

Министерство образования Республики Беларусь

Учреждение образования  
«Могилевский государственный университет продовольствия»

Кафедра химии

**АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ  
И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА**

**Основные приемы химического анализа**

Методические указания к лабораторным занятиям для студентов технологических специальностей дневной и заочной форм обучения

Могилев  
2014

УДК 543  
ББК 24.4

Рассмотрено и рекомендовано к изданию  
на заседании кафедры химии  
Протокол № 10.1 от 07 мая 2014 г.

Составители:  
Войтенко С. И., Дудкина Е. Н.,

Рецензент  
старший преподаватель Е. И. Ашмянская

**УДК 543**  
**ББК 24.4**

© Учреждение образования  
«Могилевский государственный  
университет продовольствия», 2014

*Учебное издание*

## АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

### Основные приемы химического анализа

#### Методические указания

Составители:  
**Войтенко** Светлана Ивановна  
**Дудкина** Елена Николаевна

Редактор *А. А. Щербакова*  
Технический редактор *Н. Г. Тверская*

Подписано в печать 04.11.2014. Формат 60×84 1/16.  
Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Ризография.  
Уч.-изд. л. 1,6. Усл. печ. л. 1,86.  
Тираж 85 экз. Заказ 134.

Учреждение образования  
«Могилевский государственный университет продовольствия».  
Свидетельство о государственной регистрации издателя, изготовителя,  
распространителя печатных изданий № 1/272 от 04.04.2014.  
Пр-т Шмидта, 3, 212027, Могилев.

Отпечатано в учреждении образования  
«Могилевский государственный университет продовольствия».  
Пр-т Шмидта, 3, 212027, Могилев.

## Введение

Аналитическая химия – наука о методах и приемах химического анализа. Химический анализ занимает одно из ведущих мест в различных отраслях промышленности: химической, пищевой, металлургической и т. д. Он основан на использовании химических реакций, которые позволяют обнаружить и определить то или иное вещество. Методы и методики, которые применяются для достижения целей химического анализа, постоянно совершенствуются и пополняются. Объем знаний и навыков, которыми должны владеть химики–аналитики, также расширяется. Химический анализ имеет особое значение, когда речь идет о стандартах, которые используются для оценки правильности результата, в случае проведения прецизионных анализов.

Химический анализ включает в себя два метода – гравиметрический метод анализа и титриметрический метод анализа. Поскольку практикум для студентов–технологов основывается на титриметрическом методе анализа, мы подробнее остановимся на тех операциях, без которых невозможно его проведение, однако многое из рассмотренного является базовыми навыками не только в гравиметрии, но и инструментальных методах анализа.

Изучив курс аналитической химии, каждый студент должен уверенно выполнять такие операции, как:

- работа с химической посудой;
- взятие пробы, взвешивание на аналитических весах;
- приготовление растворов;
- титрование;
- обработка полученных результатов и оценка их правильности.

Для рассмотрения этих базовых понятий разработаны данные методические указания, которые включают пять лабораторных работ:

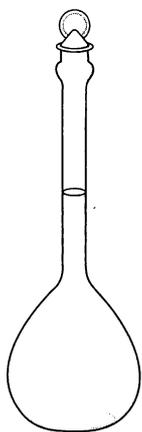
- 1 Калибровка мерной посуды.
- 2 Приготовление рабочего раствора соляной кислоты.
- 3 Взвешивание на аналитических весах. Приготовление стандартного раствора тетрабората натрия (буры) заданной концентрации.
- 4 Техника титрования. Определение точной концентрации раствора соляной кислоты (стандартизация) по стандартному раствору буры.
- 5 Определение содержания гидроксида натрия в анализируемом растворе.

## 1 Химическая посуда. Правила работы с химической посудой

Применяемая в лабораториях химическая посуда может быть классифицирована по назначению:

- посуда общего назначения (воронки, стаканы, плоскодонные колбы, пробирки и др.);
- посуда специального назначения (дефлегматоры, ареометры, круглодонные колбы, эксикаторы, бюксы и др.);
- мерная посуда.

В свою очередь мерную посуду делят на точную мерную посуду (мерные колбы, пипетки и бюретки) и неточную мерную посуду (вся остальная посуда, предназначенная для измерения объема жидкости). В аналитической лаборатории наиболее широкое применение имеют следующие виды посуды: мерная колба, пипетка, бюретка, мерный цилиндр, мензурка, химический стакан, коническая колба, воронка, бюкс.



**Мерные колбы** (рисунок 1) используют для приготовления стандартных растворов. Их вместимость может меняться от 1 мл до 2 л. Они представляют собой плоскодонные колбы с вытянутым горлышком, на котором имеется кольцевая метка. В большинстве случаев мерные колбы имеют шлифованные стеклянные пробки. Если таких пробок нет, то можно использовать резиновые, полиэтиленовые или полипропиленовые пробки. Главным условием должно быть отсутствие химического взаимодействия приготавливаемого раствора с материалом пробки. На самой колбе вытравлено число, указывающее ее емкость в миллилитрах при

**Рисунок 1** – Мерная колба определенной температуры.

**Пипетки** предназначены для того, чтобы отмерить и перенести определенный объем жидкости. В частности, пипетки часто используют для отбора аликвоты (определенной порции) раствора. Существуют два основных вида пипеток – мерные (пипетки Мора) и градуированные. Градуированные пипетки (рисунок 2) представляют собой цилиндрические трубки, на поверхность которых нанесены значения объема с определенным шагом. Они не так точны, как мерные, так как их внутренний диаметр все же не вполне постоянен по высоте. Емкость пипеток варьируется от 100 до 1 мл и менее. Нижний конец пипеток слегка оттянут и имеет диаметр около 1 мм. Мерные пипетки (пипетки Мора) (рисунок 3) градуированы только на одно определенное значение объема. Их используют тогда, когда нужно отобрать объем жидкости с наибольшей точностью.

**Бюретки** применяются для точного дозирования переменных объемов раствора. Их главная цель – титрование (добавление титранта небольшими порциями к раствору титруемого вещества). Обычные бюретки имеют шкалу объемов, оцифрованную от 0 до 50 мл с ценой деления 0,1 мл (рисунок 4). Пользуясь данной шкалой, можно считывать показания до сотых долей миллилитра по положению мениска между делениями (с точностью  $\pm 0,02$ – $0,03$  мл). Существуют бюретки гораздо меньшего объема на 25 мл и 10 мл, а также микробюретки объемом до 2 мл. Как и для пипеток, для бюреток толщина пленки жидкости на стенках влияет на точность дозирования. Этот

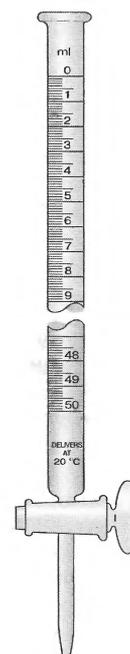
фактор может вносить существенные погрешности, если скорость истечения жидкости непостоянна. Рекомендуется при титровании добавлять титрант по каплям с достаточно низкой скоростью, около 15–20 мл в минуту, а после завершения титрования – подождать несколько секунд для полного стекания жидкости со стенок бюретки.



**Рисунок 2 –**  
Градуированная пипетка

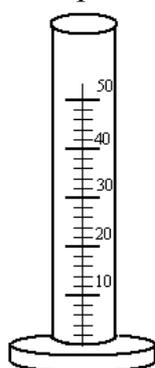


**Рисунок 3 –**  
Мерная пипетка

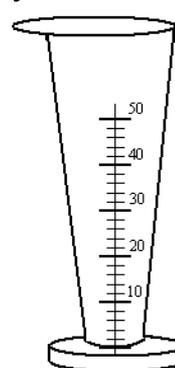


**Рисунок 4 –**  
Бюретка

В отличие от перечисленных видов посуды мерные цилиндры и мензурки *не являются точной мерной посудой*. **Мерные цилиндры** (рисунок 5) представляют собой толстостенные сосуды с нанесенными на наружной стенке делениями, указывающими объем в миллилитрах. Они бывают самой разнообразной емкости: от 5 – 10 мл до 1 л и больше. Чтобы отмерить нужный объем жидкости, ее наливают в цилиндр до тех пор, пока нижний мениск не достигнет нужного деления.



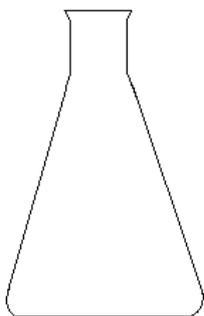
**Рисунок 5 –** Мерный цилиндр



**Рисунок 6 –** Мензурка

**Мензурки** – сосуды конической формы, на стенках которых так же, как на цилиндрах, нанесена шкала. Вместимость мензурок 50 – 1000 мл.

**Химические стаканы** представляют собой тонкостенные цилиндрические емкости. Они также могут являться мерной посудой, если имеют деления снаружи. Однако измерение объема жидкости с их помощью является очень грубым и используется только при приготовлении рабочих растворов. Как и другую химическую посуду, стаканы делают из тугоплавкого и химически стойкого стекла.



**Рисунок 7** – Коническая колба

**Конические колбы** (рисунок 7) находят широкое применение при титровании. Они бывают различной емкости, с носиками и без, узкогорлые и широкогорлые. Некоторые имеют стеклянную притертую пробку. Если таких пробок нет, но необходимо закрыть горло колбы, то можно использовать часовые стеклышки соответствующего размера.

**Воронки** служат для переливания жидкостей, для фильтрования и др. Химические воронки изготавливают из стекла или другого инертного материала. При заполнении сосуда жидкостью через воронку, если она плотно прилегает к горлу сосуда, то переливание затрудняется, так как внутри сосуда создается повышенное давление. Поэтому воронку время от времени нужно приподнимать.

**Бюксы** (стаканчики для взвешивания) изготавливают из стекла. Они имеют притертую стеклянную крышку. Используются для взвешивания веществ на аналитических весах.

Перед работой с химической посудой ее тщательно моют теплой водой со специальными средствами, мылом, содой. Если на стенках посуды имеется налет твердого вещества, ее очищают щеткой или ершом. Сильно загрязненную химическую посуду моют концентрированными растворами соляной кислоты, щелочи или смесью серной кислоты и дихромата калия. Стеклянная посуда считается чистой, если на ее стенках не образуется отдельных капель и вода оставляет равномерную тончайшую пленку. Хорошо вымытую в теплой воде посуду обязательно 2–3 раза ополаскивают дистиллированной водой для удаления солей, содержащихся в водопроводной воде.

Перед анализом проводят проверку вместимости (калибровку) мерной посуды для точного измерения объема (бюретка, пипетка, мерная колба). Иногда вследствие неодинакового внутреннего диаметра бюретки или неравномерной толщины стенок пипеток, или вследствие ошибок на фабрике, изготавливающей точную мерную посуду, объем последней может не соответствовать действительному.

## **Лабораторная работа № 1.** Калибровка мерной посуды

1.1 Цель работы: ознакомиться с химической посудой, используемой в титриметрическом методе анализа. Освоить технику калибровки мерных колб и пипеток

1.2 Приборы и реактивы: мерная колба вместимостью 25 мл, пипетка вместимостью 10–25, термометр, технические весы, химический стакан

1.3 Порядок выполнения работы:

1.3.1. Калибровка пипетки

Для проверки вместимости тщательно вымытую пипетку наполняют до метки дистиллированной водой. Для заполнения пипетки жидкость засасывают ртом или грушей через широкое отверстие пипетки (кончик пипетки должен быть полностью погружен в жидкость) на 2–3 см выше метки, затем быстро закрывают отверстие указательным пальцем. Когда пипетка наполнена, ослабевают нажим указательного

пальца, в результате чего жидкость будет медленно вытекать из пипетки (палец должен быть слегка влажным); как только нижний мениск жидкости коснется метки, палец снова плотно прижимают. Пипетка калибруется на свободное вытекание под действием силы тяжести, в этом случае жидкость из нее вытекает равномерно и с одинаковой скоростью. **Выдувать остатки жидкости нельзя.** После того как вся жидкость вытечет из носика пипетки, касаются им стенок сосуда 2–3 раза.

Воду из пипетки выливают в чистый, предварительно взвешенный стакан. Взвешивание проводят на технических весах с точностью ( $\pm 0,01$ ) г. Полученные значения заносят в таблицу 1.1.

Таблица 1.1 – Результаты калибровки пипетки

№ опыта	m (пустого стаканчика), г	m (стаканчика с водой), г	m (воды), г	t (воды), °С	$\rho$ (воды), г/мл	V (воды), мл
1						
2						
3						

Термометром измеряют температуру воды и по таблице 1.2 определяют ее плотность. По уравнению (1) рассчитывают объем воды, отобраный пипеткой. Полученные значения заносят в таблицу 1.1.

$$V = \frac{m}{\rho} \quad (1)$$

Опыт повторяют не менее 3 раз. По полученным данным рассчитывают средний объем (2) и его относительное отклонение от номинального (3), в процентах

$$V_{cp} = \frac{V_1 + V_2 + V_3}{3}; \quad (2)$$

$$\text{относит. отклонение} = \frac{V_{cp} - V_{ном}}{V_{ном}} \cdot 100. \quad (3)$$

Если относительное отклонение выходит за пределы ошибок, допустимых при химическом анализе (0,1 %–0,2 %), то пипетку необходимо поправить. Для этого либо помечается на пипетке ее истинный объем, либо на пипетку наносится новая метка, соответствующая номинальному объему. Высота добавляемого столба жидкости (h, мм) рассчитывается по уравнению (4):

$$h = \frac{\Delta V \cdot 4}{\rho \cdot d^2} \quad (4)$$

где d – внутренний диаметр пипетки, мм;  $\Delta V$  – рассчитанная разница между истинным объемом и номинальным, мл.

Таблица 1.2 – Плотность воды в интервале температур 15–30 °С

t, °С	ρ, г/мл						
15	0,99913	19	0,99843	23	0,99756	27	0,99654
16	0,99897	20	0,99823	24	0,99762	28	0,99626
17	0,99880	21	0,99802	25	0,99707	29	0,99597
18	0,99862	22	0,99780	26	0,99681	30	0,99567

### 1.3.2. Калибровка мерной колбы

В отличие от пипеток, для которых определяют объем выливаемой жидкости, для мерных колб определяют объем жидкости, которая помещается в мерную колбу. Проверку вместимости мерной колбы проводят следующим образом. Чистую и сухую мерную колбу с пробкой взвешивают на технических весах с точностью до ( $\pm 0,01$ ) г (большие колбы, объемом 1, 2 л можно взвешивать с точностью  $\pm 0,1$  г, ошибка взвешивания не должна превышать 0,1 %–0,2 %). Затем колбу заполняют до метки дистиллированной водой. Сперва наливают воду в мерную колбу на 0,1–1 см ниже метки, после чего доводят до метки, добавляя жидкость по каплям из капельницы. Колбу закрывают пробкой и снова взвешивают. Полученные значения заносят в таблицу 1.3.

Таблица 1.3 – Результаты калибровки мерной колбы

№ опыта	m (пустой колбы), г	m (колбы с водой), г	m (воды), г	t (воды), °С	ρ (воды), г/мл	V (воды), мл
1						
2						
3						

Термометром измеряют температуру воды и по таблице 1.2 определяют ее плотность. По уравнению (1) рассчитывают объем воды, отобранный пипеткой. Полученные значения заносят в таблицу 1.3. Опыт повторяют не менее трех раз. По полученным данным рассчитывают средний объем мерной колбы (2) и его относительное отклонение от номинального (3).

В случае превышения относительного отклонения допустимого значения (0,1 %–0,2 %), поступают так же, как и с пипеткой.

1.4 В конце работы делается *вывод* о полученных результатах.

## 2 Способы выражения концентрации растворов. Стандартные и рабочие растворы

### 2.1 Способы выражения концентрации растворов

Очень часто для проведения химического анализа вещества его переводят в раствор. Под растворами обычно подразумевают истинные растворы, чаще всего – жидкие. Можно дать следующее определение раствора.

**Раствор** – гомогенная система, состоящая из двух и более компонентов (т. е. исходных индивидуальных веществ), а также продуктов их взаимодействия.

Один из компонентов раствора называют **растворителем**, другой – **растворенным веществом**. Обычно растворителем принято считать тот компонент, который при данных условиях в чистом виде находится в том же агрегатном состоянии, что и раствор. Например, если к воде добавлен хлорид натрия, то его мы считаем растворенным веществом, а воду – растворителем. Если же оба компонента в чистом виде находятся в одинаковом агрегатном состоянии, то растворителем называют вещество, присутствующее в большем количестве. В случае систем, состоящих из трех и более компонентов, говорят о наличии одного растворителя и нескольких растворенных веществ (раствор нескольких солей в воде) или о смешанном растворителе (применяемые в химии водно-спиртовые или водно-ацетоновые растворы).

Одной из главных характеристик раствора является его количественный состав, под которым понимают содержание растворенного вещества в определенной массе (г, кг) или в определенном объеме (мл, л) раствора или растворителя.

В качестве единицы измерения количества растворенного вещества можно использовать его массу ( $m$ ), выраженную в граммах (так удобнее при использовании этой величины в химическом анализе) или в килограммах (в единицах СИ). Кроме массы вещества используется число моль ( $n$ ). Моль – это такое количество молекул или ионов, которое содержится в 0,012 кг углерода-12. Это число частиц равно  $6,02045 \cdot 10^{23}$  (число Авогадро). Использование числа моль удобно при работе с микрообъектами, которыми являются молекулы, атомы, ионы, сосчитать которые невозможно. Масса одного моля вещества называется молярной массой:  $M = m/n$ . Она численно равна относительной молекулярной массе и рассчитывается как сумма относительных атомных масс всех элементов, входящих в состав молекулы.

Для выражения состава растворов чаще всего используются следующие виды концентрации: доля (массовая, молярная, объемная), молярная концентрация, массовая концентрация, нормальная концентрация.

Состав раствора часто выражают в **доле компонента** от общего количества вещества.

1 *Массовая доля*: 
$$v = \frac{m_i}{\sum m},$$

где  $m_i$  – масса данного компонента;  $\sum m$  – сумма масс всех компонентов.

Массовую долю вещества в растворе, выраженную в процентах, называют процентной концентрацией:

$$v = \frac{m_{\text{в-ва}}}{m_{\text{р-ра}}} \cdot 100$$

2 *Молярная доля*: 
$$N = \frac{n_i}{\sum n},$$

где  $n_i$  – число моль данного компонента;  $\sum n$  – число моль всех компонентов.

3 *Объемная доля*: 
$$j = \frac{V_i}{\sum V},$$

где  $V_i$  – объем данного компонента;  $\sum V$  – общий объем всех компонентов.

### Например

Рассчитайте массовую долю и процентную концентрацию гидроксида натрия, полученного растворением 4 г вещества в 100 г воды.

$$v = \frac{m_i}{\sum m} = \frac{4}{100 + 4} = 0,038 \text{ или } 0,038 \cdot 100 = 3,8\%$$

1 Навеску хлорида натрия массой 5,85 г растворили в 178,20 г воды. Рассчитайте мольную долю хлорида натрия в полученном растворе.

Найдем число моль хлорида натрия и воды:

$$n = \frac{m}{M}; \quad n(\text{NaCl}) = \frac{m(\text{NaCl})}{M(\text{NaCl})} = \frac{5,85}{58,5} = 0,1 \text{ моль}; \quad n(\text{H}_2\text{O}) = \frac{m(\text{H}_2\text{O})}{M(\text{H}_2\text{O})} = \frac{178,20}{18} = 9,9 \text{ моль}$$

Рассчитаем мольную долю:

$$N = \frac{n_i}{\sum n} = \frac{n(\text{NaCl})}{n(\text{H}_2\text{O}) + n(\text{NaCl})} = \frac{0,1}{9,9 + 0,1} = 0,01$$

2 10 мл фенола ( $\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$ ) перенесли в мерную колбу объемом 50 мл. Объем раствора довели дистиллированной водой до метки. Рассчитайте объемную долю фенола в полученном растворе:

$$j = \frac{V_i}{\sum V} = \frac{V(\text{C}_6\text{H}_5\text{OH})}{V_{\text{колбы}}} = \frac{10}{50} = 0,2$$

Очень часто в аналитической химии используется **молярная концентрация**.

Молярная концентрация – это отношение числа моль растворенного вещества к объему раствора и имеет единицу измерения моль/л:

$$C = \frac{n}{V} \text{ (моль / л)}$$

### Например

1 Рассчитайте молярную концентрацию раствора, полученного растворением 10 г безводного сульфата натрия в мерной колбе объемом 250 мл:

$$C = \frac{n}{V} = \frac{m}{M \cdot V} = \frac{10}{142 \cdot 0,25} = 0,28 \text{ моль / л}$$

2 Какую массу нитрата натрия необходимо взять для приготовления 500 мл 0,1000 М раствора?

$$C = \frac{n}{V} = \frac{m}{M \cdot V}, \Rightarrow m = C \cdot M \cdot V = 0,1000 \cdot 84,994 \cdot 0,5 = 4,2497 \text{ г}$$

От молярной концентрации можно перейти к процентной и наоборот с использованием следующих формул:

$$w = \frac{C \cdot M}{r \cdot 10}; \quad \text{отсюда } C = \frac{w \cdot r \cdot 10}{M}$$

**Массовая концентрация** – это отношение массы вещества к объему раствора.

$$C_w = \frac{m}{V} \text{ (г / л)}$$

Частный случай массовой концентрации – **титр**. Титр показывает, какая масса вещества содержится в 1 мл раствора:

$$T = \frac{m}{V} \quad (\text{г/мл}; \text{мг/мл})$$

### Например

Чему равна массовая концентрация и титр раствора, полученного растворением 1,42 г безводного сульфата натрия в мерной колбе вместимостью 500 мл.

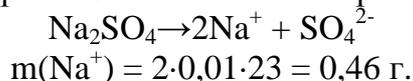
$$C_w(\text{Na}_2\text{SO}_4) = \frac{m}{V} = \frac{1,42}{0,5} = 2,84 \quad (\text{г/л})$$

Надо отметить, что массовая концентрация, например ионов натрия в таком растворе будет равна:

Число моль сульфата натрия равно:

$$n(\text{Na}_2\text{SO}_4) = \frac{m}{M} = \frac{1,42}{142} = 0,01 \text{ моль}$$

число моль ионов натрия в 2 раза больше и их масса равна:



Массовая концентрация ионов натрия равна:

$$C_w(\text{Na}^+) = \frac{m}{V} = \frac{0,46}{0,5} = 0,92 \quad (\text{г/л})$$

Таким образом, используя массовую концентрацию необходимо указывать, для всего вещества или только для отдельного иона рассчитывалось ее значение.

Рассчитаем титр раствора сульфата натрия:

$$T = \frac{m}{V} = \frac{1,42}{500} = 0,00284 \quad (\text{г/мл}) \text{ или } 2,84 \quad (\text{мг/мл})$$

При выполнении массовых анализов можно использовать такой способ выражения концентрации, как **титр по определяемому веществу** –  $T_{A/B}$ . Он показывает, с какой массой вещества В реагирует 1 мл вещества А, единицы измерения в данном случае такие же, как для обычного титра (г/мл):

$$T_{A/B} = \frac{m_B(\text{титр. в-ва})}{V_A(\text{титранта})}$$

Например, для анализа на хлорид-ион было израсходовано 20,00 мл раствора нитрата серебра с титром по определяемому веществу ( $T(\text{AgNO}_3/\text{Cl}^-)$ ) равном 0,003899 г/мл. Найти массу хлорид-ионов в растворе.

Согласно условию 1 мл нитрата серебра реагирует с 0,003899 г ионов  $\text{Cl}^-$ . Если при определении  $\text{Cl}^-$  на титрование пошло 20,00 мл раствора нитрата серебра, то титруемый раствор содержит:

$$m(\text{Cl}^-) = T_{\text{AgNO}_3/\text{Cl}^-} \cdot V_{\text{AgNO}_3} = 0,003899 \cdot 20,00 = 0,07798 \text{ г}$$

Наиболее часто в аналитических расчетах используется **нормальная концентрация раствора**. Она показывает, какое число моль эквивалентов содержится в 1 литре раствора:

$$C_H = \frac{n_{\text{экв}}}{V} \quad (\text{моль-экв/л}).$$

Эквивалент вещества или эквивалент – это реальная или условная частица, которая может присоединять, высвобождать или другим способом быть эквивалентна катиону водорода в кислотно-основных (ионообменных) химических реакциях или электрону в окислительно-восстановительных реакциях.

Например, в реакции  $\text{NaOH} + \text{HCl} \rightarrow \text{NaCl} + \text{H}_2\text{O}$  эквивалентом будет реальная частица – ион  $\text{Na}^+$ , а в реакции  $\text{Mg}(\text{OH})_2 + 2\text{HCl} \rightarrow \text{MgCl}_2 + \text{H}_2\text{O}$  эквивалентом будет мнимая частица  $\frac{1}{2} \text{Mg}(\text{OH})_2$ .

Поэтому под эквивалентом вещества также часто подразумевается количество эквивалентов вещества или число моль эквивалентов.

**Число моль эквивалентов ( $n_{\text{эКВ}}$ ) вещества называется такое его количество, которое в кислотно-основном взаимодействии реагирует с 1 моль атомов водорода или замещает его в соединениях, а в окислительно-восстановительных реакциях принимает или отдает 1 электрон.**

Размерность числа моль эквивалентов такая же, как и числа моль.

Масса одного моль эквивалентов вещества называется **молярной массой эквивалента ( $M_{\text{эКВ}}$ )**. Размерность молярной массы эквивалента такая же, как молярной массы: кг/моль или г/моль. Молярная масса и молярная масса эквивалента связаны следующим соотношением:

$$M_{\text{эКВ}} = M \cdot f_{\text{эКВ}}$$

где  $f_{\text{эКВ}}$  – **фактор эквивалентности**. Фактор эквивалентности показывает, какая часть моля вещества замещает или содержит 1 моль ионов водорода в ионообменных реакциях, или отдает (принимает) 1 электрон в окислительно-восстановительных реакциях.

Число моль эквивалента ( $n_{\text{эКВ}}$ ) равно отношению массы вещества к молярной массе эквивалента:

$$n_{\text{эКВ}} = \frac{m}{M_{\text{эКВ}}} \text{ или } n_{\text{эКВ}} = \frac{m}{M \cdot f_{\text{эКВ}}}$$

Тогда нормальная концентрация может быть рассчитана по уравнению:

$$C_H = \frac{n_{\text{эКВ}}}{V} = \frac{m}{M_{\text{эКВ}} \cdot V} = \frac{m}{M_{\text{эКВ.}} \cdot V}$$

Фактор эквивалентности может быть рассчитан для различных классов неорганических соединений по следующим формулам:

– в оксидах:

$$f_{\text{эКВ}} = \frac{1}{(\text{число атомов элемента}) \cdot (\text{валентность элемента})}$$

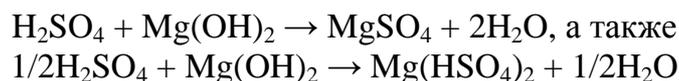
Например, в оксиде натрия  $\text{Na}_2\text{O}$  число атомов натрия 2, валентность натрия 1 и  $f_{\text{эКВ.}}(\text{Na}_2\text{O})$  равен  $1/(2 \cdot 1) = \frac{1}{2}$ . Тогда  $f_{\text{эКВ.}}(\text{CaO})$  равен  $1/2$ ;  $f_{\text{эКВ.}}(\text{Fe}_2\text{O}_3)$  равен  $1/6$ .

– в кислотах:

$$f_{\text{эКВ}} = \frac{1}{\text{число замещенных ионов } H^+}$$

**Например**, в соляной кислоте – 1 ион водорода, а в серной кислоте – 2 иона водорода, тогда  $f_{\text{эКВ.}}(\text{HCl})$  равен 1;  $f_{\text{эКВ.}}(\text{H}_2\text{SO}_4)$  равен  $1/2$ .

Однако необходимо помнить, что фактор эквивалентности определяется протекающей реакцией и при расчете фактора эквивалентности следует учитывать только замещенные (вступившие в реакцию) ионы водорода. Так, серная кислота может вступать в следующие реакции:



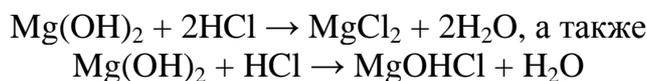
В первой реакции фактор эквивалентности серной кислоты равен  $1/2$  – оба иона водорода заместились на ион  $\text{Mg}^{2+}$ , а во второй реакции – 1 ион, точнее один моль ионов водорода, замещается на ионы  $\text{Mg}^{2+}$  и фактор эквивалентности равен 1.

– в основаниях:

$$f_{\text{эkv}} = \frac{1}{\text{число замещенных ионов } \text{OH}^-}$$

**Например,**  $f_{\text{эkv}}(\text{NaOH})$  равен 1;  $f_{\text{эkv}}(\text{Mg}(\text{OH})_2)$  равен  $1/2$ .

Однако, как и в случае с многоосновными кислотами, основания также могут иметь переменный фактор эквивалентности, в зависимости от протекающей реакции. Так, гидроксид магния может вступать в следующие реакции:



В первой реакции фактор эквивалентности гидроксида магния равен  $1/2$  – замещаются обе гидроксогруппы, а во второй реакции замещается одна гидроксогруппа и фактор эквивалентности – 1.

– в солях:

$$f_{\text{эkv}} = \frac{1}{(\text{число атомов металла}) \cdot (\text{степень окисления металла})}$$

**Например,** в соли  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$  один ион магния в степени окисления +2. Его фактор эквивалентности будет равен  $1/(1 \cdot 2) = 1/2$ . Тогда фактор эквивалентности  $\text{NaCl}$  равен 1;  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$  –  $1/6$ .

В окислительно-восстановительных реакциях фактор эквивалентности определяется как:

$$f_{\text{эkv}} = \frac{1}{\text{число } e}$$

**Например,** при восстановлении дихромат-иона в кислой среде протекает следующая реакция:



Дихромат-ион принимает шесть электронов и его фактор эквивалентности равен  $1/6$ , ион хрома может отдать 3 электрона (6 электронов относятся к двум ионам  $\text{Cr}^{3+}$ ) –  $f_{\text{эkv}}(\text{Cr}^{3+}) = 1/3$ .

Перейти от молярной концентрации к нормальной и наоборот можно следующим образом:

$$C_H = \frac{n_{\text{экв}}}{V} = \frac{m}{M_{\text{экв}} \cdot V} = \frac{m}{M \cdot f_{\text{экв}} \cdot V} = \frac{n}{f_{\text{экв}} \cdot V} = \frac{C}{f_{\text{экв}}}$$

$$C_H = \frac{C}{f_{\text{экв}}}$$

## 2.2 Стандартные и рабочие растворы. Техника приготовления стандартных и рабочих растворов

В аналитической химии концентрация растворов, с помощью которых проводится анализ, должна быть точно определена. Раствор с точно известной концентрацией называют **стандартным раствором**. По способу приготовления различают первичный и вторичный стандартные растворы.

Первичный стандартный раствор готовят растворением точного количества чистого химического вещества в определенном объеме растворителя (приготовление стандартного раствора по навеске). Для приготовления такого раствора должно быть использовано **первичное стандартное вещество**, которое соответствует ряду требований:

- 1 Вещество должно иметь кристаллическую структуру.
- 2 Состав вещества должен строго соответствовать формуле, например:  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ .
- 3 Вещество не должно содержать посторонних примесей в таких количествах, которые могут повлиять на точность анализов, или должен быть известен способ простой очистки вещества от примесей.
- 4 Вещество должно быть химически устойчивым при хранении (не изменяться при высушивании, не быть гигроскопичным, не взаимодействовать с компонентами воздуха).
- 5 Вещество должно иметь по возможности большую молекулярную массу, чтобы уменьшить погрешность при взвешивании.

### Например

Какую массу дигидрата щавелевой кислоты ( $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) необходимо взять, чтобы приготовить 100 мл 0,1000 н раствора, 100 мл 0,1000 М раствора, 100 мл раствора с  $T = 0,01120$  г/мл.

Запишем формулу для выражения нормальной концентрации и выразим массу:

$$C_H = \frac{n_{\text{экв}}}{V} = \frac{m}{M \cdot f_{\text{экв}} \cdot V}; m = C_H \cdot M \cdot f_{\text{экв}} \cdot V = 0,1000 \cdot 126,07 \cdot 1/2 \cdot 0,1 = 0,6303\text{г}$$

Следует отметить, что при расчете навески стандартного вещества его молярную массу рассчитывают как сумму точных относительных атомных масс элементов, указанных в периодической таблице, а итоговый результат округляют до 5 значимых цифр. Масса рассчитанной навески должна иметь четыре знака после запятой, столько знаков дают аналитические весы.

Запишем формулу для выражения молярной концентрации и выразим массу:

$$C = \frac{n}{V} = \frac{m}{M \cdot V}; m = C \cdot M \cdot V = 0,1000 \cdot 126,07 \cdot 0,1 = 1,2607\text{г}$$

Для приготовления раствора с заданным титром выразим массу вещества:

$$T = \frac{m}{V}; m = T \cdot V = 0,01120 \cdot 100 = 1,120\text{г}$$

Рассчитанные навески взвешивают на аналитических весах.

Кроме вышеописанного способа приготовления стандартного раствора можно использовать способ приготовления по **фиксаналу**.

Фиксанал – это запаянная ампула, в которой находится точно известное количество твердого вещества или раствора, которое равно 0,1 моль-экв. Содержимое ампулы количественно переносят в мерную колбу заданного объема, разбивая ампулу об вложенный в воронку боек. Если вещество твердое, то его сначала полностью растворяют, добавляя не более 1/3 объема мерной колбы дистиллированной воды, после этого раствор доводят до метки и перемешивают.

#### **Например**

1 Рассчитать объем колбы, в которой следует растворить содержимое фиксанала для приготовления 0,02 н раствора.

В фиксанальной ампуле содержится 0,1 моль-экв вещества. Тогда:

$$C_H = \frac{n_{\text{экв}}}{V}; V = \frac{n_{\text{экв}}}{C_H} = \frac{0,1}{0,05} = 2 \text{ л}$$

2 Какой концентрации получится раствор, если фиксанал растворить в мерной колбе, вместимостью 500 мл.

$$C_H = \frac{0,1}{0,5} = 0,2 \text{ моль экв / л}$$

Стандартный раствор необходимой концентрации можно приготовить разбавлением уже имеющегося более концентрированного стандартного раствора. Для этого рассчитанный объем концентрированного раствора отмеряют пипеткой (или бюреткой) и переносят в мерную колбу.

#### **Например**

1 Какой объем 0,2000 н раствора необходимо взять для приготовления 500 мл 0,0200 н раствора.

Пользуемся законом разбавления, который применим при выражении концентрации через молярность или нормальность:

$$C_{H_1} \cdot V_1 = C_{H_2} \cdot V_2$$
$$V_1 = \frac{C_{H_2} \cdot V_2}{C_{H_1}} = \frac{0,0200 \cdot 500}{0,200} = 50,00 \text{ мл}$$

2 Какой объем 0,1000 М раствора необходимо взять, чтобы приготовить 100 мл 0,0500 М раствора?

$$C_1 \cdot V_1 = C_2 \cdot V_2$$
$$V_1 = \frac{C_2 \cdot V_2}{C_1} = \frac{0,05 \cdot 100}{0,1} = 50 \text{ мл}$$

**Таким образом, раствор с точно известной концентрацией можно приготовить:**

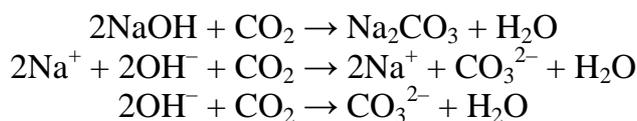
- 1) как первичный стандарт по навеске первичного стандартного вещества;**
- 2) из фиксанала;**
- 3) разбавлением уже имеющегося стандартного раствора.**

Если вещество не является первичным стандартом (к таким веществам относятся NaOH, HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> и др.), то в таком случае может быть приготовлен раствор лишь с примерно известной концентрацией – **рабочий раствор**. После определения точной концентрации этого раствора (стандартизации) по подходящему стандартному раствору получают вторичный стандартный раствор.

Приготовить рабочий раствор можно по навеске или разбавлением более концентрированного рабочего раствора. Отличие от приготовления стандартного раствора этими же способами будет заключаться в том, что при расчетах и при взвешивании достаточно фиксировать один знак после запятой (взвешивание проводят на технических весах) и измерение объема проводится без использования точной мерной посуды.

Например, какая масса гидроксида натрия понадобится для приготовления 250 мл 0,1 н раствора?

Гидроксид натрия не пригоден для приготовления стандартного раствора. Это вещество расплывается при хранении на воздухе, потому что жадно поглощает воду из воздуха, а также реагирует с углекислым газом, покрываясь на поверхности слоем карбоната натрия:



Таким образом, раствор, приготовленный из твердого гидроксида натрия, не может быть стандартным даже в том случае, если готовить его со всеми предосторожностями. Расчет массы вещества, необходимой для приготовления такого раствора, проводят следующим образом:

$$m = C_n \cdot V \cdot M \cdot f_{\text{экв}} = 0,1 \cdot 0,25 \cdot 40 \cdot 1 = 1 \text{ г.}$$

Для расчета навески молярную массу считают до целого значения. Рассчитанную навеску взвешивают на технических весах, переносят через воронку в склянку и добавляют 250 мл дистиллированной воды, отмеренной цилиндром, или доводят до метки, если она присутствует на склянке.

## Лабораторная работа № 2. Приготовление рабочего раствора соляной кислоты

2.1 Цель работы: освоить расчет и методику приготовления рабочего раствора соляной кислоты заданной концентрации путем разбавления более концентрированного раствора.

### 2.2 Приборы и реактивы

Мерный цилиндр вместимостью 10 мл, склянка для хранения раствора вместимостью 500 мл, концентрированный 36 %-ный раствор соляной кислоты.

### 2.3 Порядок выполнения работы

Соляная кислота, как и большинство неорганических кислот, существуют в виде раствора, из которого со временем происходит испарение и воды, и растворенного вещества. Поэтому такие вещества непригодны для приготовления первичных стандартных растворов.

Рассчитаем объем 36%-ной соляной кислоты ( $\rho = 1,174 \text{ г/мл}$ ), который необходим для приготовления 500 мл 0,1 н раствора.

При разбавлении раствора масса растворенного вещества остается постоянной. Найдем массу чистой соляной кислоты, необходимую для приготовления 500 мл 0,1 н раствора:

$$C_n = \frac{n_{\text{экв}}}{V} = \frac{m}{M \cdot f_{\text{экв}} \cdot V}; \text{ отсюда } m(\text{HCl}) = C_n \cdot V \cdot M \cdot f_{\text{экв}} = 0,1 \cdot 0,5 \cdot 36,5 \cdot 1 = 1,82 \text{ г}$$

Найдем объем 36%-ного раствора, который содержит такую же массу соляной кислоты:

$$w = \frac{m(\epsilon - \epsilon a)}{m(p - pa)} \cdot 100\% = \frac{m(\epsilon - \epsilon a)}{V \cdot r} \cdot 100\%; \quad V = \frac{m(\epsilon - \epsilon a) \cdot 100}{w \cdot r} = \frac{1,82 \cdot 100}{36 \cdot 1,184} = 4,3 \text{ см}^3 \approx 5 \text{ см}^3$$

Для приготовления 500 мл 0,1н раствора соляной кислоты необходимо взять 5 мл концентрированного раствора. Сначала в склянку на 500 мл наливают примерно 200 мл дистиллированной воды, т.к. при разбавлении концентрированных кислот **кислоту наливают в воду**. Затем рассчитанный объем 36 %-ной соляной кислоты отмеряют мерным цилиндром (в вытяжном шкафу), переносят в склянку и добавляют 300 мл дистиллированной воды (отмеряют цилиндром или стаканом).

На склянку приклеивают этикетку с указанием названия вещества и концентрации его раствора, фамилии студента, номера группы, даты приготовления.

2.4 В конце работы делается **вывод** о полученных результатах.

**Лабораторная работа № 3.** Взвешивание на аналитических весах. Приготовление стандартного раствора тетрабората натрия (буры) заданной концентрации

3.1 Цель работы: научиться взвешивать на аналитических весах, освоить расчет и методику приготовления стандартного раствора заданной концентрации по точной навеске.

3.2 Приборы и реактивы: аналитические весы, мерная колба вместимостью 250 мл, воронка диаметром 5 см, бюкс, химический стакан вместимостью 250 мл, препарат декагидрата тетрабората натрия ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ) квалификации «хч» или «чда», склянка для хранения раствора вместимостью 250–500 мл.

3.3 Порядок выполнения работы

Декагидрат тетрабората натрия (бура) полностью соответствует всем требованиям, которые предъявляются к первичному стандартному веществу. В дальнейшем раствор буры используют для установления точной концентрации рабочего раствора соляной кислоты. Для этого готовят 250,0 мл 0,1000 н стандартного раствора буры, растворением точной навески вещества в мерной колбе. Масса вещества равна:

$$m = C_n \cdot V \cdot M \cdot f = 0,1000 \cdot 0,25 \cdot 381,37 \cdot 1/2 = 4,7671 \text{ г}$$

**Взвешивание навески.** Перед взвешиванием вещества необходимо внимательно изучить правила взвешивания (см. приложение А). Взвешивать точно рассчитанную навеску буры нет необходимости. Достаточно взять массу, близкую к рассчитанной ( $\pm 0,010$  г). После взвешивания точную концентрацию пересчитывают с учетом полученной массы буры.

Бюкс взвешивают на аналитических весах. Массу пустого бюкса ( $m_{\text{бюкса}}$ ) записывают в лабораторный журнал с точностью. К массе пустого бюкса прибавляют рассчитанную массу навески. Отбирают навеску на аналитических весах. Полученную массу бюкса с веществом ( $m_{\text{бюкса+в-во}}$ ) записывают в лабораторный журнал. По разности масс бюкса с навеской и пустого бюкса находят точную массу буры:

$$m(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = m_{\text{бюкса+в-во}} - m_{\text{бюкса}}$$

Таблица 3.1 – Приготовление стандартного раствора  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$

$m_{\text{бюкса+в-во}}, \text{Г}$	$m_{\text{бюкса}}, \text{Г}$	$m_{\text{бюкса+в-во}} - m_{\text{бюкса}} =$ $m(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}), \text{Г}$	$C_{\text{H}}(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7),$ моль- экв/л

**Приготовление раствора.** Мерную колбу объемом 250 мл тщательно моют и ополаскивают дистиллированной водой. Взвешенную в бюксе буру через сухую воронку переносят в колбу. Кристаллы  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ , оставшиеся в бюксе и на воронке, тщательно смывают в колбу горячей дистиллированной водой. Через ту же воронку добавляют на 1/3 объема колбы горячей дистиллированной воды и круговыми движениями перемешивают раствор до полного растворения кристаллов. После того как бура растворится, колбу охлаждают до комнатной температуры и доводят объем полученного раствора холодной дистиллированной водой до метки. Колбу закрывают пробкой и раствор тщательно перемешивают. Хранить приготовленные растворы в мерной колбе нельзя. Хранят растворы в склянках – толстостенных стеклянных (часто темного стекла) сосудах с пробкой. *Склянку предварительно тщательно моют и ополаскивают сначала дистиллированной водой, а затем приготовленным раствором буры.* На склянку приклеивают этикетку с указанием названия и концентрации раствора, фамилии студента, номера группы, даты приготовления.

Точную концентрацию приготовленного раствора буры пересчитывают с учетом взятой, а не рассчитанной навески.

3.4 В конце работы делается **вывод** о полученных результатах.

### Вопросы для подготовки к защите лабораторных работ 1–3

- 1 Посуда, применяемая в химическом анализе.
- 2 Посуда для точного и примерного измерения объема.
- 3 Калибровка мерной посуды.
- 4 Способы выражения концентрации растворов ( $C_{\text{M}}$ ,  $C_{\text{H}}$ ,  $w$ ,  $T$ ,  $T_{\text{A/B}}$ ).
- 5 Рабочие и стандартные растворы в кислотно-основном титровании.
- 6 Требования к стандартному веществу.
- 7 Способы и техника приготовления стандартных растворов.
- 8 Способы и техника приготовления рабочих растворов.
- 9 Правила пользования аналитическими весами.
- 10 Техника приготовления рабочего раствора соляной кислоты.
- 11 Техника приготовления стандартного раствора тетрабората натрия (буры).

### 3 Сущность титриметрии. Закон эквивалентов. Приемы титрования

**Титриметрия** – это совокупность методов количественного анализа, основанных на измерении количества титранта, необходимого для взаимодействия с определяемым компонентом (титруемым веществом) в растворе в соответствии со стехиометрией химических реакций между ними. Особенность титриметрического анализа заключается в том, что при титровании употребляют не избыток реагента, а количество его, точно отвечающее уравнению реакции и химически эквивалентное количеству определяемого вещества. Эта количественная взаимосвязь выражается

законом эквивалентов: **вещества реагируют и образуются в эквивалентных количествах.**

Пусть два вещества введены в реакцию в виде растворов, нормальные концентрации которых равны соответственно  $C_{H_1}$  и  $C_{H_2}$ , и для реакции потребовались объемы растворов этих веществ соответственно  $V_1$  и  $V_2$ . По определению нормальной концентрации  $C_H$  показывает количество эквивалентов вещества в 1 л раствора. Тогда число моль эквивалентов первого реагента составит  $C_{H_1} \cdot V_1$ , а число моль эквивалентов второго  $C_{H_2} \cdot V_2$ . По закону эквивалентов число моль эквивалентов реагирующих веществ равны, следовательно:

$$n_{\text{экв.1}} = n_{\text{экв.2}}$$
$$C_{H_1} \cdot V_1 = C_{H_2} \cdot V_2$$

Момент титрования, когда количество титранта эквивалентно количеству титруемого вещества, называется **точкой эквивалентности**. Зафиксировать точку эквивалентности можно с помощью индикатора или с использованием физико-химических методов анализа.

Реакция титрования должна отвечать следующим требованиям:

- быть строго стехиометричной;
- протекать с большой скоростью;
- не должна сопровождаться побочными реакциями;
- должен существовать способ фиксации точки эквивалентности.

По способу проведения титрования различают следующие приемы: прямое титрование, обратное титрование, титрование по заместителю.

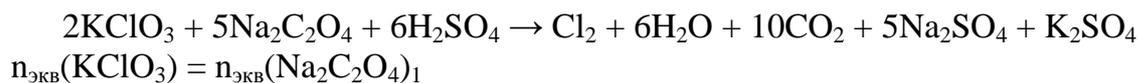
При **прямом титровании** титрант непосредственно добавляют к раствору титруемого вещества. Такой способ применим только при соблюдении всех вышеперечисленных требований.

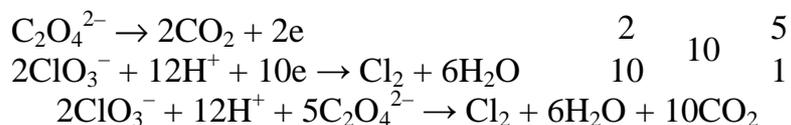
Если скорость реакции мала, не идет прямая реакция, невозможно подобрать индикатор, можно использовать прием **обратного титрования**. В этом случае к определенному объему анализируемого раствора прибавляют точно известный объем стандартного раствора реагента, взятого в избытке. Избыток не вошедшего в реакцию реагента оттитровывают титрантом.

Примером обратного титрования может служить определение окислителей с помощью перманганата калия. Например, определение массы хромата калия титрованием с перманганатом калия. Прямая реакция между двумя окислителями невозможна.

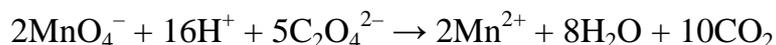
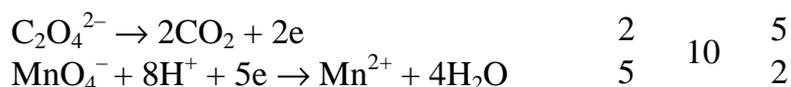
К раствору, содержащему  $KClO_3$ , прилили 100 мл 0,09852 н раствора  $Na_2C_2O_4$ , избыток которого оттитровали раствором перманганата калия с концентрацией 0,1146 моль-экв/л. Средний объем  $KMnO_4$ , пошедший на титрование, равен 22,60 мл. Вычислить массу  $KClO_3$  в образце.

Запишем уравнения протекающих реакций. К хлорату калия добавляют точно известный избыток оксалата натрия:





Избыток оксалата оттитровывают перманганатом калия:



$$n_{\text{ЭКВ}}(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4)_{\text{общ.}} = n_{\text{ЭКВ}}(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4)_1 + n_{\text{ЭКВ}}(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4)_2 = n_{\text{ЭКВ}}(\text{KClO}_3) + n_{\text{ЭКВ}}(\text{KMnO}_4);$$

$$\text{отсюда: } n_{\text{ЭКВ}}(\text{KClO}_3) = n_{\text{ЭКВ}}(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4)_{\text{общ.}} - n_{\text{ЭКВ}}(\text{KMnO}_4)$$

$$n_{\text{ЭКВ}}(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4)_{\text{общ.}} = C_{\text{H}}(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) \cdot V(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 0,1 \cdot 0,09852 = 0,009852 \text{ моль-ЭКВ.}$$

$$n_{\text{ЭКВ}}(\text{KMnO}_4) = C_{\text{H}}(\text{KMnO}_4) \cdot V(\text{KMnO}_4) = 0,02260 \cdot 0,1142 = 0,00259 \text{ моль-ЭКВ.}$$

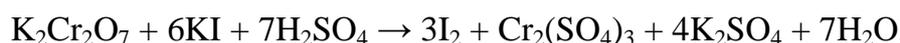
$$n_{\text{ЭКВ}}(\text{KClO}_3) = 0,009852 - 0,002581 = 0,007262 \text{ моль-ЭКВ.}$$

$$m(\text{KClO}_3) = n_{\text{ЭКВ}}(\text{KClO}_3) \cdot M(\text{KClO}_3) \cdot f_{\text{ЭКВ}} = 0,007262 \cdot 122,55 \cdot 1/5 = 0,1780 \text{ г.}$$

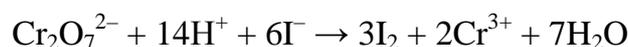
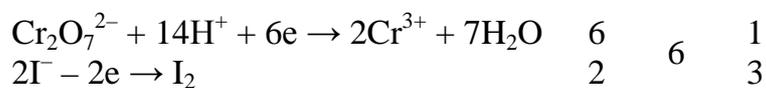
Если реакция нестехиометрична или протекает медленно, можно использовать **титрование заместителя**. В этом случае к анализируемому раствору добавляют избыток вспомогательного реагента, который реагирует с определяемым веществом с образованием продукта А, который и оттитровывается титрантом. Иначе вместо непосредственного титрования анализируемого вещества титруется его заместитель. Примером такого приема может служить определение концентрации тиосульфата натрия ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) по дихромату калия ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ). Прямая реакция между этими веществами протекает неоднозначно и не может быть выражена одним уравнением.

Найти нормальную концентрацию тиосульфата натрия, если на титрование 10,00 мл дихромата калия с концентрацией 0,02000 моль-экв/л было израсходовано 12,35 мл  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .

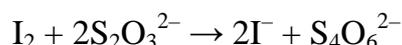
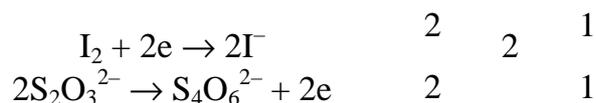
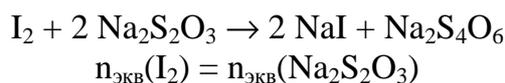
К определенному количеству дихромата калия добавляют избыток йодида калия. При этом протекает следующая реакция:



$$n_{\text{ЭКВ}}(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = n_{\text{ЭКВ}}(\text{I}_2)$$



Выделившийся йод оттитровывают тиосульфатом натрия:



Можно составить следующее равенство:

$$n_{\text{ЭКВ}}(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = n_{\text{ЭКВ}}(\text{I}_2) = n_{\text{ЭКВ}}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$$

$$n_{\text{ЭКВ}}(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = n_{\text{ЭКВ}}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$$

$$C_{\text{H}}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = C_{\text{H}}(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) \cdot V(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)$$

$$C_{\text{H}}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = \frac{C_{\text{H}}(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) \cdot V(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)}{V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)} = \frac{0,02000 \cdot 10,00}{12,35} = 0,01619 \frac{\text{моль} - \text{экв}}{\text{л}}$$

#### 4 Стандартизация растворов

Как уже говорилось выше, не все растворы, которые используются в титриметрическом методе анализа, могут быть приготовлены как первичный стандартный раствор. Большинство используемых веществ не отвечают требованиям, которые предъявляются к первичным стандартным веществам, и в таком случае может быть приготовлен только рабочий раствор. Для установления его точной концентрации проводят его титрование с подходящим стандартным раствором. Этот процесс называют стандартизацией раствора.

**Лабораторная работа № 4.** Техника титрования. Определение концентрации раствора соляной кислоты (стандартизация) по стандартному раствору буре

4.1 Цель работы: освоить технику титрования, овладеть методикой кислотно-основного титрования, определить концентрацию соляной кислоты по стандартному раствору тетрабората натрия.

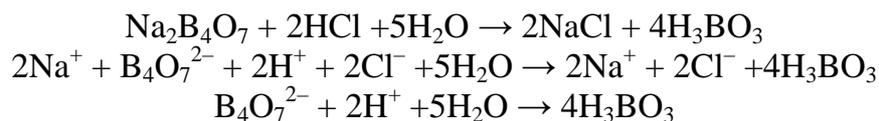
4.2 Приборы и реактивы: бюретка вместимостью 50 мл, колба для титрования, пипетка Мора вместимостью 10, 15 или 20 мл, химический стакан вместимостью

250 мл, рабочий раствор соляной кислоты, стандартный раствор тетрабората натрия, раствор индикатора метилового красного.

#### 4.3 Порядок выполнения работы

Перед началом работы следует внимательно изучить правила пользования бюреткой и правила титрования (см. приложение А).

Титрование тетрабората натрия соляной кислотой можно представить следующим уравнением:



**Тетраборат натрия** – это соль, образованная катионом сильного основания и анионом слабой кислоты, поэтому ее раствор имеет сильно щелочную реакцию. Титрование ведут в присутствии индикатора метилового красного, интервал перехода которого 4,4 – 6,2.

Бюретку укрепляют в штативе в строго вертикальном положении, сливают дистиллированную воду и споласкивают рабочим раствором соляной кислоты. Затем бюретку наполняют раствором соляной кислоты выше нулевой отметки, заполняют носик и устанавливают уровень кислоты на нулевое деление, сливая избыток кислоты в стакан.

Тщательно вымытую пипетку дважды ополаскивают приготовленным стандартным раствором буры и переносят в чистую колбу для титрования. Добавляют 2–3 капли индикатора метилового красного (раствор приобретает бледно-желтую окраску).

В колбу для титрования прибавляют по несколько капель соляной кислоты из бюретки, непрерывно перемешивая жидкость плавными круговыми движениями. Титрование продолжают до перехода окраски раствора из желтой в бледно-розовую *от одной капли*. Титрование повторяют не менее 5 раз, расхождение в результатах не должно превышать 0,05 мл (такие объемы называют сходимыми). После каждого титрования оттитрованный раствор выливают, колбу ополаскивают дистиллированной водой и набирают новую аликвотную часть.

Полученные результаты титрования заносят в таблицу 4.1 и проводят их статистическую обработку по уравнениям (5)–(8):

Таблица 4.1 – Результаты титрования тетрабората натрия соляной кислотой

число опытов (n)	$V(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7)$ , мл	$V(\text{HCl})$ , мл ( $V_i$ )	$V(\text{HCl})_{\text{cp}}$ , мл	$(V_i - V_{\text{cp}})$	$(V_i - V_{\text{cp}})^2$	$s^2$	s	$\pm \epsilon$
1								
2								
3								
n								

Расчет среднего объема, пошедшего на титрование и статистическую обработку результатов (раздел 6), проводят по уравнениям (5)–(10):

$$V_{cp} = \frac{V_1 + V_2 + \dots + V_n}{n}, \quad (5)$$

где  $V_1, V_2, V_3, V_n$  – объемы титранта, пошедшие на титрование,  $n$  – число полученных объемов.

По закону эквивалентов рассчитывается нормальная концентрация соляной кислоты:

$$C_N(\text{HCl}) \cdot V(\text{HCl}) = C_N(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7) \cdot V(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7),$$

$$C_N(\text{HCl}) = \frac{C_N(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7) \cdot V(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7)}{V_{cp}(\text{HCl})}$$

Полученное значение концентрации соляной кислоты записывают в рабочий журнал и на этикетку склянки для хранения HCl.

4.4 В конце работы делается **вывод** о полученных результатах.

## **5 Расчеты в титриметрическом методе анализа. Расчет результата прямого титрования на примере определения содержания гидроксида натрия в растворе**

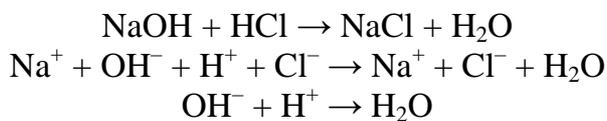
**Лабораторная работа № 5.** Определение содержания гидроксида натрия в анализируемом растворе

5.1 Цель работы: определение массы гидроксида натрия в анализируемом растворе ( $\omega$ , г).

5.2 Приборы и реактивы: бюретка вместимостью 50 мл, мерная колба вместимостью 100 мл, колба для титрования, пипетка Мора вместимостью 10, 15 или 20 мл, химический стакан, стандартизированный раствор соляной кислоты, анализируемый раствор гидроксида натрия, раствор индикатора метилового красного.

5.3 Порядок выполнения работы

Титрование соляной кислотой гидроксида натрия можно представить следующим уравнением:



В мерную колбу объемом 100 мл в соответствии с вариантом набирают задачу на NaOH и доводят до метки дистиллированной водой. Колбу закрывают пробкой и тщательно перемешивают.

Подготовленную к работе бюретку (см. приложение А) заполняют стандартизированным раствором соляной кислоты. Пипетку ополаскивают раствором гидроксида натрия. В колбу для титрования отмеряют пипеткой аликвотную часть анализируемого раствора NaOH, добавляют 2–3 капли индикатора метилового красного и титруют раствором соляной кислоты. Титрование продолжают до перехода окраски раствора из желтой в бледно-розовую от одной капли. Титрование продолжают до 5 сходимых объемов. Полученные результаты заносят в таблицу 5.1

Таблица 5.1 – Результаты титрования гидроксида натрия соляной кислотой

число опытов (n)	V(NaOH), мл	V(HCl), мл (V <sub>i</sub> )	V(HCl) <sub>ср</sub> , мл	(V <sub>i</sub> -V <sub>ср.</sub> )	(V <sub>i</sub> -V <sub>ср.</sub> ) <sup>2</sup>	s <sup>2</sup>	s	±ε
1								
2								
3								
n								

По полученным данным рассчитывают массу гидроксида натрия в анализируемом растворе и его процентную концентрацию:

$$m(\text{NaOH}) = \frac{V(\text{HCl})_{\text{ср.}} \cdot C_{\text{H}}(\text{HCl}) \cdot M(\text{NaOH}) \cdot f_{\text{эkv}} \cdot V_{\text{колбы}}}{1000 \cdot V_{\text{лнетки}}}$$

5.4 В конце работы делается **вывод** о полученных результатах.

## 6 Статистическая обработка результатов анализа

С какой бы тщательностью ни проводилось то или иное определение, полученный результат всегда несколько отличается от действительного содержания определяемого вещества, т.е. допускается некоторая погрешность измерения.

По своему характеру погрешности делятся на: систематические ошибки; случайные ошибки и промахи.

**Систематические погрешности** – это погрешности одинаковые по знаку, происходящие по ряду причин, связанных с особенностями используемой методики, аппаратурой, индивидуальными характеристиками аналитика и т.д. Они влияют на результат либо в сторону увеличения, либо в сторону уменьшения и их обычно можно предусмотреть.

**Случайными погрешностями** называют погрешности, неопределенные по знаку и величине, в их появлении не наблюдается никаких закономерностей. Они могут быть вызваны повышением температуры воздуха, влажностью среды, случайными потерями вещества.

В отличие от систематических погрешностей, случайные погрешности не могут быть учтены. Однако они могут быть уменьшены при увеличении числа параллельных определений. Влияние случайных погрешностей может быть учтено теоретически, путем *статистической обработки результатов*.

**Грубые погрешности – промахи.** Промахами называют грубые погрешности, сильно искажающие результат. Из-за промахов результат данного определения становится неверным, и поэтому он отбрасывается при выводе среднего из серии параллельных опытов.

Как уже говорилось, случайные погрешности характеризуются отсутствием закономерности в их появлении и рассматриваются как случайное событие. Эти погрешности подвергаются обработке на основе теории вероятности и математической статистики.

При отсутствии систематических ошибок, когда число измерений  $n$  очень велико и стремится к бесконечности, наблюдается нормальное распределение (распределение Гаусса) случайных погрешностей.

В аналитической химии число параллельных определений обычно невелико и закон нормальных распределений неприменим. Для обработки таких совокупностей полученных результатов используют  $t$ -распределение Стьюдента.

Численное значение единичного определения называют вариантой и обозначают  $x$ . Некоторое число вариантов, т.е. результаты параллельных измерений одним и тем же методом,  $x_1, x_2, x_3 \dots x_n$  образует совокупность вариантов. Сумму вариантов, деленную на число вариантов  $n$ , называют средним или средним арифметическим  $\bar{x}$ :

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + x_3 + \dots + x_n}{n} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad (6)$$

Разность между отдельным результатом и средним значением называют случайным отклонением или просто отклонением:

$$d_i = x_i - \bar{x} \quad (7)$$

Выборочное стандартное отклонение отдельного определения  $S$  рассчитывают по формуле (8):

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n d_i^2}{n-1}} \quad (8)$$

Квадрат стандартного отклонения называют *дисперсией*:

$$S^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1} = \frac{\sum_{i=1}^n d_i^2}{n-1} \quad (9)$$

Для оценки воспроизводимости вычисляют стандартное отклонение среднего результата:

$$S_{\bar{x}} = \frac{S}{\sqrt{n}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n(n-1)}} \quad (10)$$

При заданной доверительной вероятности доверительный интервал рассчитывают по формуле (11):

$$e_p = Sx_{cp.} \cdot t_1 = t_1 \cdot \frac{S}{\sqrt{n}} \quad (11)$$

где  $t_\alpha$  – коэффициент Стьюдента, зависящий не только от надежности  $\alpha$ , но и от числа измерений.

В таблицах приводятся величины коэффициента  $t_\alpha$  для доверительной вероятности 0,5; 0,7; 0,9; 0,95; 0,99; 0,999, но в аналитической практике обычно используют доверительную вероятность равную 0,95 (95 %).

Величины  $t_{\alpha}$  для доверительной вероятности 0,95 при различных  $n$ .

$f = n - 1$	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	20	30	40	60
$t_{\alpha}$	12,71	4,30	3,18	2,78	2,57	2,45	2,36	2,31	2,26	2,23	2,09	2,04	2,02	2,00

### Обнаружение промахов

Для обнаружения промахов при небольшом количестве определений может быть использован критерий  $Q$ :

$$Q = \frac{x_1 - x_2}{R},$$

где  $x_1$  – подозрительно выделяющееся (сомнительное) значение;

$x_2$  – соседнее с ним значение;

$R$  – размах варьирования, равный разности между максимальным и минимальным значением в рассматриваемом ряду.

Рассчитанная по этому уравнению величина  $Q$  сравнивается с  $Q_{табл.}$  – табличным значением критерия при данных вероятности и числе степеней свободы. Если  $Q > Q_{табл.}$ , подозреваемый результат является промахом и его следует исключить при расчете среднего значения. Числовые значения  $Q_{табл.}$ :

$f$	$P$			$f$	$P$		
	0,90	0,95	0,99		0,90	0,95	0,99
2	0,89	0,94	0,99	6	0,43	0,51	0,64
3	0,68	0,77	0,89	7	0,40	0,48	0,58
4	0,56	0,64	0,76	8	0,37	0,46	0,53
5	0,48	0,56	0,70	9	0,34	0,44	0,48

Более точным критерием, чем  $Q$ -критерий, является оценка стандартного отклонения результата. Результат  $x_i$  является грубым промахом, если:

$$|x_{cp} - x_i| > 3 \frac{S}{\sqrt{n}} \text{ или } |x_{cp} - x_i| > t_1 \cdot \frac{S}{\sqrt{n}} \cdot \sqrt{2}$$

Коэффициент 3 иногда заменяют на коэффициент 4.

### Вопросы для подготовки к защите лабораторных работ 4–5

- 1 Стандартизация растворов.
- 2 Расчеты в титриметрическом анализе (расчет навески для стандартного и рабочего растворов, расчет концентрации приготовленного и анализируемого растворов, расчет массы определяемого вещества). Закон эквивалентов.
- 3 Сущность объемного титриметрического анализа. Требования к реакциям, применяемым в титриметрии. Приемы титрования.

- 4 Погрешности в анализе. Классификация погрешностей. Правильность, точность и воспроизводимость в анализе.
- 5 Реакции электролитической диссоциации сильных кислот и сильных оснований. Расчет концентрации ионов водорода и рН в растворах сильных кислот и сильных оснований.
- 6 Расчет концентрации ионов водорода и рН в растворах, полученных смешением сильных кислот и оснований.
- 7 Расчет концентрации ионов водорода и рН в растворах сильных кислот очень малой концентрации.
- 8 Кривые кислотно–основного титрования сильной щелочи сильной кислотой, кривые титрования солей. Скачок на кривой титрования.\*
- 9 Кислотно-основные индикаторы. Теория индикаторов. Принцип выбора индикаторов.\*

### Задачи для самостоятельного решения

#### – Способы выражения концентрации растворов. Приготовление растворов

1 Сколько граммов растворённого вещества содержится в 93 мл 0,5 М раствора сульфата алюминия? Какова нормальность этого раствора? (Ответ: 15,9093 г, 3 н).

2 Смешали: 54 мл 0,2 М, 126 мл 0,5 М раствора хлорида кальция и 83 мл воды. Каковы молярная, нормальная концентрации полученного раствора? Определите концентрацию ионов ( $C_n$ ,  $C_m$ ) в этом растворе. (Ответ: 0,2806 М, 0,5612 н,  $C_m$  ( $Ca^{2+}$ ) = 0,2806 М,  $C_n$  ( $Ca^{2+}$ ) = 0,5612 н,  $C_m$  ( $Cl^-$ ) = 0,2806 М).

3 Сколько медного купороса надо добавить к 200 мл 0,1н раствора сульфата меди (II), чтобы раствор стал 0,15н? (Ответ: 1,2484 г).

4 В 200 мл 10 %-ного сульфата железа (II) ( $\rho=1$  г/мл) растворили 20 г железного купороса. Рассчитать молярную, нормальную концентрации и титр полученного раствора. (Ответ: 1,0182 М, 2,0364 н, 0,1546 г/мл).

5 Вычислить массу дигидрата хлорида бария, необходимую для приготовления 250 мл 0,5н раствора. (Ответ: 15,2667 г).

6 Из 350 г 6 %-ного раствора хлорида натрия выпарили 51 г воды. Определите процентную концентрацию полученного раствора. (Ответ: 7,02 %).

7 К 550,0 мл 0,1925 М раствора соляной кислоты прибавили 50,00 мл раствора соляной кислоты с титром 0,02370 г/мл. Вычислить молярную концентрацию и титр полученного раствора ( $\rho=1$  г/мл). (Ответ: 0,2307 М, 0,008412 г/мл).

8 Имеется 25 мл 98%-ного раствора серной кислоты ( $\rho =1,84$  г/мл). Определите молярную, нормальную концентрации и рН этого раствора. (Ответ: 18,39 М, 36,78 н, рН = – 1,5656).

9 В мерную колбу на 250 мл влили 20 мл 0,0043 М раствора серной кислоты и объём раствора довели водой до метки ( $\rho=1$  г/мл). Какова молярность, нормальность, титр, массовая доля полученного раствора? Рассчитайте рН полученного раствора. (Ответ:  $3,44 \cdot 10^{-4}$  М,  $6,88 \cdot 10^{-4}$  н,  $3,3737 \cdot 10^{-5}$  г/мл,  $3,3737 \cdot 10^{-3}$  %, рН = 3,1624).

10 В мерную колбу на 200 мл влили 15 мл 0,0027 М раствора гидроксида натрия и объём раствора довели водой до метки. Какова молярность, нормальность, титр, массовая доля полученного раствора? Рассчитайте рН полученного раствора. (Ответ:  $2,025 \cdot 10^{-4}$  М,  $8,0994 \cdot 10^{-6}$  г/мл,  $8,0994 \cdot 10^{-4}$  %, рН = 10,3064).

11 Смешали: 51 мл 0,09 М раствора гидроксида кальция + 74 мл 0,114 н раствора соляной кислоты + 40 мл воды. Рассчитайте концентрации всех ионов (М, н) в полученном растворе и его рН. (Ответ:  $C_M(\text{Ca}^{2+}) = 0,05564 \text{ М}$ ,  $C_N(\text{Ca}^{2+}) = 0,1113 \text{ н}$ ,  $C_M(\text{Cl}^-) = 0,005113 \text{ М}$ ,  $C_M(\text{OH}^-) = 0,0045 \text{ М}$ ,  $\text{pH} = 11,6541$ ).

12 Сколько миллилитров 94%-ного раствора серной кислоты ( $\rho=1,73 \text{ г/мл}$ ) необходимо для приготовления 250 мл 0,1 н раствора? (Ответ: 0,75 мл).

**– Расчеты в аналитической химии. Закон эквивалентов**

13 Сколько миллилитров 20%-ного раствора соляной кислоты ( $\rho=1,1 \text{ г/мл}$ ) требуется для взаимодействия с 12,1 г карбоната магния? (Ответ: 47,56 мл).

14 Сколько миллилитров 0,2 М раствора серной кислоты требуется для полной нейтрализации 57 мл 0,5 М раствора гидроксида натрия? (Ответ: 71,25 мл).

15 Какую массу негашеной извести, содержащей 90 % оксида кальция и 10 % индифферентных примесей требуется взять для анализа, чтобы на её нейтрализацию израсходовать 20,00 мл раствора соляной кислоты с титром по оксиду кальция 0,009000 г/мл? (Ответ: 0,2 г).

16 Вычислить молярную концентрацию и титр раствора соляной кислоты, если на титрование 0,4217 г буры израсходовано 17,50 мл этой кислоты. (Ответ: 0,1264 М, 0,004608 г/мл).

17\* На титрование смеси, состоящей из карбонатов натрия и калия массой 0,4000 г, израсходовали 22,00 мл 0,3000 М раствора соляной кислоты. Вычислить массовую долю (%) карбоната натрия и карбоната калия в смеси. (Ответ: 46,12 % – карбоната натрия; 53,88 % – карбоната калия).

18\* На титрование раствора, полученного из навески щавелевой кислоты массой 0,1371 г, израсходовано 22,10 мл 0,09842 М раствора гидроксида натрия. Сколько молекул кристаллизационной воды содержалось в исходном препарате кислоты? (Ответ: 2,0).

19\* Навеску неизвестного вещества массой 2,000 г растворили в мерной колбе вместимостью 100,0 мл. На титрование 25,00 мл раствора израсходовали 20,00 мл 0,4455 М раствора соляной кислоты. Определить, что входило в состав анализируемого вещества: гидроксид калия или гидроксид натрия. (Ответ: гидроксид калия).

**– Статистическая обработка результатов**

20 При определении содержания свинца в сплаве были получены следующие результаты (%): 14,50; 14,43; 14,54; 14,45; 14,44; 14,52; 14,58; 14,40; 14,25; 14,19. Оценить наличие грубых погрешностей, рассчитать среднее и доверительный интервал. (Ответ:  $(14,48 \pm 0,04) \%$ ).

21 При определении кальция гравиметрическим методом получили следующее содержание оксида кальция (%): 12,86; 12,90; 12,93; 12,84. Вычислить стандартное отклонение в определении содержания кальция. (Ответ: 0,04).

22 При определении сурьмы в сплаве титриметрическим методом получили следующие данные (%): 11,95; 12,03; 11,98; 12,04. Вычислить стандартное отклонение единичного определения и доверительный интервал среднего значения (для  $P=0,95$ ). (Ответ: 0,04; 0,07).

23 При анализе топаза получили следующие данные о содержании в нем оксида алюминия (%): 53,96; 54,15; 54,05; 54,08; 54,32. Установить, является ли последний результат грубой погрешностью. (Ответ: нет).

### Список использованных источников

- 1 Общие требования и правила оформления текстовых документов: СТП СМК 4.2.3-01-2011 – Могилев: МГУП, 2011. – 43 с.
- 2 Основы аналитической химии в 2 кн. Кн. 1. Общие вопросы. Методы разделения: учебник для вузов / под ред. Ю.А. Золотова. 2-е изд., перераб. и доп. – М.: Высшая школа, 2002. – 351 с.
- 3 Основы аналитической химии. в 2 кн. Кн. 2. Методы химического анализа: учебник для вузов / под ред. Ю.А. Золотова. 2-е изд., перераб. и доп. – М.: Высшая школа, 2002. – 494 с.
- 4 Алексеев, В.Н. Количественный анализ / В.Н. Алексеев. – М.: Химия. – 1972. – 504 с.
- 5 Васильев, В.П. Аналитическая химия в 2 ч. – Ч. 1: Гравиметрический и титриметрический методы анализа / В.П. Алексеев. – М.: Высшая школа. – 1989. – 320 с.
- 6 Коренман, Я.И. Практикум по аналитической химии / Я.И. Коренман, Р.П. Лисицкая. – Воронеж: Воронеж. гос. технол. акад. – 2002. – 408 с.

## Приложение А

### Общие правила взвешивания на аналитических весах

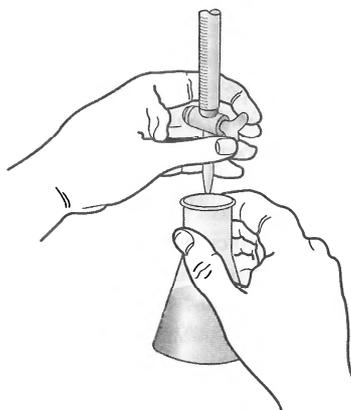
- 1 Нагрузка на весы не должна превышать предельную для данной системы весов.
- 2 При работе на весах необходимо соблюдать осторожность, не делать резких движений.
- 3 Весы должны находиться в чистоте. При попадании на чашку весов сыпучих веществ их удаляют специальной кисточкой.
- 4 Для взвешивания необходимо пользоваться чистой сухой посудой (бюкс, стакан, тигель), помещать вещество непосредственно на чашку весов запрещено. Летучие и гигроскопичные вещества взвешивают только в закрытых бюксах.
- 5 Температура взвешиваемого предмета и окружающей среды должна быть одинакова. Нельзя взвешивать теплые предметы и растворы.
- 6 Все дверки весов во время взвешивания должны быть закрыты.
- 7 Взвешивание для данного анализа следует проводить на одних и тех же весах.

### Правила титрования

Титрование – добавление небольшими порциями, по каплям, титранта к титруемому веществу.

- 1 При анализе пользоваться только чистой посудой. Жидкость при выливании из бюретки и пипетки не должна оставлять капель на стенках.
- 2 Перед употреблением бюретку необходимо ополоснуть раствором, которым будете титровать (титрантом).
- 3 Пипетку ополаскивают титруемым раствором. Для этого сначала небольшим количеством раствора ополаскивают стакан, наливают в стакан еще немного раствора, которым ополаскивают внутри и снаружи пипетку.
- 4 Бюретка должна быть установлена строго вертикально.
- 5 Раствор в бюретку заливают через воронку, которую сразу же удаляют.
- 6 Удаляют пузырьки воздуха из носика бюретки. Для этого приподнимают носик бюретки, направляя его в стакан, и открывают зажим.
- 7 Перед каждым титрованием бюретку заполняют титрантом на 5 мл выше нулевого уровня, ждут одну минуту, чтобы дать стечь раствору со стенок бюретки.
- 8 Доводят уровень жидкости до нуля. Отсчет по бюретке производят по нижнему краю мениска для неокрашенных и слабоокрашенных жидкостей, и по верхнему краю мениска для сильноокрашенных жидкостей.
- 9 При отсчете по бюретке глаза должны находиться на уровне мениска. *Отсчет следует производить с точностью до сотых долей миллилитра* через 30 с после окончания титрования.
- 10 При титровании необходимо сливать жидкость с такой скоростью, чтобы можно было считать капли.
- 11 Жидкость в пипетку набирают выше метки примерно на 2 см и быстро закрывают указательным пальцем. Чуть приоткрывая отверстие пипетки, дают жидкости стечь до тех пор, пока нижний край мениска не совпадет с отметкой. Кончиком пипетки касаются стенок сосуда, чтобы снять последнюю каплю. Раствор из пипетки переносят в колбу, жидкости дают свободно стечь. Затем касаются кончиком пипетки стенки или дна колбы и ждут 10–20 секунд. *Выдувать последнюю каплю нельзя.*

- 12 При титровании подачу раствора регулируют левой рукой, раствор в колбе аккуратно перемешивают правой рукой.
- 13 Для получения правильного результата титрование повторяют не менее трех раз. Разница между параллельными результатами не должна превышать 0,05 мл. При дальнейших расчетах пользуются средним значением.
- 14 Каждое последующее титрование начинают от нуля.
- 15 После окончания титрования бюретку следует вымыть и оставить заполненной дистиллированной водой.



**Рисунок А.1** – Правильное выполнение титрования

## Содержание

Введение.....	3
1 Химическая посуда. Правила работы с химической посудой.....	4
Лабораторная работа № 1. Калибровка мерной посуды.....	6
2 Способы выражения концентрации растворов. Стандартные и рабочие растворы.....	8
2.1 Способы выражения концентрации растворов.....	8
2.2 Стандартные и рабочие растворы. Техника приготовления рабочих и стандартных растворов.....	14
Лабораторная работа № 2. Приготовление рабочего раствора соляной кислоты.....	16
Лабораторная работа № 3. Взвешивание на аналитических весах. Приготовление раствора буры заданной концентрации.....	17
3 Сущность титриметрии. Закон эквивалентов. Приемы титрования.....	18
4 Стандартизация растворов.....	21
Лабораторная работа № 4. Техника титрования. Определение концентрации раствора соляной кислоты (стандартизация) по стандартному раствору буры	21
5 Расчеты в титриметрическом методе анализа. Расчет результата прямого титрования на примере определения содержания гидроксида натрия в растворе	23
Лабораторная работа № 5. Определение содержания гидроксида натрия в анализируемом растворе.....	23
6 Статистическая обработка результатов анализа.....	24
Задачи для самостоятельного решения.....	27
Список использованных источников.....	29
Приложение А.....	30