

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ УКРАИНЫ
Запорожский государственный медицинский университет
Кафедра аналитической химии

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ

Модуль 2

**ОСАДИТЕЛЬНОЕ ТИТРОВАНИЕ.
КОМПЛЕКСИМЕТРИЧЕСКОЕ ТИТРОВАНИЕ.
ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ**
(конспект)

Смысловой модуль 3

Учебно-методическое пособие
для преподавателей и студентов 2 курса
специальностей «Фармация» и «ТПКС»

Запорожье
2014

Учебно-методическое пособие **составили:**

доктор фармацевтических наук, профессор **С. А. Васюк**;
кандидат фармацевтических наук **А. С. Коржова**.

В составлении тестов принимали участие сотрудники кафедры.

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**.

Модуль 2. Количественный анализ. Смысловой модуль 3.
Осадительное титрование. Комплексиметрическое титрование.
Гравиметрический анализ (конспект) : учебно-методическое пособие для
преподавателей и студентов 2 курса специальностей «Фармация» и
«ТПКС») / сост. С. А. Васюк, А. С. Коржова. – Запорожье : [ЗГМУ], 2014. –
20 с.

*Утверждено на заседании Центрального методического совета
Запорожского государственного медицинского университета
(протокол № 2 от 27.11.2014 г.)*

ПРЕДИСЛОВИЕ

Аналитическая химия изучается согласно утвержденной типовой программы 2010 года для студентов ВУЗов III-IV уровней аккредитации Украины для специальности 7.110201 «Фармация», соответственно образовательно-квалификационной характеристики и образовательно-профессиональной программы подготовки специалистов, утвержденных приказом МОН Украины от 16.04.2003 года № 239.

Обучение осуществляется в соответствии с учебным планом подготовки специалистов по специальности «Фармация», утвержденным приказом МЗ Украины № 931 от 07.12.2009 года.

Согласно учебного плана аналитическую химию изучают в III и IV семестрах.

Программа дисциплины структурирована на 3 модуля: модуль 1 – «Качественный анализ», модуль 2 – «Количественный анализ», модуль 3 – «Инструментальные методы анализа».

Модуль 2 состоит из трех смысловых модулей:

1. Титриметрические методы анализа. Кислотно-основное титрование.
2. Окислительно-восстановительное титрование.

3. Осадительное титрование. Комплексиметрическое титрование.
Гравиметрический анализ.

Занятие № 13

1. ТЕМА: Осадительное титрование. Аргентометрия. Меркурометрия

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

3. ЦЕЛЕВЫЕ ЗАДАЧИ:

- 3.1. Уяснить сущность метода осадительного титрования и изучить классификацию методов осадительного титрования.
- 3.2. Изучить способы установления точки эквивалентности и типы индикаторов метода осадительного титрования.
- 3.3. Научиться рассчитывать и анализировать кривые осадительного титрования.
- 3.4. Изучить теоретические основы аргентометрического и меркурометрического титрования. Научиться обоснованно выбирать метод осадительного титрования в зависимости от химико-аналитических свойств анализируемых веществ, в том числе фармацевтических препаратов и косметических средств.
- 3.5. Овладеть методиками аргентометрического и меркурометрического определения бромида калия.

4. ПЛАН И ОРГАНИЗАЦИОННАЯ СТРУКТУРА ЗАНЯТИЯ:

- 4.1. Организационный момент3 мин
- 4.2. Постановка цели занятия и мотивация изучения темы занятия (вступительное слово преподавателя).....7 мин
- 4.3. Выявление исходного уровня знаний-умений (картированный контроль).....10 мин
- 4.4. Коррекция исходного уровня знаний-умений.....40 мин
- 4.5. Организация самостоятельной работы студентов (целевые указания преподавателя, техника безопасности).....5 мин
- 4.6. Лабораторная работа.....140 мин
- 4.7. Итоговый контроль: проверка результатов лабораторной работы и протоколов.....15 мин
- 4.8. Заключительное слово преподавателя, указания к следующему занятию.....5 мин

5. ЗАДАНИЕ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ СТУДЕНТОВ:

- 5.1. Повторить теоретический материал из курса качественного анализа: равновесие в гетерогенных системах, расчет произведения растворимости и растворимости.
- 5.2. Изучить программный материал по данной теме, пользуясь рекомендуемой литературой и лекцией.

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. Условия применения и выбор адсорбционных индикаторов.
4. **Аргентометрическое титрование.** Сущность метода. Титранты метода, их приготовление и стандартизация. Разновидности аргентометрии.
5. **Метод Мора:** способ титрования, титрант метода, индикатор метода, уравнения реакций, возможности метода.
6. В какой среде проводят определение по Мору (обосновать)?
7. Какие из ионов – Cl^- , Br^- , I^- , SCN^- , Ag^+ – можно определить титрованием по методу Мора? Выбор обосновать.
8. Можно ли определять хлорид- и бромид-ионы в гидролизующихся солях?
9. **Метод Фаянса-Фишера-Ходакова:** способ титрования, титрант метода, индикаторы метода, уравнения реакций, возможности метода.
10. С каким индикатором и при каком значении pH проводят определение хлорид-ионов по методу Фаянса-Фишера-Ходакова? С каким индикатором и при каком значении pH проводят определение йодид- и бромид-ионов по методу Фаянса-Фишера-Ходакова? Ответ обосновать.
11. **Метод Фольгарда:** способ титрования, титранты метода, индикатор метода, уравнения реакций, возможности метода.
12. Почему титрование по методу Фольгарда проводят в кислой среде? Какой кислотой создается среда и почему?
13. Особенности определения хлорид- и йодид-ионов по методу Фольгарда.
14. **Меркурометрическое титрование.** Сущность метода. Титрант метода, его приготовление, стандартизация. Возможности метода.
15. Индикаторы метода меркурометрии. Механизм действия железотиоцианатного индикатора при меркурометрическом определении галогенидов. Роль «холостого опыта».
16. Применение в анализе методов осадительного титрования:
 - подберите методы и условия определения галогенид-ионов в следующих солях: NH_4Cl , KI , AlCl_3 , CuCl_2 , CoBr_2 , KSCN , FeCl_3 , NaCl ;
 - подберите методы определения галогенид-ионов в следующих смесях: $\text{NaCl} + \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, $\text{KBr} + \text{K}_3\text{PO}_4$, $\text{KBr} + \text{Na}_2\text{CO}_3$;
 - предложите методы определения содержания каждого из галогенид-ионов при их совместном присутствии: $\text{I}^- + \text{Br}^-$, $\text{I}^- + \text{Cl}^-$.

5.3. Решить задачи:

Задача 1. На титрование 20,00 мл хлорида натрия ($T(\text{NaCl}/\text{Ag}) = 0,005750$ г/мл) израсходовали 25,00 мл раствора $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$. Определите молярную концентрацию эквивалента и титр раствора $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$.

Ответ: 0,04263 моль/л; 0,01120 г/мл.

Задача 2. Навеску хлорида калия массой 1,4790 г растворили в мерной колбе вместимостью 250,0 мл. К 25,00 мл полученного раствора добавили 50,00 мл 0,1000 н. раствора нитрата серебра ($K_{\text{п}} = 0,9580$). На титрование остатка нитрата серебра расходуется 25,50 мл 0,1000 н. раствора тиоцианата аммония ($K_{\text{п}} = 0,8352$). Рассчитайте массовую долю (в %) хлорид-ионов в образце.

Ответ: 63,76%.

Задача 3. Какое вещество было взято для анализа (NaBr или KBr), если на титрование 0,2332 г его по методу Мора было израсходовано 18,77 мл 0,1044 М раствора AgNO_3 ?

Ответ: KBr.

Литература:

1. Алексеев В.Н. Количественный анализ. – М.: Химия, 1972. – С. 314-335.
2. Васильев В.П. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 1. Титриметрические и гравиметрические методы анализа. – М.: Дрофа, 2002. – С. 274-280.
3. Лурье Ю.Ю. Справочник по аналитической химии. – 5-е изд., перераб. и доп. – М.: Химия, 1979. – 480 с.
4. Пономарев В.Д. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. – М.: Высшая школа, 1982. – С. 78-89.
5. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн. 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. – М.: Высшая школа, 2001. – С. 245-265.

6. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

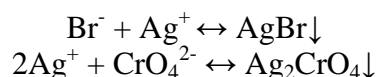
1.Определение содержания бромида калия методом аргентометрии

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:

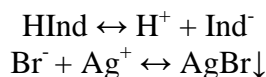
$$\omega_{(\text{KBr})} = \frac{V_{(\text{AgNO}_3)} \cdot C_{M(\text{AgNO}_3)} \cdot M_{\text{Э}(\text{KBr})} \cdot V_{\text{к}} \cdot K_{\text{п}} \cdot 100\%}{a_{(\text{KBr})} \cdot V_{\text{п}} \cdot 1000}.$$

Вывод:

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:

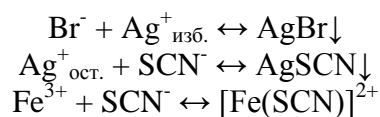
$$\omega_{(\text{KBr})} = \frac{V_{(\text{AgNO}_3)} \cdot C_{M(\text{AgNO}_3)} \cdot M_{\text{Э}}(\text{KBr}) \cdot V_{\text{к}} \cdot K_{\text{п}} \cdot 100\%}{a_{(\text{KBr})} \cdot V_{\text{п}} \cdot 1000}.$$

Вывод:

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:

$M(\text{KBr}) = 119,0$ 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:

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

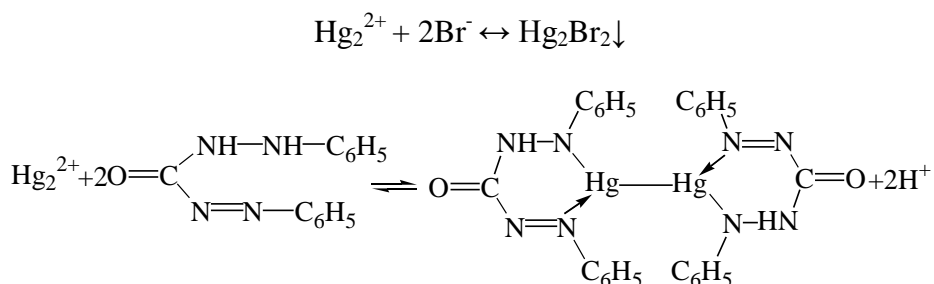
Вывод:

2.Определение содержания бромида калия методом меркурометрии

Способ титрования – прямой.

Метод титрования – пипетирование.

Химизм реакций:



Предварительные расчеты:

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

$$f_{\text{Э}}(\text{KBr}) = 1;$$

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

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

$$T(\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2/\text{KBr}) = C_{M(\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2)} \cdot M_{\text{Э}}'\text{KBr};$$

$$T(\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2/\text{KBr}) = 0,01000 \cdot 0,1190 = 0,001190 \text{ г/моль};$$

$$a(\text{KBr}) = T(\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2/\text{KBr}) \cdot V.$$

Методика определения. Точную навеску бромида калия растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе объемом 100,0 мл, доводят водой до метки и перемешивают. Из полученного разведения 10,00 мл переносят в колбу для титрования, добавляют 5 мл 2 М раствора азотной кислоты, 3-4 капли 1%-ного спиртового раствора дифенилкарбазона и титруют 0,01000 М раствором нитрата ртути(II) до окрашивания осадка и раствора в сине-фиолетовый цвет. Первое титрование – ориентировочное. При повторных титрованиях индикатор добавляют вблизи точки эквивалентности, когда

добавлено раствора титранта на 0,50 – 1,00 мл меньше, чем при первом титровании и дотитровывают по каплям до окрашивания осадка и раствора в сине-фиолетовый цвет. Титрование повторяют до получения трех воспроизводимых результатов.

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

$$\omega_{(\text{KBr})} = \frac{T_{(\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2/\text{KBr})} \cdot K_{\text{п}} \cdot V_{(\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2)} \cdot V_{\text{к}} \cdot 100}{a_{(\text{KBr})} \cdot V_{\text{п}}}$$

Вывод:

7. НАГЛЯДНЫЕ ПОСОБИЯ, ТС ОБУЧЕНИЯ И КОНТРОЛЯ

7.1. Табличный фонд по теме занятия.

7.2. Учебные пособия:

– справочник по аналитической химии.

7.3. ТС обучения и контроля:

– карточки для выявления исходного уровня знаний-умений;

– контрольные вопросы;

– тесты.

Занятие № 14

1. ТЕМА: Комплексиметрическое титрование. Комплексонометрия

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

3. ЦЕЛЕВЫЕ ЗАДАЧИ:

3.1. Изучить сущность комплексиметрического титрования.

3.2. Изучить теоретические основы, области применения и условия выполнения комплексонометрического титрования.

3.3. Научиться определять количественное содержание катионов кальция способом прямого титрования, катионов свинца способом обратного титрования, общую жесткость воды.

3.4. Сформировать умение применять методы комплексиметрического титрования для определения химических соединений, лекарственных и косметических веществ.

4. ПЛАН И ОРГАНИЗАЦИОННАЯ СТРУКТУРА ЗАНЯТИЯ:

4.1. Организационный момент	3 мин
4.2. Постановка цели занятия и мотивация изучения темы занятия (вступительное слово преподавателя).....	7 мин
4.3. Выявление исходного уровня знаний-умений (картированный контроль).....	10 мин
4.4. Коррекция исходного уровня знаний-умений.....	40 мин
4.5. Организация самостоятельной работы студентов (целевые указания преподавателя, техника безопасности).....	5 мин

4.6. Лабораторная работа.....	140 мин
4.7. Итоговый контроль: проверка результатов лабораторной работы и протоколов.....	15 мин
4.8. Заключительное слово преподавателя, указания к следующему занятию.....	5 мин

5. ЗАДАНИЕ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ СТУДЕНТОВ:

5.1. Повторить теоретический материал по вопросам: комплексные соединения, состав, строение, номенклатура, устойчивость, внутрикомплексные соединения.

5.2. Изучить программный материал по данной теме, пользуясь рекомендуемой литературой и лекцией.

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, их свойства.
3. Кривые комплексонометрического титрования. Как зависит скачок титрования от констант устойчивости комплексного соединения, pH среды?
4. Рабочие растворы комплексонометрии. Приготовление и стандартизация рабочего раствора трилона Б.
5. Фиксирование КТТ в комплексонометрии. Металлохромные индикаторы, механизм их действия и требования, предъявляемые к металлохромным индикаторам. Почему металлохромные индикаторы часто применяют в твердом состоянии в виде тритураций? Описать свойства и применение металлохромных индикаторов: эриохрома черного Т, мурексида, ксиленолового оранжевого.
6. Условия комплексонометрического титрования. Почему определение катионов с зарядом +3 и +4 проводят в кислой среде? Почему определение ионов Co^{2+} , Zn^{2+} , Cd^{2+} , Ni^{2+} проводят в среде аммиачного буфера?
7. В каких условиях (pH, температура) следует проводить прямое титрование раствором трилона Б при определении:
 - Ca^{2+} с мурексидом;
 - Pb^{2+} с ксиленоловым оранжевым;
 - Mg^{2+} и Zn^{2+} с эриохромом черным Т.
8. Какие вещества определяют комплексонометрически способами прямого, обратного и заместительного титрования?
Приведите примеры комплексонометрического титрования:
 - катионов в щелочной среде при pH 10-13;
 - катионов в среде аммиачного буфера при pH 9-10;
 - катионов в кислой среде при pH 1-3;
 - катионов способом обратного титрования;
 - катионов способом заместительного титрования;
 - анионов способом обратного титрования.
9. На чем основано определение сульфат-иона?
10. Охарактеризуйте особенности комплексонометрического определения способом прямого титрования: а) Pb^{2+} ; б) Zn^{2+} ; в) Fe^{3+} ; г) Bi^{3+} ; д) Ca^{2+} ; е) Ba^{2+} ; ж) Mg^{2+} ; з) Al^{3+} .
11. Охарактеризуйте особенности комплексонометрического определения способом обратного титрования: а) Pb^{2+} ; б) Mn^{2+} ; в) PO_4^{3-} ; г) SO_4^{2-} .

12. Охарактеризуйте особенности комплексонометрического определения способом заместительного титрования: а) Hg^{2+} ; б) SO_4^{2-} .
13. Области применения комплексонометрии. Определение общей жесткости воды. Применение комплексонометрии в фармации.
14. Меркуриметрия. Сущность метода, титрант и способы фиксирования КТТ. Применение меркуриметрии.

5.3. Решить задачи:

Задача 1. Анализируемый раствор, содержащий соли Ca^{2+} и Mg^{2+} , разбавили водой в мерной колбе на 100,0 мл. На титрование 20,00 мл этого раствора с эриохромом черным Т израсходовано 18,45 мл 0,01020 М раствора комплексона III, а на титрование 20,00 мл раствора с мурексидом затрачено 8,22 мл 0,01020 М комплексона III. Определите массовое содержание Ca^{2+} и Mg^{2+} в исходном растворе.

Ответ: 0,0168 г Ca^{2+} ; 0,0127 г Mg^{2+} .

Задача 2. К 10,00 мл раствора NiCl_2 прибавили дистиллированную воду, аммиачный буферный раствор и 20,00 мл 0,01085 М раствора трилона Б. Избыток трилона Б оттитровали 5,50 мл 0,01292 М раствора MgSO_4 . Рассчитайте концентрацию (г/л) раствора NiCl_2 .

Ответ: 1,90 г/л.

Задача 3. Какая масса натрия содержалась во взятой пробе раствора, если после осаждения его в виде $\text{NaZn}(\text{UO}_2)_3(\text{CH}_3\text{COO})_9 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ полученный осадок отделили, растворили и оттитровали цинк 20,85 мл 0,1000 М раствора натрия эдетата ($K_{\text{п}} = 0,9194$)?

Ответ: 0,04407 г.

Литература:

1. Алексеев В.Н. Количественный анализ. – М.: Химия, 1972. – С. 226-228, 412-416.
2. Васильев В.П. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 1. Титриметрические и гравиметрические методы анализа. – М.: Дрофа, 2002. – С. 246-249.
3. Лурье Ю.Ю. Справочник по аналитической химии. – 5-е изд., перераб. и доп. – М.: Химия, 1979. – 480 с.
4. Пономарев В.Д. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. – М.: Высшая школа, 1982. – С. 127-128.
5. 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.

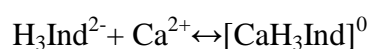
6. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

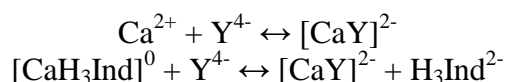
1. Определение массовой доли (в %) хлорида кальция в растворе

Способ титрования – прямой.

Метод титрования – пипетирование.

Химизмреакций:





Предварительные расчеты:

$M(\text{CaCl}_2) = 110,9$ г/моль.

Методика определения. 10,00 мл раствора лабораторной пробы переносят пипеткой в мерную колбу на 100,0 мл, доводят объем дистиллированной водой до метки и перемешивают. Из разведения отбирают 10,00 мл в колбу для титрования на 250 мл, добавляют около 50 мл воды, 3 мл 2 М раствора гидроксида натрия, 0,05 г индикаторной смеси мурексида и титруют 0,05000 М раствором трилона Б до фиолетовой окраски раствора. Титрование повторяют до получения трех воспроизводимых результатов.

По среднему значению объема титранта рассчитывают массовую долю (в %) хлорида кальция по формуле:

$$\omega_{(\text{CaCl}_2)} = \frac{V_{(\text{Тр.Б})} \cdot C_{(\text{Тр.Б})} \cdot M_{(\text{CaCl}_2)} \cdot K_{\text{п}} \cdot V_{\text{к}} \cdot 100}{a_{(\text{CaCl}_2)} \cdot V_{\text{п}} \cdot 1000}.$$

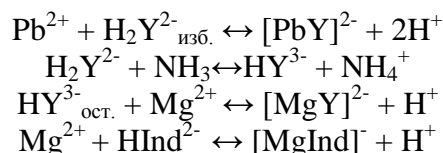
Вывод:

2. Определение массовой доли (в %) свинца(II) в растворе ацетата свинца

Способ титрования – обратный (по избытку).

Метод титрования – пипетирование.

Химизм реакций:



Предварительные расчеты:

$M(\text{Pb}) = 207,2$ г/моль.

Методика определения. 10,00 мл раствора лабораторной пробы переносят пипеткой в мерную колбу на 100,0 мл, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают. Из разведения отбирают 10,00 мл в колбу для титрования на 250 мл, добавляют 20,00 мл 0,05000 М раствора трилона Б, около 50 мл воды, 5 мл аммиачного буферного раствора, около 0,05 г индикаторной смеси кислотного хром черного специального (эриохром черный Т), перемешивают и титруют 0,05000 М раствором сульфата магния до перехода синей окраски в красно-фиолетовую. Титрование повторяют до получения трех воспроизводимых результатов.

По среднему значению объема титранта рассчитывают массовую долю (в %) свинца(II) в растворе ацетата свинца по формуле:

$$\omega_{(\text{Pb})} = \frac{(V_{(\text{Тр.Б})} \cdot C_{(\text{Тр.Б})} \cdot K_{\text{п}} - V_{(\text{MgSO}_4)} \cdot C_{(\text{MgSO}_4)} \cdot K_{\text{п}}) \cdot M_{(\text{Pb})} \cdot V_{\text{к}} \cdot 100}{a_{(\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2)} \cdot V_{\text{п}} \cdot 1000}.$$

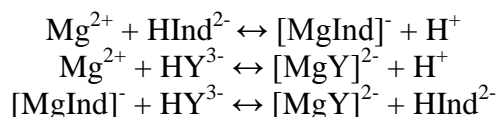
Вывод:

2.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:

$$\text{Ж}_{1(\text{H}_2\text{O})} = \frac{V_{(\text{Тр.Б})} \cdot C_{(\text{Тр.Б})} \cdot K_{\text{п}}}{V_{(\text{H}_2\text{O})}} \cdot 1000.$$

По полученным результатам рассчитывают среднее значение жесткости воды:

$$\overline{\text{Ж}}_{(\text{H}_2\text{O})} = \frac{\text{Ж}_{1(\text{H}_2\text{O})} + \text{Ж}_{2(\text{H}_2\text{O})} + \text{Ж}_{3(\text{H}_2\text{O})}}{3}.$$

Вывод:

7. НАГЛЯДНЫЕ ПОСОБИЯ, ТС ОБУЧЕНИЯ И КОНТРОЛЯ

7.1. Табличный фонд по теме занятия.

7.2. Учебные пособия:

– справочник по аналитической химии.

7.3. ТС обучения и контроля:

– карточки для выявления исходного уровня знаний-умений;

– контрольные вопросы;

– тесты.

Занятие № 15

1. ТЕМА: Гравиметрический анализ. Применение гравиметрии для анализа лекарственных и косметических средств

2. ЦЕЛЬ: Научиться применять гравиметрию в количественном анализе химических соединений, лекарственных и косметических средств

3. ЦЕЛЕВЫЕ ЗАДАЧИ:

- 3.1. Научиться обоснованно выбирать осадитель, условия получения кристаллических и аморфных осадков и проводить расчет содержания определяемых веществ.
- 3.2. Сформировать умение применять гравиметрию для определения химических соединений, лекарственных и косметических веществ.

4. ПЛАН И ОРГАНИЗАЦИОННАЯ СТРУКТУРА ЗАНЯТИЯ:

4.1. Организационный момент	3 мин
4.2. Постановка цели занятия и мотивация изучения темы занятия (вступительное слово преподавателя).....	7 мин
4.3. Выявление исходного уровня знаний-умений (картированный контроль).....	10 мин
4.4. Коррекция исходного уровня знаний-умений.....	40 мин
4.5. Организация самостоятельной работы студентов (целевые указания преподавателя, техника безопасности).....	5 мин
4.6. Лабораторная работа.....	140 мин
4.7. Итоговый контроль: проверка результатов лабораторной работы и протоколов.....	15 мин
4.8. Заключительное слово преподавателя, указания к следующему занятию.....	5 мин

5. ЗАДАНИЕ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ СТУДЕНТОВ:

- 5.1. Повторить теоретический материал по реакциям осаждения.
- 5.2. Изучить программный материал по данной теме, пользуясь рекомендуемой литературой и лекцией.

Учебные вопросы для самоподготовки студентов

1. Гравиметрический анализ. Сущность метода.
2. Классификация гравиметрических методов.
3. Этапы гравиметрического анализа.
4. Осаждаемая форма, требования, предъявляемые к ней.
5. Гравиметрическая форма, требования, предъявляемые к ней.
6. Выбор осадителя.
7. Теория образования осадков.
8. Аморфные осадки.
9. Соосаждение. Виды соосаждения: адсорбция, окклюзия, изоморфизм. Способы уменьшения соосаждения.
10. Условия получения кристаллических осадков.
11. Условия получения аморфных осадков.
12. Вычисление результатов анализа. Гравиметрический фактор.
13. Применение гравиметрических методов.
14. Достоинства и недостатки гравиметрии.

5.3. Решить задачи:

Задача 1. Навеску алюминиевого сплава массой 0,1425 г растворили в колбе вместимостью 200,0 мл. Из 20,00 мл этого раствора получили осадок оксихинолината алюминия $Al(C_9H_6ON)_3$ массой 0,2012 г. Вычислить массовую долю (в %) алюминия в сплаве.

Ответ: 82,91%.

Задача 2. Из навески каменного угля массой 2,6248 г после соответствующей обработки получили 0,3248 г BaSO_4 . Вычислить массовую долю (в %) серы в каменном угле. Пересчитать массовую долю серы на сухое вещество, если содержание влаги составило 2,58%.

Ответ: 1,70%; 1,75%.

Задача 3. Рассчитайте оптимальную массу исходной навески сульфата натрия Na_2SO_4 для гравиметрического определения сульфат-ионов в виде BaSO_4 (гравиметрическая форма) с относительной ошибкой определения не выше $\pm 0,2\%$. Осаждаемая форма – кристаллический осадок.

Ответ: 0,06-0,3 г.

Литература:

1. Алексеев В.Н. Количественный анализ. – М.: Химия, 1972. – С. 65-119.
2. Васильев В.П. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 1. Титриметрические и гравиметрические методы анализа. – М.: Дрофа, 2002. – С. 281-311.
3. Лурье Ю.Ю. Справочник по аналитической химии. – 5-е изд., перераб. и доп. – М.: Химия, 1979. – 480 с.
4. Основы аналитической химии. Под ред. Ю.А. Золотова. В 2 кн. Кн. 2. Методы химического анализа. – М.: Высшая школа, 1999. – С. 5-29.
5. Пономарев В.Д. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. – М.: Высшая школа, 1982. – С. 131-140.
6. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн. 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. – М.: Высшая школа, 2001. – С. 38-60.

6. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

Определение кристаллизационной воды в хлориде бария

При нагревании кристаллогидраты разлагаются с выделением воды. На этом основано определение содержания кристаллизационной воды в большинстве кристаллогидратов методом отгонки. Навеску $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, помещенную в бюкс, нагревают до $120-125^\circ\text{C}$ в сушильном шкафу до тех пор, пока не перестанет изменяться масса вещества (высушивание до постоянной массы).

Достижение постоянной массы свидетельствует о том, что вся кристаллизационная вода уже удалена. Масса ее равна уменьшению в массе вещества.

Методика определения. Тщательно вымытый и высушенный бюкс взвешивают на аналитических весах. Затем помещают в него около 1,5 г $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (предварительно взвешенного на теххимических или ручных весах) и снова взвешивают. Помещают бюкс на полку сушильного шкафа. Под бюкс следует подложить листок с указанием своей фамилии. Выдерживают бюкс в шкафу при температуре около 125°C приблизительно 1 ч. Вынимают бюкс щипцами, выдерживают до охлаждения в эксикаторе около 15 мин и точно взвешивают. Далее снова ставят бюкс в сушильный шкаф и выдерживают там еще около 1 ч, повторно охлаждают в эксикаторе и снова взвешивают.

Если второе взвешивание дает тот же самый результат, что и первое, или отличается от него не более чем на 0,0002 г, кристаллизационную воду можно считать

удаленной практически полностью. В противном случае высушивание с периодическим взвешиванием повторяют до тех пор, пока не будет достигнуто постоянство массы. Результаты всех повторных взвешиваний обязательно записывают в лабораторный журнал, даже если они одинаковые.

Результаты измерений и расчет результатов

Масса бюкса с веществом (m)

Масса бюкса (m_0)

Навеска $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (a).....

Масса бюкса после высушивания

1 взвешивание (m_1).....

2 взвешивание (m_2).....

3 взвешивание (m_3).....

Масса кристаллизационной воды: $m - m_3 =$

Массовая доля кристаллизационной воды в $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$:

$$\omega = \frac{m - m_3}{a} \cdot 100 =$$

Вывод: Содержание кристаллизационной воды в $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ составляет _____ %.

7. НАГЛЯДНЫЕ ПОСОБИЯ, ТС ОБУЧЕНИЯ И КОНТРОЛЯ

7.1. Табличный фонд по теме занятия.

7.2. Учебные пособия:

- справочник по аналитической химии;
- практикум по аналитической химии.

7.3. ТС обучения и контроля:

- карточки для выявления исходного уровня знаний-умений;
- контрольные вопросы;
- тесты.

Занятие № 16

1. ТЕМА: Семинарское занятие по разделу «Осадительное титрование, комплексиметрическое титрование. Гравиметрический анализ»

2. ЦЕЛЬ: Обобщить материал, проверить знания студентов по разделу и умения применять осадительное, комплексиметрическое титрования, гравиметрию в анализе химических соединений, лекарственных и косметических средств

3. ЦЕЛЕВЫЕ ЗАДАЧИ:

3.1. Осуществить итоговый контроль знаний-умений по разделу «Осадительное титрование, комплексиметрическое титрование. Гравиметрический анализ»: письменный картированный контроль, тестовый контроль, индивидуальное собеседование с каждым студентом.

3.2. Обратить внимание на вопросы и задачи, вызывающие затруднения у студентов.

3.3. Проверить протоколы лабораторных работ.

4. ПЛАН И ОРГАНИЗАЦИОННАЯ СТРУКТУРА ЗАНЯТИЯ:

4.1. Организационный момент	3 мин
4.2. Постановка цели занятия и мотивация изучения темы занятия (вступительное слово преподавателя).....	7 мин
4.3. Выявление исходного уровня знаний-умений (картированный контроль).....	10 мин
4.4. Коррекция исходного уровня знаний-умений.....	40 мин
4.5. Организация самостоятельной работы студентов (целевые указания преподавателя, техника безопасности).....	5 мин
4.6. Лабораторная работа.....	140 мин
4.7. Итоговый контроль: проверка результатов лабораторной работы и протоколов.....	15 мин
4.8. Заключительное слово преподавателя, указания к следующему занятию.....	5 мин

5. ЗАДАНИЕ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ СТУДЕНТОВ:

5.1. Повторить теоретический материал по темам 1-3, решение расчетных задач по разделу.

5.2. Проработать по рекомендуемой литературе и лекциям вопросы, проработать тестовые задания по темам 1-3.

Вопросы по изученному разделу количественного анализа

1. Осадительное титрование

1. Сущность метода осадительного титрования. Требования, предъявляемые к реакциям в методе осадительного титрования.
2. Классификация методов по природе реагента, взаимодействующего с определяемыми веществами.
3. Способы осадительного титрования (прямое, обратное).
4. Кривые осадительного титрования. Влияние различных факторов на скачок титрования (концентрация растворов реагентов, растворимость осадка и другие).
5. Индикаторы метода осадительного титрования: осадительные, абсорбционные, металлохромные. Механизм действия индикаторов. Условия применения и выбор адсорбционных индикаторов.
6. ***Аргентометрическое титрование.*** Сущность метода. Титрант, его приготовление, стандартизация. Разновидности методов аргентометрии: метод Гей-Люссака, метод Мора, метод Фаянса-Фишера-Ходакова, метод Фольгарда. Применение аргентометрии.
7. ***Меркурометрическое титрование.*** Сущность метода. Титрант метода, его приготовление, стандартизация. Индикаторы метода. Применение меркурометрии.
8. ***Тиоцианометрическое титрование.*** Сущность метода. Титрант метода, его приготовление, стандартизация. Индикатор метода. Применение метода.

2. Комплексиметрическое титрование

1. Сущность метода комплексиметрического титрования. Требования к реакциям в комплексиметрии.
2. Классификация методов комплексиметрии.
3. **Комплексонометрия.** Комплексоны, применяемые в титриметрическом анализе, их свойства.
4. Кривые комплексонометрического титрования. Влияние констант устойчивости комплексного соединения и pH среды на скачок титрования.
5. Титранты метода, их приготовление и стандартизация.
6. Фиксирование конечной точки титрования в комплексонометрии. Металлохромные индикаторы, принцип их действия и требования, предъявляемые к металлохромным индикаторам. Описать свойства и применение металлохромных индикаторов: эриохрома черного Т, мурексида, ксиленолового оранжевого.
7. Условия проведения комплексонометрического титрования.
8. Способы комплексонометрического титрования (прямое, обратное, заместительное). Привести примеры.
9. Применение комплексонометрии. Определение общей жесткости воды. Применение комплексонометрии в фармации.
10. Меркуриметрическое титрование. Сущность метода. Титрант метода, его приготовление, стандартизация. Индикаторы метода. Применение меркуриметрии.

3. Гравиметрический анализ

1. Сущность гравиметрического анализа. Классификация гравиметрических методов.
2. Требования к осадкам. Выбор осадителя.
3. Этапы гравиметрического анализа.
4. Образование осадков и их свойства.
5. Условия получения кристаллических осадков, их свойства.
6. Условия получения аморфных осадков, их свойства.
7. Соосаждение. Виды соосаждения: адсорбция, окклюзия, изоморфизм. Способы уменьшения соосаждения.
8. Расчеты в гравиметрическом анализе.
9. Практическое применение гравиметрических методов. Общая оценка метода.

Литература:

1. Алексеев В.Н. Количественный анализ. – М.: Химия, 1972. – С. 314-343.
2. Васильев В.П. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 1. Титриметрические и гравиметрические методы анализа. – М.: Дрофа, 2002. – С. 185-206, 274-280.
3. Державна Фармакопея України. – 1-е вид. – Харків: РІРЕГ, 2001. – 556 с.
4. Лурье Ю.Ю. Справочник по аналитической химии. – 5-е изд., перераб. и доп. – М.: Химия, 1979. – 480 с.
5. Пономарев В.Д. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. – М.: Высшая школа, 1982. – С. 78-105.
6. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн. 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. – М.: Высшая школа, 2001. – С. 209-270.

- 7.1. Табличный фонд по теме занятия.
 7.2. Учебные пособия:
 – справочник по аналитической химии;
 – практикум по аналитической химии.
 7.3. ТС обучения и контроля:
 – карточки для выявления исходного уровня знаний-умений;
 – контрольные вопросы;
 – тестовые задания.

Занятие № 17

1. ТЕМА: Итоговый контроль усвоения модуля 2. Количественный анализ

2. ЦЕЛЬ: Оценить знания и умения студентов по изученному разделу аналитической химии

3. ЦЕЛЕВЫЕ ЗАДАЧИ:

- 3.1. Провести итоговый тестовый контроль и индивидуальное собеседование со студентами по количественному анализу.
 3.2. Проверить умения студентов обоснованно выбирать методику анализа предложенного химического соединения.

4. ПЛАН И ОРГАНИЗАЦИОННАЯ СТРУКТУРА ЗАНЯТИЯ:

- 4.1. Организационный момент10 мин
 4.2. Выявление конечного уровня знаний-умений
 (тестовый контроль, ситуационные задачи).....40 мин
 4.3. Коррекция конечного уровня знаний-умений
 (индивидуальное собеседование).....145 мин
 4.3. Проверка протоколов.....20 мин
 4.4. Заключительное слово преподавателя
 по результатам итогового контроля.....10 мин

5. ЗАДАНИЕ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ СТУДЕНТОВ:

- 5.1. Повторить теоретический материал и решение расчетных задач по темам «Кислотно-основное титрование», «Окислительно-восстановительное титрование», «Осадительное титрование. Комплексиметрическое титрование. Гравиметрический анализ».
 5.2. Проработать вопросы тестового контроля по разделам «Кислотно-основное титрование», «Окислительно-восстановительное титрование», «Осадительное титрование. Комплексиметрическое титрование. Гравиметрический анализ».

Литература:

1. Алексеев В.Н. Количественный анализ. – М.: Химия, 1972. – С. 9-416.
 2. Васильев В.П. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. Физико-химические методы анализа. – М.: Дрофа, 2002. – С. 68-309.
 3. Лурье Ю.Ю. Справочник по аналитической химии. – 5-е изд., перераб. и доп. – М.: Химия, 1979. – 480 с.

4. Основы аналитической химии / Ю.А.Золотов, Е.Н.Дорохова, В.И.Фадеева и др. / Под ред. Ю.А.Золотова. – М.: Высш. шк., 2002. – С. 5-102.
5. Пономарев В.Д. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. – М.: Высшая школа, 1982. – С. 5-139.
6. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн. 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. – М.: Высшая школа, 2001. – С. 5-297.