

МИНИСТЕРСТВО СЕЛЬСКОГО ХОЗЯЙСТВА РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«Якутская государственная сельскохозяйственная академия»

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ВЫПОЛНЕНИЮ
ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ
по дисциплине «Б.2.Б.3.Химия»
Аналитическая химия. Количественный анализ
для студентов агротехнологического и инженерного факультетов

Якутск – 2014 г.

МИНИСТЕРСТВО СЕЛЬСКОГО ХОЗЯЙСТВА РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«Якутская государственная сельскохозяйственная академия»

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ВЫПОЛНЕНИЮ
ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

по дисциплине «Б.2.Б.3.Химия»

Раздел 2. Аналитическая химия. Количественный анализ
для студентов агротехнологического, инженерного факультетов

*по направлениям 110900 «Технология производства и переработки
сельскохозяйственной продукции», 111100 «Зоотехния», 110800 «Агроинженерия»,
280100 «Природообустройство и водопользование», 250100 «Лесное дело»*

Якутск – 2014 г.

УДК 543 (075.8)
ББК 24. 4я73
Р62

Химия: Аналитическая химия. Количественный анализ: методические указания по выполнению лабораторных работ для студентов агротехнологического и инженерного факультетов. - Якутск: ФГБОУ ВПО «Якутская ГСХА», 2013. – с.

Составители: Рожина М.Я., Дыбина С.М., Наумова Я.И.

Утверждена на заседании кафедры агробиохимии ФГОУ ВПО «Якутская ГСХА»: от «30» октября 2013г., протокол № 20.

Рекомендована к печати на заседании методического совета агротехнологического факультета ФГОУ ВПО «Якутская ГСХА» от «26» ноября 2013г., протокол № 3.

© Федеральное государственное
бюджетное образовательное
учреждение высшего
профессионального образования
«Якутская государственная
сельскохозяйственная академия»,
2014

Содержание

1. Введение.....	3
2. Общие правила выполнения лабораторных работ.....	3
3. Порядок оформления лабораторных работ.....	3
4. Меры оказания первой помощи при несчастных случаях.....	4
5. Количественный анализ.....	5
6. Гравиметрический метод анализа.....	5
7. Опыт 1. Определение содержания бария в хлористом барии.....	6
8. Методы титриметрического анализа.....	7
9. Метод кислотно-основного анализа.....	8
10. Опыт 2. Установка нормальности, титра раствора щелочи по щавелевой кислоте.....	9
11. Опыт 3. Определение содержания соляной кислоты в растворе.....	10
12. Опыт 4. Определение карбонатной (временной) жесткости воды.....	11
13. Методы окислительно-восстановительного титрования.....	12
13.1. Перманганатометрическое титрование.....	12
13.2. Опыт 5. Определение железа в растворе соли Мора.....	14
13.3. Иодометрическое титрование.....	15
13.4. Опыт 6. Определение содержания свободного хлора в воде.....	16
14. Список литературы.....	18

Введение

Аналитическая химия – наука о методах и приемах определения качественного и количественного химического состава веществ или их смесей. Знание аналитической химии необходимо при изучении специальных дисциплин: почвоведения, общего земледелия, агрономической химии, физиологии животных и растений, микробиологии, химической защиты растений, процессов переработки продукции сельского хозяйства.

Каждая работа имеет теоретическую и экспериментальную части.

Предлагаемое методическое пособие может быть полезно практическим работникам сельскохозяйственных лабораторий.

Общие правила выполнения лабораторных работ

Лабораторные работы являются одной из важнейших составных частей курса химии. Для их выполнения студенту необходимо ознакомиться с оборудованием, измерительными приборами, а также с техникой проведения основных лабораторных операций.

Поскольку в химической лаборатории находятся электроприборы, газ, ядовитые и огнеопасные вещества, студенты должны строго соблюдать правила внутреннего распорядка и техники безопасности.

Перед каждым лабораторным занятием студент должен изучать соответствующий раздел учебника, конспекта лекций и описание лабораторной работы.

Порядок оформления лабораторных работ

При выполнении лабораторных работ необходимо все записи производить в следующем порядке:

1. Дата, номер, название работы и опыта.
2. Цель работы.
3. Конспект теоретического материала.
4. Краткое описание хода опыта.
5. Результаты, полученные при его выполнении.
6. Выводы.

При проведении эксперимента необходимо соблюдать следующие правила:

1. Опыты проводят всегда в чистой посуде;
2. Нельзя выливать избыток реактива из пробирки обратно в реактивную склянку;
3. Склянки (и другие сосуды) с растворами должны быть снабжены этикетками, указывающими, что в них содержится. Нельзя пользоваться реактивами без этикеток;
4. Все реакции, сопровождающиеся выделением ядовитых газов и паров (например сероводорода, брома и другие) выполняют под тягой;
5. При пользовании спиртовками запрещается зажигать их одну от другой, так как при этом можно разлить спирт и вызвать пожар. Нельзя задувать пламя спиртовки. Тушат спиртовку, закрывая ее колпачком;
6. Нельзя пробовать на вкус химические вещества. Не следует нюхать вещества непосредственно из горла склянки. Газообразное (или паробразное) вещество направляют к носу движением рукою.

Меры оказания первой помощи при несчастных случаях

В лаборатории бывают случаи, требующие неотложной медицинской помощи, - порезы рук стеклом, ожоги горячими предметами, кислотами, щелочами. В особо серьезных случаях необходимо немедленно обратиться к врачу.

Для оказания первой помощи в лаборатории имеется аптечка. Основные правила первой помощи сводятся к следующему:

1. При ранении стеклом удалите осколки из раны, смажьте края раны раствором йода и перевяжите бинтом.
2. При ожоге рук или лица реактивом смойте реактив большим количеством воды, затем либо разбавленной уксусной кислотой (в случае ожога щелочью), либо раствором соды (в случае ожога кислотой), а затем опять водой.
3. При ожоге горячей жидкостью или горячим предметом обожженное место обработайте свежеприготовленным раствором перманганата калия, смажьте обожженное место мазью от ожога или вазелином. Можно присыпать ожог содой и забинтовать.
4. При химических ожогах глаз обильно промойте глаза водой, используя глазную ванночку, а затем обратитесь к врачу.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ

Теоретическая часть

Задача этого раздела аналитической химии – определение количественного содержания отдельных элементов в соединенных или отдельных веществах в смесях.

С помощью количественного анализа находят массовые соотношения между элементами в соединениях, определяют количество растворенного вещества в определенном объеме раствора, узнают процентное содержание какого-нибудь элемента в однородной смеси веществ.

Количественный анализ связан с оценкой месторождений полезных ископаемых для металлургии и химической промышленности, имеет значение для биологии и агрохимии, почвоведения, физиологии растений и др.

Методы количественного анализа подразделяются на химические, физические и физико-химические.

ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Теоретическая часть

Навеску анализируемого вещества растворяют в воде (или в другом растворителе) и осаждают определяемый элемент в виде малорастворимого соединения, отфильтровывают осадок, промывают его, высушивают, прокальвают и взвешивают. Зная массу осадка вычисляют содержание определяемого элемента (или вещества) в массовых долях (%) от взятой навески.

$$\% = \frac{m \cdot \Phi}{G} 100,$$

Где m – масса пересчета;

G – навеска исследуемого вещества.

$$\Phi = \frac{Ar \text{ (или } Mr) \text{ определяемого вещества}}{Mr \text{ вещества, находящегося в осадке}}$$

Фактор пересчета показывает, сколько граммов определяемого вещества содержит 1 г осадка.

Определяемое в-во	Весовая форма	Фактор пересчета
Ba	BaSO ₄	ArBa / MrBaSO ₄
Fe	Fe ₂ O ₃	2ArFe / MrFe ₂ O ₃

Вопросы и задачи

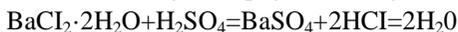
1. Перечислите условия осаждения кристаллических и аморфных веществ. Что такое форма осаждения и весовая форма?
2. Чем следует осаждать ионы Ca^{2+} - раствором щавелевокислым натрием $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ или щавелекислым аммонием $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$?
3. Какими свойствами осадков руководствуются при выборе промывной жидкости.
4. Какую навеску сульфата железа $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ следует взять для определения в нем железа в виде Fe_2O_3 (считая норму осадка равной $\sim 0,2$ г)?
5. Вычислите массовую долю (%) гигроскопической воды в хлориде натрия по следующим данным: масса бюкса 6,1282 г; масса бюкса с навеской 6,7698 г? Масса бюкса с навеской после высушивания 6,7506 г.
6. Что такое фактор пересчета? Вычислите факторы пересчета в следующих примерах.

Вещество	Ca	Cl	S	Fe_2O_3
Весовая форма	CaO	AgCl	BaSO_4	FePO_4

Экспериментальная часть

ОПЫТ 1. Определение содержания бария в хлористом барии.

ПРИНЦИП МЕТОДА: Ион бария осаждают из исследуемых растворов в виде BaSO_4 . В качестве осадителя используют серную кислоту:



ПОСУДА: Часовое стекло, стеклянные палочки, воронки, фильтр, тигли, стаканы 100 мл, 200мл.

ПРИБОРЫ И ОБОРУДОВАНИЕ: весы, плитка, штатив.

РЕАКТИВЫ: BaCl_2 , HCl , H_2SO_4 .

ХОД РАБОТЫ: Чистое и сухое часовое стекло взвесьте на весах приблизительно 0,40 – 0,60 гр. хлористого бария. Вычтите массу часового стекла и определите величину навески $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Пересыпьте соль в стакан емкостью 200 мл тщательно смойте водой оставшиеся на стекле частицы соли. Объем раствора в стакане должен быть 100 мл.

перемешайте раствор стеклянной палочкой, прибавьте 2-3 мл 2н HCl для получения крупных кристаллов.

ОСАЖДЕНИЕ: Раствор хлористого бария нагрейте на асбестированной сетке почти до кипения. В другой стакан возьмите 3-5 мл 2н H₂SO₄ разбавьте ее 30 мл воды и нагрейте до кипения.

Горячий раствор H₂SO₄ медленно, по каплям перемешивая стеклянной палочкой, прилейте к горячему раствору хлористого бария. стакан поставьте на горячую водяную баню и дайте смеси отстояться. Когда раствор над осадком станет прозрачным, сделайте пробу на полноту осаждения: прилейте еще 2-3 капли H₂SO₄. Если при этом муть не появится, то BaSO₄ больше не образуется и полнота осаждения Ba достигнута. В противном случае добавьте горячего раствора H₂SO₄ и хорошо перемешав, дайте отстояться.

ФИЛЬТРОВАНИЕ И ПРОМЫВАНИЕ ОСАДКА:

Плотный беззолный фильтр пригоните к воронке, поместите ее в кольцо штатива и подставьте под нее стакан. Осторожно декантируйте прозрачную жидкость на фильтр по стеклянной палочке, старайтесь меньше взмучивать осадок. Стеклянную палочку кладите в стакан.

Приготовьте промывную жидкость: нагрейте в промывалке воду, прибавив к ней несколько капель H₂SO₄. Приступайте к промыванию осадка.

Высушивание осадка: Накройте воронку с осадком фильтровальной бумагой (со своей фамилией) и поместите в сушильный шкаф, нагрейте до 100-105⁰С. затем взвесьте осадок. Вычислите содержание бария в процентах от исходной навески BaCl₂·2H₂O.

МЕТОДЫ ТИТРИМЕТРИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Теоретическая часть

Метод основан на точном измерении объема раствора реактива, затраченного на реакцию с определяемым компонентом.

Титриметрическом анализе используют так называемые титрованные растворы, концентрация, или, иначе говоря, титр которых точно известен. Эти растворы именуют титрантами.

Титром раствора называется масса вещества, содержащегося в одном кубическом сантиметре (или в одном миллиметре) раствора. Единица измерения титра г/см³ (или г/мл).

Процесс постепенного приливания раствора-титранта к раствору анализируемого вещества называют титрованием.

Титр раствора Т равен навеске (m, г), деленной на объем раствора (V мл):

$$T = \frac{m}{V}$$

Чтобы перейти к нормальной концентрации (N) достаточно титр раствора умножить на 1000 и разделить на эквивалентную массу растворенного вещества Э:

$$N = \frac{T \cdot 1000}{\varepsilon} \rightarrow T = \frac{N \cdot \varepsilon}{1000}$$

Вычисление результатов при титровании:

При одинаковых нормальных концентрациях растворы взаимодействуют равными объемами, без остатка. Если же концентрации различны, то затрачиваемые на титрование объемы растворов обратно пропорциональны их нормальным концентрациям. Обозначив объемы обоих растворов через V_1 и V_2 , а нормальные концентрации – через N_1 и N_2 получим

$$V_1 / V_2 = N_2 / N_1$$

следовательно, произведение нормальной концентрации на объем раствора есть величина постоянная для обоих реагирующих веществ:

$$V_1 \cdot N_1 = V_2 \cdot N_2$$

МЕТОДЫ КИСЛОТНО-ОСНОВНОГО ТИТРОВАНИЯ

(методы нейтрализации)

Теоретическая часть

В основе кислотно-основного титрования лежит соединение протонов H^+ и гидроксид-ионов OH^- с образованием малодиссоциирующих молекул воды. Этим методом, пользуясь титрованными растворами щелочей, определяют количество или концентрацию кислот (HCl , H_2SO_4 , H_3PO_4 , $H_2C_2O_4$). С помощью растворов кислот находят концентрацию щелочей ($NaOH$, KOH , $Ca(OH)_2$, $Ba(OH)_2$).

Точку эквивалентности определяют с помощью индикаторов, по изменению окраски растворов. Наиболее употребительны индикаторы: метиловый оранжевый, метиловый красный, лакмус и фенолфталеин.

Вопросы и задачи:

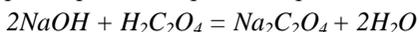
1. *Что такое точка эквивалентности, как ее определяют?*
2. *Кривые титрования. Выбор индикатора.*
3. *Что такое титр раствора?*
4. *Жесткость воды.*
5. *Какова масса H_2SO_4 , содержащаяся в 500 мл раствора, если титр его равен 0,0063 г/мл.*

6. Имеется 0,1205 н раствор HCl. Определите его титр.
7. На титрование 20,00 мл HNO₃ затрачено 15 мл 0,12 н раствора NaOH. Вычислите нормальную концентрацию, титр и массу HNO₃ в 250 мл раствора.

Экспериментальная часть

ОПЫТ 2. Установка нормальности, титра раствора щелочи по щавелевой кислоте.

ПРИНЦИП РАБОТЫ: При титровании протекает реакция:



В точке эквивалентности образуется натриевая соль щавелевой кислоты N₂C₂O₄, т.е. соль сильного основания и слабой кислоты. Соль гидролизуеться с образованием некоторого избытка ионов OH⁻, поэтому в точке эквивалентности больше 7, следовательно титрование нужно проводить с индикатором фенолфталеин. Конец реакции определяют по появлению бледно-малиновой окраски.

ПОСУДА: Бюретка, воронка, пипетка на 10 мл, коническая колба, цилиндр.

РЕАКТИВЫ: H₂C₂O₄ -1 н, раствор NaOH – фенолфталеин.

ХОД РАБОТЫ:

- 1) Бюретку промойте дистиллированной водой, затем ополосните раствором щелочи. Пользуясь воронкой, наполните бюретку раствором NaOH так, чтобы мениск его был несколько выше нулевого деления. Заполните раствором обтянутую трубку, вытеснив из нее пузырьки воздуха. Затем уберите воронку, так как с нее может капать раствор, и выпуская лишнюю щелочь, установите нижний край мениска на нулевом делении. В таком состоянии бюретка подготовлена к работе.
- 2) Чистую пипетку емкостью 10 мл ополосните раствор щавелевой кислоты и отмерьте 10 мл его в коническую колбу для титрования. Не выдувайте из пипетки последнюю каплю. Прилейте к раствору щавелевой кислоты 1 каплю фенолфталеина.
- 3) Колбу с раствором поместите под бюретку и приливайте раствор NaOH по каплям, перемешивая жидкость круговыми движениями колбы. Титрование ведите до появления бледно-малиновой окраски, не исчезающей в течении 30 сек. Титрование повторяется не менее 3 раза. Все результаты внесите в таблицу:

4)

Таблица 1

Титрование	$V_{H_2C_2O_2}$	V_{NaOH}
1	10	
2	10	
3	10	

Берем среднее значение:

$$V_{cp} = \frac{V_1 + V_2 + V_3}{3}$$

Вычисление результатов:

1. Нормальность щавелевой кислоты известна – дается преподавателем. Исходя из того, что растворы с различными нормальностями реагируют между собой в объемах, обратно пропорциональных их нормальностям:

$$N_{H_2C_2O_2} \cdot V_{H_2C_2O_2} = N_{NaOH} \cdot V_{NaOH}$$

из этого соотношения определяем нормальность NaOH

$$N_{NaOH} = \frac{N_{H_2C_2O_2} \cdot V_{H_2C_2O_2}}{V_{NaOH}} \quad (\text{г экв/л})$$

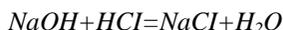
2. Зная нормальность можно вычислить его титр:

$$T_{NaOH} = \frac{N_{NaOH} \cdot z}{1000} \quad (\text{г/мл})$$

Величины нормальности и титра раствора должны содержать четыре значащих цифры.

ОПЫТ 3. Определение содержания соляной кислоты в растворе.

Имея титрованный раствор щелочи, можно определить количественное содержание кислот в растворах



ХОД РАБОТЫ:

1. Бюретку с раствором NaOH подготовьте к работе так же, как предыдущем опыте.
2. Ополосните пипетку с дистиллированной водой и отмерьте 10 мл раствора соляной кислоты в коническую колбу. Прибавьте 1 каплю фенолфталеина.

3. Титруйте раствором NaOH, соблюдая правила титрования до появления бледно-малиновой окраски, не исчезающей в течении 1 мин. Повторите титрование 3 раза и из сходящихся отсчетов возьмите сред.

Таблица 2

Титрование	V_{HCl}	V_{NaOH}
1		
2		
3		

Вычисления:

- 1) Вычисляем нормальность HCl:

$$N_{HCl} = \frac{N_{NaOH} \cdot V_{NaOH}}{V_{HCl}} \quad (\text{г экв/л})$$

- 2) Титр

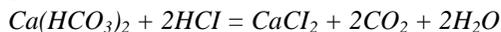
$$T_{HCl} = \frac{N_{HCl} \cdot \varepsilon_{HCl}}{1000} \quad (\text{г/мл})$$

- 3) Определяем количество кислоты в 100 мл раствора

$$m = T_{HCl} \cdot 100 \text{ мл (г)}$$

ОПЫТ 4. Определение карбонатной (временной) жесткости воды.

Количественное определение временной жесткости воды основано на взаимодействии бикарбонатов кальция и магния с соляной кислотой:



Зная концентрацию соляной кислоты и количество ее, пошедшее на титрование воды, можно высчитать содержание ионов кальция и магния в исследуемой воде.

ХОД РАБОТЫ:

Отмеряете цилиндром 100 мл водопроводной воды и перенесите ее в колбу. Добавляете две капли метилового оранжевого и титруете рабочим раствором соляной кислоты до изменения желтой окраски индикатора в бледно-розовую титрование повторяете не менее 3 раз.

Таблица 3

Титрование	V_{H_2O}	V_{HCl}
1		
2		
3		

Вычисление: так как жесткость выражается количеством миллиграмм-эквивалентов растворимых солей Са и Mg, содержащихся в 1 л воды, то необходимо определить нормальность раствора (т.е. количество г экв в л воды) и умножить ее на 1000

$$N_{H_2O} = \frac{N_{HCl} \cdot V_{HCl}}{V_{H_2O}} \text{ г экв/л}$$

$$Ж_{H_2O} = N_{H_2O} \cdot 1000 \text{ мг/экв/л}$$

МЕТОДЫ ОКИСЛИТЕЛЬНО-ВОССТАНОВИТЕЛЬНОГО ТИТРОВАНИЯ (РЕДОКСМЕТРИЯ)

Теоретическая часть

Методы редоксметрии основаны на окислительно-восстановительных реакциях между анализируемым веществом и титрованным раствором.

Используют их для количественного определения в растворах различных восстановителей (Fe^{2+} , $C_2O_4^{2-}$, NO^{2-} и др.) или окислителей (Cr^{2+} , MnO_4^- и др.).

Название отдельных редоксметрических методов также происходит от наименований титрованных растворов.

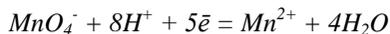
ПЕРМАНГАНАТОМЕТРИЧЕСКОЕ ТИТРОВАНИЕ

Теоретическая часть

В основе метода лежит окисление перманганатом калия $KMnO_4$. Реакцию окисления можно проводить в кислой, щелочной (или нейтральной) среде. Однако, удобнее проводить количественные определения методом перманганатометрии в кислой среде, так как окислительная способность MnO_4^- - иона в кислой среде выше, чем в щелочной. В щелочной (и в нейтральной) среде в результате окислительно-восстановительной реакции образуется осадок $MnO(OH)$, который мешает точную фиксированию точку эквивалентности в методе устанавливают по окрашиванию

раствора в слабо розовый цвет, которое появляется при добавлении первой избыточной капли KMnO_4 .

Реакция восстановления MnO_4^- - иона в кислой среде выражается:



следовательно, молярная масса эквивалента (эквивалентная масса) KMnO_4 равна:

$$m = \frac{M(\text{KMnO}_4)}{5}$$

Методом перманганатометрии можно определять как восстановители, так и окислители. Для определения восстановителей проводят прямое титрование раствора восстановителя раствором KMnO_4 . Окислители определяют способом обратного титрования (титрование по остатку).

Индикатором служит сам KMnO_4 .

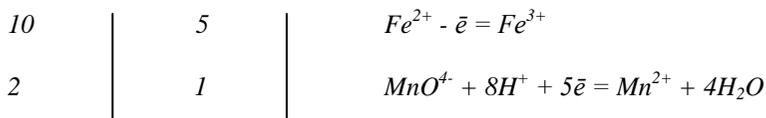
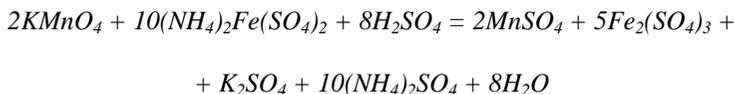
Перманганатометрия применяется в клиническом анализе для определения в крови мочевой кислоты, Са, К и окислительного фермента каталазы; в санитарно-гигиеническом анализе – при исследовании питьевых и сточных вод.

Вопросы и задачи.

- 1) В чем состоит сущность перманганатометрии? Почему не нужен индикатор?*
- 2) Чем отличается течение реакции окисления перманганатом в кислой среде от течения ее в щелочной (или нейтральной) среде?*
- 3) Как фиксируется точка эквивалента в методе перманганатометрии.*
- 4) Чем равны грамм эквивалента окисл. и восп.*
- 5) Навеску KMnO_4 в 1,8750 г растворили и довели объем раствора водой до 500 мл. вычислите нормальную концентрацию раствора для реакции: а) в кислой среде; б) в щелочной среде.*
- 6) На титрование 20,00 мл щавелевой кислоты, с титром $T_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4} \cdot 24,0 = 0,0069$ г/мл, израсходовали 25,35 мл раствора KMnO_4 . Рассчитать нормальную концентрацию и титр раствора KMnO_4 .*
- 7) Навеску технического железного купороса в 5,77-г растворили и довели объем раствора водой до 250 мл. На титрование 25,00 мл раствора пошло в среднем 19,34 мл раствора KMnO_4 с титром 0,0031 г/мл. вычислите процентное содержание FeSO_4 в техническом продукте.*

ОПЫТ 5. Определение железа в растворе соли Мора.

ПРИНЦИП РАБОТЫ: При титровании перманганатом раствора соли Мора $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ в кислой среде происходит реакция



При титровании кислых растворов $\text{Mn}(\text{VII})$, входящих в состав KMnO_4 , восстанавливается до бесцветных катионов Mn^{2+} . В процессе титрования анализируемого раствора малиново-фиолетовая окраска раствора перманганата обесцвечивается, но после достижения точки эквивалентности раствор окрашивается в бледно-малиновый цвет. По расходу перманганата калия на титрование соли Мора вычисляют в ней содержание железа.

ПОСУДА: бюретка, мерная колба на 100 мл, пипетка 10 мл, коническая колба.

РЕАКТИВЫ: соль Мора, 0,05 н раствор перманганата калия.

ХОД РАБОТЫ: 10 мл раствора соли Мора перенесите в коническую колбу, подкислите 8-10 мл 2 н H_2SO_4 и титруйте его раствором перманганата калия до появления бледно-малиновой окраски, не исчезающей при встряхивании в течении 1-2 мин. Повторите титрование 2-3 раза, возьмите среднее из отсчетов.

Таблица 4

Титрование	V _{соли Мора}	V _{KMnO₄}
1		
2		
3		

Вычисление:

$$m = N \cdot \bar{E} \cdot V$$

где N – нормальная концентрация раствора соли Мора,

Э – эквивалентная масса железа,

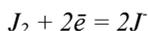
V – объем исследуемого раствора.

В данном случае эквивалентная масса соли Мора равна ее молярной массе. Поэтому и эквивалентная масса железа равна 55,85 г/моль.

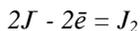
ИОДОМЕТРИЧЕСКОЕ ТИТРОВАНИЕ

Теоретическая часть

Атомы иода, как и других галогенов, обладают свойством отнимать электроны у веществ – восстановителей. Поэтому элементарный иод ведет себя обычно в реакциях как окислитель:



Анионы J , наоборот, легко отдают свои электроны веществам – окислителями, следовательно, играют в реакциях роль восстановителей:



Эти свойства иода и его ионов J лежат в основе иодометрии.

В качестве индикатора используют крахмал. Известно, что свободный иод окрашивает крахмал в синий цвет. Если к раствору какого-нибудь восстановителя прибавить крахмал и титровать иодом, то после достижения точки эквивалентности избыточная капля иода вызовет исчезающую синюю окраску. Можно поступить и наоборот, т.е. к раствору иода в присутствии крахмала постепенно приливать восстановитель.

В этом случае точку эквивалентности определяют по обесцвечиванию синей окраски.

При иодометрических определениях применяют раствор иода для прямого титрования восстановителей и раствор тиосульфата натрия для определения окислителей (и для обратного титрования восстановителей) недопустимо титрование иодом и сильнощелочных растворов. Взаимодействуя со щелочами, он образует соединения, не действующие на крахмал:



Вопросы и задачи:

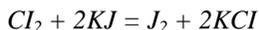
1. На чем основано иодометрическое определение восстановителей, окислителей и кислот?
2. Перечислите условия, соблюдение которых обязательно при иодометрическом титровании.
3. Допустим, на 5 мл раствора формальдеида (НСНО) взято 20 мл 0,0194 н раствора иода. На титрование остатка иода пошло 8,5 мл 0,0198 н раствора тиосульфата натрия. Вычислить нормальную концентрацию формальдеида.
4. К 25,00 раствора H_2S прибавили 50,00 мл 0,0196 н раствора иода. На последующее титрование избытка J_2 , не вошедшего в реакцию, пошло 11,00 мл 0,0204 н раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. Сколько граммов H_2S содержится в 1 л анализируемого раствора.

Экспериментальная часть

ОПЫТ 6. Определение содержания свободного хлора в воде.

ПРИНЦИП РАБОТЫ:

Определение содержания на свойстве хлора вытеснять эквивалентное количество свободного иода из иодидов:



По расходу раствора тиосульфата натрия на титрование иода легко вычислить содержание свободного хлора в воде.

ПОСУДА: пипетка на 10 мл, коническая колба, бюретка.

РЕАКТИВЫ: иодид калия 10%, 0,05 н раствор $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, крахмал.

ХОД РАБОТЫ:

Отмерьте пипеткой 20 мл водопроводной воды в коническую колбу, прибавьте 10-15 мл раствора с массовой долей иодида калия 10 %, титруйте выделившийся иод раствором тиосульфата натрия до соломенно-желтой окраски. Добавьте 1 мл крахмала и синий раствор дотитруйте до обесцвечивания от одной избыточной капли тиосульфата натрия. Титрование повторите 3 раза и возьмите среднее из сходящихся результатов.

Таблица 5

Титрование	V_{H_2O}	$V_{Na_2S_2O_3}$
1		
2		
3		

Содержание хлора вычислите по формуле:

$$m = T_{Na_2S_2O_3/Cl} \cdot V \cdot 50$$

где $T_{Na_2S_2O_3/Cl}$ - титр раствора тиосульфата натрия по хлору,

V – объем раствора,

50 – коэффициент для пересчета на 1 л воды.

Список литературы

1. Дорохова, Е.Н. Задачи и вопросы по аналитической химии / Дорохова, Е.Н. - М. : Мир, 2001. - 267 с.
2. Харитонов, Ю.Я. Аналитическая химия. Аналитика: учебник для вузов / Харитонов, Ю.Я. - 2-е изд., испр. - М. : Высш. шк., 2003 - В 2-х кн. Кн.1 : Общие теоретические основы. Качественный анализ. - 2-е изд., испр. - 615 с.
3. Харитонов, Ю.Я. Аналитическая химия. Аналитика: учебник для вузов / Харитонов, Ю.Я. - 2-е изд., испр. - М. : Высш. шк., 2003 - В 2-х кн. Кн.2 : Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. - 2-е изд., испр. - 559 с.
4. Основы аналитической химии: учебник для вузов / ред. Ю.А. Золотов. - 2-е изд., перераб. и доп. - М. : Высш. шк., 2002 - В 2-х кн. Кн.1 : Общие вопросы. Методы разделения. - 2-е изд., перераб. и доп. - 351 с.
5. Основы аналитической химии: учебник для вузов / ред. Ю.А. Золотов. - 2-е изд., перераб. и доп. - М. : Высш. шк., 2002 - В 2-х кн. Кн.2 : Методы химического анализа. - 2-е изд., перераб. и доп. - 494 с.
6. Основы аналитической химии. Задачи и вопросы: учеб. пособие для вузов / ред. Золотов Ю.А. - М. : Высш. шк., 2002. - 412 с.
7. Васильев, Владимир Павлович. Аналитическая химия: в 2-х кн. / В. П. Васильев. - (Высшее образование). - ISBN 5-7107-8744-2 Кн. 2 : Физико-химические методы анализа : учебник для вузов. - 4-е изд., стер. - М. : Дрофа, 2004. - 384 с.
8. Васильев, Владимир Павлович. Аналитическая химия. Сборник вопросов, упражнений и задач: учеб. пособием для вузов / В. П. Васильев, Л. А. Кочергина, Т. Д. Орлова. - 3-е изд., стер. - М. : Дрофа, 2004. - 318[2] с.

Рожина Мария Яковлевна,
Дыбина Светлана Михайловна,
Наумова Яна Ивановна.

Методические указания по выполнению лабораторных работ по дисциплине «Химия», Аналитическая химия, для студентов агротехнологического и инженерного факультетов.

Компьютерный набор и верстка:
Ответственный за выпуск

Наумова Я.И.
Дыбина С.М.

Подписано в печать 11.03.14
Бумага офисная. Формат А5
Гарнитура Times New Roman
Усл.печ.л. __. Тираж 50 экз. Заказ №

Отпечано на ризографе
Отдела автоматизации
Научной библиотеки
Федерального государственного
бюджетного образовательного
учреждения высшего
профессионального образования
«Якутской государственной
сельскохозяйственной академии»
677077, Якутск, ул. Красильникова, 15.