

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ УКРАИНЫ
Запорожский государственный медицинский университет
Кафедра аналитической химии

АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ (КОНСПЕКТ)

Смысловой модуль 2

Учебно-методическое пособие
для преподавателей и студентов 2 курса
медицинского факультета по специальности
«Лабораторная диагностика»

Запорожье 2015

Учебно-методическое пособие составили:

доктор фармацевтических наук С. А. Васюк
кандидат фармацевтических наук А. С. Коржова

Рецензенты:

доктор фармацевтических наук, профессор, профессор кафедры фармацевтической химии
С. И. Коваленко;

доктор фармацевтических наук, профессор, заведующий кафедрой токсикологической и
неорганической химии А. И. Панасенко.

Учебно-методическое пособие утверждено:

на заседании Цикловой методической комиссии физико-химических дисциплин
Запорожского государственного медицинского университета (протокол № _____
от _____).

на заседании Центрального методического совета Запорожского государственного
медицинского университета (протокол № _____ от _____) и рекомендовано для
применения в учебном процессе студентами 2 курса медицинского факультете по
специальности «Лабораторная диагностика».

ПРЕДИСЛОВИЕ

Аналитическая химия изучается в соответствии с образовательно-квалификационной характеристикой и образовательно-профессиональной программой подготовки специалистов, утвержденных приказом МОН Украины от 16.04.2003 года № 239.

Согласно учебного плана для студентов медицинского факультета специальности «Лабораторная диагностика» аналитическую химию изучают в III семестре.

Программа дисциплины состоит из 1 модуля – «Аналитическая химия», в состав которого входят 3 смысловых модуля:

1. Аналитическая химия. Качественный анализ.
2. Аналитическая химия. Количественный анализ.
3. Инструментальные методы анализа.

Занятие № 7

ТЕМА: Введение в количественный анализ. Техника взвешивания. Титриметрические методы анализа. Кислотно-основное титрование

ЦЕЛЬ: Ознакомиться с основами количественного анализа, изучить общие положения титриметрических методов и приобрести навыки работы с аналитическими измерительными приборами, мерной посудой и приготовления титрованных растворов

Учебные вопросы для самоподготовки студентов

1. Сущность и задачи количественного анализа. Области применения количественного анализа.
2. Классификация методов количественного анализа.
3. Сущность титриметрических методов анализа. Основные понятия.
4. Классификация методов титриметрического анализа по типу химической реакции.
5. Требования, предъявляемые к реакциям в титриметрии.
6. Условия проведения титриметрических определений.
7. Титрованные растворы. Способы их приготовления. Первичные и вторичные стандарты. Требования, предъявляемые к первичным стандартам. Способы выражения концентрации титрованных растворов.
8. Расчеты в титриметрическом анализе. Выражение результатов измерений.

Литература:

1. Пономарев В.Д. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. – М.: Высшая школа, 1982. – С. 5-10, 18-27.
2. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн. 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. – М.: Высшая школа, 2001. – С. 5-7, 68-77.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

1. Взвешивание на аналитических весах

Методика работы. На аналитических весах взвешивают стеклянный бюкс. Записывают результаты взвешивания.

Занятие № 8

ТЕМА: Кислотно-основное титрование. Титрование сильных кислот сильными основаниями и наоборот

ЦЕЛЬ: Изучить теоретические основы метода кислотно-основного титрования и приобрести навыки титриметрического количественного определения сильных кислот и сильных оснований

Учебные вопросы для самоподготовки студентов

1. Какие реакции лежат в основе метода кислотно-основного титрования? В чем сущность ациди- и алкалометрии?
2. Какие вещества можно определить кислотно-основным титрованием?

3. В каком направлении идут реакции кислотно-основного взаимодействия. При каком значении константы равновесия реакции проходят до конца?
4. На чем основано фиксирование конечной точки титрования?
5. Что такое интервал перехода кислотно-основного индикатора, показатель титрования рТ?
6. Какие существуют способы подбора индикаторов для фиксирования конечной точки титрования?
7. Кривые титрования. Как рассчитывают значения рН для построения кривой титрования сильной кислоты сильным основанием и наоборот.
8. Что такое скачок титрования? Как по скачку титрования подбирают рН-индикаторы?
9. Каким способом готовят титрованные растворы кислот и щелочей? Какие вещества применяют в качестве первичных стандартов?

Литература:

1. Лурье Ю.Ю. Справочник по аналитической химии. – 5-е изд., перераб. и доп. – М.: Химия, 1979. – 480 с.
2. Пономарев В.Д. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. – М.: Высшая школа, 1982. – С. 44-61, 68-69, 75-77.
3. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн. 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. – М.: Высшая школа, 2001. – С. 81-117.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

Приготовление и стандартизация раствора хлороводородной кислоты

1. Приготовление 250 мл 0,1 М раствора HCl

Способ приготовления – установленного титра.

$M(\text{HCl}) = 36,46 \text{ г/моль};$
 $f_{\text{э}}(\text{HCl}) = 1;$
 $M_{\text{э}}(\text{HCl}) = 36,46 \text{ г/моль}.$

$$a_{(\text{HCl})} = \frac{C_{M_{\text{э}}} \cdot M_{\text{э}} \cdot V \cdot 100}{C\% \cdot 1000}, \text{ где}$$

a – навеска, мг;

$C_{M_{\text{э}}}$ – заданная концентрация;

$M_{\text{э}}$ – молярная масса эквивалента хлороводородной кислоты;

V – заданный объем;

$C\%$ – процентная концентрация раствора хлороводородной кислоты, из которой готовят раствор заданной концентрации.

$$V_{(\text{HCl})} = \frac{a}{\rho}.$$

Методика работы. В мерный цилиндр наливают имеющийся в лаборатории раствор хлороводородной кислоты, измеряют плотность с помощью ареометра. По таблице находят концентрацию, соответствующую найденной плотности хлороводородной кислоты. Рассчитанный объем хлороводородной кислоты отмеряют мерным цилиндром

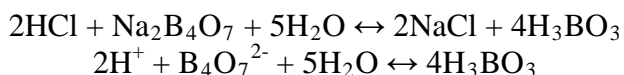
небольшой вместимости, переносят в мерный цилиндр вместимостью 250 мл и доводят дистиллированной водой до метки. Приготовленный раствор переливают в склянку, закрывают пробкой, наклеивают этикетку с указанием концентрации и объема приготовленного раствора, даты приготовления, фамилии и номера группы. Приготовленный раствор оставляют для работы на следующих занятиях.

2. Стандартизация титрованного раствора хлороводородной кислоты по первичному стандарту – тетраборату натрия

Способ титрования – прямой.

Метод титрования – пипетирование.

Химизм реакции:



Предварительные расчеты:

$$M(\text{HCl}) = 36,46 \text{ г/моль};$$

$$f_{\text{э}}(\text{HCl}) = 1;$$

$$M_{\text{э}}(\text{HCl}) = f_{\text{э}}(\text{HCl}) \cdot M(\text{HCl}) = 1 \cdot 36,46 = 36,46 \text{ г/моль};$$

$$M_{\text{э}}'(\text{HCl}) = M_{\text{э}}(\text{HCl}) : 1000 = 0,03646.$$

Методика работы. В коническую колбу для титрования переносят мерной пипеткой 20,00 мл раствора тетрабората натрия, прибавляют 1-2 капли индикатора метилового оранжевого и титруют из бюретки раствором хлороводородной кислоты до перехода желтой окраски в оранжевую. Титрование проводят до получения трех воспроизводимых результатов (расхождение между результатами повторных титрований не должно превышать 0,10 мл, согласно требованиям ГФХ–0,05 мл). По среднему значению объема HCl рассчитывают титр, молярную концентрацию раствора хлороводородной кислоты и коэффициент поправки по формулам:

$$C_{M(\text{HCl})} = \frac{C_{M_{\text{э}}(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O})} \cdot V_{(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O})}}{V_{(\text{HCl})}};$$

$$T_{(\text{HCl})} = C_{M(\text{HCl})} \cdot M_{\text{э}}'(\text{HCl});$$

$$K_{\text{п}} = \frac{C_{M(\text{HCl})\text{практ.}}}{C_{M(\text{HCl})\text{теор.}}}.$$

Занятие № 9

ТЕМА: Кислотно-основное титрование. Титрование слабых кислот щелочами и слабых оснований сильными кислотами

ЦЕЛЬ: Изучить теорию титрования слабых кислот щелочами и слабых оснований сильными кислотами и приобрести навыки количественного определения слабых кислот и слабых оснований

Учебные вопросы для самоподготовки студентов

1. Какие вещества относятся к слабым электролитам? Как диссоциируют в растворах слабые электролиты? Что такое показатель кислотности или основности?
2. На основании чего можно сделать заключение о возможности титрования в водных средах с индикаторным фиксированием конца титрования слабых электролитов?
3. Как рассчитывают рН в растворах слабых кислот, слабых оснований и буферных систем?
4. В чем сущность и когда можно применять прямое титрование, обратное титрование, заместительное титрование?
5. В чем сущность, преимущества и недостатки методов пипетирования и отдельных навесок? По каким формулам проводят расчет результата титриметрического анализа?

Литература:

1. Лурье Ю.Ю. Справочник по аналитической химии. – 5-е изд., перераб. и доп. – М.: Химия, 1979. – 480 с.
2. Пономарев В.Д. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. – М.: Высшая школа, 1982. – С. 52-66, 69-77.

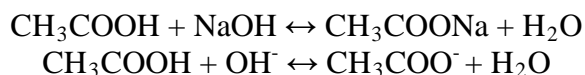
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

Определение массовой доли (в %) уксусной кислоты в растворе

Способ титрования – прямой.

Метод титрования – пипетирование.

Химизм реакции:



Предварительные расчеты:

$M(\text{CH}_3\text{COOH}) = 60,06 \text{ г/моль};$

$f_3(\text{CH}_3\text{COOH}) = 1;$

$M_3(\text{CH}_3\text{COOH}) = f_3(\text{CH}_3\text{COOH}) \cdot M(\text{CH}_3\text{COOH});$

$M_3(\text{CH}_3\text{COOH}) = 1 \cdot 60,06 = 60,06 \text{ г/моль}.$

Методика работы. В мерную колбу вместимостью 50,00 мл переносят пипеткой 5,00 мл анализируемого раствора, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно

перемешивают. Из полученного разведения отмеривают пипеткой 10,00 мл, переносят в колбу для титрования, прибавляют 1-2 капли индикатора фенолфталеина и титруют 0,1000 М раствором гидроксида натрия до появления слабо розового окрашивания, не исчезающего в течение 30 с. Титрование повторяют до получения трех воспроизводимых результатов.

По среднему значению объема титранта рассчитывают массовую долю (в %) уксусной кислоты по формуле:

$$\omega_{(\text{CH}_3\text{COOH})} = \frac{V_{(\text{NaOH})} \cdot C_{\text{M}(\text{NaOH})} \cdot M_{\text{Э}(\text{CH}_3\text{COOH}) \cdot V_{\text{к}} \cdot 100\%}{a_{(\text{CH}_3\text{COOH})} \cdot V_{\text{п}} \cdot 1000}$$

Занятие № 10

ТЕМА: Семинарское занятие по разделу «Титриметрические методы анализа. Кислотно-основное титрование»

ЦЕЛЬ: Обобщить материал, проверить знания студентов по разделу и умения применять кислотно-основное титрование в анализе химических соединений, лекарственных и косметических средств

Вопросы по изученному разделу количественного анализа

1. Титриметрические методы анализа

1. Сущность и классификация титриметрических методов анализа.
2. Требования к реакциям в титриметрических методах анализа.
3. Титранты (стандартные растворы), способы их приготовления.
4. Способы выражения концентрации титрантов: молярная концентрация, молярная концентрация эквивалента, титр, титр по определяемому веществу, поправочный коэффициент.
5. Способы (прямое, обратное и по замещению) и методы (отдельных навесок и пипетирования) титрования. Сущность, достоинства и недостатки.
6. Точка эквивалентности, конечная точка титрования. Способы фиксирования точки эквивалентности.
7. Мерная посуда.
8. Расчеты в титриметрических методах.

2. Кислотно-основное титрование

1. Сущность кислотно-основного титрования. Ацидиметрия. Алкалиметрия.
2. Кислотно-основные свойства веществ. Представление о кислотах и основаниях. Катионные, анионные и молекулярные кислоты и основания. Амфолиты. Константы кислотности и основности.
3. Титранты метода кислотно-основного титрования. Приготовление и стандартизация растворов кислот и щелочей. Первичные и вторичные стандарты ациди- и алкалиметрии.
4. Способы фиксирования точки эквивалентности в кислотно-основном титровании. рН-индикаторы. Способы подбора рН-индикаторов: качественный и количественный.
5. Принцип построения кривых титрования.
6. Применение метода кислотно-основного титрования для количественного определения химических веществ и лекарственных средств.

Литература:

1. Лурье Ю.Ю. Справочник по аналитической химии. – 5-е изд., перераб. и доп. – М.: Химия, 1979. – 480 с.
2. Пономарев В.Д. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. – М.: Высшая школа, 1982. – С. 5-75.
3. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн. 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. – М.: Высшая школа, 2001. – С. 5-34, 68-135.

Занятие № 11

ТЕМА: Окислительно-восстановительное титрование. Перманганатометрия

ЦЕЛЬ: Изучить теоретические основы методов окислительно-восстановительного титрования, овладеть методом перманганатометрии и научиться применять его для анализа неорганических и органических веществ

Учебные вопросы для самоподготовки студентов

1. Сущность методов окислительно-восстановительного титрования.
2. Классификация методов окислительно-восстановительного титрования.
3. Требования к реакциям в ОВТ.
4. Фиксирование конечной точки титрования в методах ОВТ. Индикаторы окислительно-восстановительного титрования.
5. Кривые окислительно-восстановительного титрования. Расчет редокс-потенциалов в различные моменты титрования. От чего зависит скачок на кривой ОВТ.
9. **Перманганатометрическое титрование.** Сущность и основное уравнение метода. Условия проведения перманганатометрического титрования.
10. Титрант метода. Способ его приготовления. Стандартизация раствора перманганата калия по щавелевой кислоте.
11. Фиксирование конечной точки титрования в перманганатометрии.
12. Определение *пероксида водорода*.
13. Определение *солей железа(II)*.
14. Определение *нитритов*. Сущность реверсивного титрования.
15. Определение *солей кальция, бария и других индифферентных веществ*.
16. Определение *окислителей* (дихромат калия).
17. Определение *органических соединений* (формиаты).

Литература:

1. Лурье Ю.Ю. Справочник по аналитической химии. – 5-е изд., перераб. и доп. – М.: Химия, 1979. – 480 с.
2. Пономарев В.Д. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. – М.: Высшая школа, 1982. – С. 105-119.
3. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн. 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. – М.: Высшая школа, 2001. – С. 137-166.

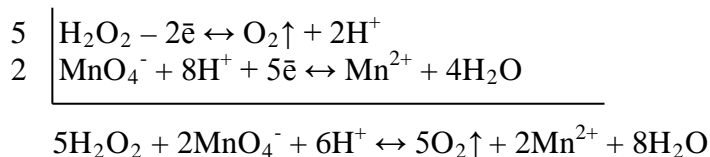
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

Определение массовой доли (в %) пероксида водорода в растворе

Способ титрования – прямой.

Метод титрования – пипетирование.

Химизм реакции:



Предварительные расчеты:

$$M(\text{H}_2\text{O}_2) = 34,02 \text{ г/моль};$$

$$f_{\text{э}}(\text{H}_2\text{O}_2) = 1/2;$$

$$M_{\text{э}}(\text{H}_2\text{O}_2) = M(\text{H}_2\text{O}_2) \cdot f_{\text{э}}(\text{H}_2\text{O}_2) = 17,01 \text{ г/моль};$$

$$M_{\text{э}}'(\text{H}_2\text{O}_2) = M_{\text{э}}(\text{H}_2\text{O}_2) : 1000 = 0,01701;$$

$$T(\text{KMnO}_4/\text{H}_2\text{O}_2) = C_{M_{\text{э}}}(\text{KMnO}_4) \cdot M_{\text{э}}'(\text{H}_2\text{O}_2);$$

$$T(\text{KMnO}_4/\text{H}_2\text{O}_2) = 0,05000 \cdot 0,01701 = 0,0008505 \text{ г/мл}.$$

Методика определения. В мерную колбу вместимостью 50,00 мл переносят с помощью пипетки 5,00 мл анализируемого раствора, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Из разведения отбирают пипеткой 10,00 мл раствора в колбу для титрования, прибавляют 5 мл раствора серной кислоты в соотношении 1:4 и титруют 0,05000 н. раствором перманганата калия до появления бледно-розовой окраски раствора. Титрование повторяют до получения трех воспроизводимых результатов.

По среднему значению объема титранта рассчитывают массовую долю (в %) пероксида водорода по формуле:

$$\omega_{(\text{H}_2\text{O}_2)} = \frac{V_{(\text{KMnO}_4)} \cdot T_{(\text{KMnO}_4/\text{H}_2\text{O}_2)} \cdot K_{\text{п}} \cdot V_{\text{к}} \cdot 100\%}{a_{(\text{H}_2\text{O}_2)} \cdot V_{\text{п}}}.$$

Занятие № 12

ТЕМА: Окислительно-восстановительное титрование. Йодиметрия, йодометрия

ЦЕЛЬ: Изучить теоретические основы методов йодиметрии и йодометрии, приобрести навыки по применению йодиметрии и йодометрии в титриметрическом количественном определении окислителей, восстановителей, ароматических и гетероциклических соединений

Учебные вопросы для самоподготовки студентов

1. Сущность методов йодиметрии и йодометрии. Какие реакции лежат в основе этих методов?

2. Способы фиксации конечной точки титрования при проведении йоди- и йодометрических определений.
3. Титранты методов йоди- и йодометрии. Как готовят стандартные растворы йода и тиосульфата натрия?
4. Какие способы титрования используют при йодиметрическом определении восстановителей? Почему не все восстановители можно оттитровать прямым способом?
5. Какой способ титрования применяют при определении окислителей?
6. Условия проведения йоди- и йодометрических определений.
7. Применение йоди- и йодометрии для определения:
 - *восстановителей* (оксид мышьяка(III), сульфат гидразина, формальдегид в формалине, сульфиты, меркаптаны и др.);
 - *окислителей* (пероксид водорода, активный хлор в хлорной извести, активный хлор в хлорамине Б, медь(II), дихромат калия, бромат калия и др.);
 - *ненасыщенных органических соединений* (аскорбиновая кислота и др.);
 - *ароматических и гетероциклических соединений* (антипирин и др.);
 - *минеральных кислот*;
 - *катионов металлов, образующих осадки с хромат-ионами* (барий, стронций, свинец).

Литература:

1. Лурье Ю.Ю. Справочник по аналитической химии. – 5-е изд., перераб. и доп. – М.: Химия, 1979. – 480 с.
2. Пономарев В.Д. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. – М.: Высшая школа, 1982. – С. 119-123.
3. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн. 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. – М.: Высшая школа, 2001. – С. 168-178.

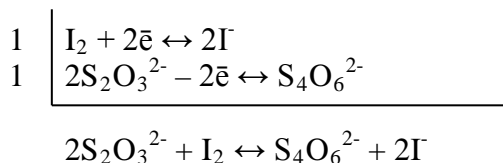
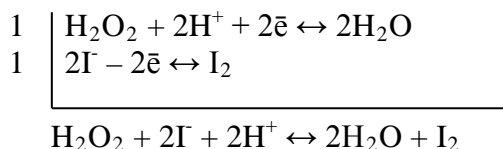
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

Определение массовой доли (в %) пероксида водорода в растворе

Способ титрования – по замещению.

Метод титрования – пипетирование.

Химизм определения:



Предварительные расчеты:

$M(\text{H}_2\text{O}_2) = 34,02 \text{ г/моль};$
 $f_{\text{Э}}(\text{H}_2\text{O}_2) = 1/2;$
 $M_{\text{Э}}(\text{H}_2\text{O}_2) = M(\text{H}_2\text{O}_2) \cdot f_{\text{Э}}(\text{H}_2\text{O}_2) = 17,01 \text{ г/моль};$

$$a_{(\text{H}_2\text{O}_2)} = \frac{C_{M_{\text{Э}}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)} \cdot M_{\text{Э}}(\text{H}_2\text{O}_2) \cdot V_{\text{к}} \cdot 100}{C\%_{(\text{H}_2\text{O}_2)} \cdot 1000}.$$

Методика определения. 5,00 мл полученной лабораторной пробы пипеткой переносят в мерную колбу вместимостью 50,00 мл, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. 10,00 мл полученного раствора пипеткой переносят в склянку с притертой пробкой, туда же цилиндром отмеряют 5 мл 2 М раствора серной кислоты и 5 мл свежеприготовленного 10% раствора йодида калия, закрывают пробкой, смоченной раствором йодида калия и перемешивают. Полученный раствор выдерживают в течение 5 мин в темном месте, затем разбавляют до 100 мл дистиллированной водой и выделившийся йод титруют 0,02000 М раствором тиосульфата натрия сначала до светло-желтого цвета раствора, потом прибавляют 2 мл 0,5% раствора крахмала и дотитровывают раствором тиосульфата натрия до полного исчезновения синей окраски раствора, каждый раз, хорошо перемешивая его. Титрование проводят до получения трех воспроизводимых результатов.

По среднему значению объема титранта рассчитывают массовую долю (в %) пероксида водорода по формуле:

$$\omega_{(\text{H}_2\text{O}_2)} = \frac{V_{(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)} \cdot C_{M_{\text{Э}}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)} \cdot M_{\text{Э}}(\text{H}_2\text{O}_2) \cdot K_{\text{п}} \cdot V_{\text{к}} \cdot 100}{V_{\text{п}} \cdot a_{(\text{H}_2\text{O}_2)} \cdot 1000}.$$

Занятие № 13

ТЕМА: Осадительное титрование. Аргентометрия

ЦЕЛЬ: Изучить теоретические основы методов осадительного титрования, овладеть методами аргентометрии, меркурометрии и научиться применять их в химическом анализе

Учебные вопросы для самоподготовки студентов

1. Теоретические основы методов осадительного титрования. Требования, предъявляемые к реакциям, применяемым в осадительном титровании. Классификация методов осадительного титрования.
2. Способы определения конечной точки титрования. Индикаторы метода осадительного титрования (осадительные, абсорбционные, металлохромные). Механизм действия индикаторов.
3. *Аргентометрическое титрование.* Сущность метода. Титранты метода, их приготовление и стандартизация. Разновидности аргентометрии.
4. *Меркурометрическое титрование.* Сущность метода. Титрант метода, его приготовление, стандартизация. Индикаторы метода. Возможности метода.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

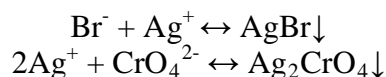
Определение содержания бромида калия методом аргентометрии

1.1. Определение массовой доли (в %) бромида калия в растворе по методу Мора

Способ титрования – прямой.

Метод титрования – пипетирование.

Химизм реакций:



Предварительные расчеты:

$M(\text{KBr}) = 119,0$ г/моль;

$f_{\text{Э}}(\text{KBr}) = 1$;

$M_{\text{Э}}(\text{KBr}) = M(\text{KBr}) \cdot f_{\text{Э}}(\text{KBr}) = 119,0$ г/моль.

Методика определения. 10,00 мл анализируемого раствора переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 100,0 мл, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. В колбу для титрования отмеривают 20,00 мл приготовленного раствора KBr, прибавляют 3-4 капли 5%-ного раствора хромата калия и медленно титруют при энергичном перемешивании 0,02000 М раствором нитрата серебра до красно-коричневой окраски суспензии. Титрование проводят до получения трех воспроизводимых результатов.

По среднему значению объема титранта рассчитывают массовую долю (в %) бромида калия по формуле:

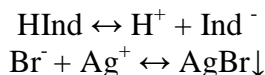
$$\omega_{(\text{KBr})} = \frac{V_{(\text{AgNO}_3)} \cdot C_{M(\text{AgNO}_3)} \cdot M_{\text{Э}(\text{KBr})} \cdot V_{\text{к}} \cdot K_{\text{п}} \cdot 100\%}{a_{(\text{KBr})} \cdot V_{\text{п}} \cdot 1000}.$$

1.2. Определение массовой доли (в %) бромида калия в растворе по методу Фаянса

Способ титрования – прямой.

Метод титрования – пипетирование.

Химизм реакций:



До ТЭ $\{m(\text{AgBr})n\text{Br}^-(n-x)\text{K}^+\}^{x-} \dots x\text{K}^+$

В ТЭ $\{m(\text{AgBr})n\text{Br}^-n\text{Ag}^+\}^0$

После ТЭ $\{m(\text{AgBr})n\text{Ag}^+(n-x)\text{Ind}^-\}^{x+} \dots x\text{Ind}^-$

Предварительные расчеты:

$M(\text{KBr}) = 119,0$ г/моль;

$f_{\text{Э}}(\text{KBr}) = 1$;

$M_{\text{Э}}(\text{KBr}) = M(\text{KBr}) \cdot f_{\text{Э}}(\text{KBr}) = 119,0$ г/моль;

$$M_{\text{Э}}(\text{KBr}) = 119,0 : 1000 = 0,1190.$$

Методика определения. В колбу для титрования отмеривают 20,00 мл раствора, приготовленного по п. 1.1., прибавляют 2,5 мл 0,5 М раствора уксусной кислоты, 2-3 капли 0,5% раствора индикатора эозина и медленно титруют 0,02000 М раствором нитрата серебра, при постоянном перемешивании до образования красно-фиолетового осадка. Титрование проводят до получения трех воспроизводимых результатов.

По среднему значению объема титранта рассчитывают массовую долю (в %) бромида калия по формуле:

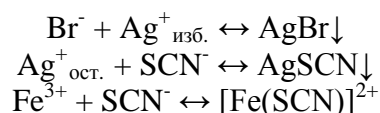
$$\omega_{(\text{KBr})} = \frac{V_{(\text{AgNO}_3)} \cdot C_{\text{M}(\text{AgNO}_3)} \cdot M_{\text{Э}}(\text{KBr}) \cdot V_{\text{к}} \cdot K_{\text{п}} \cdot 100\%}{a_{(\text{KBr})} \cdot V_{\text{п}} \cdot 1000}.$$

1.3. Определение массовой доли (в %) бромида калия в растворе по методу Фольгарда

Способ титрования – обратный (по избытку).

Метод титрования – пипетирование.

Химизм реакций:



Предварительные расчеты:

$$M(\text{KBr}) = 119,0 \text{ г/моль};$$

$$f_{\text{Э}}(\text{KBr}) = 1;$$

$$M_{\text{Э}}(\text{KBr}) = M(\text{KBr}) \cdot f_{\text{Э}}(\text{KBr}) = 119,0 \text{ г/моль};$$

$$M_{\text{Э}}'(\text{KBr}) = 119,0 : 1000 = 0,1190.$$

Методика определения. В колбу для титрования отмеривают 20,00 мл раствора, приготовленного по п. 1.1., добавляют с помощью пипетки или бюретки 20,00 мл 0,02000 М раствора нитрата серебра, 5 мл 2 М раствора азотной кислоты, 1-2 мл насыщенного раствора железо-аммонийных квасцов и оттитровывают остаток нитрата серебра 0,02000 М раствором тиоцианата аммония, хорошо перемешивая, до красноватой окраски раствора над осадком. Титрование повторяют до получения трех воспроизводимых результатов.

По среднему значению объема титранта рассчитывают массовую долю (в %) бромида калия по формуле:

$$\omega_{(\text{KBr})} = \frac{(C_{\text{M}(\text{AgNO}_3)} \cdot K_{\text{п}} \cdot V_{(\text{AgNO}_3)} - C_{\text{M}(\text{NH}_4\text{SCN})} \cdot K_{\text{п}} \cdot V_{(\text{NH}_4\text{SCN})}) \cdot M_{\text{Э}}(\text{KBr}) \cdot V_{\text{к}} \cdot 100}{a_{(\text{KBr})} \cdot V_{\text{п}} \cdot 1000}.$$

Занятие № 14

ТЕМА: Комплексиметрическое титрование. Комплексонометрия

ЦЕЛЬ: Сформировать представление о комплексиметрическом титровании и умение применять метод в количественном анализе химических соединений, лекарственных и косметических средств

Учебные вопросы для самоподготовки студентов

1. Комплексиметрическое титрование. Сущность метода. Требования, предъявляемые к реакциям в комплексиметрическом титровании. Классификация методов комплексиметрического титрования.
2. Комплексонометрия. Комплексоны, применяемые в титриметрическом анализе.
3. Рабочие растворы комплексонометрии. Приготовление и стандартизация рабочего раствора трилона Б.
4. Фиксирование КТТ в комплексонометрии. Металлохромные индикаторы.
5. Условия комплексонометрического титрования.
6. Какие вещества определяют комплексонометрически способами прямого, обратного и заместительного титрования?
7. Применения комплексонометрии. Определение общей жесткости воды.

Литература:

1. Лурье Ю.Ю. Справочник по аналитической химии. – 5-е изд., перераб. и доп. – М.: Химия, 1979. – 480 с.
2. Пономарев В.Д. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. – М.: Высшая школа, 1982. – С. 127-128.
3. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн. 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. – М.: Высшая школа, 2001. – С. 186-193.

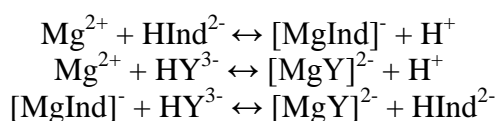
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

Определение общей жесткости воды

Способ титрования – прямой.

Метод титрования – отдельных навесок.

Химизм реакций:



Методика определения. Отмеривают мерным цилиндром 100 мл водопроводной воды, помещают в колбу для титрования, прибавляют 5 мл аммиачного буфера и 0,05 г тритурации индикатора эриохрома черного Т и титруют при перемешивании 0,05000 М

раствором трилона Б до перехода окраски раствора из винно-красной в синюю. Определение проводят три раза. Для каждого определения рассчитывают жесткость воды, которая выражается в ммоль эквивалентов ионов магния и кальция в 1 л воды по формуле:

$$Ж_{1(H_2O)} = \frac{V_{(Tr.B)} \cdot C_{(Tr.B)} \cdot K_n}{V_{(H_2O)}} \cdot 1000.$$

По полученным результатам рассчитывают среднее значение жесткости воды:

$$\overline{Ж}_{(H_2O)} = \frac{Ж_{1(H_2O)} + Ж_{2(H_2O)} + Ж_{3(H_2O)}}{3}.$$

Занятие № 15

ТЕМА: Семинарское занятие по разделу «Окислительно-восстановительное титрование. Осадительное титрование. Комплексиметрическое титрование»

ЦЕЛЬ: Проверить знания студентов по разделу и умения применять изученные методы окислительно-восстановительного, осадительного и комплексиметрического титрования для количественного анализа химических соединений, лекарственных и косметических средств

Вопросы по изученному разделу количественного анализа

1. Окислительно-восстановительное титрование

1. Сущность методов окислительно-восстановительного титрования. Требования к реакциям в методах редокс-метрии. Константа равновесия реакций и ее связь со стандартными потенциалами редокс-пар. Влияние различных факторов на величину окислительно-восстановительного потенциала редокс-пар (уравнение Нернста) и направление реакций.
2. Классификация методов окислительно-восстановительного титрования.
3. Фиксирование конечной точки титрования в методах редокс-метрии. Кривые титрования. Принцип построения, расчет потенциала системы в различные моменты титрования. Подбор редокс-индикаторов по кривым титрования.
4. Возможности методов редокс-метрии и их применение в анализе (определяемые вещества, способы титрования и т.д.).
5. **Перманганатометрия.** Сущность метода. Основное уравнение. Титрант метода, способ приготовления и стандартизации. Способ фиксирования конечной точки титрования. Применение метода.
6. **Йодо- и йодиметрия.** Сущность методов. Основные уравнения. Титранты методов, способы приготовления и стандартизации. Способы фиксирования конечной точки титрования. Применение методов.
7. **Бромато- и бромометрия.** Сущность методов. Основные уравнения. Титранты методов, способы приготовления и стандартизации. Способы фиксирования конечной точки титрования. Применение методов.
8. **Нитритометрия.** Сущность метода. Основное уравнение. Титрант метода, способ приготовления и стандартизации. Способы фиксирования конечной точки титрования. Применение метода.

2. Осадительное титрование

1. Сущность метода осадительного титрования. Требования, предъявляемые к реакциям в методе осадительного титрования.
2. Классификация методов.
3. Способы осадительного титрования (прямое, обратное).
4. Индикаторы метода осадительного титрования: осадительные, абсорбционные, металлохромные.
5. **Аргентометрическое титрование.** Сущность метода. Титрант, его приготовление, стандартизация. Разновидности методов аргентометрии: метод Гей-Люссака, метод Мора, метод Фаянса-Фишера-Ходакова, метод Фольгарда. Применение аргентометрии.
6. **Ртутнометрическое титрование.** Сущность метода. Титрант метода, его приготовление, стандартизация. Индикаторы метода. Применение ртутнометрии.

3. Комплексометрическое титрование

1. Сущность метода комплексометрического титрования. Требования к реакциям в комплексометрии.
2. Классификация методов комплексометрии.
3. **Комплексометрия.** Титранты метода, их приготовление и стандартизация.
4. Фиксирование конечной точки титрования в комплексометрии. Металлохромные индикаторы.
5. Условия проведения комплексометрического титрования.
7. Способы комплексометрического титрования (прямое, обратное, заместительное). Привести примеры.
7. Применение комплексометрии. Определение общей жесткости воды.

Литература:

1. Лурье Ю.Ю. Справочник по аналитической химии. – 5-е изд., перераб. и доп. – М.: Химия, 1979. – 480 с.
2. Пономарев В.Д. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. – М.: Высшая школа, 1982. – С. 78-131.
3. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн. 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. – М.: Высшая школа, 2001. – С. 137-270.