
Работа № 20. Определение меди в растворе $CuSO_4 \cdot 5H_2O$	42
ЛИТЕРАТУРА	44

АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

Лабораторный практикум

Автор-составитель

Суханкина Наталья Владимировна

Корректор Т. Г. Проклюк

Техническое редактирование и компьютерная верстка А. Н. Ахремчик

Подписано в печать 15.03.06. Формат 60х84 1/16. Бумага офсетная.

Гарнитура Таймс. Печать Riso. Усл. печ. л. 2.8. Уч.-изд. л. 3,2.

Тираж 150 экз. Заказ **215**

Издатель и полиграфическое исполнение:

Учреждение образования «Белорусский государственный педагогический университет имени Максима Танка».

ЛИ № 02330/0133496 от 01.04.04.

ЛП № 02330/0131508 от 30.04.04.

220050, Минск, Советская, 18