Энгельсский технологический институт (филиал) федерального государственного
бюджетного образовательного учреждения
высшего образования
«Саратовский государственный технический университет имени Гагарина Ю.А.»

Кафедра «Естественные и математические науки»

АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

Методические указания к лабораторным работам
для студентов направлений

18.03.01 «Химическая технология»

очной и заочной формы обучения

Энгельс 2024

Методические указания к выполнению

лабораторной работы

«Комплексонометрия»

ОБЩИЕ ЦЕЛИ И ЗАДАЧИ ЛАБОРАТОРНОГО ПРАКТИКУМА ПО АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ

1. Ознакомление с приемами и методами проведения химического анализа.
2. Изучение особенностей объемного анализа.
3. Ознакомление с методиками приготовления рабочих растворов, стандартных рабочих растворов и вспомогательных веществ.
4. Приобретение практических навыков стандартизации веществ и определения концентрации исследуемых растворов.
5. Приобретение практических навыков прямого, обратного и заместительного титрования.
6. Ознакомление с особенностями проведения расчетов.

СОДЕРЖАНИЕ И ОФОРМЛЕНИЕ ОТЧЕТОВ О ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТАХ

Студент пишет отчет о выполненной работе в тетради для лабораторных занятий. Этот отчет должен содержать следующие пункты:

1) номер и название лабораторной работы;
2) формулировку цели работы;
3) основные теоретические положения;
4) порядок выполнения работы;
5) экспериментальные данные;
6) расчеты и выводы по работе.

ТЕХНИКАЭКСПЕРИМЕНТА

1. Ознакомиться с техникой безопасности и правилами работы в лаборатории аналитической химии.
2. Получить у лаборанта посуду (колбы и бюкс).
3. Вымыть, высушить и подписать посуду.
4. Взвесить бюкс.
5. Определить объем капли дистиллированной воды, вытекающей из бюретки.
6. Приступить к выполнению лабораторных работ.

ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ ТРУДА

1. Все операции с концентрированными кислотами и щелочами следует проводить только под тягой.
2. Нагревать растворы следует только в специальной тугоплавкой посуде и под тягой.
3. При отмеривании кислот и щелочей следует пользоваться мерными и измерительными пипетками и цилиндрами.
4. Набирать жидкость в пипетки следует только с помощью груши.
5. Соблюдать меры предосторожности при работе со стеклянной посудой во избежание ранения осколками стекла.
6. Не допускать попадания кислоты или щелочи на руки! При попадании кислоты на кожу обожженное место промойте большим количеством проточной воды, а затем обработайте разбавленным раствором (1 - 3%-ным) бикарбоната натрия. При попадании щелочи на кожу вначале также промойте проточной водой, а затем разбавленным раствором (3 %-ным) уксусной или борной кислоты.
7. Во время работы в химической лаборатории соблюдайте тишину, порядок, чистоту, рационально стройте свою работу, ведите ее точно, аккуратно, быстро, но без спешки.
8. Не приступайте к работе без разрешения преподавателя или лаборанта.
9. Запрещается работать в лаборатории одному.
10. Каждый студент должен работать на закрепленном за ним месте или на месте, специально отведенном для данной работы.
11. Во время работы надевайте халат; имейте салфетку.
12. Аккуратно и осторожно обращайтесь с химической посудой, реактивами и приборами. При закреплении стеклянной посуды в штативе следите, чтобы металлические лапки имели резиновые подкладки.
13. Все приборы обязательно должны быть заземлены.
14. Не работайте с грязной посудой, не оставляйте ее не мытой.
15. Не оставляйте никаких веществ в посуде без этикеток.
16. Не путайте пробки от склянок, содержащих разные реактивы, во избежание загрязнения последних.
17. При взвешивании сухих реактивов не высыпайте их прямо на чашку весов.
18. Запрещается курить и принимать пищу в лаборатории.

ОБЪЕМНЫЙ АНАЛИЗ

При проведении анализа реагент по каплям добавляют к исследуемому веществу. Такая операция называется титрованием, а метод анализа титриметрическим.

Титрование проводят до установления *эквивалентной точки. Эквивалентной точкой* называется такое состояние раствора, в котором к исследуемому веществу добавлено строго эквивалентное количество реагента. Момент окончания титрования можно установить при помощи химической реакции или по изменению некоторого физического свойства. Например, при взаимодей-

ствии NaOH и HCl эквивалентная точка достигается, когда в реакцию с 40 г NaOH вступает 36,5 г HCl или с 4 г NaOH вступает 3,65 г HCl и т. д.:

$$NaOH + HCl = NaCl + H_2O$$

$$M_{(NaOH)} = 40 \text{ г/моль}$$

$$M_{(HCl)} = 36{,}5 \text{ г/моль}$$

$$\frac{n(NaOH)}{n(HCl)} = \frac{1}{1}$$

Основной единицей объема в Международной системе единиц (СИ) является $м^3$; тысячная доля $м^3$ это $см^3$ (тоже миллилитр, мл). Содержание вещества в одном мл раствора называется *титром,* обозначается Т (г/мл).

Растворы с известным титром называются *титрованными* или *рабочими.* Зная титр и объем рабочего раствора, затраченный на титрование, рассчитывают количество реагента, вступившее в реакцию с исследуемым веществом:

$$a\ (г) = T\ (г/мл)\ V\ (мл).$$

Для приготовления рабочих растворов используют специальные вещества, выбор которых обусловлен типом реакции, имеющей место при титровании.

В соответствии с типом реакции различают следующие методы объемных определений: метод *нейтрализации,* методы *окисления восстановления,* методы *осаждения и комплексообразования.*

Для определения точки эквивалентности в объемном анализе используют специальные вещества *индикаторы* (иногда индикатором является сам реагент). Для точного измерения объемов исследуемого вещества и реагента в ходе анализа используется специальная мерная посуда: мерные колбы, пипетки, бюретки и т. д. Взвешивание веществ производят в бюксах, доведенных до постоянного веса.

Расчет концентрации исследуемого раствора, в соответствии с законом эквивалентов, проводят по формуле (1). *Произведение объема на нормальность для исследуемого вещества и реагента есть величина постоянная*

$$C_1 \cdot V_1 = C_2 \cdot V_2 = const, \qquad (1)$$

где C_1 и C_2 молярные концентрации эквивалентов (нормальности) исследуемого вещества и титранта, соответственно, моль экв/л; V_1, объем исследуемого вещества, л; V_2 объем титранта, израсходованный на титрование, л.

Лабораторная работа 4

Комплексонометрия

Цель работы: Научиться применять метод комплексонометрии для определения концентрации растворов.

Опыт 1

Изучение свойств металлиндикаторов

Задание опыта: изучить свойства металлиндикаторов: эриохром черный, мурексид, кислотный хром темно-синий.

Реактивы: 0,01 н растворы солей $MgCl_2$, $ZnSO_4$, $MnSO_4$, $CuSO_4$, $Al(SO_4)_3$; аммиачный буферный раствор I (pH 9,5 – 10,0 : 70 г NH_4Cl растворяют в 250 мл H_2O, добавляют 250 мл аммиака с $\omega \cong 25\%$ и доводят объем до 1 литра).

Индикаторы: эриохром черный Т, мурексид, кислотный хром темно-синий (сухая смесь с NaCl в соотношении 1 : 100); 0,1 н Трилон Б.

1. Получение комплексных соединений индикатора эрихрома черного с ионами Mg^{2+}, Zn^{2+}, Mn^{2+}, Al^{3+}, Cu^{2+}.

- 5 мл соли $MgCl_2$ отмерить пипеткой и поместить в колбу для титрования, добавить 2 мл буферного раствора I (аммиачный буферный раствор). Составить уравнение реакции и указать цвет полученного комплексного соединения соли с металлиндикатором.
- Оттитровать полученную смесь Трилоном Б из бюретки до появления синей окраски. Записать объем трилона, пошедшего на реакцию, и составить уравнение реакции комплекса металлиндикатора с Трилоном Б. Повторить опыт с солями $ZnSO_4$, $MnSO_4$, $CuSO_4$, $Al_2(SO_4)_3$.

2. Повторить предыдущее задание, используя индикатор мурексид.

3. Повторить предыдущее задание, используя индикатор кислотный хром темно-синий.

По результатам опыта сделать вывод.

Опыт 2

Приготовление рабочего раствора трилона Б

Задание опыта: приготовить 200 мл 0,1 н раствора Трилона Б.

Порядок выполнения опыта

1. Расчет навески

Трилон Б – динатриевая соль этилдиаминтетрауксусной кислоты ($Na_2C_{10}H_{14}O_8N_2$): $M_Э = \frac{M}{2}$

$$M\left(Na_2C_{10}H_{14}O_8N_2\right) = 336 \text{ г/моль}; \quad M_Э\left(Na_2C_{10}H_{14}O_8N_2\right) = 168 \text{ г/моль}$$

$$a = \frac{C_н \cdot M_Э}{1000} \cdot 200 = \frac{0{,}1 \cdot 168}{5} = \frac{16{,}8}{5} = 3{,}36 \text{ г}$$

2. Взвешивание Трилона Б

a_1 – масса бокса на технических весах

a_2 – теоретическая масса бюкса с навеской

$$a_2 = a_1 + 3{,}36 \text{ г}$$

a_3 – масса бюкса с навеской на технических весах

$$a_{практ} = a_3 - a_1$$

3. Растворение Трилона Б

Навеску количественно перенести в мерную колбу на 200 мл и довести объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой. Точную нормальность Трилона Б можно установить по фиксанальному раствору $MgSO_4$.

Для установки титра Трилона Б применяют химически чистый карбонат кальция, химически чистый оксид цинка или химически чистый металлический цинк. Рассчитанную навеску этих веществ растворяют в хлористоводородной или серной кислоте, нейтрализуют NaOH или аммиаком, разбавляют аммиачным буферным раствором и тируют раствором Трилона Б в присутствии индикатора эриохром черный.

Титр раствора Трилона Б можно установить по нитрату или хлориду кальция.

Опыт 3

Приготовление раствора хлорида кальция

Задание опыта: приготовить 200 мл 0,1 н раствора $CaCl_2$

Порядок выполнения опыта

1. Расчет навески

$$a = \frac{C_н \cdot M_Э}{1000} \cdot V = \frac{0{,}1 \cdot 55{,}5}{1000} \cdot 200 = 1{,}11 \text{ г}$$

$$M_Э\left(CaCl_2\right) = \frac{111}{2} = 55{,}5 \text{ г/моль}$$

2. Взвешивание $CaCl_2$

a_1 – масса бюкса на технических весах

a_2 – теоретическая масса бюкса с навеской (a_1 + 1,11)

a_3 – масса бюкса с навеской на технических весах

3. Растворение $CaCl_2$

Навеску $CaCl_2$ количественно перенести в мерную колбу на 200 мл, растворить соль в небольшом количестве воды и довести объем до метки дистиллированной водой.

Опыт 4

Определение точной нормальности хлорида кальция

Задание опыта: установить точную нормальность приготовленного раствора $CaCl_2$ по сухому остатку.

Порядок выполнения опыта

1. Бюкс с крышкой взвесить на аналитических весах
   a_1 – масса пустого бюкса на технических весах

2. Отмерить пипеткой 10 мл $CaCl_2$ перенести раствор во взвешенный бюкс. Поставить бюкс в сушильный шкаф (+≅ 100ºС).
3. Через час поместить бюкс в эксикатор и после охлаждения взвесить
a_2, a_3, a_n – масса бюкса с осадком

После взвешивания поставить бюкс снова в сушильный шкаф. Высушивание осадка проводить до тех пор, пока масса последующая и предыдущая не будут равны (масса a_n)

4. Рассчитать массу $CaCl_2$ в бюксе

$$a_{CaCl_2} = a_n - a_1$$

Рассчитать нормальность $CaCl_2$

$$\begin{cases} 10 \text{ мл} - a_{CaCl_2} \\ 1000 \text{ мл} - x_{CaCl_2} \end{cases} \qquad C_н\left(CaCl_2\right) = \frac{x}{55,5}$$

Опыт 5

Определение точной нормальности трилона Б

Задание опыта: определить нормальность Трилона Б по раствору $CaCl_2$

Порядок выполнения опыта

1. Отобрать пипеткой 10 мл приготовленного раствора $CaCl_2$, добавить пипеткой 20 мл дистиллированной воды и 10 мл аммиачной буферной смеси (цилиндром) и 0,1 г индикатора «хромоген черный».
2. Бюретку заполнить 0,1 н раствором Трилона Б.
3. Оттитровать $CaCl_2$ Трилоном Б до прехода красной окраски в синюю. Повторить опыт 5 раз. Рассчитать $V_{тр}$ (среднее).
4. Рассчитать нормальность и титр Трилона Б

$$C_н\left(Tp\right) = C_н\left(CaCl_2\right) \cdot V\left(CaCl_2\right)$$

$$T_{Tp} = \frac{C_н\left(Tp\right) \cdot M_Э\left(Tp\right)}{1000} \text{ [г/мл]}$$

Опыт 6

Определение жесткости воды трилонометрическим способом

Задание опыта: определить общую жесткость воды

Материалы и реактивы:

1. 0,02 н раствора Трилона Б.

3,36 г Трилона Б растворяют в одном литре воды.

2. Буферный раствор 1 (см. лабораторную работу 1)
3. Раствор индикатора «хромоген черный»

0,5 г химически чистого препарата растворяют в 10 мл буферного раствора и доводят до 100 мл этиловым спиртом.

Порядок выполнения опыта

1. 100 мл анализируемой воды отмерить пипеткой и перенести в колбу для титрования, добавить 5 мл буферного раствора (отмерить цилиндром) и 6-7 капель индикатора «хромоген черный».
2. Бюретку заполнить 0,02 н раствором Трилона Б.
3. Оттитровать воду Трилоном Б до перехода розово-малиновой окраски в синевато-серую.
4. Рассчитать общую жестокость воды по формуле:

$$ОЖ = \frac{V_1 \cdot C_н \cdot 1000}{V(H_2O)},$$

где V_1 – объем израсходованного Трилона Б,

$C_н$ – нормальность Трилона Б,

$V(H_2O)$ – объем исследуемой воды, мл.

Если необходимо отдельно определить кальций и магний, сначала определяют их суммарное количество. Затем в отдельной пробе осаждают кальций в виде оксалата кальция (CaC_2O_4), оттитровывают ионы Mg^{2+} и определяют магниевую жестокость. Кальциевую жесткость определяют по разности общей и магниевой жесткости.

Определению жесткости воды этим методом мешает присутствие ионов Cu^{2+}, Zn^{2+} и Mn^{2+}. Ионы меди и цинка переводят в сульфиды прибавлением к раствору 1 мл. 2% раствора Na_2S, после чего, не отделяя осадка сульфидов, титруют раствором Трилона Б. При наличии в растворе марганца к раствору до титрования прибавляют 5 капель 1%-ного раствора соляно-кислого гидроксиламина $NH_2OH – HCl$.

Опыт 7

Определение никеля трилонометрическим способом

Задание опыта: приготовить раствор $NiSO_4$ и определить его точную нормальность трилонометрическим способом.

Порядок выполнения опыта

1. 0,26 г $NiSO_4$ растворить в мерную колбу на 100 мл. Полученный раствор перелить в коническую колбу на 200 мл, добавить 10 мл аммиачного буферного раствора и 0,1 г мурексида.
2. Оттитровать 0,1 н раствором Трилона Б до перехода желтой окраски в сине-фиолетовую.
3. Рассчитать нормальность раствора $NiSO_4$ и содержание никеля в растворе $NiSO_4$.

Опыт 8

Определение меди трилонометрическим способом

Задание опыта: приготовить раствор $CuSO_4$ и определить содержание меди в нем трилонометрическим способом.

Порядок выполнения опыта

1. 0,0625 г CuSO4 растворить в мерную колбу на 100 мл, разбавить дистиллированной водой до метки. Перенести раствор в коническую колбу на 200 мл, добавить 5 мл буферного раствора II и 0,1 г индикатора глицинтимолового синего.
2. Оттитровать приготовленный раствор 0,1 н раствором Трилона Б до перехода интенсивно синей окраски раствора в желтовато-зеленую.
3. Рассчитать нормальность раствора $CuSO_4$ и содержание меди в этом растворе.

Опыт 9

Определение марганца трилонометрическим способом

Задание опыта: приготовить раствор $MnSO_4$ и определить содержание марганца трилонометрическим способом.

Порядок выполнения опыта

1. 0,22 г $MnSO_4$ поместить в мерную колбу на 100 мл, прибавить 5 мл гидрохлорида гидроксиламина и 10 мл раствора Трилона Б (0,1 н) из бюретки, довести объем раствора до метки дистиллированной водой. Перенести раствор в коническую колбу на 200 мл, добавить 5 мл буферного раствора I и 0,1 г метилтимолового синего.
2. Оттитровать полученный раствор 0,1 н раствором Трилона Б до перехода синей окраски раствора в серую.
3. Рассчитать нормальность исходного раствора $MnSO_4$ и содержание марганца в этом растворе.

Опыт 10

Определение цинка трилонометрическим способом

Задание опыта: приготовить раствор $ZnSO_4$ и определить содержание цинка в нем трилонометрическим способом.

Реактивы: буферный раствор II (pH 5,5-6,0)
550 г $CH_3COONa \cdot 3H_2O$ растворяют в горячей H_2O, доводят объем раствора водой до 1 л и прибавляют 10 мл конц. CH_3COOH.

Порядок выполнения опыта

1. 0,25 г $ZnSO_4$ поместить в мерную колбу на 100 мл, довести объем раствора в колбе до 100 мл, перенести его в коническую колбу на 200 мл, прибавить 5 мл буферного раствора II и 0,1 г индикатора «эриохром черный».
2. Оттитровать полученный раствор Трилона Б до перехода красно-фиолетовой окраски раствора в синюю.
3. Рассчитать нормальность раствора $ZnSO_4$ (100 мл) и содержание цинка в растворе.

Методические указания к выполнению лабораторной работы

Лабораторная работа 1

<u>Метод нейтрализации</u>

Цель работы: Научиться применять метод нейтрализации для определения концентрации растворов.

При определении концентраций кислот и оснований используют метод кислотно-основного титрования, в основе которого лежит реакция нейтрализации:

$$\mathbf{H^+ + OH^- \cdot \leftrightarrow H_2O}$$

С помощью данного метода можно определять концентрацию кислот, щелочей, а также солей, имеющих кислую или щелочную реакцию среды в результате гидролиза. Если в качестве рабочего раствора используется кислота, то метод называется *ацидиметрия:* если рабочий раствор щелочь *алкалиметрия.* Точка эквивалентности определяется с помощью индикаторов, изменяющих свою окраску при изменении реакции среды.

Для проведения анализа необходимо приготовить стандартные рабочие растворы, титрованные рабочие растворы, а также правильно выбрать индикатор. *Стандартными· рабочими растворами* в ацидиметрии являются растворы буры $Na_2B_40_7 \cdot 10H_20$ или соды $Na_2CO_3 \cdot 5H_2O$; *титрованными рабочими растворами* растворы хлороводородной кислоты, реже других кислот. В алкалиметрии *стандартными рабочими растворами* являются растворы щавелевой кислоты $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$ или оксалата натрия $Na_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$.

Метод нейтрализации как метод количественного анализа получил широкое распространение, т. к. реакция среды (pH среды) определяет направление целого ряда физико-химических процессов и химических реакций. Например, процессы окисления восстановления, образования и растворения осадков, коррозии металлов, дубления кожи и т. д. зависят от реакции среды. Таким образом, в производственных условиях постоянно возникает необходимость контролировать реакцию среды.

Лабораторные работы, включенные в данные методические указания, позволяют приобрести необходимые практические навыки для контроля реакции среды и выполняются каждым студентом самостоятельно.

Опыт 1

Приготовление стандартного рабочего раствора буры $Na_2B_40_7 \cdot 10H_2O$

Задание опыта: приготовить 200 мл 0,1н раствора буры.

Рабочие растворы подразделяются на *стандартные и установленные растворы.*

Стандартными называются растворы, которые получают путем растворения точной навески вещества в строго определенном объеме жидкости. Титр таких растворов определяют по формуле:

$$T = \frac{a}{V}; \text{ (г/мл)},$$

где а навеска вещества, г; V объем колбы, мл.

Для приготовления стандартных рабочих растворов пригодны вещества, которые удовлетворяют следующим требованиям:

1) вещество должно быть получено в химически чистом виде;
2) состав вещества должен строго отвечать формуле;
3) состав вещества не должен изменяться при хранении;
4) вещество должно иметь достаточно высокую эквивалентную массу, что позволяет уменьшить процент ошибки при взвешивании.

Порядок выполнения опыта

1. Расчет навески:

$$a = C_н M_э V /1000,$$

где а – навеска вещества, г;
$C_н$ нормальность раствора;
$M_э$ масса эквивалентная вещества, г/моль;
V объем раствора, мл.

$M_э(Na_2B_40_7 \cdot 10H_2O) = M(Na_2B_4O_7\ 10H_2O) / 2 = (2 \cdot 22,9897 + 4 \cdot 10,8100 + 7 \cdot 15,994 + 20 \cdot 1,0079 + 10 \cdot 15,9994) / 2 = 381,3672 /2 = =190,6836$ (г/моль)

2. Взвешивание буры:

$$a = 0,1 \cdot 190,6836 \cdot 200/1000 = 3,8137 \text{ (г)}$$

Масса пустого бюкса на технических весах a_1.

Масса пустого бюкса на аналитических весах a_2.

Теоретическая масса бюкса с навеской $a_3 = (a_2 + 3,8137)$.

Масса бюкса с навеской на технических весах a_4.

Масса бюкса с навеской на аналитических весах a_5.

Навеска практическая: $a_{практ.} = a_5 - a_2$

3. Растворение буры.

Навеску буры из бюкса количественно переносят в мерную колбу на 200 мл через воронку. Все кристаллики буры на стенках бюкса и на воронке тщательно смывают в колбу. Бура плохо растворяется в воде, поэтому для ее растворения в колбу наливают небольшое количество горячей дистиллированной воды (150 мл). Содержимое колбы осторожно перемешивают. После того как бура растворится в воде, колбу охлаждают до комнатной температуры и доводят объем в колбе до метки дистиллированной водой комнатной температуры. Колбу плотно закрывают и раствор тщательно перемешивают. Приготовленный раствор переливают в плоскодонную колбу.

4. Расчет нормальности и титра буры.

Рассчитать поправочный коэффициент:

$$К = a_{практ.} / a_{теор} = a_{практ.}/3,8137.$$

Рассчитать нормальность буры:

$$C_{н(практ.)} = К\ C_{н(теор)} = К\ 0,1.$$

Рассчитать титр буры:

$$Т = C_{н(практ.)} \cdot M_э(буры) / 1000;$$

$$Т = a_{практ.} / V, \text{ где } V \text{ - объем колбы.}$$

Опыт 2

Приготовление рабочего раствора хлороводородной кислоты

Задание опыта: приготовить 500 мл 0,1 н хлороводородной кислоты HCl.

Промышленная хлороводородная кислота представляет собой жидкость, содержащую примеси и не пригодную для приготовления стандартных растворов. Поэтому из HCl готовят раствор приблизительно заданной нормальности, а точную нормальность устанавливают по стандартному рабочему раствору или по титрованному раствору. Для приготовления растворов из технической кислоты неизвестной процентной концентрации необходимо измерить плотность кислоты с помощью денситометров, затем по справочнику найти процентную концентрацию кислоты и только после этого приступить к приготовлению кислоты.

1. Определение плотности и процентной концентрации кислоты HCl.

Кислоту поместить в цилиндр емкостью 1 л и опустить денситометр. Например, $\rho(HCl) = 1,09$ г/мл. В справочнике по аналитической химии нахо-

дим массовую долю (процентную концентрацию) исходной кислоты. В нашем примере -18%-ная HCl.

Порядок выполнения опыта

2. Расчет навески:

$$a = C_н \cdot Мэ \cdot V / 1000,$$

где, а навеска вещества, г;

$C_н$ нормальность раствора;

$M_э$ масса эквивалентная вещества, г/моль;

V объем раствора, мл.

3. Расчет массы 18%-ной кислоты, необходимой для приготовления раствора:

$$\omega = \frac{m(HCl)}{m(\text{раствор } HCl)},$$

где ω = 0,18.

Зная m (HCl) (навеска п. 2), находим m (раствора HCl).

4. Расчет объема 18%-ной HCl, необходимого для приготовления кислоты:

V(раствора HCl) = m (раствора HCl) ·ρ.

5. Приготовление 500 мл 0,1 н HCl.

Необходимый для приготовления объем кислоты, рассчитанный по п. 4, отмерить цилиндром и перенести в мерную колбу на 500 мл. Довести объем в колбе до метки дистиллированной водой, добавляя ее небольшими порциями и тщательно перемешивая содержимое колбы. Приготовленный раствор перенести в плоскодонную или коническую колбу.

Опыт 3

Определение нормальности и титра хлороводородной кислоты

Задание опыта: установить нормальность приготовленного раствора HCl по стандартному раствору буры.

Для определения нормальности и титра кислоты необходимо оттитровать кислоту раствором буры. Чтобы определить точку эквивалентности, при титровании необходимо воспользоваться индикаторами. Индикаторами называются вещества, изменяющие свою окраску при изменении реакции среды. Индикаторы в большинстве случаев слабые органические кислоты или основания. В общем виде формулу кислоты или основания можно представить следующим образом:

HInd или KtOH,

где Ind^- анион кислоты; Kt^+ - катион основания.

Индикатор изменяет окраску, т. к. его молекулы и ионы окрашены в разные цвета. Если в растворе преобладают молекулы, то раствор имеет цвет молекул, и наоборот. Равновесие между молекулами и ионами индикатора можно сместить, изменяя реакцию среды. Например, слабая кислота частично диссоциирует по уравнению:

$$HInd \leftrightarrow H^+ + Ind^-.$$

При добавлении H^+ равновесие диссоциации смещается в сторону недиссоциированных молекул кислоты. Кислая среда подавляет диссоциацию, раствор имеет окраску молекул. В щелочной среде H^+ и OH^- взаимодействуют, и равновесие диссоциации смещается в сторону образования ионов. Щелочная среда способствует диссоциации, раствор приобретает окраску ионов. Изменение окраски индикатора происходит в некотором интервале pH, который называется интервалом перехода окраски индикатора. Центральная точка этого интервала называется показателем титрования, обозначается pT (табл. 1).

Порядок выполнения опыта

1. 10 мл буры отмерить мерной пипеткой и перенести в колбу для титрования. Добавить 1-2 капли метилового оранжевого.

2. Бюретку заполнить раствором хлороводородной кислоты.

3. Оттитровать буру раствором хлороводородной кислоты до перехода желтой окраски в желто-розовую. Записать объем HCl, который пошел на титрование, в таблицу 1.

Определение повторить 5 раз.

Таблица 1

Данные для расчета нормальности и титра хлороводородной кислоты

Объем буры, мл	Объем HCl, мл	Средний объем HCl, мл
10		
10		
10		
10		
10		

4. Рассчитать нормальность и титр хлороводородной кислоты:

$$C_{н\ буры} \cdot V_{буры} = C_н (HCl) \cdot V (HCl),$$

$$T_{HCl} = C_н (HCl) \cdot M_э (HCl)/1000.$$

Методические указания к выполнению

лабораторных работ «Перманганатометрия»,

«Йодометрия».

Лабораторная работа 2

Йодометрия

Цель работы: Научиться применять метод йодометрии для определения концентрации растворов.

Опыт 1

Приготовление рабочего раствора тиосульфата натрия

Задание опыта: приготовить 500 мл 0,05 н раствора тиосульфата натрия $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$.

Получить стандартный (титрованный) раствор $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ растворением точной навески невозможно, т.к. кристаллы его выветриваются на воздухе. Поэтому сначала готовят раствор с приблизительной нормальной концентрацией, а затем стандартизируют его по какому-нибудь окислителю, чаще всего бихромату калия $K_2Cr_2O_7$ или перманганату калия $KMnO_4$.

Эквивалентную массу $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ определяют по реакции с йодом, в которой каждая молекула тиосульфата теряет один электрон. Следовательно, восстановительная эквивалентная масса тиосульфата натрия равна его молярной массе, т.е. 248,21 г/моль.

Порядок выполнения опыта

1. Расчет навески $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$:

$$a = C_н \cdot M_э \cdot V;$$

$a\ (Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 0{,}05 \cdot 248{,}21 \cdot 500 / 1000 = 6{,}25$ г.

2. Взвешивание Na2S2O3.5H2O.

Навеску $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ (6,25 г) можно взвешивать на технических весах. Экспериментальные данные занесите в лабораторный журнал:

$$a_2 = a_1 + 6{,}25,$$

где a_1 - масса бюкса на технических весах;

a_2 - масса бюкса с навеской на технохимических весах.

3. Приготовление раствора $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$.

Навеску $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ перенесите в мерную колбу на 500 мл. Помните, что в водных растворах тиосульфат разлагается под действием кислорода воздуха и угольной кислоты:

$$2Na_2S_2O_3 + O_2 = 2Na_2SO_4 + 2S\downarrow$$

$$Na_2S_2O_3 + H_2CO_3 = NaHSO_3 + NaHCO_3 + S\downarrow$$

Особенно интенсивно идёт разложение на свету и в присутствии микроорганизмов. Поэтому растворять навеску нужно в свежепрокипячённой и охлаждённой дистиллированной воде. Для большей устойчивости титра добавьте к раствору 0,1 г карбоната натрия. Колбу с раствором закройте пробкой и оберните чёрной бумагой для защиты от света. Чтобы титр тиосульфата натрия стабилизировался, оставьте раствор до следующего занятия.

Опыт 2

Приготовление стандартного рабочего раствора бихромата калия

Задание опыта: приготовление 0,2 л 0,05 н раствора бихромата калия.

Бихромат калия $K_2Cr_2O_7$ легко получить в химически чистом виде, перекристаллизацией из водного раствора с последующим высушиванием при 150°С. Растворы $K_2Cr_2O_7$ чрезвычайно устойчивы при хранении в закрытых сосудах; $K_2Cr_2O_7$ не разлагается даже при кипячении подкисленного раствора и практически не изменяется при стоянии раствора. Поэтому рабочий раствор $K_2Cr_2O_7$ готовят по точной навеске. Такой рабочий раствор называется стандартным.

Кроме того, $K_2Cr_2O_7$ восстанавливается органическими веществами, поэтому он не окисляет случайные примеси органических веществ. Этим обусловливается постоянство $K_2Cr_2O_7$ титра в растворе.

В окислительно-восстановительных реакциях бихромат ионы $Cr_2O_7^{2-}$ приобретают шесть электронов и восстанавливаются до Cr^{3+}:

$$Cr_2O_7^{2-} + 6e^- + 14H^+ = 2Cr^{3+} + 7H_2O.$$

Следовательно, эквивалентная масса $K_2Cr_2O_7$ равна 1/6 молярной массы и составляет: 294,2:6 =49,03 г/моль.

Порядок выполнения опыта

1. Расчет навески $K_2Cr_2O_7$:

а ($K_2Cr_2O_7$) = 0,05 · 49,03 · 200 / 1000 = 0,4903 г.

2. Взвешивание $K_2Cr_2O_7$.

Взвешивать можно только на аналитических весах. Экспериментальные данные заносятся в лабораторный журнал по схеме:

a_1 - масса бюкса на технохимических весах;

a_2 - масса бюкса на аналитических весах;

a_3 - теоретическая масса бюкса с навеской: $a_3 = a_2 + 0,4903$;

a_4 - практическая масса бюкса с навеской на технохимических весах;

a_5 -практическая масса бюкса с навеской на аналитических весах;

Практическая навеска: $a_{практ.}$ $K_2Cr_2O_7 = a_5 - a_2$.

Поправочный коэффициент нормальности:

$$К = a_{практ.}/a_{теор} = a_{практ.}/0,4903.$$

Нормальность приготовленного раствора $K_2Cr_2O_7$:

$$C_{н(пр.)} = К \cdot C_{н(теор.)} = 0,05 \cdot К.$$

Титр приготовленного раствора $K_2Cr_2O_7$:

$$T = a_{пр}/V = a_{пр}/200.$$

Приготовление раствора $K_2Cr_2O_7$.

Взвешенный бихромат калия количественно перенесите в мерную колбу ёмкостью 200 мл, добавьте приблизительно 2/3 объёма дистиллированной воды, осторожно перемешайте до полного растворения и доведите до метки дистиллированной водой.

Опыт 3

Стандартизация тиосульфата натрия по бихромату калия

Задание опыта: установить точную нормальность приготовленного раствора тиосульфата натрия.

Порядок выполнения опыта

1. В коническую колбу с помощью цилиндра добавьте 15 мл 10% раствора иодида калия, 15 мл 20% раствора H_2SO4. С помощью пипетки, ровно 10 мл стандартного раствора $K_2Cr_2O_7$. В результате реакции выделяется свободный йод:

$$6\ I^- + Cr_2O_7^{2-} + 14\ H^+ \rightarrow 3\ I_2 + 2\ Cr^{3+} + 7\ H_2O.$$

Накрыв колбу стеклом и защитив от прямых солнечных лучей, оставьте её на 5 мин. для завершения реакции.

2. Оттитруйте раствор в конической колбе раствором тиосульфата натрия до перехода тёмно-бурой окраски жидкости в соломенно-желтую.

После этого прибавьте 5 мл крахмала и продолжайте титровать раствором тиосульфата. Когда окраска жидкости станет чисто синей, осторожно прибавляйте тиосульфат натрия, взбалтывая содержимое колбы после каждой прибавленной капли. Окраска крахмала должна обесцветиться от одной избыточной капли тиосульфата.

1. Повторите определение 3–5 раз и возьмите среднее значение объёма тиосульфата. Экспериментальные данные занесите в таблицу 2.

Таблица 2

Результаты титрования рабочего раствора $Na_2S_2O_3$ стандартным рабочим раствором $K_2Cr_2O_7$

№	V ($K_2Cr_2O_7$), мл	V ($Na_2S_2O_3$), мл	$V_{ср}$ ($Na_2S_2O_3$), мл
1			
2			
3			

2. Рассчитайте нормальность и титр раствора $Na_2S_2O_3$ по формуле:

$$V(Na_2S_2O_3) \cdot C_н(Na_2S_2O_3) = V(K_2Cr_2O_7) \cdot C_н(K_2Cr_2O_7);$$

$$T(Na_2S_2O_3) = C_н(Na_2S_2O_3) \cdot M_э(Na_2S_2O_3) / 1000, [г/мл].$$

Имея титрованный рабочий раствор $Na_2S_2O_3$, можно проводить различные анализы, примеры которых приведены в разделе «Контрольные анализы».

Контрольный анализ

Задание *1*. Определение содержания меди в растворе сульфата меди $CuSO_4$.

Для выполнения анализа получите у лаборанта раствор, количественно перенесите его в мерную колбу на 100 мл и доведите дистиллированной водой до метки. Раствор тщательно перемешайте.

Йодометрически определяют Cu^{2+} в медесодержащих сельскохозяйственных ядах, а также при анализе сплавов и руд в металлургической промышленности. По точности йодометрическое определение меди не уступает

электрохимическому. Оно основано на взаимодействии катионов Cu^{2+} с анионами I^- по уравнению

$$2Cu^{2+} + 4I^- = 2CuI + I_2,$$

или в частном случае:

$$2CuS0_4 + 4KI = 2CuI + I_2 + 2K_2SO_4.$$

При этом ионы Cu^{2+} восстанавливаются до Cu^+ с выделением эквивалентного количества свободного йода, который и титруют раствором $Na_2S_2O_3$.

Реакция протекает количественно из-за образования малорастворимого иодида меди (I) CuI ($ПР_{CuI} = 5 \cdot 10^{-12}$).

Течению реакции способствует избыток иодида кадия. Для предотвращения гидролиза соли меди анализируемый раствор подкисляют.

Методика проведения анализа

1. В коническую колбу для титрования отмерьте с помощью цилиндра 10 мл раствора KI с массовой долей 20%. Перенесите туда же пипеткой 10 мл анализируемого раствора соли меди. Накройте колбу часовым стеклом и поставьте в темное место приблизительно на 10 мин. для завершения реакции.

2. Побуревшую от выделившегося йода жидкость титруйте из бюретки раствором $Na_2S_2O_3$ до тех пор, пока окраска станет соломенно-жёлтой. После этого прибавьте 3 мл крахмала и продолжайте титровать до обесцвечивания раствора синего цвета от одной избыточной капли $Na_2S_2O_3$.

3. Повторите титрование несколько раз, возьмите среднее из сходящихся отсчётов, самостоятельно вычислите нормальную концентрацию раствора $CuSO_4$ и количество граммов меди в 100 мл анализируемого раствора.

Учтите, что окислительная эквивалентная масса $CuSO_4 \cdot 5\ H_2O$ равна 249,7 г/моль, а эквивалентная масса меди - 63,54 г/моль.

Задание *2.* Определение содержания меди в хлорокиси меди.

Хлорокись меди $CuCl_2 \cdot 3Cu(OH)_2 \cdot H_2O$ выпускается в виде смачивающегося порошка (для опрыскивания) или дуста (для опыления) растений. Она практически не растворима в воде, но растворяется в серной, хлороводородной и азотной кислотах.

Йодометрическое определение содержания меди в хлорокиси меди принципиально не отличается от определения меди в растворе сульфата. Различия состоят только в технике определения.

Методика проведения анализа

1. Точную навеску хлорокиси меди (≈ 0,2 г), взятую на аналитических весах, перенесите в коническую колбу, прилейте 20 мл 0,1 н раствора H_2SO_4, добавьте 1 г KI и 20 мл уксусной кислоты с массовой долей 40%. Перемешайте содержимое колбы, накройте часовым стеклом и оставьте на 10 мин, для завершения реакции.

2. Побуревшую от выделившегося йода смесь титруйте из бюретки рабочим раствором $Na_2S_2O_3$ до соломенно-жёлтой окраски. Прилейте 3 мл крахмала и продолжайте титровать до обесцвечивания синего раствора.

3. Повторите определение несколько раз и возьмите среднее из отсчётов.

4. Вычислите массовую долю, %, меди в хлорокиси меди по формулам:

$$\omega_{Cu} = a_{Cu} / m \cdot 100;$$

где а – содержание меди в исследуемой пробе, 220 мл;

m – навеска хлорокиси меди.

$$a_{Cu} = C_н \cdot M_э / 1000 \cdot 200 = C_н \cdot 63{,}54 / 1000 \cdot 200,$$

где $C_н$ – нормальность раствора соли меди;

$M_э$ – эквивалентная масса меди.

$C_н$ (соли меди) = $V(Na_2S_2O_3) \cdot C_н (Na_2S_2O_3)$ / V соли меди

$$C_н \text{ (соли меди)} = 0{,}05 \cdot V(Na_2S_2O_3) / 10.$$

Тогда $a_{Cu} = V(Na_2S_2O_3) \cdot 0{,}05/ 220 \cdot 63{,}54 / 1000 \cdot 220$

$$a_{Cu} = V(Na_2S_2O_3) \cdot 0{,}003177 \text{ г};$$

$$\omega_{Cu\,(\%)} = V(Na_2S_2O_3) \cdot 0{,}003177 / m \cdot 100.$$

Приведенную формулу можно использовать для серийных определений с данными рабочими растворами.

Задание *3.* Определение содержания нитрита в растворе.

В нейтральном или щелочном растворе перманганат калия не действует на нитриты, но в кислой среде окисляет нитрит до нитрата:

$$5NaNO_2 + 2KMnO_4 + 3H_2SO_4 = 5NaNO_3 + 2MnSO_4 + K_2SO_4 + 3H_2O$$

$$5 \quad NO_2^- + H_2O - 2e^- = NO_3^- + 2\,H^+$$

$$2 \quad MnO_4^- + 8\,H^+ + 5e^- = Mn^{2+} + 4\,H_2O$$

Подкислять раствор нитрита недопустимо, т.к. при этом образуются летучие оксиды NO и NO_2, поэтому подкисляют раствор перманганата калия, и к определённому объёму, взятому в избытке, приливают известный объем раствора нитрита. После завершения этой реакции, которая идет довольно медленно, к смеси добавляют иодид калия. Иодид калия избыточным перманганатом окисляется до свободного йода, который оттитровывают раствором $Na_2S_2O_3$.

Методика проведения анализа

1. В коническую колбу налейте из бюретки 40 мл раствора перманганата калия, подкислите его 15 мл 2 н H_2SO_4 и внесите пипеткой 20 мл исследуемого раствора нитрита натрия. Для завершения реакции закройте колбу пробкой и осторожно взбалтывайте 10 мин.

2. Затем к раствору, содержащему избыток перманганата калия, прибавьте 2 г твёрдого KI, перемешайте смесь и дайте колбе постоять 3-5 минут.

3. Разбавьте раствор 100 мл дистиллированной воды, прилейте 3 мл крахмала и титруйте выделившийся йод раствором $Na_2S_2O_3$ до обесцвечивания синей окраски. Расход раствора $Na_2S_2O_3$ на это титрование обозначьте через V_1.

4. В другую коническую колбу налейте из бюретки 40 мл раствора перманганата калия, прибавьте 15 мл 2 н H_2SO_4 и 2 г KI, перемешайте, оставьте смесь на 3-5 минут. После этого разбавьте смесь 100 мл воды, прибавьте 3 мл крахмала и оттитруйте раствором $Na_2S_2O_3$. Расход тиосульфата натрия на титрование (без участия нитрита) обозначьте через V_2. Объём раствора $Na_2S_2O_3$, эквивалентный взятому объёму раствора нитрита, будет равен V_2-V_1. Зная, что эквивалентная масса $NaNO_2$ равна 1/2 молярной массы, вычислите титр тиосульфата натрия по нитриту натрия:

$$T(Na_2S_2O_3 / NaNO_2) = M_э (NaNO_2) \cdot C_н (Na_2S_2O_3) / 1000 \text{ г/мл}.$$

Массу нитрита натрия во взятом для анализа объёме раствора вычислите по формуле

$$a = T(Na_2S_2O_3) / NaNO_2 \cdot (V_2 - V_1).$$

Определите массу $NaNO_2$ во всем исследуемом растворе.

Задание *4*. Определение содержания свободного хлора в воде.

Определение основано на свойстве хлора вытеснять эквивалентное количество свободного йода из йодидов:

$$C1_2 + 2\ KI = I_2 + 2\ KCI.$$

По расходу раствора $Na_2S_2O_3$ на титрование йода можно вычислить содержание хлора в воде.

Методика проведения анализа

1. Отмерьте пипеткой 20 мл водопроводной воды в коническую колбу, прибавьте 15 мл раствора KI с массовой долей 10%.

2. Титруйте выделившийся йод раствором $Na_2S_2O_3$ до соломенно-желтой окраски. Добавьте 1 мл крахмала и синий раствор дотитруйте до обесцвечивания от одной избыточной капли $Na_2S_2O_3$.

3. Титрование повторите несколько раз и возьмите среднее из сходящихся отсчётов.

4. Содержание хлора (в г на 1 л воды) вычислите по формуле

$$m = T\ (Na_2S_2O_3) \cdot V \cdot 50,$$

где T ($Na_2S_2O_3$) – титр раствора $Na_2S_2O_3$, г/мл;

V – объем раствора $Na_2S_2O_3$, затраченный на титрование;

50 – коэффициент для пересчета на 1 л воды.

Задание 5. Йодометрическое определение кислот.

Нейтральные растворы йодистого и йодноватокислого калия не реагируют между собой. Однако если к смеси растворов этих солей прилить сильную кислоту, то ионы IO_3^- и I^- реагируют с выделением свободного йода:

$$IO_3^- + 5I^- + 6H^+ = 3I_2 + 3H_2O,$$

или $$KIO_3 + 5KI + 6HCI = 3I_2 + 6KCl + 3H_2O.$$

Количество выделившегося йода эквивалентно количеству прибавленной кислоты. Йод титруют раствором $Na_2S_2O_3$ и определяют количество кислоты.

Методика проведения анализа

1. 0,2 г KIO_3 и 1 г KI растворите в 20 мл воды. К бесцветному раствору пипеткой прилейте анализируемую кислоту, хорошо перемешайте содержимое колбы.

2. Титруйте выделившийся йод раствором $Na_2S_2O_3$ до соломенно-желтой окраски. Добавьте 3 мл крахмала и продолжайте титрование до обесцвечивания синей окраски крахмала.

Повторите определение 3-5 раз, возьмите среднее из сходящихся отсчётов.

Рассчитайте нормальность и титр кислоты.

Лабораторная работа 3

Пермаганатометрия

Цель работы: Научиться применять метод перманганатометрии для определения концентрации растворов.

Опыт 1

Приготовление рабочего раствора $KMnO_4$

Задание опыта: приготовить 500 мл 0,05 н раствора перманганата калия $KMnO_4$.

Титрованный раствор $KMnO_4$ нельзя приготовить растворением точной навески, так как $KMnO_4$ содержит ряд примесей и его нельзя получить в химически чистом виде. Кроме того, концентрация $KMnO_4$, переведенного в раствор, заметно понижается, так как он расходуется на взаимодействие с аммиаком, органическими веществами и другими восстановителями, присутствующими в воде. Поэтому нормальность раствора $KMnO_4$ устанавливают через 5-7 дней после его приготовления. Исходными веществами для его стандартизации служат свежеперекристаллизованная щавелевая кислота $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$ или ее соли оксалаты $Na_2C_2O_4$ и $(NH_4)_2C_2O_4 \cdot H_2O$.

Порядок выполнения опыта

1.*Расчет навески.*

Нормальную концентрацию раствора $KMnO_4$ устанавливают по реакции, протекающей в кислой среде, в этом случае $M_э(KMnO_4)$ = 158,03:5 = 31,61 г/моль. Следовательно, для приготовления 500 мл 0,05 Н раствора необходимо взять

$$a(KMnO_4) = \frac{C_н \cdot M_{эк}}{1000} = \frac{0{,}05 \cdot 31{,}61}{1000} = 0{,}97 \text{ г.}$$

2.Взвешивание $KMnO_4$

Учитывая, что имеющийся в продаже препарат не совсем чист и, кроме того, что $KMnO_4$ расходуется на окисление присутствующих в воде восстановителей, необходимо взвесить на технических веса в металлических бюксах 0,8 г $KMnO_4$.

Масса бюкса a_1

Масса бюкса с навеской $a_2 = (a_1 + 0{,}8 \text{ г } KMnO_4)$

Навеска (a_1-a_2)

3.Растворение $KMnO_4$.

Навеску растворяют в 500 мл горячей воды (воду можно отмерить мерным цилиндром) следующим образом: воду приливают в стакан небольшими порциями, периодически сливая жидкость с кристаллов в специально приготовленную склянку. Растворение ускоряют путем непрерывного перемешивания. Когда вся навеска перейдет в раствор, приливают к нему оставшуюся воду, тщательно перемешивают, закрывают пробкой (резиновые пробки использовать нельзя!), обертывают темной бумагой и на некоторое время оставляют. При хранении раствора на свету происходит реакция разложения $KMnO_4$:

$$KMnO_4 + 6H_2O = 4MnO(OH)_2 + 4KOH + 3O_2.$$

Такой же осадок $Mn(OH)_2$ выделяется в результате взаимодействия $KMnO_4$ с восстановителями. Через 5-7 дней раствор осторожно сливают сифоном с осадка или фильтруют через стеклянный фильтр в другую склянку и используют для стандартизации.

Опыт 2

Приготовление 200 мл 0,05 н раствора $Na_2C_2O_4$

Цель работы: приготовить 200 мл 0,05 н стандартного раствора $Na_2C_2O_4$

Порядок выполнения опыта

1.Расчет навески.

Дня расчета навески необходимо знать $M_{эк}(Na_2C_2O_4)$. $KMnO_4$ взаимодействует с $Na_2C_2O_4$ в кислой среде по уравнению:

$$2KMnO_4 + 5Na_2C_2O_4 + 8H_2SO_4 = 2MnSO_4 + 10CO_2+K_2SO_4+5Na_2SO_4+8H_2O.$$

В этой реакции окисляются ионы $C_2O_4^{2-}$, каждый из них теряет по два электрона и превращается в 2 электронейтральные молекулы CO_2, а Mn(VII) восстанавливается до Mn(II).

$$5 \mid C_2O_4^{2-} -2e^- = 2CO_2,$$

$$2 \mid MnO_4^- + 8H^+ + 5e^- = Mn^{2+} + 4H_2O.$$

Очевидно, $M_э(Na_2C_2O_4)$, которым воспользуемся как стандартным раствором, равна 1/2 молярной массы, т.е. 134,00/2 = 67,00 г/моль.

Для приготовления 200 мл 0,05 н раствора $Na_2C_2O_4$ нужно взять

$$a(Na_2C_2O_4) = \frac{0{,}05 \cdot 67{,}0 \cdot 200}{1000} = 0{,}67 \text{ г.}$$

2.Взвешивание $Na_2C_2O_4$.

Масса бюкса на технических весах (a_1)

Масса бюкса на аналитических весах (a_2)

Теоретическая масса бюкса с навеской ($a_3 = a_2 + 0,67$)

Масса бюкса с навеской на технических весах (a_4)

Масса бюкса с навеской на аналитических весах (a_5)

Навеска $a_{прак.} = (a_5 - a_2)$.

Поправочный коэффициент К равен:

$$K = \frac{a_{прак}}{a_{теор}} = \frac{a_{прак}}{0,6700}$$

3.Растворение $Na_2C_2O_4$.

Навеску $Na_2C_2O_4$ без потерь переносят в мерную колбу емкостью 200 мл, растворяют в холодной дистиллированной воде, доводят водой раствор до метки и тщательно перемешивают.

4.Расчет $C_{н(практ)}$, $T_{(практ)}$, $Na_2C_2O_4$.

$C_{н(практ)} = C_{н(теор)}\ K = 0,05\ K$, $T_{(практ)} = a_{прак}/200$ [г/мл].

Опыт 3

Стандартизация раствора $KMnO_4$ по оксалату натрия $Na_2C_2O_4$

Задание опыта: установить точную нормальность рабочего раствора $KMnO_4$.

Порядок выполнения опыта

1.Хорошо вымытую бюретку промывают раствором $KMnO_4$ и заполняют этим раствором до нуля по верхнему мениску.

2.Ополаскивают пипетку раствором $Na_2C_2O_4$, переносят 10 мл в коническую колбу для титрования, затем прибавляют 8-10 мл 2н раствора H_2SO_4, нагревают до 70-80°С, не допуская кипячения, при котором $Na_2C_2O_4$ разлагается, и горячий раствор титруют раствором $KMnO_4$.

3.При титровании раствор $KMnO_4$ приливают медленно, по каплям, при непрерывном перемешивании. Каждую следующую каплю добавляют после того, как обесцветилась предыдущая капля. Первоначальное обесцвечивание раствора $KMnO_4$ будет проходить медленно, но затем по мере образования $MnSO_4$, играющего роль катализатора, оно ускоряется. Титрование прекращают, когда избыточная капля $KMnO_4$ сообщит раствору бледную малино-

вую окраску, не исчезающую в течение 1-2 минут. Объемы раствора $KMnO_4$ отсчитывают по верхнему мениску, так как нижний плохо виден. Определение повторяют 3-5 раз. Результаты титрования заносят в таблицу3.

Таблица 3

Результаты титрования

Объем $Na_2C_2O_4$, мл $V(Na_2C_2O_4)$	Объем $KMnO_4$, мл $V(KMnO_4)$	Среднее значение объема $KMnO_4$, мл $V_{ср}(KMnO_4)$

По данным титрования рассчитывают $C_н(KMnO_4)$ и $T(KMnO_4)$;

$$C_н(KMnO_4)\cdot V(KMnO_4) = C_н(Na_2C_2O_4)\cdot V(Na_2C_2O_4)$$

$$C_н = \frac{C_н(Na_2C_2O_4)\cdot V(Na_2C_2O_4)}{V(KMnO_4)}$$