

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации  
АМУРСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ  
Инженерно-физический факультет

В.И. Митрофанова, С.А. Лескова

ХИМИЯ. ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ

ЧАСТЬ II

для спец. 21.05.02 «Прикладная геология»



Благовещенск  
2021

ББК 24я 73

М 60

*Рекомендовано  
учебно-методическим советом университета*

*Рецензенты:*

*Платонова Т.П., кандидат химических наук, доцент кафедры химии и  
химической технологии Амурского государственного университета;*

*Пакусина А.П., доктор химических наук, профессор Дальневосточного  
государственного аграрного университета*

**В.И. Митрофанова, С.А. Лескова**

**Химия. Лабораторный практикум. Часть II.** Благовещенск: Амурский  
гос. ун-т, 2021. – 52 с.

Лабораторный практикум предназначен для студентов специальности 21.05.02 Прикладная геология. Пособие представляет руководство к лабораторным занятиям, сочетающее теоретическую часть и описание проведения лабораторных работ.

Экспериментальная часть включает семь лабораторных работ, выполнение которых позволит студентам закрепить теоретические знания и приобрести практические умения и навыки в работе с реактивами, оборудованием и приборами.

Контрольные вопросы помогут проверить правильность усвоения материала, способность применять полученные знания для решения конкретных задач и для защиты лабораторных работ.

© Амурский государственный университет, 2021

© В. И. Митрофанова, С. А. Лескова, авторы

Введение.....	4
Тематика лекционных и лабораторных занятий.....	6
Рекомендации по подготовке к лабораторным занятиям.....	7
<b>Лабораторная работа № 1.</b>	
Приготовление растворов заданных концентраций.....	8
<b>Лабораторная работа 2. Гравиметрический анализ</b>	
Определение бария в хлориде бария.....	22
<b>Лабораторная работа 3. Кислотно-основное титрование</b>	
Определение содержания карбоната натрия в растворе.....	27
<b>Лабораторная работа 4. Комплексонометрическое титрование</b>	
Определение содержания кальция, магния и общей жесткости воды.....	32
<b>Лабораторная работа 5. Колоночная хроматография</b>	
Определение меди в растворе сульфата меди.....	37
<b>Лабораторная работа 6. Рефрактометрия</b>	
Определение показателя преломления с помощью рефрактометра.....	40
<b>Лабораторная работа 7. Фотоэлектроколориметрия</b>	
Определение содержания железа с сульфосалициловой кислотой.....	46
Библиографический список.....	51

## ВВЕДЕНИЕ

Лабораторный практикум «Химия. Часть II» подготовлен в соответствии с программой курса по химии и предназначен для студентов специальности 21.05.01 Прикладная геология, где химия является базовым предметом при подготовке специалистов.

Дисциплина «Химия» необходима для дальнейшего освоения других дисциплин, в частности, химические знания необходимы для освоения дисциплин Лабораторные методы изучения минерального сырья, Общая геохимия, Экология и природопользование, Физико-химические основы петрологии, Обогащение нерудного сырья, Основы технологии переработки руд и др. В предлагаемом пособии рассмотрены основные разделы курса физико-химических методов анализа. Краткий теоретический материал поможет студентам освоить и закрепить основополагающие химические понятия и законы. Он является базой при подготовке к лабораторным работам, которые по ряду тем совмещены с практическими занятиями.

Пособие включает семь лабораторных работ, выполнение которых способствует формированию у студентов экспериментальных навыков работы с химическим оборудованием, посудой и реактивами, умений правильно проводить наблюдения за химическими экспериментами, закреплению полученных теоретических знаний. Так как лабораторные работы содержат элементы исследований, это позволит студентам одновременно овладевать и исследовательскими навыками, применяя их при подготовке курсовых и других видов практических работ. Перечень тем лабораторных работ обусловлен требованиями подготовки специалистов и программой курса, а также наличием приборного обеспечения, оборудования и реактивов, необходимых для их проведения.

Пособие снабжено рисунками, таблицами, схемами. Выполнение лабораторных работ будет способствовать развитию химической грамотности, расширению кругозора будущих специалистов, более глубокому пониманию основ и возможностей химии.

**Целью освоения дисциплины** химия является формирование у студентов объективного и целостного естественнонаучного мировоззрения; развитие и систематизация химических знаний, необходимых для решения практических вопросов на предприятии; раскрытие роли химии и смежных с ней наук в развитии научно-технического прогресса.

**Задачами дисциплины** химия являются:

- углубление и систематизация химических знаний, необходимых студентам для изучения других дисциплин;
- овладение фундаментальными понятиями, законами и теориями химии;
- изучение теоретических основ физико-химических методов исследования;
- формирование навыков проведения химического эксперимента;
- формирование навыков использования химических знаний для решения прикладных задач учебной и профессиональной деятельности.

Компетенции обучающегося, формируемые в результате освоения дисциплины, и индикаторы их достижения:

Категория (группа) общепрофессиональных компетенций	Код и наименование общепрофессиональной компетенции	Код и наименование индикатора достижения общепрофессиональной компетенции
Применение фундаментальных знаний	ОПК-3 Способен применять основные положения фундаментальных естественных наук и научных теорий при проведении научно-исследовательских работ по изучению и воспроизводству минерально-сырьевой базы	ИД-1 <sub>ОПК-3</sub> Знает основы фундаментальных естественных наук и научных теорий при проведении научно-исследовательских работ по изучению и воспроизводству минерально-сырьевой базы ИД-2 <sub>ОПК-3</sub> Умеет применять свои знания на практике ИД-3 <sub>ОПК-3</sub> Владеет навыками проведения научно-исследовательской работы по изучению и воспроизводству минерально-сырьевой базы

### ТЕМАТИКА ЛЕКЦИОННЫХ ЗАНЯТИЙ

№ п/п	Наименование темы занятия	Количество часов
1	Общая характеристика и классификация методов анализа	2
2	Гравиметрический анализ	2
3	Титриметрический анализ	2
4	Хроматографические методы анализа	2
5	Спектроскопические методы анализа	2
6	Электрохимические методы анализа	2
7	Термические методы анализа	2
	Всего:	14

### ТЕМАТИКА ЛАБОРАТОРНЫХ ЗАНЯТИЙ

№ п/п	Наименование темы занятия	Форма контроля
1	Приготовление растворов заданных концентраций	ИДЗ
2	Определение бария в хлориде бария	защита ЛР
3	Определение содержания карбоната натрия методом кислотно-основного титрования	защита ЛР
4	Определение содержания кальция, магния и общей жесткости воды методом комплексонометрического титрования	защита ЛР
5	Определение меди в растворе сульфата меди методом колонной ионообменной хроматографии	защита ЛР
6	Определение показателя преломления с помощью рефрактометра	защита ЛР
7	Определение содержания железа в водопроводной воде	защита ЛР
	Всего:	14 часов

## РЕКОМЕНДАЦИИ ПО ПОДГОТОВКЕ К ЛАБОРАТОРНЫМ ЗАНЯТИЯМ

Выполнение лабораторного практикума по химии (модуль физико-химические методы анализа) является одной из форм аудиторной работы студентов и способствует углублению, систематизации и закреплению теоретического материала.

Перед проведением лабораторной работы студент должен:

- проработать теоретический материал по соответствующей теме,
- ознакомиться с порядком выполнения лабораторной работы,
- оформить предварительный отчет по лабораторной работе,
- ответить на вопросы для самоконтроля.

Допуском к выполнению экспериментальной части работы является собеседование с преподавателем по теме лабораторной работы. Студенты, не владеющие теоретическим материалом, к выполнению лабораторной работы не допускаются.

Результаты лабораторной работы оформляются в отдельной тетради в виде отчета, который должен содержать:

- название лабораторной работы;
- цель работы;
- названия и краткое описание основных этапов работы;
- уравнения химических реакций, наблюдения;
- расчеты и графики;
- конкретный вывод по данному опыту.

Защита отчета по лабораторным работам проводится в отведенное время в форме собеседования или тестирования. Студенты, пропустившие лабораторное занятие, обязаны его отработать во внеаудиторное время. Студенты, не защитившие лабораторные работы, и, соответственно, не выполнившие учебный план, к сдаче зачета не допускаются.

## Лабораторная работа № 1

### Приготовление растворов заданных концентраций

**Цель работы:** научиться готовить растворы химических веществ заданных концентраций.

**Задание:** изучить способы выражения состава растворов, выполнить расчеты по предложенным вариантам, научиться работать с химическими веществами, химической мерной посудой, химическими весами и ареометром, приготовить растворы указанных концентраций по заданию преподавателя.

Для количественного выражения состава раствора применяют следующие виды концентраций: массовая доля вещества в растворе или процентная концентрация  $\omega$  (%); молярная концентрация  $C_M$  (моль/л); эквивалентная или нормальная концентрация  $C_N$  (моль/л). Состав раствора можно также выразить через его плотность  $\rho$  (г/мл).

**1. Массовая доля вещества в растворе  $\omega$  (%)** показывает, сколько процентов масса растворенного вещества составляет от массы раствора:

$$\omega(\%) = \frac{m(\text{вещества})}{m(\text{раствора})} \cdot 100\%$$

Для приготовления определенной массы раствора с заданной массовой долей рассчитывают массу растворяемого вещества и воды. Затем берут навеску растворяемого вещества на технoхимических весах, отмеривают мерным цилиндром воду, помещают их в стакан и перемешивают стеклянной палочкой до получения однородного раствора.

**2. Молярная концентрация  $C_M$  (моль/л)** показывает количество молей растворенного вещества в 1 литре раствора.

$$C_M = \frac{n}{V} = \frac{m}{M \cdot V}, \text{ где}$$

$m$  – масса растворенного вещества, г;

$M$  – его молярная масса, г/моль;

$V$  – объем раствора, л.



Для приготовления определенного объема раствора заданной молярной концентрации рассчитывают только массу растворяемого вещества и взвешивают ее на аналитических весах. Навеску помещают в мерную колбу соответствующего объема, вливают в нее небольшой объем воды, в которой растворяют навеску. Затем в колбу доливают воду до метки, закрывают пробкой и перемешивают.

**3. Эквивалентная или нормальная концентрация  $C_N$  (моль/л)** показывает число эквивалентов растворенного вещества, содержащихся в 1 литре раствора.

$$C_N = \frac{n_{\text{Э}}}{V} = \frac{m}{M_{\text{Э}} \cdot V} = \frac{m}{M \cdot f_{\text{ЭКВ}} \cdot V}, \text{ где}$$

$m$  – масса растворенного вещества, г;

$M_{\text{Э}}$  – молярная масса эквивалента (эквивалентная масса), г/моль;

$M$  – его молярная масса, г/моль;

$f_{\text{ЭКВ}}$  – фактор эквивалентности вещества;

$V$  – объем раствора, л.

Таблица 1. Расчет фактора эквивалентности

Соединение	Фактор эквивалентности	Примеры
Оксид	$f_{\text{Э}} = 1 / n(\text{Э}) \cdot B(\text{Э})$ $n(\text{Э})$ – число атомов элемента, $B(\text{Э})$ – валентность элемента	$f_{\text{Э}}(\text{Cr}_2\text{O}_3) = 1/(2 \times 3) = 1/6$ ; $f_{\text{Э}}(\text{CrO}) = 1/(1 \times 2) = 1/2$ ; $f_{\text{Э}}(\text{P}_2\text{O}_5) = 1/(2 \times 5) = 1/10$
Кислота	$f_{\text{Э}} = 1 / n(\text{H}^+)$ $n(\text{H}^+)$ – число отданных в ходе реакции ионов водорода	$f_{\text{Э}}(\text{HCl}) = 1$ $f_{\text{Э}}(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1/2$ $f_{\text{Э}}(\text{H}_3\text{PO}_4) = 1/3$
Основание	$f_{\text{Э}} = 1 / n(\text{OH}^-)$ $n(\text{OH}^-)$ – число отданных в ходе реакции гидроксид-ионов	$f_{\text{Э}}(\text{KOH}) = 1$ $f_{\text{Э}}(\text{Cu}(\text{OH})_2) = 1/2$
Соль	$f_{\text{Э}} = 1 / n(\text{Me}) \cdot B(\text{Me}) =$ $= 1 / n(\text{A}) \cdot B(\text{A})$	$f_{\text{Э}}(\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3) = 1/(2 \times 3) = 1/6$ (расчет по катиону металла)

Соединение	Фактор эквивалентности	Примеры
	$n(\text{Me})$ – число атомов металла, $B(\text{Me})$ – валентность металла; $n(\text{A})$ – число кислотных остатков, $B(\text{A})$ – валентность кислотного остатка	или $f_3(\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3) = 1/(3 \times 2) = 1/6$ (расчет по аниону кислотного остатка)

Готовят растворы заданной нормальной концентрации аналогично молярным, но при определении массы растворенного вещества для расчета используют не молярную массу вещества, а молярную массу его эквивалента.

**4. Титр** (от фр. *titre* – титул, качество, заглавие; от лат. *titulus* – надпись) раствора – показывает число граммов растворенного вещества в 1 мл или 1 см<sup>3</sup> (г/мл; г/см<sup>3</sup>).

$$T = \frac{m}{V}, \text{ где}$$

$m$  – масса растворенного вещества, г;

$V$  – объем раствора, мл.

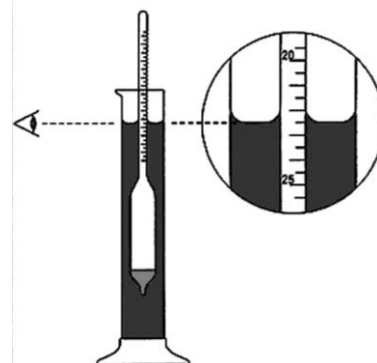
Зная нормальность раствора и молярную массу эквивалента (эквивалентную массу) растворенного вещества, титр можно найти по формуле:

$$T = \frac{C_N \cdot M_E}{1000}$$

Выражение состава раствора через его плотность  $\rho$  основано на том, что с изменением содержания растворенного вещества в данной массе или объеме раствора плотность также изменяется.

Для быстрого, но приближенного определения плотности жидкости служит **ареометр**. Он представляет собой поплавков с дробью или ртутью и узким отростком – трубкой, в которой находится шкала с делениями. Ареометр погружается в различных жидкостях на различную глубину. При этом он вытесняет объемы этих жидкостей одной и той же массы, равной массе ареометра, а, следовательно, обратно пропорциональные их плотности.

Для определения плотности раствор наливают в высокий цилиндр и опускают ареометр так, чтобы он не касался стенок сосуда. То деление шкалы, до которого ареометр погружается в жидкость, показывает плотность этой жидкости. Показания ареометра отмечают по нижнему краю мениска.



От плотности раствора можно перейти к его составу, пользуясь таблицами. Если в таблице нет величины, отвечающей значению на шкале ареометра, а есть близкие значения, то массовую долю вычисляют методом интерполяции (определение промежуточной величины по двум известным крайним).

Таблица 1. Массовая доля  $\omega$  (%) и плотность растворов кислот (при 15°C)

$\omega$ (%)	Плотность раствора г/мл			$\omega$ (%)	Плотность раствора г/мл	
	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	HCl	CH <sub>3</sub> COOH		H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	CH <sub>3</sub> COOH
4	1,027	1,019	1,0052	56	1,460	1,0660
8	1,055	1,039	1,0113	60	1,503	1,0685
12	1,083	1,059	1,0171	64	1,547	1,0707
16	1,112	1,079	1,0228	68	1,594	1,0725
20	1,143	1,100	1,0284	72	1,640	1,0740
24	1,174	1,121	1,0337	76	1,687	1,0747
28	1,205	1,142	1,0388	80	1,732	1,0748
32	1,238	1,163	1,0436	84	1,776	1,0742
36	1,273	1,183	1,0481	88	1,808	1,0726
40	1,307		1,0523	92	1,830	1,0696
44	1,342		1,0562	96	1,840	1,0644
48	1,380		1,0598	100	1,838	1,0553
52	1,419		1,0631			

### Пример расчета концентрации раствора по его плотности

1. Измеряют плотность раствора ареометром.

Например,  $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,200 \text{ г/см}^3$ .

2. Находят в таблице 1 значения плотностей, в интервале которых находится экспериментальное значение, и соответствующие им концентрации  $\omega$  (%).

$$\rho_1 = 1,174 \text{ г/см}^3, \quad \omega_1 = 24 \%$$

$$\rho_2 = 1,205 \text{ г/см}^3, \quad \omega_2 = 28 \%$$

3. Считают, что в этих интервалах концентрация раствора изменяется прямо пропорционально изменению плотности раствора. Находят разницу концентраций для соответствующей разницы плотностей:

$$\Delta_1 = \rho_2 - \rho_1 = 1,205 - 1,174 = 0,031 \text{ г/см}^3$$

$$\Delta_2 = \omega_2 - \omega_1 = 28 - 24 = 4 \%$$

4. Находят разницу между плотностью данного раствора и меньшей табличной величиной:

$$\Delta_3 = \rho - \rho_1 = 1,200 - 1,174 = 0,026 \text{ г/см}^3$$

5. На основании пропорции находят поправку к концентрации раствора:

$$\Delta_4 = \frac{\Delta_3 \cdot \Delta_2}{\Delta_1} = \frac{0,026 \cdot 4}{0,031} = 3,35 \%$$

6. Находят истинную концентрацию раствора:

$$\omega (\%) = \omega_1 + \Delta_4 = 24 + 3,35 = 27,35 \%$$

### Лабораторная посуда

**Лабораторная посуда** – специальные емкости различного конструктивного исполнения и объема, изготовленные из разнообразных материалов, устойчивых к агрессивным средам. Лабораторная посуда обладает необходимой термостойкостью, прозрачностью и другими нужными физическими свойствами.

## **Классификация лабораторной посуды**

Химическая посуда может быть разделена на ряд групп. По назначению выделяют: посуду общего назначения, посуду специального назначения, мерную посуду.

**Посуда общего назначения** – постоянно имеющаяся в лаборатории для проведения большинства работ – пробирки, воронки простые и делительные, химические стаканы, плоскодонные колбы, кристаллизаторы, конические колбы, колбы Бунзена и др.

**Посуда специального назначения** – используется для определенных целей (аппарат Киппа – для получения водорода; склянки Тищенко – для высушивания газов; пикнометры – для определения плотности).

К **мерной посуде** относят: мерные цилиндры, мензурки, пипетки, бюретки, мерные колбы.

### **Посуда общего назначения**

**Пробирки** – узкие цилиндрические сосуды с закругленным дном. Применяются для качественных реакций при работе с небольшими объемами реагентов. Различают простые, градуированные, конические пробирки для центрифугирования, пробирки с боковыми отводами.



**Коническая колба** – лабораторная колба с плоским дном, коническим корпусом и цилиндрическим горлышком. Широко применяется при титровании. Конические колбы благодаря своей форме обеспечивают малую поверхность испарения, вследствие чего их используют для кристаллизации.



**Воронка** – полый конус с трубкой, употребляемый для переливания жидкостей в сосуд с узким горлышком, фильтрования при помощи вкладного фильтра, приготовления растворов и заполнения бюреток, для переноса твердых веществ в колбы.



**Стеклянные палочки** – инструмент с оплавленными концами, который используют для перемешивания растворов.



**Тигли** – конические сосуды, изготовленные из огнеупорных материалов для нагрева, высушивания, прокаливания, сжигания или плавления различных материалов. В фарфоровом тигле нельзя сплавлять щелочное вещество ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) или  $\text{HF}$ , фарфор при этом разрушается.



**Фарфоровые чашки** – емкости, применяемые для выпаривания жидкостей. Фарфоровые чашки и тигли используют при нагревании или выпаривании растворов, в них прокаливают сухие остатки.



**Круглодонная колба** – стеклянный сосуд шарообразной формы с высоким горлышком, которое резко сужается. Колбы круглодонные разной емкости, со шлифом на горлышке и без него применяют для нагревания жидкостей. Для перегонки жидкостей используют специальные колбы для дистилляции. Двух- и трехгорлые колбы удобны, когда в процессе перегонки необходимо добавление какого-либо вещества или присоединения дополнительного оборудования.



**Бюкс или весовой стаканчик** – вид лабораторной посуды, баночка с притертой пробкой. Применяются для хранения и взвешивания жидких и твердых веществ в небольших количествах, образцов и проб. Пришлифованные поверхности у бюксов не смазывают во избежание попадания смазки в вещество.



**Ступка с пестиком** – инструмент для ручного измельчения, растирания и смешивания твердых сыпучих веществ. Твердость материала ступки всегда должна быть больше твердости истираемого вещества.



**Эксикатор** – толстостенные стеклянные сосуды с пришлифованной крышкой для медленного охлаждения, высушивания и хранения гигроскопичных веществ, легко поглощающих влагу из воздуха. В эксикатор помещают осушитель (в чашках, а не насыпают на дно) и перфорированный фарфоровый диск, покрытый глазурью с одной стороны. На диске размещают сосуды с высушиваемыми веществами. Поглотители:  $\text{CaCl}_2$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , силикагель,  $\text{P}_2\text{O}_5$  и др.



**Лодочки для взвешивания** – наиболее удобные фарфоровые емкости для взвешивания как твердых, так и жидких веществ. Помимо этого используются для хранения, выпаривания или высушивания образцов.



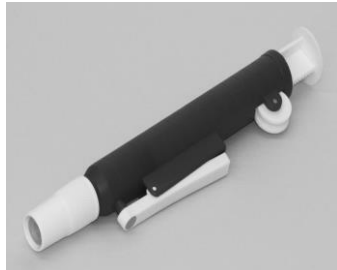
**Ртутный термометр** – представляет собой тонкую, запаянную с обеих сторон капиллярную трубку, из которой выкачан воздух. На нижнем конце этой трубки находится резервуар, заполненный ртутью. На планке, к которой прикреплена трубка, нанесена шкала с делениями градусов Цельсия.



**Пинцет** – инструмент, приспособление для манипуляции небольшими предметами, которые невозможно, неудобно, либо нежелательно или опасно брать незащищенными руками.



**Фингер-поршень (пипетатор)** – механический поршневой аналог лабораторной груши для работы со стеклянными пипетками всех объемов. Позволяет безопасно и точно проводить забор, сброс, дозирование, перенос жидкостей.



**Фильтровальная бумага** – полупроницаемый барьер из растительных и / или синтетических волокон, предназначенный для разделения дисперсионной среды (жидкости, газа) и твердой дисперсной фазы (пыли, аэрозоли, суспензии). Процесс разделения называется фильтрованием.



### **Мерная посуда**

**Мерная посуда** – лабораторная посуда из стекла, предназначена для измерения объема жидкости. Делится на посуду точного и приблизительного измерения.

#### **Посуда для приблизительного измерения**

**Мерные цилиндры** – толстостенные цилиндрические сосуды различной вместимости с нанесенными на наружной стенке делениями, указывающими объем в миллилитрах. Изготавливают из стекла и прозрачных полиэтилена, полипропилена.





**Мензурка** – сосуд конической формы, на наружной поверхности нанесены деления для измерения объемов жидкости. Применяют для измерения объема осадков, который собирается в нижней суженной части при отстаивании суспензий.

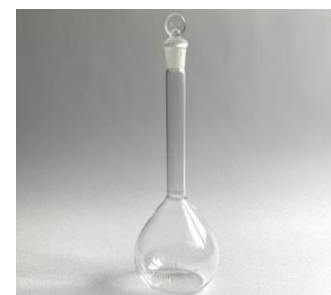


**Химический стакан** – вид лабораторной посуды, тонкостенная цилиндрическая емкость с плоским дном. Применяются для приготовления растворов с приближенной концентрацией, а также как промежуточная тара.



### Посуда для точного измерения

**Мерная колба** – стеклянная коническая колба, со сферическим или грушевидным основанием, плоским дном и длинной узкой цилиндрической горловиной с меткой объема. Колбы с одной меткой – колбы «на вливание», с двумя метками – «на выливание».



**Пипетка** – мерный или дозирующий сосуд, представляющий собой трубку, имеющую конец с небольшим отверстием для ограничения скорости вытекания жидкости.



**Бюретка** – тонкая градуированная стеклянная трубка, открытая на одном конце и снабженную запорным краном или зажимом на другом. Применяют для точного измерения небольших объемов жидкости при титровании.



**Пипетка Мора** – стеклянная трубка небольшого диаметра с расширением посередине, с круговой меткой в верхней части. Предназначена для отбора проб жидкостей определенного объема (1-200 мл).



## **Аналитические весы и правила взвешивания на них**

Взвешивание – одна из главных операций количественного анализа. К взвешиванию прибегают при взятии навески вещества для анализа, определении массы полученного осадка, при приготовлении растворов точной концентрации.

В зависимости от необходимой точности в аналитических лабораториях пользуются технохимическими и аналитическими весами.

Технохимические весы позволяют взвешивать с погрешностью до  $\pm 0,01$  г.

Аналитические весы в количественном анализе являются одним из основных приборов, позволяют взвешивать различные тела, массой не более 100-200 г, с точностью до 0,0001 г, т.е. до 0,1 мг.

Приступая к взвешиванию, нужно помнить, что аналитические весы это точный, чувствительный прибор, обращение с которым требует аккуратности и осторожности. Работа с аналитическими весами требует соблюдения следующих принципов:

- не рекомендуется переносить весы; избегайте толчков и ударов;
- не опирайтесь на стол, где установлены весы, во избежание нарушений условий их работы;
- перед каждым взвешиванием проверьте состояние весов;
- до взвешивания и после него показатели весов должны равняться нулю;
- помещайте взвешиваемый предмет на середину чашек весов;
- не нагружайте весы предельной и сверх установленной нормы;
- контейнеры для взвешивания должны быть как можно меньшими по размеру, используйте сосуды с узкой горловиной;
- не ставьте на чашки весов влажные и грязные предметы;
- не взвешивайте горячие или холодные предметы. Температура помещения, контейнера и образца должна быть одинаковой, чтобы не возникали воздушные потоки и влага на сосуде и на образце. Высыхание

образца или поглощение им влаги приводит к колебаниям его веса, поэтому сосуды с образцами обязательно накрывайте пробками, крышками;

- при взвешивании сыпучих веществ следует использовать часовое стекло или специальный стакан для взвешивания;
- гигроскопичные вещества, вещества выделяющие едкие пары следует взвешивать в герметично закрытых сосудах (бюксах);
- применяйте салфетки, пинцеты, щипчики, не загрязняйте весы пылью или жиром;
- работайте только в хлопчатобумажных перчатках;
- защищайте весы специальными чехлами;
- проводите взвешивание на одних и тех же весах для ослабления влияния погрешностей взвешивания на результат анализа.

### **Порядок работы с аналитическими весами**

#### **Включение весов:**

1. Вставьте сетевой адаптер в розетку.
2. Нажмите клавишу «О/Т» или «On/Of». На дисплее появится индикация массы: «0,00» или «0,0» (технические весы) или «0,0000» (аналитические весы). Это нулевые значения.
3. Прогрейте весы в течение 10-20 минут.

#### **Взвешивание:**

1. Проверка нуля. Перед началом взвешивания необходимо обнулить значения на дисплее нажатием клавиши «О/Т» или «On/Of».
2. Поместите на платформу весов взвешиваемый предмет (пустой тигель или тигель с веществом).

На дисплее появляется значение его массы (г). Если в левой части дисплея загорается индикатор (\*) или (°), значит результат взвешивания стабилен.

3. Запишите результат в рабочий журнал.

4. Снимите взвешиваемый предмет с платформы весов. Убедитесь в индикации нулевого значения, в противном случае – произведите повторное взвешивание.

**Выключение:**

1. Нажмите клавишу «Mode Off», удерживая ее до появления на дисплее индикации «Off», или «O/T» или «On/Of» (табло весов отключится).

2. Уберите сетевой адаптер из розетки.

**Оборудование:** аналитические весы; теххимические весы; набор ареометров; мерные колбы на 50, 100, 200, 250 мл; мерные цилиндры емкостью на 50, 100, 250 мл; стаканы емкостью на 100 и 250 мл; воронки; пустые склянки для растворов; стеклянные палочки; шпатели и капсуляторки; резиновые груши; пипетки; бюксы для взвешивания; фильтры.

**Реактивы:** дистиллированная вода; твердые соли  $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ ,  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{NaCl}$ ,  $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ; твердый  $\text{NaOH}$ ; концентрированные растворы  $\text{HCl}$ ,  $\text{CH}_3\text{COOH}$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .

**Ход работы**

Выполните расчеты по предложенным вариантам.

Приготовьте растворы указанных концентраций по заданию.

Вариант	Задание
1	а) Приготовить 100 г 5%-ного раствора сульфата кобальта $\text{CoSO}_4$ из кристаллогидрата. б) Приготовить 100 мл 2М раствора гидроксида натрия $\text{NaOH}$ из твердого основания. в) Приготовить 100 мл 1н. раствора соляной кислоты $\text{HCl}$ из концентрированного раствора.
2	а) Приготовить 100 г 10%-ного раствора гексацианоферрата(III) калия $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ из твердой соли. б) Приготовить 100 мл 1н. раствора сульфата меди $\text{CuSO}_4$ из кристаллогидрата. в) Приготовить 100 мл 1М раствора уксусной кислоты $\text{CH}_3\text{COOH}$ из концентрированного раствора.

Вариант	Задание
3	<p>а) Приготовить 100 г 10%-ного раствора гексацианоферрата(II) калия <math>K_4[Fe(CN)_6]</math> из кристаллогидрата.</p> <p>б) Приготовить 100 мл 1н. раствора серной кислоты <math>H_2SO_4</math> из концентрированного раствора.</p> <p>в) Приготовить 100 мл 1М раствора хлорида натрия <math>NaCl</math> из твердой соли.</p>
4	<p>а) Приготовить 100 г 5%-ного раствора сульфата меди <math>CuSO_4</math> из кристаллогидрата.</p> <p>б) Приготовить 100 мл 2М раствора гидроксида натрия <math>NaOH</math> из твердого основания.</p> <p>в) Приготовить 50 мл 2н. раствора серной кислоты <math>H_2SO_4</math> из концентрированного раствора.</p>
5	<p>а) Приготовить 90 г 5%-ного раствора карбоната натрия <math>Na_2CO_3</math> из твердой соли.</p> <p>б) Приготовить 100 мл 1М раствора сульфата никеля <math>NiSO_4</math> из кристаллогидрата.</p> <p>в) Приготовить 50 мл 0,1н. раствора соляной кислоты <math>HCl</math> из концентрированного раствора.</p>
6	<p>а) Приготовить 150 г 5%-ного раствора карбоната натрия <math>Na_2CO_3</math> из твердой соли.</p> <p>б) Приготовить 50 мл 1н. раствора соляной кислоты <math>HCl</math> из концентрированного раствора.</p> <p>в) Приготовить 200 мл 1 М раствора хлорида натрия <math>NaCl</math> из твердой соли.</p>
7	<p>а) Приготовить 80 г 5%-ного раствора сульфата кобальта <math>CoSO_4</math> из кристаллогидрата.</p> <p>б) Приготовить 50 мл 1М раствора уксусной кислоты <math>CH_3COOH</math> из концентрированного раствора.</p> <p>в) Приготовить 100 мл 2 н. раствора гидроксида натрия <math>NaOH</math> из твердого основания.</p>
8	<p>а) Приготовить 110 г 5%-ного раствора сульфата меди <math>CuSO_4</math> из кристаллогидрата.</p> <p>б) Приготовить 250 мл 1М раствора уксусной кислоты <math>CH_3COOH</math> из концентрированного раствора.</p> <p>в) Приготовить 50 мл 1н. раствора сульфата кобальта <math>CoSO_4</math> из кристаллогидрата.</p>

Вариант	Задание
9	а) Приготовить 120 г 5%-ного раствора карбоната натрия $\text{Na}_2\text{CO}_3$ из твердой соли. б) Приготовить 250 мл 1М раствора серной кислоты $\text{H}_2\text{SO}_4$ из концентрированного раствора. в) Приготовить 50 мл 2н. раствора хлорида натрия $\text{NaCl}$ из твердой соли.
10	а) Приготовить 85 г 3%-ного раствора хлорида натрия $\text{NaCl}$ из твердой соли. б) Приготовить 200 мл 1М раствора соляной кислоты $\text{HCl}$ из концентрированного раствора. в) Приготовить 50 мл 1н. раствора сульфата никеля $\text{NiSO}_4$ из кристаллогидрата.

### Контрольные вопросы:

1. Какие существуют способы выражения концентраций растворов?
2. Как определить концентрацию раствора по его плотности?
3. Каково устройство и особенности использования ареометра?
4. В чем особенности приготовления растворов процентной концентрации?
5. В чем особенности приготовления растворов молярной и эквивалентной концентраций?
6. Каково назначения теххимических и аналитических весов?
7. Способы взвешивания на теххимических и аналитических весах.
8. Какие существуют виды мерной посуды?
9. Каковы особенности приготовления растворов из твердых безводных веществ, кристаллогидратов, концентрированных растворов?

## Лабораторная работа 2. Гравиметрический анализ

### Определение бария в хлориде бария

**Цель работы:** изучить методику проведения гравиметрического анализа; сформировать умения по проведению аналитических операций: взятие навески, осаждение, фильтрование, промывание, высушивание и прокаливание осадков.

**Задание:** определить содержание бария в хлориде бария.

**Оборудование:** теххимические весы; аналитические весы; муфельная печь; сушильный шкаф; химические стаканы на 100 мл; конические колбы на 250 мл; бюксы с крышками; шпатели; стеклянные палочки; воронки для фильтрования; фарфоровые тигли; эксикатор; электроплитка с закрытой спиралью; спиртовки; спички; тигельные щипцы; металлические треугольники; штативы; фильтры (синяя лента); пипетки; груши резиновые.

**Реактивы:**  $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  (х.ч. или ч.д.а.); 1н. раствор серной кислоты; 2н. раствор соляной кислоты; 0,5н. раствор нитрата серебра; дистиллированная вода.

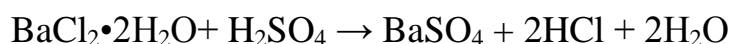
### Ход работы

#### Отбор средней пробы

Состав отобранной средней пробы должен соответствовать среднему химическому составу исследуемого материала. Проба должна быть однородна, измельчена и хорошо перемешана.

#### Расчет навески

Из отобранной пробы для анализа берут навеску. Навеску рассчитывают исходя из характера и количества образующегося осадка (осаждаемой формы). Получаемый осадок должен иметь как можно меньшую растворимость, о которой судят по величине произведения растворимости (ПР). Поэтому определение бария с наименьшими потерями можно проводить в виде  $\text{BaSO}_4$ . Осадок сульфата бария является тяжелым мелкокристаллическим осадком, поэтому его масса должна быть около 0,4 г. Реакция протекает по уравнению:



Рассчитывают массу  $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , необходимую для получения указанного количества гравиметрической формы.

#### Взятие навески

На теххимических весах взвешивают чистый сухой бюкс и вносят в него рассчитанное количество  $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ . Затем бюкс с навеской взвешивают

на аналитических весах ( $m_1$ ). Переносят навеску в колбу на 250 мл. Определяют точную массу бюкса без навески ( $m_2$ ). По разности двух взвешиваний определяют массу навески:  $m_H = m_1 - m_2$ .

### Растворение навески

В колбу с навеской наливают 100 мл дистиллированной воды, образуется разбавленный раствор с концентрацией около 0,5%. Для лучшего осаждения и предупреждения коллоидообразования к раствору добавляют 2,5 мл 2н раствора соляной кислоты и перемешивают.

### Осаждение

В качестве осадителя используют 1н раствор серной кислоты. Расчет осадителя проводят исходя из уравнения реакции. Для осаждения молярной массы эквивалента  $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ , равной 122 г/моль, нужно взять 1000 мл 1н раствора серной кислоты. Отсюда:

$$\begin{array}{l|l} 122 \text{ г} - 1000 \text{ мл} & \\ m_H - x & x = \frac{m_H \cdot 1000}{122} \text{ мл} \end{array}$$

Для полноты осаждения бария количество осадителя берут в полуторакратном избытке.

Рассчитанный объем 1н раствора серной кислоты и 30 мл дистиллированной воды помещают в химический стакан и, закрыв стакан часовым стеклом, ставят на водяную баню. Колбу с растворенной навеской также нагревают на водяной бане. Растворы нагревают почти до кипения (кипятить не нужно). Затем очень медленно, по каплям, приливают горячий раствор серной кислоты к горячему раствору хлорида бария при постоянном перемешивании стеклянной палочкой. После приливания всего объема осадителя, стеклянную палочку вынимают и промывают над колбой дистиллированной водой. Колбу с осадком оставляют на водяной бане до полного осветления жидкости над осадком. Эти условия способствуют росту кристаллов.



После осветления раствора проверяют полноту осаждения. Для этого по стенке колбы добавляют осторожно 2-3 капли осадителя. Если в месте соприкосновения осадителя с раствором появляется муть, то добавляют еще 2-3 мл раствора серной кислоты. Отсутствие помутнения свидетельствует о полноте осаждения.

Затем колбу с осадком закрывают фильтровальной бумагой и оставляют до следующего занятия. В это время происходит процесс созревания осадка, который сопровождается растворением мелких и ростом крупных кристаллов.

### **Фильтрация и промывание осадка**

Для фильтрации осадка сульфата бария используют наиболее плотные обеззоленные фильтры «синяя лента». Сложенный вчетверо фильтр раскрывают и вставляют в сухую чистую воронку. Край фильтра должен быть на 5-10 мм ниже края воронки. Затем воронку с фильтром устанавливают в кольцо и подставляют под нее чистый стакан. Аккуратно, не взмучивая осадка, декантируют жидкость из колбы по стеклянной палочке на фильтр. Палочку держат над воронкой слегка наклонно, так, чтобы ее нижний конец не касался фильтра. Уровень жидкости не должен достигать края фильтра по крайней мере на 5 мм.

После того, как жидкость с осадка будет слита, осадок 2-3 раза промывают декантацией, приливая по 10 мл промывной жидкости. В качестве промывной жидкости используют воду, подкисленную  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1 мл  $\text{H}_2\text{SO}_4$  на 250 мл дистиллированной воды). Затем осадок переносят на фильтр, приливая небольшие порции промывной жидкости. Для удаления частиц осадка со стенок колбы, их протирают небольшими кусочками фильтровальной бумаги, которые потом бросают на фильтр с осадком. В колбе и на стеклянной палочке не должно остаться частиц осадка.

После перенесения осадка на фильтр приступают к его промыванию на фильтре. Промывание продолжают до отрицательной реакции на полноту промывания. Для этого в пробирку отбирают 1 мл фильтрата и добавляют 2-3 капли раствора нитрата серебра. О чистоте промывания свидетельствует

отсутствие мути. Затем осадок промывают горячей дистиллированной водой, чтобы удалить сульфат-ионы. Промывание прекращают, если фильтрат не дает мути с раствором хлорида бария.

### **Высушивание, озоление и прокаливание осадка**

Воронку с осадком помещают в сушильный шкаф. После высушивания фильтр с осадком должны остаться слегка влажными, так как сухой фильтр при сворачивании становится ломким. Фильтр с осадком свертывают в спираль и переносят в фарфоровый тигель. Тигель предварительно должен быть высушен до постоянной массы и взвешен на аналитических весах.

Тигель с осадком устанавливают на фарфоровый треугольник и на небольшом пламени обугливают фильтр. Необходимо следить, чтобы бумага не загорелась. После прекращения выделения пара и дыма, тигель при помощи тигельных щипцов переносят в муфельную печь, где при температуре 800 °С происходит прокаливание осадка. После прокаливания тигель с помощью тигельных щипцов помещают в эксикатор и, после охлаждения тигля, взвешивают на аналитических весах. Процедуру прокаливания и взвешивания осадка повторяют несколько раз до постоянной массы.

### **Расчет результатов анализа**

Содержание бария  $\omega_{\text{ЭКСП.}}$  (в %) рассчитывают по формуле:

$$\omega_{\text{ЭКСП.}} = \frac{m_{\text{Г.Ф.}} \cdot F \cdot 100}{m_{\text{Н}}}, \text{ где}$$

$m_{\text{Г.Ф.}}$  – масса гравиметрической формы, г;

$m_{\text{Н}}$  – масса навески, г;

F – гравиметрический фактор 0,5884;

Теоретическое содержание бария  $\omega_{\text{ТЕОР.}}$  (в %) в хлориде бария находят по формуле:

$$\omega_{\text{ТЕОР.}} = \frac{M(\text{Ba})}{M(\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O})} \cdot 100\% = \frac{137,34 \cdot 100}{244,28} = 56,22\%$$

Абсолютная ошибка:

$$A_{\text{АБС.}} = \omega_{\text{ТЕОР.}} - \omega_{\text{ЭКСП.}}$$

Относительная ошибка:

$$A_{\text{ОТН.}} = \frac{\omega_{\text{ТЕОР.}} - \omega_{\text{ЭКСП.}}}{\omega_{\text{ТЕОР.}}} \cdot 100\%$$

### **Контрольные вопросы:**

1. В чем сущность гравиметрического анализа?
2. Что такое осаждаемая и гравиметрическая формы?
3. Какие операции используют в гравиметрическом анализе?
4. На какие виды классифицируются осадки и каковы особенности их получения?
5. Как производится выбор осадителя?
6. Какие виды фильтров используют для фильтрования различных осадков?
7. Как проверить полноту осаждения, промывания?
8. Какие процессы протекают при озолении и прокаливании осадка?
9. Что такое соосаждение, окклюзия?
10. Что такое декантация?
11. Каковы достоинства и недостатки гравиметрического метода анализа?

## **Лабораторная работа 3. Кислотно-основное титрование**

### **Определение содержания карбоната натрия в растворе**

**Цель работы:** изучить методику проведения кислотно-основного титрования; сформировать умения по проведению аналитических операций: приготовление стандартного раствора, стандартизация, титрование, фиксирование точки эквивалентности.

**Задание:** определить содержание карбоната натрия в исследуемом растворе.

**Оборудование:** технoхимические весы; аналитические весы; стаканчики для взвешивания (бюксы); капсулаторки и шпатели; набор ареометров; мерный цилиндр на 100 мл; мерные колбы на 500 мл и на 100 мл; конические колбы для титрования на 100 мл; химические стаканы на 100 и 250 мл; бюретки; пипетки; воронки стеклянные; груши резиновые; фильтры.

**Реактивы:** концентрированная соляная кислота; раствор карбоната натрия; тетраборат натрия  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ; метиловый оранжевый; дистиллированная вода.

### Ход работы

Ход определения состоит из нескольких этапов:

- приготовление раствора соляной кислоты приближенной концентрации;
- приготовление стандартного раствора тетрабората натрия;
- стандартизация раствора соляной кислоты по тетраборату натрия;
- определение содержания карбоната натрия в растворе.

### Приготовление раствора $\text{HCl}$ приближенной концентрации

Соляная кислота относится к числу реактивов, из которых нельзя приготовить раствор по точной навеске. Поэтому сначала готовят раствор приближенной концентрации, а затем его стандартизируют. Определение объема соляной кислоты, необходимой для приготовления 500 мл 0,1н раствора рассчитывают по формулам:

$$C_{\text{H}} = \frac{m}{M_{\text{Э}} \cdot V}, \quad \text{откуда} \quad m = C_{\text{H}} \cdot M_{\text{Э}} \cdot V$$

$$M_{\text{Э}}(\text{HCl}) = 36,5 \text{ г/моль}$$

$$m(\text{HCl}) = 0,1 \cdot 36,5 \cdot 0,5 = 1,825 \text{ г}$$

С помощью ареометра определяют плотность ( $\rho$ ) концентрированной соляной кислоты, имеющейся в лаборатории, и по таблице находят массовую долю ( $\omega$  %) соляной кислоты в растворе.

Определяют массу концентрированного раствора соляной кислоты, необходимую для приготовления 500 мл 0,1н раствора HCl:

$$\omega(\%) = \frac{m(\text{в-ва})}{m(\text{р-ра})} \cdot 100\% ; \quad m(\text{р-ра}) = \frac{m(\text{в-ва}) \cdot 100}{\omega} = \frac{1,825 \cdot 100}{\omega}, \text{ г}$$

Определяют объем концентрированного раствора соляной кислоты, необходимый для приготовления 500 мл 0,1н раствора HCl:

$$V = \frac{m(\text{р-ра})}{\rho} ; \quad V = \frac{1,825 \cdot 100}{\omega \cdot \rho} \text{ мл}$$

В мерную колбу на 500 мл наливают 200 мл дистиллированной воды, добавляют отмеренный пипеткой рассчитанный объем концентрированной соляной кислоты, перемешивают и доливают дистиллированной водой до метки.

### **Приготовление стандартного раствора тетрабората натрия**

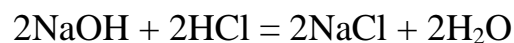
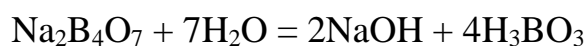
Раствор тетрабората натрия,  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ , с концентрацией  $C_3 = 0,1\text{н}$  готовят по точной навеске, рассчитанной по формуле:

$$m(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = C_3 \cdot M_3 \cdot V = 0,1 \cdot 190,68 \cdot 0,1 = 1,9068 \text{ г}$$

Навеску 1,9068 г взвешивают на аналитических весах в бюксе и высыпаят ее через сухую воронку в мерную колбу на 100 мл. В колбу наливают 30-40 мл горячей дистиллированной воды и перемешивают содержимое до полного растворения соли. Затем доливают дистиллированной водой до метки.

### **Стандартизация раствора соляной кислоты по тетраборату натрия**

Точную концентрацию раствора соляной кислоты устанавливают прямым титрованием раствора тетрабората натрия. В основе процесса стандартизации лежит реакция:



В результате реакции идет накопление ортоборной кислоты. Следовательно, рН в точке эквивалентности будет меньше 7, и в качестве индикатора следует брать метиловый оранжевый.

Бюретку промывают небольшим количеством раствора соляной кислоты, заполняют «носик» и доводят раствор кислоты до нулевой отметки. В коническую колбу на 100 л переносят пипеткой точно 10 мл раствора тетрабората натрия, добавляют 1-2 капли метилового оранжевого и титруют из бюретки раствором соляной кислоты до появления розовой окраски. Определяют объем кислоты, пошедший на титрование. Титрование повторяют три раза, каждый раз доводя уровень кислоты в бюретке до нулевой отметки. Рассчитывают средний объем HCl, пошедший на титрование. По формулам рассчитывают эквивалентную концентрацию и титр кислоты:

$$C_{\text{Э}}(\text{HCl}) = \frac{C_{\text{Э}}(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7) \cdot V(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7)}{V(\text{HCl})}, \text{ моль/л}$$

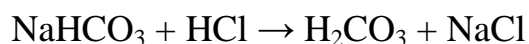
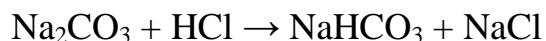
$$T(\text{HCl}) = \frac{C_{\text{Э}}(\text{HCl}) \cdot M_{\text{Э}}(\text{HCl})}{1000}, \text{ г/мл}$$

Результаты каждого титрования и вычислений заносят в таблицу:

№ п/п	Объем раствора Na <sub>2</sub> B <sub>4</sub> O <sub>7</sub> , мл	Сведения о растворе HCl			
		V p-ра, мл	V <sub>ср</sub> , мл	C <sub>Э</sub> , моль/л	T, г/мл
1	10				
2	10				
3	10				

## Определение содержания карбоната натрия в растворе

Определение проводят путем прямого титрования раствором соляной кислоты в присутствии индикатора метилового оранжевого. Титрование основано на реакциях:



Бюретку заполняют раствором соляной кислоты. В коническую колбу помещают с помощью пипетки 10 мл анализируемого раствора карбоната натрия и 1-2 капли метилового оранжевого. Титруют при перемешивании до перехода окраски из желтой в розовую. Отмечают объем кислоты, пошедший на титрование. Определение повторяют три раза. Рассчитывают среднее значение объема кислоты, эквивалентную концентрацию и титр раствора карбоната натрия. Результаты титрования и расчетов заносят в таблицу:

№ п/п	Объем раствора HCl, мл	V(HCl)ср, мл	Сведения о растворе Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>		
			Vр-ра, мл	Cэ, моль/л	T, г/мл
1			10		
2			10		
3			10		

Сформулируйте вывод о проделанной работе.

### Контрольные вопросы:

1. В чем заключается сущность титриметрического анализа?
2. На какие виды классифицируется титриметрический метод анализа?
3. Какие требования предъявляют к реакциям в титриметрическом анализе?
4. Что такое титрование, титрант, титр?
5. Что такое стандартные растворы? Какими способами их можно приготовить?
6. Что такое точка эквивалентности?
7. Какие методы используют для фиксирования точки эквивалентности?

8. Что такое кривые титрования и для чего они используются?
9. Как приготовить бюретку для титрования?
10. Каковы достоинства и недостатки титриметрического метода?

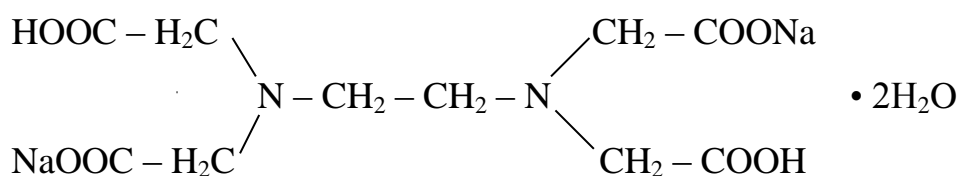
#### Лабораторная работа 4. Комплексометрическое титрование

##### Определение содержания кальция, магния и общей жесткости воды

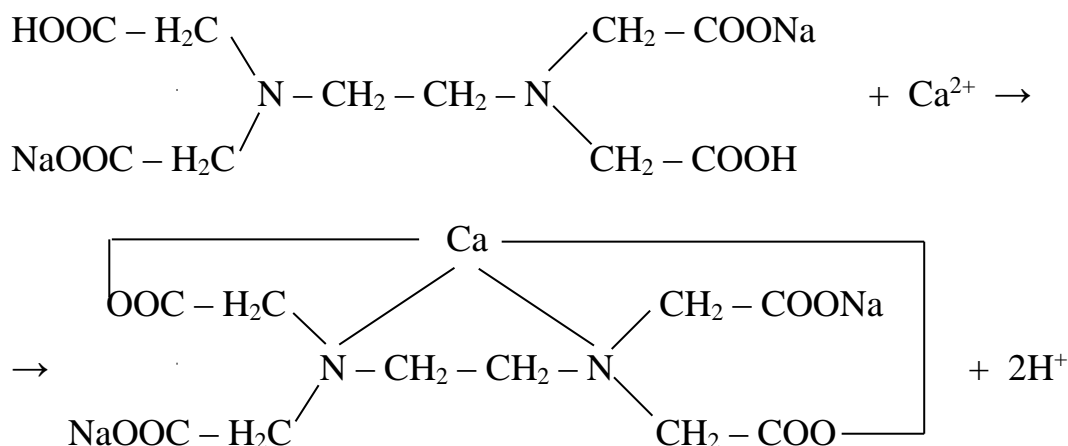
**Цель работы:** изучить метод титрования с использованием комплексонов и его применение для определения жесткости воды.

**Задание:** определить в водопроводной воде содержание ионов кальция, магния и общую жесткость воды, сделать вывод о качестве воды и соответствии величины жесткости требованиям СанПиН.

Методы комплексометрии основаны на реакциях комплексообразования с участием комплексонов. Комплексоны – это производные аминополикарбоновых кислот, способные образовывать устойчивые комплексные соединения с ионами  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$  и другими катионами. Наиболее частое применение находит двунариевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты (ЭДТА, комплексон III, трилон Б):

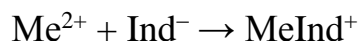


С ионами металлов ЭДТА образует внутрикомплексные соли:

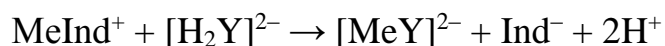




Для фиксирования точки эквивалентности в качестве индикаторов используют металлохромные индикаторы. Наиболее часто применяют мурексид и хромоген черный (эриохром черный Т). Мурексид является аммонийной солью пурпурной кислоты. Его анион  $\text{Ind}^-$  взаимодействует в щелочной среде с двухзарядными катионами по реакции:



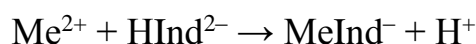
Комплексы металлов с мурексидом имеют красную окраску. Они менее устойчивы, чем комплексы этих металлов с ЭДТА. При титровании катионы переходят от  $\text{MeInd}^+$  к ЭДТА, а анионы индикатора освобождаются и придают раствору лиловую окраску:



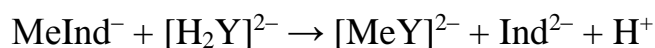
красный    бесцв.    бесцв.    лиловый

Мурексид в основном используют для определения ионов кальция, меди и никеля. Титрование проводят в щелочной среде при  $\text{pH} \approx 12$ .

Эриохром черный в щелочной среде ( $\text{pH} \approx 8-10$ ) образует с ионами металлов комплексы винно-красного цвета:



При титровании комплекс разрушается и ионы металла связываются с ЭДТА в более прочное комплексное соединение. Анионы индикатора переходят в раствор и окрашивают его в синий цвет:



винно-    бесцв.    бесцв.    синий

красный

Суммарное содержание солей кальция и магния в воде определяет ее общую жесткость. Она делится на карбонатную и некарбонатную. Первая обусловлена присутствием гидрокарбонатов кальция и магния, которые при кипячении разлагаются:



Поэтому карбонатную жесткость называют *временной жесткостью*.

Жесткость, остающаяся после кипячения, называется *постоянной*. Она обусловлена сульфатами или хлоридами кальция и магния. Сумма временной и постоянной жесткости составляет *общую жесткость*. Величина общей жесткости варьирует в зависимости от типа пород и почв, слагающих бассейн водосбора, а также от сезона года.

При жесткости до 4 мг-экв/л вода считается мягкой; 4 – 8 мг-экв/л – средней жесткости; 8 – 12 мг-экв/л – жесткой; более 12 мг-экв/л – очень жесткой. Величина общей жесткости в источниках централизованного водоснабжения допускается до 7 мг-экв/л, в отдельных случаях по согласованию с санитарно-эпидемиологическими службами – до 10 мг-экв/л.

Комплексонометрическое определение жесткости основано на образовании прочного комплексного соединения ионов кальция и магния с ЭДТА.

**Оборудование:** шпатели; конические колбы для титрования на 250 мл; химические стаканы на 100 и 250 мл; бюретки; пипетки Мора на 100 мл; воронки; груши резиновые; фильтры.

**Реактивы:** 0,05н. раствор трилона Б; аммиачный буферный раствор; 2н. раствор гидроксида натрия; 2н. раствор соляной кислоты; бромная вода; водопроводная вода; дистиллированная вода; индикаторы: мурексид; эриохром черный Т.

### **Приготовление реактивов**

*Этилендиаминтетраацетат натрия (трилон Б, комплексон III) 0,05н раствор.* В дистиллированной воде растворяют 9,3 г дигидрата трилона Б и доводят объем до 1 л. Титр устанавливают по 0,05н раствору сульфата магния. Для этого 10 мл раствора сульфата магния вносят в колбу для титрования, прибавляют 5 мл буферного раствора и 20-30 мг сухого индикатора эриохрома черного Т. Титруют при сильном перемешивании раствором трилона Б до изменения окраски на синюю с зеленоватым оттенком.

*Аммиачный буферный раствор.* В дистиллированной воде растворяют 10 г хлорида аммония, добавляют 50 мл 25% аммиака и доводят до 500 мл дистиллированной водой.

*Сульфат магния, 0,05н раствор.* В мерной колбе на 100 мл растворяют в дистиллированной воде 0,6162 г  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  и доводят водой до метки.

Индикаторы, сухие смеси:

- а) растирают в ступке 0,5 г мурексида и 100 г хлорида натрия;
- б) растирают в ступке 0,25 г эриохрома черного Т и 50 г хлорида натрия.

### Ход работы

Сначала проводят определение кальция. Для этого в коническую колбу на 250 мл вносят 100 мл водопроводной воды, добавляют 2 мл 2н. раствора гидроксида натрия и 10-15 мг сухой смеси индикатора мурексида. Медленно титруют раствором трилона Б при помешивании до перехода окраски из красной до лиловой. Определяют объем трилона Б, пошедший на титрование. Определение проводят три раза и рассчитывают средний объем трилона Б. Концентрацию ионов кальция (мг/л) рассчитывают по формуле:

$$A = \frac{20,04 \cdot n \cdot K \cdot V_T \cdot 1000}{V}, \text{ где}$$

20,04 – молярная масса эквивалента кальция;

n – нормальная концентрация трилона Б;

K – поправочный коэффициент к титру раствора трилона Б;

$V_T$  – объем раствора трилона Б, израсходованного на титрование, мл;

V – объем пробы, взятой для титрования, мл.

Для получения результатов в мг-экв/л расчет проводят по формуле:

$$A = \frac{n \cdot K \cdot V_T \cdot 1000}{V},$$

где обозначения те же

Для определения магния пробу нейтрализуют 2 мл 2н. раствора соляной кислоты. Разложение мурексида ускоряется нагреванием или добавлением капли бромной воды. Затем прибавляют 5 мл аммиачного буферного раствора, 0,1 г индикатора эриохром черный Т и титруют до перехода винно-красной окраски в синюю. По результатам титрования трех проб определяют среднее значение объема трилона Б, пошедшего на титрование. Концентрацию ионов магния (мг/л) рассчитывают по формуле:

$$B = \frac{12,16 \cdot n \cdot K \cdot V_T \cdot 1000}{V}, \text{ где}$$

12,16 – молярная масса эквивалента кальция;

n – нормальная концентрация трилона Б;

K – поправочный коэффициент к титру раствора трилона Б;

$V_T$  – объем раствора трилона Б, израсходованного на титрование, мл;

V – объем пробы, взятой для титрования, мл.

Для получения результатов в мг-экв/л расчет проводят по формуле:

$$B = \frac{n \cdot K \cdot V_T \cdot 1000}{V},$$

где обозначения те же

*Общую жесткость* рассчитывают по формуле:

$$Ж = A + B, \text{ где}$$

A – содержание кальция в мг-экв/л;

B – содержание магния в мг-экв/л;

По результатам анализа делают вывод о степени жесткости исследуемой воды и соответствии величины жесткости требованиям ГОСТ.

### **Контрольные вопросы:**

1. В чем сущность комплексонометрического титрования?
2. Что такое комплексоны?

3. Какие комплексоны применяют в комплексонометрии?
4. Какие индикаторы применяют в комплексонометрии?
5. Что такое жесткость воды? Чем она определяется?
6. Как классифицируется вода по степени жесткости?
7. Какие виды жесткости воды различают?
8. В каких единицах измеряется жесткость воды?
9. Как нормируется жесткость воды для питьевого назначения?

## **Лабораторная работа 5. Колоночная хроматография**

### **Определение меди в растворе сульфата меди**

**Цель работы:** изучить метод хроматографии и его применение для определения содержания металлов в растворах.

**Задание:** определить содержание меди в исследуемом растворе с использованием колоночной ионообменной хроматографии.

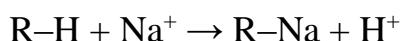
Ионообменная хроматография – это сорбционный динамический метод разделения смесей ионов на сорбентах, называемых *ионообменниками*. При пропускании анализируемого раствора электролита через ионообменник в результате гетерогенной химической реакции происходит обратимый стехиометрический эквивалентный обмен ионов раствора на ионы того же знака, входящие в состав ионообменника.

Ионообменный цикл состоит из стадии поглощения ионов (сорбции) ионообменником и стадии извлечения ионов (десорбции) из ионообменника раствором (элюентом), который проходит через сорбент. Разделение ионов обусловлено их различным сродством к ионообменнику и происходит за счет различия скоростей перемещения компонентов по колонке.

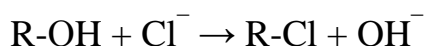
Каждый ионообменник (ионит) состоит из основы (матрицы) – безводного, способного к набуханию вещества, имеющего пространственную решетчатую структуру с закрепленными ионообменными группами. Ионообменные группы состоят из неподвижных ионов и связанных с ними

противоионов. По характеру ионогенных групп иониты делятся на катиониты и аниониты.

Катионообменники обмениваются с раствором катионами, а анионообменники – анионами. Катионообменники (катиониты) содержат в своем составе ионогенные группы кислотного характера:  $-\text{SO}_3\text{H}$ ,  $-\text{COOH}$ ,  $-\text{OH}$  и другие. Химическую формулу катионообменника можно изобразить как  $\text{R}-\text{H}$  или  $\text{R}-\text{Na}$ , где  $\text{R}$  – полимерная матрица. В первом случае ионит находится в  $\text{H}$ -форме, во втором – в  $\text{Na}$ -форме. Обмен катионами происходит по реакции:



Анионообменники (аниониты) содержат в своей структуре ионогенные группы основного характера. Их химические формулы могут быть изображены как  $\text{R}-\text{OH}$  или  $\text{R}-\text{Cl}$ . В первом случае анионит находится в  $\text{OH}$ -форме, во втором – в  $\text{Cl}$ -форме. Обмен анионами происходит по реакции:



В качестве неподвижной фазы используют неорганические и органические ионообменные материалы, в качестве подвижной фазы – водные растворы.

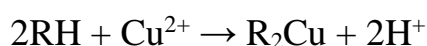
Для проведения ионообменной хроматографии используют хроматографическую колонку, представляющую собой стеклянную трубку длиной 20-50 см и диаметром 1 см. Колонку заполняют ионитом, предварительно промытым и находящимся в  $\text{H}$ -,  $\text{OH}$ - или солевой форме. Высота ионообменника в колонке должна быть 15-20 см, а слой воды над ионитом – 3-4 см. Подготовленную колонку можно использовать для многократных анализов, проводя после каждой работы регенерацию ионита.

**Оборудование:** хроматографические колонки, заполненные катионитом КУ-1 в  $\text{H}$ -форме; бюретки для титрования; колбы конические на 100 мл для титрования; воронки стеклянные; стаканы химические на 50 и 100 мл; пипетки на 10 мл; груши резиновые; стеклянные палочки; предметные стекла.

**Реактивы:** исследуемый раствор сульфата меди; 0,1н раствор гидроксида натрия; 2М раствор соляной кислоты; фенолфталеин; метиловый оранжевый; дистиллированная вода.

### Ход работы

Хроматографическую колонку, заполненную катионитом в Н-форме, промывают дистиллированной водой несколько раз до нейтральной реакции по метиловому оранжевому. Пипеткой переносят 10 мл исследуемого раствора сульфата меди в колонку. При прохождении сульфата меди через катионит ионы меди(II) обмениваются на катионы водорода:



Колонку промывают дистиллированной водой и прошедший через колонку раствор собирают в коническую колбу, проверяя содержание кислоты индикатором метиловым оранжевым. Промывание заканчивают, когда вода будет свободна от кислоты. Все пробы собирают и титруют 0,1н. раствором гидроксида натрия в присутствии фенолфталеина до появления бледно-розовой окраски. Определяют содержание кислоты в растворе, которое эквивалентно содержанию ионов меди(II).

$$T(\text{NaOH}/\text{Cu}^{2+}) = \frac{C(\text{NaOH}) \cdot M_{\text{Э}}(\text{Cu})}{1000} ;$$

$$m_{\text{П}}(\text{Cu}^{2+}) = T(\text{NaOH} / \text{Cu}^{2+}) \cdot V(\text{NaOH});$$

$$m_1(\text{Cu}^{2+}) = m_{\text{П}}(\text{Cu}^{2+}) \cdot \frac{1000}{V_{\text{П}}} ;$$

Объединяя три формулы, получим:

$$m_1(\text{Cu}^{2+}) = \frac{V(\text{NaOH}) \cdot M_{\text{Э}}(\text{Cu}) \cdot V(\text{NaOH})}{V_{\text{П}}} , \text{ где}$$

$m_{\text{П}}(\text{Cu}^{2+})$  – масса меди в объеме пипетки, г;

$m_1(\text{Cu}^{2+})$  – масса меди в 1 л раствора, г;

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

$C(\text{NaOH})$  – эквивалентная концентрация раствора гидроксида натрия;

$M_{\text{Э}}(\text{Cu})$  – молярная масса эквивалента меди г/моль.

Рассчитайте эквивалентную концентрацию сульфата меди в растворе.

### **Контрольные вопросы:**

1. В чем сущность хроматографического метода анализа?
2. Как классифицируется хроматография по агрегатному состоянию, механизму разделения, форме проведения?
3. В чем сущность проведения колоночной ионообменной хроматографии?
4. Методика проведения колоночной ионообменной хроматографии.
5. Что такое ионообменники, как они классифицируются?

## **Лабораторная работа 6. Рефрактометрия**

### **Определение показателя преломления с помощью рефрактометра**

**Цель работы:** изучить метод рефрактометрии и его применение для определения показателей преломления органических веществ.

**Задание:** изучить прибор для определения показателя преломления и концентрации сахара – рефрактометр-сахариметр; научиться определять данные показатели в исследуемых растворах; построить график, проанализировать зависимость плотности вещества от его строения и наличия функциональных групп; сделать вывод о чистоте исследуемых растворителей.

### **Порядок работы на рефрактометре**

Схема рефрактометра-сахариметра для определения показателя преломления жидких веществ представлена на рисунке 1.

1. Установку нуль-пункта рефрактометра проводят по дистиллированной воде. Граница светотени должна находиться на делении 1,3330. Для установки нуль-пункта необходимо:

– откинуть камеру осветительной призмы (7) и открыть заслонку;



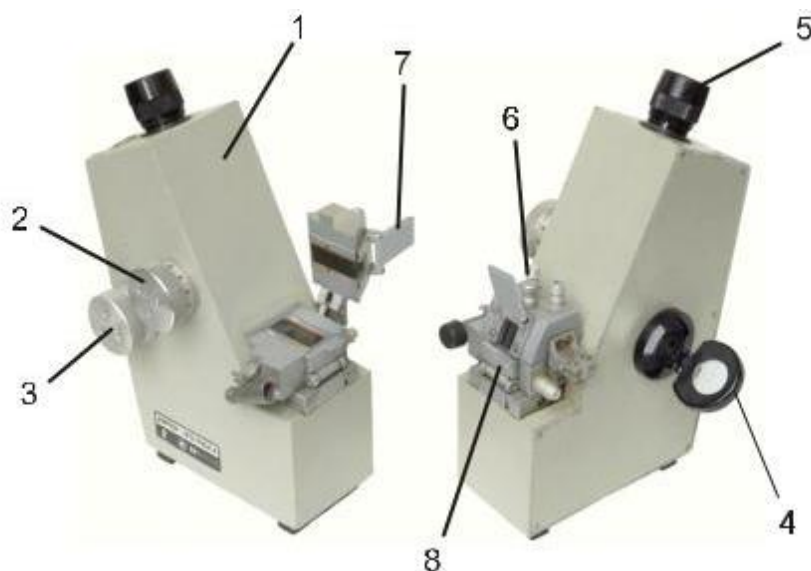


Рис. 1 Рефрактометр

1 – корпус; 2 – дисперсионный компенсатор; 3 – рукоятка для совмещения визирной линии сетки с границей света и тени; 4 – плоское зеркало для освещения шкалы; 5 – окуляр с кольцом диоптрийной наводки; 6 – термометр; 7 – камера осветительной призмы с заслонкой; 8 – камера рефрактометрической (измерительной) призмы с нижней заслонкой.

- промыть камеры осветительной призмы и рефрактометрической (измерительной) призмы дистиллированной водой, протереть спиртом (или эфиром) и насухо вытереть марлевой салфеткой;

- оплавленным концом стеклянной палочки нанести на плоскость измерительной призмы (8) несколько капель дистиллированной воды, так, чтобы после закрытия верхней осветительной призмой (7) вся поверхность была покрыта водой;

- откинуть зеркало (4) и проверить освещение шкалы;

- вращением рукоятки (3) границу светотени установить в поле зрения окуляра (5);

- вращением рукоятки (2) установить резкость границ светотени (рис. 2);

- вращением рукоятки (3) установить границу визирной линии сетки с границей света и тени точно на перекрестие и по шкале показателей преломления снять отсчет.

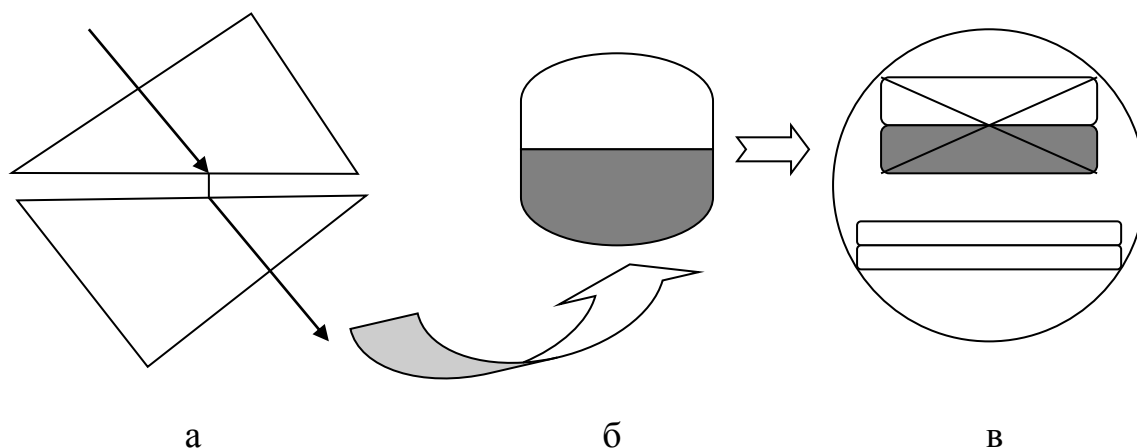


Рис. 2 Принципиальная схема рефрактометра

а) осветительная (1) и рефрактометрическая (2) призмы;

б, в) – поле зрения окуляра с границей света-тени и шкалой показателя преломления и концентрации сахара

2. Измерение показателя преломления исследуемого образца проводят аналогично измерению показателя преломления дистиллированной воды при установке нуль-пункта. После совмещения границы светотени с перекрестием сетки производят отсчет по шкале показателей преломления.

3. Сильно адсорбирующие жидкости (с темной окраской) нужно исследовать в отраженном свете. С этой целью следует надвинуть экран на осветительное окошко, отклонить зеркало и осветить им отверстие в нижней части рефрактометрической призмы.

4. После проведения измерений протереть камеру дистиллированной водой, протереть спиртом и досуха вытереть. Плавное закрыть крышку камеры.

5. Обработка результатов. Если определение выполнено при температуре, отличающейся от  $(20,0 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$ , то вносят следующие поправки:

$$n_D^{20} = n_D^t + 0,0001(t - 20)$$

где 0,0001 – температурный коэффициент,  $^\circ\text{C}^{-1}$

$n_D^{20}$  – показатель преломления при  $20^\circ\text{C}$ ;

$n_D^t$  – показатель преломления при температуре измерения;

t – температура измерения,  $^\circ\text{C}$ .

## **Опыт 1. Определение показателя преломления и концентрации растворенного вещества в растворах сахарозы**

**Оборудование:** рефрактометр-сахариметр, пипетки на 1-5 мл, резиновые груши, стеклянные палочки, стаканы на 50 мл, марлевые салфетки.

**Реактивы:** четыре комплекта (по четыре рабочих раствора в каждом) растворов сахарозы или другого сахара с определенными концентрациями; флаконы со спиртом или эфиром, дистиллированная вода.

### **План работы:**

1. Ознакомиться с устройством и принципом работы рефрактометра ИРФ.
2. Проверить установку нуля-пункта рефрактометра по дистиллированной воде.
3. Произвести измерение показателя преломления и концентрацию растворенного вещества в исследуемых растворах.
4. Приготовить раствор сахарозы, заданной концентрации. Произвести измерение показателя преломления и концентрации приготовленного раствора.
5. Построить градуировочный график зависимости показателя преломления от содержания сахара в растворе.
6. Сравнить процентную концентрацию сахара, измеренную экспериментально и рассчитанную по формуле.

### **Ход работы**

Берут четыре флакона с растворами сахарозы разной концентрации и на рефрактометре определяют коэффициент преломления и концентрацию растворенного вещества по описанной выше методике проведения анализа. После каждого анализа протирают сначала дистиллированной водой, а потом эфиром или спиртом рабочие призмы. Правильность определения концентраций растворов проверяют у преподавателя. Заносят данные в рабочую тетрадь.

Готовят раствор сахарозы определенной концентрации по заданию преподавателя. Определяют показатель преломления и сверяют концентрацию

раствора на рефрактометре. Делают вывод о соответствии результатов измерения с величиной концентрации приготовленного раствора и определяют погрешность.

На основании полученных данных строят график зависимости в координатах: концентрация раствора (С, %) – показатель преломления (n). Делают вывод о зависимости коэффициента преломления от концентрации раствора. Сравнивают процентную концентрацию сахара, измеренную экспериментально с рассчитанной по формуле.

$$C(\%) = \frac{n - n(H_2O)}{0,00422}$$

Таблица 1. Результаты измерения показателя преломления и массовой доли сахара в растворах сахарозы разной концентрации

№ образца	Показатель преломления $n_D$	Массовая доля сахара $\omega$ , %
Образец 1		
Образец 2		
Образец 3		
Образец 4		

## **Опыт 2. Определение коэффициента преломления органических растворителей и его зависимости от плотности веществ**

**Оборудование:** рефрактометр, пипетки на 1 мл, резиновые груши, стеклянные палочки, стаканы на 50 мл, марлевые салфетки.

### **Реактивы:**

- а) растворители: пентан, гексан, гептан, октан, нонан, декан;
- б) о-ксилол, м-ксилол, п-ксилол, смесь ксилолов;
- в) хлорметан, дихлорметан, хлороформ, четыреххлористый углерод.

### **Ход работы**

По приведенной методике определяют показатели преломления каждого растворителя. Измеряют плотности анализируемых растворителей ареометром. Заносят данные в рабочую тетрадь с указанием структурных формул

исследованных веществ. Полученные результаты сверяют с данными, приведенными в химическом справочнике. Делают вывод о зависимости показателя преломления от плотности вещества и строят график. Анализируют зависимость плотности вещества от его строения и наличия функциональных групп. Делают вывод о чистоте исследуемых растворителей.

Таблица 2. Результаты измерений показателя преломления растворителей

а) предельные углеводороды

Вещество	Формула	Показатель преломления		Плотность вещества $\rho^{20}$ , г/см <sup>3</sup>
		эксперимент. $n_D^{20}$	справочное $n_o^{20}$	
пентан				
гексан				
гептан				
октан				
нонан				
декан				

б) ксилолы

Вещество	Формула	Показатель преломления		Плотность вещества $\rho^{20}$ , г/см <sup>3</sup>
		эксперимент. $n_D^{20}$	справочное $n_o^{20}$	
о-ксилол				
м-ксилол				
п-ксилол				
смесь ксилолов				

в) хлоруглеводороды

Вещество	Формула	Показатель преломления		Плотность вещества $\rho^{20}$ , г/см <sup>3</sup>
		эксперимент. $n_D^{20}$	справочное $n_o^{20}$	
хлорметан				
дихлорметан				
хлороформ				
четырёх- хлористый углерод				

### **Контрольные вопросы:**

1. Что называется рефракцией?
2. На чем основан рефрактометрический метод анализа?
3. Основные законы рефрактометрии.
4. Достоинства и области применения рефрактометрии.
5. Дайте определение коэффициента преломления.
6. Для какой характеристики вещества служит показатель преломления?
7. Абсолютный и относительный показатели преломления.
8. Какова зависимость показателя преломления от концентрации и плотности вещества, температуры, длины волны света?
9. Каковы функции осветительной и измерительной призм?
10. Рефрактометр, его назначение и устройство (основные узлы).
11. Что такое дисперсия света?

### **Лабораторная работа 7. Фотоэлектроколориметрия**

#### **Определение содержания железа с сульфосалициловой кислотой**

**Цель работы:** изучить прибор фотоэлектроколориметр (ФЭК); освоить методику определения коэффициента пропускания и оптической плотности на ФЭК, по градуировочному графику научиться определять концентрацию вещества в исследуемых растворах.

**Задание:** определить содержание железа(III) в водопроводной воде; сделать вывод о соответствии качества воды требованиям СанПиН.

**Принцип метода:** метод основан на взаимодействии ионов железа в щелочной среде с сульфосалициловой кислотой с образованием окрашенного в желтый цвет комплексного соединения. Интенсивность окраски пропорциональна содержанию железа.

## Порядок работы с фотоэлектроколориметром КФК-3-01

### А. Подготовка фотометра к работе:

1. Включить фотометр в сеть 220 В, включить тумблер «СЕТЬ».

2. Подготовка фотометра к работе осуществляется в автоматическом режиме. Через 10 мин фотометр выдаст звуковой сигнал готовности к работе и надпись «ГОТОВ К РАБОТЕ. ВВЕДИТЕ РЕЖИМ».



### Б. Измерение оптической плотности

1. Установить ручкой длину волны, на которой производится измерение. Длина волны высветится на верхнем световом табло.

2. Выбрать режим измерений и провести настройку прибора. Для этого в дальнее гнездо кюветодержателя поместить кювету с дистиллированной водой или нулевым раствором. Закрыть крышку кюветного отделения и сдвинуть рукоятку кюветодержателя до упора влево. На клавиатуре последовательным нажатием клавиши D установить режим измерения «А – ОПТИЧЕСКАЯ ПЛОТНОСТЬ» и нажатием клавиши # (решетка) дождаться надписи на нижнем индикаторе (табло): ИЗМЕРЕНИЕ А = 0,000 ± 0,002. Если значение 0,000 отобразилось с большим отклонением, то повторно нажать клавишу #.

3. Установить в ближнее гнездо кюветодержателя кювету с анализируемым раствором. Закрыть крышку кюветного отделения и сдвинуть рукоятку кюветодержателя до упора вправо. На нижнем индикаторе (табло) отобразится значение оптической плотности фотометрируемого раствора. Аналогично провести измерения всех анализируемых растворов, в порядке возрастания их концентрации.

4. После окончания работы вынуть обе кюветы из кюветодержателя, закрыть крышку кюветного отделения и отключить прибор от сети.

5. При наполнении кювет стандартными или исследуемыми растворами необходимо сначала ополоснуть кювету этим же раствором, а затем снова наполнить кювету этим же раствором не ниже уровня риски, протереть аккуратно стенки кювет марлевыми салфетками; при необходимости закрыть специальной крышкой кювету.

**Оборудование:** фотоэлектроколориметр; кюветы с длиной оптического слоя 2 см; мерные колбы на 50 мл и на 500 мл; воронки стеклянные; пипетки; груши резиновые; шпатели; марлевые салфетки; стаканы химические на 100 и 200 мл; аналитические весы; стаканчики для взвешивания.

**Реактивы:** дистиллированная вода; 20% раствор сульфосалициловой кислоты; 2н. раствор хлорида аммония; 10% раствор аммиака; стандартные растворы железа:

а) основной раствор – в мерной колбе вместимостью 500 мл в дистиллированной воде растворяют 0,4318 г железоаммонийных квасцов  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$  или 0,4505 г железокалиевых квасцов  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot \text{K}_2\text{SO}_4 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$ . После растворения добавляют 3 мл хлороводородной кислоты пл. 1,19 г/см<sup>3</sup> и доводят объем до метки дистиллированной водой. В 1 мл содержится 0,1 мг железа;

б) рабочий раствор готовят разбавлением основного дистиллированной водой в мерной колбе сначала в 20 раз. В 1 мл содержится 0,005 мг железа. Применяют свежеприготовленным.

### Ход работы

В мерную колбу на 50 мл отбирают 25 мл водопроводной воды, прибавляют 1 мл 2н раствора хлорида аммония, 1 мл 20% раствора сульфосалициловой кислоты, 1 мл 10% раствора аммиака. После добавления каждого реактива содержимое перемешивают, затем доводят объем до метки дистиллированной водой, перемешивают и через 15 минут фотометрируют при фиолетовом светофильтре ( $\lambda = 400\text{-}430\text{ нм}$ ) в кюветах с толщиной оптического 2 см по отношению к дистиллированной воде, обработанной как проба.



Настройку фотоэлектроколориметра и его подготовку к работе проводят в соответствии с инструкцией к прибору. Окраска устойчива в течение 1 месяца. Содержание железа (мкг) находят по калибровочному графику.

**Калибровочный график.** В ряд мерных колб вместимостью 50 мл вносят 0-1-3-5-10 мл рабочего стандартного раствора, что соответствует содержанию железа 0-5-15-25-50 мкг, доводят объем до 25-30 мл дистиллированной водой и проводят анализ как исследуемой воды. Калибровочный график строят в координатах оптическая плотность – содержание железа (мкг). Концентрацию железа рассчитывают по формуле:

$$X = C / V, \text{ где}$$

C – содержание железа, найденное по калибровочному графику, мкг;

V – объем пробы, взятой для анализа, мл.

Содержание железа в источниках централизованного водоснабжения нормируется в соответствии с требованиями СанПиН 2.1.4.2496-09 «Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды централизованных систем питьевого водоснабжения. Контроль качества. Гигиенические требования к обеспечению безопасности систем горячего водоснабжения» и допускается до 0,3 мг/л.

Сравните полученное значение содержания железа в водопроводной воде с величиной ПДК и сделать вывод о соответствии качества воды требованиям СанПиН.

#### **Контрольные вопросы:**

1. В чем сущность фотометрических методов анализа?
2. В какой области спектра проводятся измерения в фотоэлектроколориметрии?
3. Выведите закон Бугера-Ламберта-Бера в экспоненциальном и логарифмическом виде. В чем преимущество второй формулы?
4. Какие существуют отклонения от закона Бугера-Ламберта-Бера?

5. Каков физический смысл молярного коэффициента поглощения?
6. Чем определяется выбор оптического прибора и длины кюветы для измерения оптической плотности раствора?
7. Для чего используются светофильтры в фотоэлектроколориметрии?
8. Как осуществляется выбор светофильтра?
9. Какова зависимость оптической плотности и пропускания от концентрации вещества?
10. Как строится градуировочный график?
11. Как определить концентрацию вещества по градуировочному графику?

## БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Аналитическая химия : в 2 кн.: учеб. пособие: рек. Мин. обр. / А.Т. Пилипенко, И.В. Пятницкий. Кн. 2. – 1990. – 846 с.
2. Аналитическая химия. Физические и физико-химические методы анализа : Учебник для вузов / Жуков А.Ф., Колосова И.Ф., Кузнецов В.В.; ред. Петрухин О.М. – М. : Химия, 2001. – 496 с.
3. Васильев, В.П. Аналитическая химия: учеб.: рек. Мин. обр. РФ: в 2 кн. Кн. 1: Титриметрические и гравиметрический методы анализа. / В.П. Васильев. – Дрофа – 2009. – 368 с.
4. Васильев, В.П. Аналитическая химия: учеб.: в 2 кн. Кн. 2: Физико-химические методы анализа. / В.П. Васильев. – Дрофа – 2009. – 384 с.
5. Дорохова, Е.Н. Аналитическая химия. Физико-химические методы анализа : учеб.: рек. Мин. обр. / Е.Н. Дорохова, Г. В. Прохорова. – М. : Высш. шк., 1991. – 256 с.
6. Лебухов, В.И. Физико-химические методы исследования / В.И. Лебухов, А.И. Окара, Л.П. Павлюченкова. – Лань. – 2012. – 480 с.
7. Отто М. Современные методы аналитической химии : Учебник: В 2 т. – М.: Изд-во УРСС. – 2003. – 416 с.
8. Трифонова А.Н. Аналитическая химия: лабораторный практикум. Учебное пособие/ Трифонова А.Н., Мельситова И.В. – Минск: Вышэйшая школа, 2013. – 161 с..
9. Юстратова В.Ф. Аналитическая химия. Количественный химический анализ: учебное пособие/ Юстратова В.Ф., Микилева Г.Н., Мочалова И.А. – Электрон. текстовые данные. – Кемерово: Кемеровский технологический институт пищевой промышленности, 2005. – 161 с.
10. Харитонов, Ю.Я. Аналитическая химия. Аналитика: в 2 кн.: учеб. : рек. Мин. обр. РФ. Кн. 2 : Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. – 2007. – 616 с.

**Валентина Ивановна Митрофанова,**

доцент кафедры химии и химической технологии АмГУ, канд. хим. наук

**Лескова Светлана Анатольевна,**

доцент кафедры химии и химической технологии АмГУ, канд. хим. наук

**Лабораторный практикум. Химия. Часть 2.**

---

Изд-во АмГУ. / Подписано к печати

Формат 60X84/16. Усл. печ. л. 3,02, уч.-изд.л. . Тираж . Заказ