

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации

АМУРСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ

Инженерно-физический факультет

Т.А. Родина

ЛАБОРАНТ
ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА
ПРАКТИЧЕСКИЙ КУРС

Учебное пособие для СПО



Благовещенск

2022

ББК 24.1 я 722
Р 60

*Печатается по решению
редакционно-издательского совета
инженерно-физического факультета
Амурского государственного
университета*

Составитель: Родина Т.А.

*Лаборант химического анализа. Практический курс. Учебное пособие
для СПО. / Благовещенск: Амурский гос. ун-т, 2022. – 176 с.*

Пособие предназначено для обучающихся 3 курса специальности 18.02.12 «Технология аналитического контроля химических соединений» и является частью методического обеспечения профессионального модуля ПМ.04 «Освоение одной или нескольких профессий рабочих, должностей служащих».

Учебное пособие включает 38 лабораторных работ, выполнение которых позволит обучающимся сформировать профессиональные компетенции в области лабораторного химического анализа. Пособие составлено в соответствии с требованиями ФГОС СПО, примерной основной образовательной программой подготовки специалистов среднего звена по специальности 18.02.12 «Технология аналитического контроля химических соединений» и рабочей программой междисциплинарного курса МДК.04.01 «Выполнение работ по профессии «Лаборант химического анализа» в составе профессионального модуля ПМ.04 «Освоение одной или нескольких профессий рабочих, должностей служащих». Может быть использовано в дополнительном профессиональном образовании (в программах повышения квалификации и переподготовки) и профессиональной подготовке по профессиям.

В авторской редакции

Рецензенты: В.А. Кашина, к.г.-м.н., начальник партии инженерно-экологических изысканий лабораторных и опытных работ АО «АмурТИСИЗ»
Ю.А. Гужель, к.т.н., доцент кафедры химии и химической технологии АмГУ

© Амурский государственный университет, 2022
© Т.А. Родина, составление, 2022

СОДЕРЖАНИЕ

Предисловие.....	6
Введение.....	9
Правила техники безопасности и охраны труда.....	11
Приготовление растворов.....	18
Лабораторная работа 1. Приготовление растворов заданных концентраций..	18
Калибровка мерной посуды.....	20
Лабораторная работа 2. Калибровка мерной посуды.....	20
Титриметрический анализ.....	26
Лабораторная работа 3. Приготовление титрованного раствора соляной кислоты.....	26
Лабораторная работа 4. Определение массовой доли моногидрата в серной кислоте	29
Лабораторная работа 5. Определение гидроксида и карбоната натрия при совместном присутствии методом пипетирования.....	32
Лабораторная работа 6. Комплексометрический метод определения общей жесткости воды.....	34
Лабораторная работа 7. Комплексометрический метод определения содержания магния.....	37
Лабораторная работа 8. Комплексометрический метод определения содержания алюминия.....	41
Лабораторная работа 9. Комплексометрический метод определения содержания никеля.....	45
Титриметрический анализ и ионообменная хроматография.....	48
Лабораторная работа 10. Количественное определение магния с применением ионообменной хроматографии.....	48
Лабораторная работа 11. Количественное определение массовой доли сульфата меди(II) йодометрическим методом и методом ионообменной хроматографии.....	52
Потенциометрический анализ.....	57

Лабораторная работа 12. Определение массовой доли ортофосфорной кислоты.....	57
Лабораторная работа 13. Анализ смеси ортофосфорной кислоты с дигидрофосфатом натрия.....	60
Лабораторная работа 14. Определение содержания карбонатов потенциометрическим методом.....	63
Лабораторная работа 15. Определение свободной и общей щелочности, массовых концентраций карбонат- и гидрокарбонат-ионов в минеральной воде.....	68
Лабораторная работа 16. Определение качества молочных продуктов потенциометрическим методом.....	73
Лабораторная работа 17. Определение титруемой кислотности сока потенциометрическим методом.....	79
Кондуктометрический анализ.....	83
Лабораторная работа 18. Определение соляной и уксусной кислот в их смеси кондуктометрическим методом.....	83
Лабораторная работа 19. Определение соды и щелочи в их смеси кондуктометрическим методом.....	85
Лабораторная работа 20. Кондуктометрическое определение содержания водорастворимых солей.....	88
Лабораторная работа 21. Кондуктометрическое определение содержания хлоридов и иодидов в смеси.....	91
Лабораторная работа 22. Определение содержания золы в сахаре кондуктометрическим методом.....	94
Рефрактометрический анализ.....	97
Лабораторная работа 23. Определение фактора показателя преломления одного из препаратов.....	97
Лабораторная работа 24. Рефрактометрический метод определения содержания бромида калия в растворе.....	100
Лабораторная работа 25. Рефрактометрический метод определения содержания сахарозы в растворе.....	105

Лабораторная работа 26. Рефрактометрический метод определения содержания сахарозы в растворе методом добавок.....	108
Фотометрический анализ.....	112
Лабораторная работа 27. Определение массовой концентрации железа с сульфосалициловой кислотой фотометрическим методом.....	112
Лабораторная работа 28. Определение содержания алюминия в растворе фотометрическим методом.....	116
Лабораторная работа 29. Фотометрический метод определения меди в воде.....	120
Лабораторная работа 30. Определение концентрации ионов меди в виде аммиаката дифференциально–фотометрическим методом	124
Лабораторная работа 31. Фотометрический метод определения хрома(VI) в растворе.....	127
Лабораторная работа 32. Фотометрический метод определения хрома(VI) в растворе методом добавок.....	131
Лабораторная работа 33. Фотометрический метод определения марганца (метод стандартов).....	134
Лабораторная работа 34. Фотометрический метод определения марганца (метод добавок).....	137
Лабораторная работа 35. Фотометрический метод определения содержания нитритов с использованием сульфаниловой кислоты.....	141
Лабораторная работа 36. Фотометрический метод определения суммарного содержания аммиака и ионов аммония с реактивом Несслера.....	145
Лабораторная работа 37. Фотометрическое определение дихромат- и перманганат-ионов при их совместном присутствии в растворе.....	149
Лабораторная работа 38. Определение концентрации меди(II) фотометрическим методом с предварительным концентрированием методом ионообменной хроматографии.....	153
Инструкции по работе с оборудованием.....	157
Приготовление некоторых реактивов.....	163
Список литературы.....	176

ПРЕДИСЛОВИЕ

При освоении образовательной программы среднего профессионального образования по специальности 18.02.12 «Технология аналитического контроля химических соединений» междисциплинарный курс «Выполнение работ по профессии «Лаборант химического анализа» относится к профессиональным модулям профессионального цикла.

Междисциплинарный курс имеет практическую направленность и межпредметные связи с дисциплинами «Аналитическая химия», «Метрология, стандартизация и сертификация» и профессиональными модулями ПМ.01 «Определение оптимальных средств и методов анализа природных и промышленных материалов», ПМ.02 «Проведение качественных и количественных анализов природных и промышленных материалов с применением химических и физико-химических методов анализа».

Выполнение лабораторных работ по химическому анализу является важнейшим этапом учебного процесса в целом, поскольку формирует как основы экспериментального исследования, так и многие практические навыки, из которых в дальнейшем складывается личность будущего специалиста. Выполнение лабораторных работ облегчает процесс формирования навыков исследовательской работы, способствует углублению, развитию и систематизации химических знаний, необходимых при решении практических вопросов разного уровня сложности в процессе профессиональной деятельности.

Основные задачи лабораторного практикума по междисциплинарному курсу «Выполнение работ по профессии «Лаборант химического анализа» определяются содержанием ФГОС СПО и направлены на формирование следующих профессиональных компетенций:

ПК.1.2 Выбирать оптимальные методы анализа.

ПК.1.3 Подготавливать реагенты, материалы и растворы, необходимые для анализа.

ПК.2.1 Обслуживать и эксплуатировать лабораторное оборудование,

испытательное оборудование и средства измерения химико-аналитических лабораторий.

ПК.2.2 Проводить качественный и количественный анализ неорганических и органических веществ химическими и физико-химическими методами.

ПК.2.3 Проводить метрологическую обработку результатов анализов.

В результате выполнения лабораторного практикума по профессиональному модулю обучающийся должен демонстрировать следующие результаты образования:

иметь практический опыт:

- подготовки и использования химической посуды, приборов и лабораторного оборудования и выполнения основных лабораторных операций;
- приготовления растворов и установления их концентрации различными способами;

уметь:

- организовывать рабочее место;
- производить подготовку химической посуды, реактивов, оборудования;
- производить отбор анализируемых проб и проводить их подготовку к анализам;
- готовить растворы различных концентраций;
- определять концентрации растворов;
- снимать показания приборов;
- выполнять основные аналитические операции;
- выполнять анализы в соответствии с нормативной документацией;

знать:

- классификацию, назначение и правила обращения с химической посудой;
- требования, предъявляемые к реактивам;
- правила подготовки к работе основного и вспомогательного оборудования;
- технику отбора проб и проведения анализа;

- способы выражения концентрации растворов;
- способы и технику приготовления растворов;
- способы и технику определения концентрации растворов;
- правила эксплуатации приборов и оборудования;
- контроль качества анализов, показатели качества продукции;
- методы обработки результатов анализа.

Настоящее учебное пособие включает 38 лабораторных работ, разработанных на основании государственных стандартов, по основным разделам количественного анализа, а также требования безопасной работы в химической лаборатории.

При выполнении экспериментальных заданий обучающиеся формируют навыки работы с лабораторной посудой, реактивами и оборудованием, методами химического исследования веществ, методиками проведения химического эксперимента, приобретают опыт обработки полученных данных, анализа результатов и построения выводов на их основе.

Для выполнения лабораторных работ обучающиеся должны владеть теоретическими знаниями в области аналитической химии, знать основополагающие принципы методов исследования, способы выражения состава растворов, основы метрологии. Поэтому при подготовке к каждому занятию необходимо самостоятельное изучение материала соответствующей темы лекционного курса и учебников по дисциплине.

Лабораторный практикум междисциплинарного курса «Выполнение работ по профессии «Лаборант химического анализа» может быть использован в дополнительном профессиональном образовании (в программах повышения квалификации и переподготовки) и профессиональной подготовке по профессиям.

ВВЕДЕНИЕ

Химический анализ – установление качественного и количественного состава вещества – осуществляется с помощью химических, физических и физико-химических методов. Химические методы основаны на химических реакциях. При анализе физическими методами изучают физические свойства веществ с использованием приборов. С помощью физико-химических методов изучают физические явления, протекающие при химических реакциях.

Цель изучения химического анализа – освоение современных методов анализа веществ и их применение для решения народно-хозяйственных задач. Химический анализ имеет практическое и научное значение. Успехи химии, биологии, биохимии, геохимии, минералогии и многих других наук в значительной степени определяются успехами химического анализа. Велика роль химического анализа в исследовании атмосферы, космических объектов, в поиске полезных ископаемых, создании полупроводниковой и лазерной техники. Современные методы анализа широко применяются в физиологии, микробиологии, медицине, агрохимии, сельском хозяйстве (анализ почв, удобрений, кормов, продуктов питания). Решение экологических проблем, охрана окружающей среды также невозможны без деятельности аналитиков. Без химического анализа нельзя себе представить многие производства – металлургию, нефтехимию, предприятия основной химии (получение кислот, щелочей, удобрений и др.), производство органических продуктов и красителей, полимеров, искусственного и синтетического волокна, строительных материалов, взрывчатых веществ, ПАВ, переработку жиров, производство лекарственных препаратов, бытовой химии, парфюмерии и т.д.

Современные методы анализа невозможны и без использования различных приборов и аппаратов, отвечающих духу времени. Все большее значение в последнее время приобретает применение компьютеров и математических методов в химическом анализе.

Тщательный и постоянный контроль производства и объектов окружающей среды основан на достижениях аналитической химии. В условиях

производства с помощью химических и инструментальных методов проводят:

- определение качества сырья;
- контроль процесса производства;
- определение качества выпускаемой продукции;
- анализ отходов производства с целью их утилизации;
- контроль состояния окружающей среды.
- санитарно-гигиенический контроль на производстве.

Именно химический контроль во многих случаях обеспечивает предотвращение аварий, наибольшую рентабельность производства, высокое качество выпускаемой продукции.

ПРАВИЛА ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ И ОХРАНЫ ТРУДА

1 Общие требования охраны труда.

Обучающиеся обязаны знать и выполнять требования охраны труда.

Виновные в нарушении требований безопасности по охране труда привлекаются к административной ответственности, если допущенные нарушения не влекут за собой более строгого наказания. Нарушение правил охраны труда и правил пожарной безопасности влечет за собой временное или полное отстранение от работы. Запрещается находиться в лаборатории посторонним лицам.

1.1 К выполнению лабораторных работ допускаются обучающиеся:

- прошедшие инструктаж по охране труда;
- имеющие необходимые навыки работы с реактивами, химической посудой, оборудованием;
- не имеющие противопоказаний к выполнению работ по состоянию здоровья.

1.2 Во время нахождения в лаборатории и в процессе выполнения лабораторных работ обучающиеся обязаны:

- строго соблюдать инструкции по охране труда и технике безопасности;
- соблюдать личную гигиену;
- выполнять только те работы, которые поручены;
- использовать оборудование, приборы и расходные материалы только по прямому назначению;
- содержать свое рабочее место в чистоте и порядке;
- принимать пищу в строго отведенных местах;
- использовать средства индивидуальной защиты (СИЗ): халат, защитные очки, шапочка, химически стойкие резиновые перчатки.

1.3 Обучающиеся для выполнения заданий самостоятельно используют инструменты, оборудование: химическая посуда мерная, химическая посуда общего назначения, химическая посуда специального назначения, термометр, штатив, весы аналитические, весы технические, электрические нагревательные

приборы, рефрактометр, спектрофотометр, рН-метр, магнитная мешалка.

1.4 При выполнении лабораторных работ на обучающихся могут воздействовать вредные и (или) опасные факторы.

Физические: режущие и колющие предметы, недостаточная освещенность рабочей зоны, горячие поверхности, электрическое напряжение, повышенная или пониженная температура воздуха рабочей зоны, повышенный уровень шума на рабочем месте.

Химические: агрессивные и токсические вещества, способные вызвать отравления и ожоги.

Психологические: чрезмерное напряжение внимания, усиленная нагрузка на зрение, постоянное использование СИЗ (очки, перчатки).

1.5 Для маркировки химических реактивов при наличии огнеопасных, ядовитых и взрывоопасных свойств используются обозначения в соответствии с ГОСТ 12.4.026-2015 «Система стандартов безопасности труда. Цвета сигнальные, знаки безопасности и разметка сигнальная». При этом на таре должна быть дополнительная (ниже основной) этикетка с надписью: «Огнеопасно» (красная), «Яд» (желтая), «Взрывоопасно» (голубая), «Беречь от воды» (зеленая).

Также для привлечения внимания используют следующие знаки:



Пожароопасно

Взрывоопасно

Пожароопасно

Едкое

Ядовитое

ЛВЖ

Окислитель

вещество

вещество

1.6 При несчастном случае пострадавший или очевидец несчастного случая обязан немедленно сообщить о случившемся преподавателю.

В лаборатории должна находиться аптечка первой помощи, укомплектованная изделиями медицинского назначения.

1.7 Ознакомление с правилами ОТ и ТБ регистрируется в журнале.

2 Требования безопасности перед началом работы.

Убедиться в исправности оборудования, приспособлений и инструментов, ограждений, сигнализации, блокировочных устройств и освещения, наличии на рабочем месте необходимых материалов, приборов в соответствии с рабочей инструкцией по данному рабочему месту или данному виду работ;

Надеть спецодежду, привести в готовность средства защиты;

Включить вентиляцию при проведении работ.

2.1 Надеть необходимые средства защиты, волосы должны быть убраны под головной убор, манжеты застегнуты.

2.2 Подготовить рабочее место:

- проверить исправность приборов на рабочем месте и наличие четких надписей на бутылках и склянках с реактивами;

- проверить наличие и целостность стеклянной посуды, бюреток, пипеток, исправность электроприборов и их заземление, состояние титровальных столов, достаточность реактивов и реагентов;

- проверить освещение рабочего места;

- включить вытяжную вентиляцию.

2.3 Изучить содержание и порядок проведения работы, а также безопасные приемы ее выполнения.

2.4 Изучить инструкции работы на приборах.

2.5 Запрещается приступать к выполнению работы при обнаружении неисправности инструмента или оборудования. О замеченных недостатках и неисправностях немедленно сообщить преподавателю и до устранения неполадок к выполнению работы не приступать.

3 Требования охраны труда во время работы.

3.1 При выполнении лабораторных работ необходимо:

- находиться на своих рабочих местах, все перемещения, не связанные с выполнением работ, запрещены;

- быть внимательным, не отвлекаться посторонними разговорами и делами, не отвлекать других обучающихся;

- соблюдать правила эксплуатации оборудования, механизмов и инструментов, не подвергать их механическим ударам, не допускать падений;
- поддерживать порядок и чистоту на рабочем месте;
- рабочий инструмент располагать таким образом, чтобы исключалась возможность его скатывания и падения;
- выполнять работу только исправным инструментом;
- работать с вредными, агрессивными и токсичными веществами только в вытяжном шкафу;
- слив отработанных реактивов производить в строго отведённое место;
- хранить жидкости только в исправной таре;
- пролитая жидкость должна быть немедленно убрана.

3.2 При работе с изделиями из стекла необходимо:

- использовать целую посуду, без трещин и загрязнений;
- для нагревания использовать термостойкую посуду;
- исключить применение физической силы при работе со стеклянными деталями;
- при переносе сосудов с горячей жидкостью пользоваться салфеткой или тканевыми перчатками.
- при мытье посуды щетками (ершами) следует направлять дно сосуда только от себя или вниз;
- осколки разбитой посуды убирать только с помощью щетки и совка, но ни в коем случае не руками;

3.3 При работе с нагревательными электроприборами необходимо:

- проверить плиту, розетку, шнур, вилку на наличие повреждений; не использовать поврежденное оборудование;
- использовать средства индивидуальной защиты от разбрызгивания и испарения жидкостей, выбросов, испарения токсичных или взрывоопасных газов;
- не прикасаться к нагревательной поверхности;
- не нагревать легковоспламеняющиеся и взрывоопасные вещества.

3.4 При работе с аналитическим оборудованием:

- проводить работы в соответствии с инструкцией к прибору;
- проводить работы только на исправном оборудовании, в случае обнаружения неисправностей сообщить преподавателю;
- использовать оборудование по назначению;
- содержать оборудование в чистоте.

3.5 Правила работы с кислотами и щелочами, аммиаком и их концентрированными растворами.

Концентрированные кислоты: серная, соляная, азотная, уксусная, концентрированный раствор аммиака, растворимые щелочи и их концентрированные растворы относятся к группе сильнодействующих веществ.

- при работе с этими веществами обязательно пользоваться очками и резиновыми перчатками;

- хранить концентрированные кислоты в небольших количествах в толстостенных сосудах объемом до 2 литров, с указанием на этикетке названия кислоты и ее концентрации;

- работать с кислотами и щелочами только на столах со специальным покрытием;

- растворы кислот и щелочей нельзя выливать в раковины;

- при разбавлении концентрированной кислоты следует вливать кислоту в воду порциями и слегка перемешивать;

- с концентрированными растворами аммиака работать следует только в вытяжном шкафу.

- при работе с гидроксидом натрия брать вещество только с помощью шпателя, разводить при перемешивании, беречь глаза и руки;

- при попадании гидроксида натрия на кожу рук, промыть водой и нейтрализовать 2 % раствором борной или уксусной кислоты;

- при попадании на руки кислоты, промыть большим количеством воды и обработать 2 % раствором соды.

4 Требования охраны труда по окончании работы.

По окончании работ необходимо:

- привести в безопасное состояние оборудование, приспособления, инструмент таким образом, чтобы не могло возникнуть движения их частей, и они не оставались в горячем состоянии;
- убрать рабочее место, приборы, приспособления, инструмент;
- отходы и мусор убрать в специально отведенное место;
- необходимо вымыть руки с мылом.

5. Требования охраны труда в аварийных ситуациях

5.1 При обнаружении неисправности в работе электрических устройств, находящихся под напряжением (повышенном их нагреве, появления искрения, запаха гари, задымления и т.д.), следует немедленно сообщить о случившемся преподавателю. Выполнение работы продолжить только после устранения возникшей неисправности.

5.2 В случае возникновения у обучающегося плохого самочувствия или получения травмы сообщить об этом преподавателю.

5.3 При поражении электрическим током немедленно отключить электросеть, оказать первую помощь (самопомощь) пострадавшему, сообщить преподавателю, при необходимости обратиться к врачу.

5.4 При несчастном случае или внезапном заболевании необходимо в первую очередь отключить питание электрооборудования, сообщить о случившемся преподавателю, принять мероприятия по оказанию первой помощи пострадавшим, вызвать скорую медицинскую помощь, при необходимости отправить пострадавшего в ближайшее лечебное учреждение.

5.5 При возникновении пожара необходимо немедленно оповестить преподавателя. При последующем развитии событий следует руководствоваться указаниями преподавателя. Приложить усилия для исключения состояния страха и паники.

При обнаружении очага возгорания в лаборатории необходимо любым возможным способом постараться загасить пламя в начальный момент с обязательным соблюдением мер личной безопасности.

При возгорании одежды попытаться сбросить ее. Если это сделать не удастся, упасть на пол и, перекатываясь, сбить пламя; необходимо накрыть горящую одежду куском плотной ткани, облиться водой, запрещается бежать – бег только усилит интенсивность горения.

В загоревшемся помещении не следует дожидаться, пока приблизится пламя. Основная опасность пожара для человека – дым. При наступлении признаков удушья лечь на пол и как можно быстрее ползти в сторону эвакуационного выхода.

5.6 При обнаружении взрывоопасного или подозрительного предмета не подходите близко к нему, предупредите о возможной опасности преподавателя или обслуживающий персонал.

При происшествии взрыва необходимо действовать по указанию преподавателя, при передвижении соблюдайте осторожность, не трогайте поврежденные конструкции, оголившиеся электрические провода. В разрушенном или поврежденном помещении не следует пользоваться открытым огнем (спичками, зажигалками и т.п.).

ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРОВ

Лабораторная работа 1

Приготовление растворов заданных концентраций

Оборудование на рабочую группу: аналитические весы, теххимические весы, набор ареометров, мерный цилиндр емкостью 100 мл, пустые склянки для растворов, стеклянные палочки, шпатели, резиновые груши, пипетки, пипетки Пастера, промывалки, фильтры.

Оборудование на рабочее место:

Наименование	Количество	Наименование	Количество
мерная колба 50 мл	1	стакан 50 мл	1
мерная колба 100 мл	1	стакан 100 мл	1
мерный цилиндр 50 мл	1	стакан 250 мл	1
мерный цилиндр 100 мл	1	бюкс	1
воронка	1		

Реактивы: кислота серная концентрированная х.ч., карбонат натрия х.ч., сульфат меди пятиводный х.ч., дистиллированная вода.

Задание

1. Выполнить расчеты по предложенным вариантам.
2. Подготовить рабочее место.
3. Приготовить растворы указанных концентраций по заданию преподавателя.
4. Полученные растворы предоставить преподавателю на проверку, а затем слить в специально отведенные емкости.

Вариант № 1.

- а) Приготовить 100,0 г 5 % раствора карбоната натрия Na_2CO_3 .
- б) Приготовить 100,0 г 5 % раствора сульфата меди CuSO_4 из кристаллогидрата.
- в) Приготовить 50,0 мл 1 М раствора карбоната натрия Na_2CO_3 из твердой соли.
- г) Приготовить 100,0 мл 1 н раствора серной кислоты H_2SO_4 из концентрированного раствора.

Вариант № 2.

а) Приготовить 90,0 г 5 % раствора карбоната натрия Na_2CO_3 .

б) Приготовить 90,0 г 5 % раствора сульфата меди CuSO_4 из кристаллогидрата.

в) Приготовить 100,0 мл 1 М раствора карбоната натрия Na_2CO_3 из твердой соли.

г) Приготовить 50,0 мл 1 н раствора серной кислоты H_2SO_4 из концентрированного раствора.

Вариант № 3.

а) Приготовить 80,0 г 5 % раствора карбоната натрия Na_2CO_3 .

б) Приготовить 80,0 г 5 % раствора сульфата меди CuSO_4 из кристаллогидрата.

в) Приготовить 50,0 мл 2 н раствора карбоната натрия Na_2CO_3 из твердой соли.

г) Приготовить 100,0 мл 0,5 М раствора серной кислоты H_2SO_4 из концентрированного раствора.

Вариант № 4.

а) Приготовить 75,0 г 5 % раствора карбоната натрия Na_2CO_3 .

б) Приготовить 75,0 г 5 % раствора сульфата меди CuSO_4 из кристаллогидрата.

в) Приготовить 100,0 мл 2 н раствора карбоната натрия Na_2CO_3 из твердой соли.

г) Приготовить 50,0 мл 0,5 М раствора серной кислоты H_2SO_4 из концентрированного раствора.

Вариант № 5.

а) Приготовить 60,0 г 5 % раствора карбоната натрия Na_2CO_3 .

б) Приготовить 60,0 г 5 % раствора сульфата меди CuSO_4 из кристаллогидрата.

в) Приготовить 50,0 мл 2 н раствора карбоната натрия Na_2CO_3 из твердой соли.

г) Приготовить 100,0 мл 0,5 М раствора серной кислоты H_2SO_4 из концентрированного раствора.

Вариант № 6.

а) Приготовить 65,0 г 5 % раствора карбоната натрия Na_2CO_3 .

б) Приготовить 65,0 г 5 % раствора сульфата меди $CuSO_4$ из кристаллогидрата.

в) Приготовить 100,0 мл 1 М раствора карбоната натрия Na_2CO_3 из твердой соли.

г) Приготовить 50,0 мл 1 н раствора серной кислоты H_2SO_4 из концентрированного раствора.

КАЛИБРОВКА МЕРНОЙ ПОСУДЫ

Лабораторная работа 2

Калибровка мерной посуды

ГОСТ 25794.1-83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

Оборудование на рабочую группу: аналитические весы, штативы лабораторные с держателями для бюретки, резиновые груши, пипетки Пастера, фильтры, термометр.

Оборудование на рабочее место:

Наименование	Количество	Наименование	Количество
мерная колба 50 мл	1	стакан 250 мл	1
пипетка Мора 25 мл	1	стакан 100 мл	3
пипетка градуированная 10 мл	1	стакан 50 мл	4
бюретка 25 мл	1	воронка	1

Реактивы: дистиллированная вода.

Задание

1. Подготовить рабочее место.
2. Провести калибровку пипетки градуированной на 10,0 мл, пипетки Мора на 25,0 мл, мерной колбы на 50,0 мл, бюретки на 25,0 мл.

3. Провести обработку полученных результатов.
4. Сделать вывод о соответствии полученных результатов требованиям нормативных документов.
5. Все расчеты и результаты представить в виде протокола.

Сущность метода

Определение вместимости мерной посуды заключается в определении массы воды, вылитой из нее при данной температуре и атмосферном давлении (пипетки, бюретки) или заливаемой в нее (мерные колбы). Калибровку мерной посуды проводят при температуре 20 °С. Пипетки и бюретки можно не сушить, а мерные колбы сушат в сушильном шкафу.

Для калибровки применяют дистиллированную воду. Посуду и воду, предназначенную для ее заполнения, предварительно выдерживают не менее 1 часа в лаборатории, чтобы они приняли комнатную температуру. Температуру воды измеряют термометром с погрешностью не более 0,5 °С.

Проведение анализа

Калибровка пипетки Мора объемом 25,0 мл

Чистую пипетку, находящуюся в вертикальном положении, заполняют дистиллированной водой на несколько миллиметров выше риски. Верхнее отверстие закрывают указательным пальцем. Наполненную пипетку приподнимают над водой и, удерживая вертикально, устанавливают отметку на уровне глаз так, чтобы круговая линия отметки казалась прямой. Сверху пипетку протирают фильтровальной бумагой. Затем слегка приподнимают палец, закрывающий верхнее отверстие, избыток воды медленно сливают из пипетки до тех пор, пока нижний край мениска не коснется отметки. Если при этом на кончике пипетки появится капля, ее снимают, касаясь кончиком пипетки стенки сосуда. После этого жидкость сливают в другой, предварительно взвешенный стакан. Стакан держат слегка наклонно так, чтобы сливной кончик находился в контакте с внутренней стенкой сосуда, но без движения их относительно друг друга в течение слива и периода ожидания. Движение сливного кончика относительно стенки стакана не допускается.

Выдерживают 3 с, после чего пипетку извлекают из стеклянного стакана. Стакан с водой взвешивают. Массу воды в пипетке определяют по разнице результатов взвешивания стакана с водой и пустого стакана с точностью до четвертого десятичного знака. Не выливая воду из стакана, сливают в него снова наполненную пипетку и взвешивают. Определение проводят три раза. Значения масс воды, полученные в трех параллельных определениях не должны различаться более, чем на 0,0100 г – для пипетки вместимостью 10,0 мл; более чем на 0,0200 г для пипетки вместимостью 20,0 мл, и т.д.

Рассчитывают объем пипетки с использованием данных таблицы 1. За результат определения берут среднее арифметическое трех измерений. Результат округляют до второго десятичного знака.

Делают вывод о соответствии вместимости пипетки значениям допускаемой погрешности согласно ГОСТ 29169-91 «Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой». Пределы допускаемой погрешности номинальной вместимости пипеток не должны превышать значений, указанных в таблице 2.

Таблица 1 – Приведение объема воды к объему, занимаемому ей при 20 °С

Температура воды и воздуха, °С	Масса 1 л воды при 20 °С, г	Температура воды и воздуха, °С	Масса 1 л воды при 20 °С, г
18	997,510	25	996,164
19	997,349	26	995,930
20	997,177	27	995,689
21	996,995	28	995,438
22	996,802	29	995,177
23	996,599	30	994,908
24	996,386		

Таблица 2 – Допускаемые погрешности номинальной вместимости пипеток

Вместимость, мл	Допускаемая погрешность, мл, для градуированных пипеток	Допускаемая погрешность, мл, для пипеток Мора
1	± 0,01	± 0,015
2	± 0,02	± 0,02
5	± 0,05	± 0,03
10	± 0,1	± 0,04
20		± 0,06
25		± 0,06
50		± 0,1
100		± 0,15

Калибровка градуированной пипетки объемом 10,0 мл

Вместимость, соответствующую любой отметке шкалы пипетки, определяют объемом воды при 20 °С в миллилитрах или кубических сантиметрах, сливаемой от любой отметки до сливного кончика. Слив должен происходить свободно до установки мениска в сливном кончике перед удалением пипетки из стеклянного сосуда.

Чистую пипетку, находящуюся в вертикальном положении, заполняют дистиллированной водой на несколько миллиметров выше градуированной отметки. Верхнее отверстие закрывают указательным пальцем. Наполненную пипетку приподнимают над водой и, удерживая вертикально, устанавливают нижний мениск на требуемой отметке. Капли, оставшиеся на сливном кончике пипетки, удаляют касанием сливного кончика стенки стеклянного сосуда. После этого жидкость сливают в другой, предварительно взвешенный стакан. Стакан держат слегка наклонно так, чтобы сливной кончик находился в контакте с внутренней стенкой сосуда, но без движения их относительно друг друга в течение слива и периода ожидания. Движение сливного кончика относительно стенки стакана не допускается. Выдерживают 3 с, после чего пипетку извлекают из стеклянного стакана. Стакан с водой взвешивают. Массу воды в пипетке определяют по разнице результатов взвешивания стакана с водой и пустого стакана с точностью до четвертого десятичного знака. Не выливая воду из стакана, сливают в него снова наполненную пипетку и взвешивают. Определение проводят три раза. Значения масс воды, полученные в трех параллельных определениях не должны различаться более, чем на 0,0100 г для пипетки вместимостью 10,0 мл; более чем на 0,0200 г для пипетки вместимостью 20,0 мл, и т.д.

Рассчитывают объем пипетки с использованием данных таблицы 1. За результат определения берут среднее арифметическое трех измерений. Результат округляют до второго десятичного знака.

Делают вывод о соответствии вместимости пипетки значениям допускаемой погрешности согласно ГОСТ 29227-91 «Посуда лабораторная

стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования». Пределы допускаемой погрешности номинальной вместимости пипеток не должны превышать значений, указанных в таблице 2.

Калибровка мерной колбы на 50,0 мл

Сухую мерную колбу помещают на чашку весов и взвешивают. Затем наполняют колбу дистиллированной водой до метки. Окончательную установку уровня воды в колбе до метки проводят прибавлением (или удалением) нескольких капель воды при помощи пипетки Пастера так, чтобы нижний край мениска воды касался верхнего края метки на колбе. Колбу с водой взвешивают повторно. Массу воды в колбе определяют по разнице результатов взвешивания колбы с водой и пустой колбы с точностью до четвертого десятичного знака. Определение проводят три раза. Значения масс воды, полученные в трех параллельных определениях не должны различаться более, чем на 0,0500 г для колбы вместимостью 50,0 мл; более чем на 0,1000 г для колбы вместимостью 100,0 мл, и т.д.

Рассчитывают объем колбы с использованием данных таблицы 1. За результат определения берут среднее арифметическое трех измерений. Результат округляют до второго десятичного знака.

Делают вывод о соответствии вместимости колбы значениям допускаемой погрешности согласно ГОСТ 1770-74 «Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия». Пределы допускаемой погрешности номинальной вместимости колб не должны превышать значений, указанных в таблице 3.

Таблица 3 – Допускаемые погрешности номинальной вместимости мерных колб при температуре 20 °С

Номинальная вместимость, мл	Допустимая погрешность, мл	Номинальная вместимость, мл	Допустимая погрешность, мл
5	± 0,05	250	± 0,30
10	± 0,05	300	± 0,40
25	± 0,08	500	± 0,50
50	± 0,12	1000	± 0,80
100	± 0,20	2000	± 1,20
200	± 0,30		

Калибровка бюретки на 25,0 мл

Калибровку бюретки вместимостью 25,0 и 50,0 мл проводят через 5,0 мл, вместимостью 10,0 мл – через 1,0 мл.

Для калибровки бюретку устанавливают в вертикальном положении, заполняют водой выше верхней отметки (нулевое деление), предварительно наполнив носик бюретки выше крана (следя за тем, чтобы не было пузырьков воздуха). Устанавливают уровень воды на нулевом делении так, чтобы нижний край мениска касался нулевой отметки, удаляют висящую на кончике бюретки каплю. Под бюретку устанавливают предварительно взвешенный стаканчик и сливают определенный объем воды со скоростью около 10 мл/мин. Бюретку калибруют, взвешивая воду с интервалом 5,0 мл, всегда начиная от нуля: 0,0–5,0 мл, 0,0–10,0 мл и т.д. Взвешивают воду в стакане на аналитических весах. По разности результатов взвешиваний определяют массу воды, отмеренной в бюретке между делениями при данной температуре. Калибровку проводят для всех интервалов, начиная от нулевой отметки, как указано выше. Делают не менее трех измерений для каждого интервала и вычисляют среднее арифметическое значение. Рассчитывают объем каждого интервала объема бюретки с использованием данных таблицы 1. Результат округляют до второго десятичного знака.

Полученные результаты записывают в виде таблицы 4. Рассчитывают поправку объема бюретки (мл) для каждого интервала. Для получения истинного объема, отмеренного по бюретке, к номинальной вместимости прибавляют (или вычитают, в зависимости от ее знака) найденную поправку.

Таблица 4 – Результаты проверки калибровки бюретки

Интервал, мл	Средняя масса воды, г	Ожидаемая масса воды при 20 °С, г	Фактический объем при 20 °С, мл,	Поправка, ±мл
0,00–5,00		4,9859		
0,00–10,00		9,9718		
0,00–15,00		14,9577		
0,00–20,00		19,9435		
0,00–25,00		24,9294		

Делают вывод о соответствии вместимости бюретки значениям

допускаемой погрешности согласно ГОСТ 29251-91 «Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования». Пределы допускаемой погрешности номинальной вместимости бюреток при температуре 20 °С не должны превышать значений, указанных в таблице 5. Пределы погрешностей означают максимально допускаемую разность погрешностей между двумя любыми точками шкалы.

Таблица 5 – Допускаемые погрешности номинальной вместимости бюреток

Номинальная вместимость, мл	Цена наименьшего деления, мл	Предел погрешности, мл
5	0,02	± 0,02
10	0,05	± 0,05
25	0,1	± 0,1
50	0,1	± 0,1

ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

Лабораторная работа 3

Приготовление титрованного раствора соляной кислоты

ГОСТ 25794.1-83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

Оборудование на рабочую группу: аналитические весы, плитка электрическая, штативы лабораторные с держателями для бюретки, резиновые груши, пипетки градуированные, пипетки Пастера, промывалки, шпатели, фильтры, термометр.

Оборудование на рабочее место:

Наименование	Количество	Наименование	Количество
мерная колба 100 мл	2	стакан 250 мл	1
коническая колба 100 мл	3	стакан 100 мл	4
бюретка 25 мл	1	воронка	2
бюкс	1		

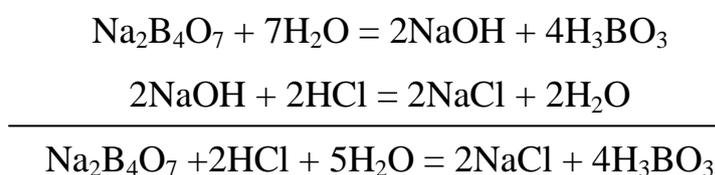
Реактивы: соляная кислота концентрированная х.ч., тетраборат натрия десятиводный х.ч., метиловый оранжевый (индикатор) раствор 0,1 %, дистиллированная вода.

Задание

1. Подготовить рабочее место.
2. Приготовить 0,1 н раствор соляной кислоты приближенной концентрации.
3. Приготовить 0,1000 н раствор тетрабората натрия по точной навеске.
4. Провести стандартизацию соляной кислоты по тетраборату натрия.
5. Рассчитать коэффициент поправки к концентрации соляной кислоты, определить приемлемость результата.
6. Рассчитать точную концентрацию соляной кислоты.
7. Все расчеты и результаты представить в виде протокола.

Сущность метода

Соляная кислота относится к числу реактивов, из которых нельзя приготовить раствор по точной навеске. Поэтому сначала готовят раствор приближенной концентрации, а затем его стандартизируют. Точную концентрацию раствора соляной кислоты устанавливают прямым титрованием раствора тетрабората натрия. В основе процесса стандартизации лежит реакция:



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

Проведение анализа

1) Приготовление 0,1 н раствора соляной кислоты

Определяют объем концентрированного раствора соляной кислоты, необходимый для приготовления 100,0 мл 0,1 н раствора HCl:

$$V = \frac{C_э \cdot M_э \cdot V_к \cdot 100}{\omega \cdot \rho} \text{ мл}$$

где $M_э(\text{HCl}) = 36,5$ г/моль,

$C_э$ – эквивалентная концентрация,

V_K – объем колбы,

ω – массовая доля соляной кислоты в концентрированном растворе, 36 %,

ρ – плотность концентрированного раствора соляной кислоты, 1,18 г/мл.

В мерную колбу на 100,0 мл наливают 30–40 мл дистиллированной воды, добавляют отмеренный пипеткой рассчитанный объем концентрированной соляной кислоты, перемешивают и доливают дистиллированной водой до метки.

2) Приготовление стандартного раствора тетрабората натрия

Раствор тетрабората натрия, $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, с концентрацией $C_Э = 0,1000$ н готовят по точной навеске, рассчитанной по формуле:

$$m(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = C_Э \cdot M_Э \cdot V$$

где $M_Э$ – молярная масса эквивалента, 190,68 г/моль.

Рассчитанную навеску тетрабората натрия взвешивают на аналитических весах в бюксе и высыпают ее через сухую воронку в мерную колбу на 100,0 мл. В колбу наливают 30–40 мл горячей дистиллированной воды и перемешивают содержимое до полного растворения соли. Раствор остужают до комнатной температуры и доливают дистиллированной водой до метки.

3) Стандартизация раствора соляной кислоты по тетраборату натрия

В коническую колбу на 100 мл переносят пипеткой точно 10,0 мл раствора тетрабората натрия, добавляют 1–2 капли метилового оранжевого и титруют из бюретки раствором соляной кислоты до перехода желтой окраски в розовато-оранжевую. Определяют объем кислоты, пошедший на титрование. Титрование повторяют три раза, каждый раз доводя уровень кислоты в бюретке до нулевой отметки.

Обработка результатов

Коэффициент поправки вычисляют по каждому титрованию с точностью до четвертого знака по формуле:

$$K = \frac{10}{V},$$

где V – объем раствора соляной кислоты, пошедший на титрование, мл.

Расхождение между коэффициентами не должно превышать 0,001. Из вычисленных значений коэффициентов берут среднее арифметическое. Это значение коэффициента поправки должно быть равным $1,0000 \pm 0,0300$.

Точную молярную концентрацию эквивалента C моль/л вычисляют по формуле:

$$C = C1 \cdot K$$

где C – молярная концентрация эквивалента соляной кислоты, моль/л,

$C1$ – заданная молярная концентрация эквивалента соляной кислоты, моль/л,

K – коэффициент поправки.

Молярная концентрация эквивалента вещества в растворе выражается с точностью до четвертого знака после запятой.

Лабораторная работа 4

Определение массовой доли моногидрата в серной кислоте

ГОСТ 2184-2013 Кислота серная техническая

Оборудование на рабочую группу: аналитические весы, плитка электрическая, штативы лабораторные с держателями для бюретки, резиновые груши, пипетки градуированные, пипетки Пастера, промывалки, шпатели, фильтры, термометр.

Оборудование на рабочее место:

Наименование	Количество	Наименование	Количество
мерная колба 100 мл	2	стакан 250 мл	2
коническая колба 250 мл	5	стакан 100 мл	4
бюретка 25 мл	1	воронка	2
бюкс	3	цилиндр мерный 50 мл	1
бюкс с крышкой	2		

Реактивы: концентрированная серная кислота х.ч., фенолфталеин (индикатор) спиртовой раствор 0,1 %, метиловый красный (индикатор) спиртовой раствор 0,1 %, кислота щавелевая х.ч., натрия гидроксид 0,5 н, дистиллированная вода.

Задание

1. Подготовить рабочее место.
2. Установить коэффициент поправки раствора гидроксида натрия.
3. Провести анализ серной кислоты.
4. Провести обработку результатов анализа, определить приемлемость.
5. Все расчеты и результаты представить в виде протокола.

Сущность метода

Метод измерений – титриметрический, основан на нейтрализации серной кислоты раствором гидроксида натрия в присутствии индикатора метилового красного.

Подготовка к анализу

1) Установление коэффициента поправки раствора гидроксида натрия $C(\text{NaOH}) = 0,5$ моль/л (0,5 н).

1 г щавелевой кислоты взвешивают, результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака, помещают в коническую колбу, растворяют в 50,0 мл воды, не содержащей углекислоту, и нагревают до 60–70 °С. Содержимое колбы титруют в горячем состоянии раствором гидроксида натрия в присутствии 2 капель фенолфталеина до розового окрашивания, не исчезающего в течение 50–60 с.

Коэффициент поправки (К) раствора гидроксида натрия вычисляют по формуле:

$$K = \frac{m}{V \cdot a'}$$

где V – объем раствора гидроксида натрия, израсходованного на титрование, мл,

m – навеска установочного вещества, г,

a – масса установочного вещества, соответствующая 1 мл раствора гидроксида натрия $C(\text{NaOH}) = 0,5$ моль/л, г,

$a = 0,03152$ г для щавелевой кислоты.

Коэффициент поправки вычисляют с точностью до четвертого десятичного

знака по каждой из трех навесок установочного вещества. Расхождение между максимальным и минимальным значениями коэффициента не должно превышать 0,001. Из вычисленных значений берут среднее арифметическое значение, которое должно быть равно $1,0000 \pm 0,0300$.

Проведение анализа

Анализ проводят с использованием двух параллельных навесок.

В бюксе взвешивают 0,7–1,0 г пробы серной кислоты, результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака, переносят в коническую колбу на 250 мл, с помощью 50,0 мл воды, нейтральной по метиловому красному, и титруют раствором гидроксида натрия в присутствии метилового красного до перехода красной окраски в желтую.

Обработка результатов

Массовую долю моногидрата X в серной кислоте, %, вычисляют по формуле:

$$X = \frac{V \cdot K \cdot 0,02452 \cdot 100}{m},$$

где V – объем раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование, мл,

K – коэффициент поправки гидроксида натрия,

0,02452 – масса серной кислоты, соответствующая 1 мл раствора гидроксида натрия молярной концентрации эквивалента 0,5 моль/л, г,

m – навеска анализируемой кислоты, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений, абсолютное допускаемое расхождение между которыми при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должно превышать значение предела повторяемости $r = 0,25$. Результат округляют до первого десятичного знака.

Лабораторная работа 5

Определение гидроксида и карбоната натрия при совместном присутствии методом пипетирования

Оборудование на рабочую группу: аналитические весы, штативы лабораторные с держателями для бюретки, резиновые груши, пипетки градуированные, пипетки Пастера, промывалки, шпатели.

Оборудование на рабочее место:

Наименование	Количество	Наименование	Количество
мерная колба 100 мл	1	стакан 250 мл	2
коническая колба 100 мл	3	стакан 100 мл	5
бюретка 25 мл	1	пипетка Мора 20 мл	1
бюкс	1	воронка	2

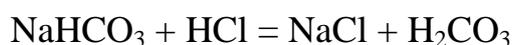
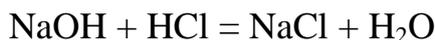
Реактивы: соляная кислота 0,1000 н из фиксанала, фенолфталеин (индикатор) спиртовой раствор 0,1 %, метиловый оранжевый (индикатор) раствор 0,1 %, анализируемая смесь, дистиллированная вода.

Задание

1. Подготовить рабочее место.
2. Приготовить анализируемый раствор по точной навеске.
3. Провести анализ раствора с применением двухступенчатого титрования раствором соляной кислоты.
4. Провести обработку результатов анализа.
5. Все расчеты и результаты представить в виде протокола.

Сущность метода

При взаимодействии сильной кислоты со смесью гидроксида и карбоната натрия происходят три реакции:



Первые две реакции протекают практически одновременно и завершаются при $\text{pH} = 8,34$. В этот момент в растворе присутствуют хлорид натрия и гидрокарбонат натрия. При дальнейшем титровании раствора соляной кислотой

происходит нейтрализация гидрокарбоната и в точке эквивалентности $pH = 3,65$. Первому значению pH соответствует изменение окраски фенолфталеина, второму – метилоранжа. Двухступенчатое титрование раствором кислоты с применением двух индикаторов лежит в основе титриметрического анализа смеси гидроксида и карбоната натрия.

Подготовка к анализу

1) Приготовление анализируемого раствора.

Навеску анализируемой смеси гидроксида натрия и карбоната натрия массой 1 г взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака, переносят в мерную колбу на 100,0 мл, растворяют в 30–40 мл дистиллированной воды и, при перемешивании, доводят дистиллированной водой до метки.

Проведение анализа

В колбу для титрования помещают аликвоту анализируемого раствора объемом 20,0 мл, добавляют фенолфталеин до появления интенсивной розовой окраски, титруют раствором кислоты до исчезновения окраски от одной капли кислоты и делают отсчет по бюретке (V_1). Затем добавляют к раствору в колбе метилоранж до желтой окраски, продолжают титровать до оранжевой окраски и делают второй отсчет по бюретке (V_2). Определение проводят три раза. Расхождения между значениями объемов не должны превышать 0,10 мл.

Обработка результатов

Содержание карбоната и гидроксида натрия (г) рассчитывают по формулам:

$$m(Na_2CO_3) = \frac{C(HCl) \cdot 2(V_2 - V_1) \cdot M_3(Na_2CO_3) \cdot V_K}{V_{al} \cdot 1000}$$

$$m(NaOH) = \frac{C(HCl) \cdot (2V_2 - V_1) \cdot M_3(NaOH) \cdot V_K}{V_{al} \cdot 1000}$$

где $C(HCl)$ – молярная концентрация эквивалента соляной кислоты, 0,1000 н,
 $M_3(Na_2CO_3)$ – молярная масса эквивалента карбоната натрия, г/моль,
 $M_3(NaOH)$ – молярная масса эквивалента гидроксида натрия, г/моль,
 V_K – объем мерной колбы, мл,

V_{al} – объем аликвоты, мл,

V_1 – объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование в присутствии фенолфталеина мл,

V_2 – объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование в присутствии метилового оранжевого мл.

За результат анализа принимают среднее арифметическое трех параллельных определений. Результат округляют до второго десятичного знака.

Лабораторная работа 6

Комплексонометрический метод определения общей жесткости воды

ГОСТ 31954–2012 Вода питьевая. Методы определения жесткости

Оборудование на рабочую группу: теххимические весы, плитка электрическая, штативы лабораторные с держателями для бюретки, резиновые груши, пипетки градуированные, пипетки Пастера, промывалки, шпатели, фильтры, термометр.

Оборудование на рабочее место:

Наименование	Количество	Наименование	Количество
мерная колба 200 мл	1	стакан 250 мл	2
мерная колба 50 мл	1	стакан 100 мл	5
коническая колба 250 мл	4	пипетка Мора 100 мл	1
бюретка 25 мл	1	воронка	3
бюкс	2	цилиндр мерный 100 мл	1

Реактивы: аммиак водный раствор 25 %, аммоний хлористый х.ч., соль ЭДТА (трилон Б) х.ч., магний серноокислый 25 ммоль/л из фиксаля, эриохром черный индикаторная смесь, анализируемый раствор жесткой воды, дистиллированная вода.

Задание

1. Подготовить рабочее место.
2. Установить коэффициент поправки раствора трилона Б.
3. Определить жесткость пробы воды, представленной для анализа.
4. Провести обработку результатов анализа, определить приемлемость.

5. Все расчеты и результаты представить в виде протокола.

Сущность метода

Метод основан на образовании комплексных соединений трилона Б с ионами щелочноземельных элементов. Определение проводят титрованием пробы раствором трилона Б при $pH = 10,0$ в присутствии индикатора. Наименьшая определяемая жесткость воды $0,1$ °Ж.

Подготовка к анализу

1) Приготовление буферного раствора с $pH 10 \pm 0,1$.

Для приготовления $500,0$ мл буферного раствора в мерную колбу вместимостью $500,0$ мл помещают $10,0$ г хлорида аммония, добавляют $100,0$ мл дистиллированной воды для его растворения и $50,0$ мл 25 % водного аммиака, тщательно перемешивают и доводят до метки дистиллированной водой.

2) Приготовление раствора трилона Б молярной концентрации 25 ммоль/л.

В мерную колбу вместимостью 1 л помещают $9,31$ г трилона Б и растворяют в теплой дистиллированной воде ($40-60$ °С), после охлаждения раствора до комнатной температуры доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

3) Установление поправочного коэффициента раствора трилона Б.

Для установки коэффициента поправки раствора трилона Б используют раствор соли магния молярной концентрации точно 25 ммоль/л, приготовленный из фиксанала.

В коническую колбу на 250 мл вносят $10,0$ мл раствора сернокислого магния молярной концентрации 25 ммоль/л, прибавляют $90,0$ мл дистиллированной воды, $5,0$ мл буферного раствора. К раствору прибавляют около $0,1$ г сухой смеси индикатора эриохром. Раствор перемешивают и сразу титруют раствором трилона Б до перехода окраски из винно-красной (фиолетово-красной) в синюю (с зеленоватым оттенком). Титрование проводят 2 раза.

Раствор трилона Б в начале титрования добавляют довольно быстро при

постоянном перемешивании. Затем, когда цвет раствора начинает меняться, раствор трилона Б добавляют медленно. Эквивалентной точки достигают при изменении окрашивания, когда цвет раствора перестает меняться при добавлении капли раствора трилона Б.

За результат принимают среднее арифметическое значение результатов не менее двух определений. Коэффициент поправки К для раствора трилона Б вычисляют с точностью до четвертого десятичного знака по формуле:

$$K = \frac{10}{V}$$

где V – средний объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, мл.

Коэффициент поправки титрованных растворов должен быть в пределах $1,0000 \pm 0,0300$.

Проведение анализа

Выполняют два параллельных определения.

В коническую колбу вместимостью 250 мл помещают пробу анализируемой воды объемом 100,0 мл, 5,0 мл буферного раствора, около 0,1 г сухой смеси индикатора и титруют раствором трилона Б, как при установлении поправочного коэффициента.

Вторую пробу быстро титруют раствором трилона Б, которого добавляют на 0,5 мл меньше, чем пошло на первое титрование, затем быстро и тщательно перемешивают и дотитровывают медленно, достигая эквивалентной точки при изменении цвета раствора при добавлении капли раствора трилона Б.

Обработка результатов

Жесткость воды Ж, °Ж, рассчитывают по формуле:

$$Ж = \frac{M \cdot F \cdot K \cdot V_{\text{ТР}}}{V_{\text{ПР}}}$$

где M – коэффициент пересчета, равный $2C_{\text{ТР}}$,

где $C_{\text{ТР}}$ – концентрация раствора трилона Б ммоль/л (как правило $M = 50$),

F – множитель разбавления исходной пробы воды (как правило $F = 1$),

K – коэффициент поправки к концентрации раствора трилона Б,

$V_{\text{ТР}}$ – объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, мл

$V_{\text{ПР}}$ – объем пробы воды, взятой для анализа, мл.

Приемлемость результатов определений оценивают исходя из условия:

$$|Ж_1 - Ж_2| \leq r$$

где r – предел повторяемости (см. таблицу 6);

$Ж_1$ и $Ж_2$ – результаты параллельных определений, °Ж.

За результат измерения принимают среднее арифметическое значение результатов двух определений.

Таблица 6 – Метрологические характеристики

Диапазон измерений жесткости Ж, °Ж	Показатель точности (границы интервала, в котором погрешность находится с доверительной вероятностью $P = 0,95$), $\pm \Delta$, °Ж	Предел повторяемости r , °Ж	Предел воспроизводимости R , °Ж
От 0,1 до 0,4 включительно	0,05	0,05	0,07
Свыше 0,4	$0,15 \cdot Ж$	$0,1 \cdot Ж$	$0,21 \cdot Ж$

Результат измерений может быть представлен в виде:

$$Ж \pm \Delta$$

где $Ж$ – значение жесткости воды, °Ж,

Δ – границы интервала, в котором погрешность определения жесткости воды находится с доверительной вероятностью $P = 0,95$ (таблица 6).

Лабораторная работа 7

Комплексонометрический метод определения содержания магния

ГОСТ 10398–2016 Комплексонометрический метод определения

содержания основного вещества

Оборудование на рабочую группу: теххимические весы, аналитические весы, плитка электрическая, штативы лабораторные с держателями для бюретки, резиновые груши, пипетки градуированные, пипетки Пастера, промывалки, шпатели, фильтры, термометр.

Оборудование на рабочее место:

Наименование	Количество	Наименование	Количество
мерная колба 200 мл	1	стакан 250 мл	2
мерная колба 50 мл	1	стакан 100 мл	5
коническая колба 250 мл	5	пипетка Мора 25 мл	1
бюретка 25 мл	1	воронка	3
бюкс	5	цилиндр мерный 100 мл	1

Реактивы: аммиак водный раствор 25 %, аммоний хлористый х.ч., соль ЭДТА х.ч., магний сернокислый 0,0500 моль/л из фиксаля, эриохром черный индикаторная смесь, магний сернокислый семиводный х.ч., дистиллированная вода.

Задание

1. Подготовить рабочее место.
2. Установить коэффициент поправки раствора трилона Б.
3. Определить содержание магния в сульфате магния семиводном.
4. Провести обработку результатов анализа, определить приемлемость.
5. Все расчеты и результаты представить в виде протокола.

Сущность метода

Метод основан на образовании малодиссоциированных комплексных соединений катионов с ЭДТА. При этом различные элементы, независимо от валентности, реагируют с ЭДТА в молярном соотношении 1:1. Эквивалентную точку при титровании определяют с помощью индикатора.

Общие требования

При определении соединений с неопределенным составом (некоторые гидроксиды, кристаллогидраты, основные карбонаты), когда нормируется массовая доля части определяемого соединения или металла (катиона), массу навески (m) в граммах вычисляют по формуле:

$$m = \frac{A \cdot C \cdot V \cdot 100}{b \cdot n \cdot 1000}$$

где A – молярная масса определяемого элемента или определяемой части соединения, г/моль,

C – концентрация применяемого для титрования раствора ЭДТА (0,05 моль/л),

b – норма массовой доли определяемого элемента или части соединения, $b = 9,76 \%$,

n – количество атомов элемента, входящих в определяемую часть соединения, $n = 1$,

V – примерный объем раствора ЭДТА, необходимый для титрования навески продукта, (20 ± 2) мл.

Подготовка к анализу

1) Приготовление буферного раствора с pH $10 \pm 0,1$.

Буферный раствор pH 10,0 готовят следующим образом: 1 г хлористого аммония растворяют в 20–30 мл воды, прибавляют 5,0 мл раствора аммиака с массовой долей 25 % и затем доводят объем раствора водой до 50,0 мл.

2) Приготовление раствора ЭДТА молярной концентрации 0,05 моль/л.

Раствор ЭДТА концентрации 0,05 моль/л готовят следующим образом: 3,72 г ЭДТА помещают в мерную колбу вместимостью 200,0 мл, растворяют в теплой воде (40–60 °C), охлаждают до комнатной температуры, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

3) Установление поправочного коэффициента раствора ЭДТА.

Для установки коэффициента поправки раствора ЭДТА используют раствор соли магния концентрации точно 0,05 моль/л, приготовленный из фиксанала.

Пипеткой берут 25,0 мл раствора сернокислого магния концентрации 0,05 моль/л, помещают в коническую колбу, прибавляют 5,0 мл буферного раствора и 70,0 мл воды. К раствору прибавляют около 0,1 г смеси индикатора эриохром. Раствор перемешивают и сразу титруют до перехода окраски из фиолетово-красной в синюю. Титрование проводят 3 раза.

Коэффициент поправки K для раствора ЭДТА концентрации 0,05 моль/л вычисляют с точностью до четвертого десятичного знака по формуле:

$$K = \frac{25}{V}$$

где V – средний объем раствора ЭДТА концентрации 0,05 моль/л израсходованный на титрование, мл.

Коэффициент поправки титрованных растворов должен быть в пределах 0,9500–1,0500.

Проведение анализа

Раствор, содержащий навеску соединения магния, соответствующую 33–38 мг магния, помещают в коническую колбу, растворяют в 100,0 мл дистиллированной воды, прибавляют 5,0 мл буферного раствора, около 0,1 г индикаторной смеси эриохрома черного и сразу титруют из бюретки раствором ЭДТА концентрации 0,05 моль/л до перехода красно-фиолетовой окраски раствора в синюю.

Обработка результатов

Массовую долю основного вещества в анализируемом продукте, X , в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{V \cdot A \cdot K \cdot C \cdot 100}{m \cdot 1000}$$

где V – объем раствора ЭДТА, израсходованный на титрование, мл.

A – молярная масса определяемого элемента, г/моль,

m – масса навески продукта, г,

C – концентрация ЭДТА 0,05 моль/л,

K – коэффициент поправки для раствора ЭДТА 0,05 моль/л.

Относительное допускаемое расхождение A между результатами двух параллельных определений не должно превышать 0,5 %:

$$A = \frac{2(X1 - X2)}{X1 + X2} \cdot 100 \%$$

где $X1$ – больший результат из двух параллельных определений,

$X2$ – меньший результат из двух параллельных определений.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

Лабораторная работа 8

Комплексонометрический метод определения содержания алюминия ГОСТ 10398–2016 Комплексонометрический метод определения содержания основного вещества

Оборудование на рабочую группу: теххимические весы, аналитические весы, плитка электрическая, штативы лабораторные с держателями для бюретки, резиновые груши, пипетки градуированные, пипетки Пастера, промывалки, шпатели, фильтры, термометр.

Оборудование на рабочее место:

Наименование	Количество	Наименование	Количество
мерная колба 500 мл	1	стакан 250 мл	2
коническая колба 250 мл	5	стакан 100 мл	6
бюкс	2	стакан 50 мл	1
бюретка 25 мл	1	воронка	2
цилиндр мерный 50 мл	1	цилиндр мерный 100 мл	1

Реактивы: буферный раствор I рН 9,5–10,0, буферный раствор II рН 5,5–6,0, трилон Б молярной концентрации 0,0500 моль/л из фиксанала, эриохром черный индикаторная смесь, ксиленоловый оранжевый индикаторная смесь, кислота серная концентрированная х.ч., цинк сернокислый семиводный х.ч., алюминий азотнокислый девятиводный, дистиллированная вода.

Задание

1. Подготовить рабочее место.
2. Установить коэффициент поправки раствора 7-водного сульфата цинка.
3. Определить содержание алюминия в нитрате алюминия 9-водном.
4. Провести обработку результатов анализа, определить приемлемость.
5. Все расчеты и результаты представить в виде протокола.

Сущность метода

Метод основан на образовании малодиссоциированных комплексных соединений катионов с трилоном Б. При этом ионы алюминия реагируют с трилоном Б в молярном соотношении 1:1. Определение проводится методом обратного титрования. Точку эквивалентности при титровании определяют с

помощью индикатора.

Общие требования

При определении соединений с неопределенным составом (некоторые гидроксиды, кристаллогидраты, основные карбонаты), когда нормируется массовая доля части определяемого соединения или металла (катиона), массу навески (m) в граммах вычисляют по формуле:

$$m = \frac{A \cdot C \cdot V \cdot 100}{b \cdot n \cdot 1000}$$

где A – молярная масса определяемого элемента или определяемой части соединения, г/моль,

C – концентрация раствора трилона Б (0,05 моль/л),

b – норма массовой доли определяемого элемента или части соединения, %,

n – количество атомов элемента, входящих в определяемую часть соединения, $n = 1$,

V – объем раствора трилона Б, прореагировавший с ионами алюминия, (20 ± 2) мл.

Подготовка к анализу

1) Приготовление титрованного раствора.

Раствор 7-водного сернокислого цинка молярной концентрации $C(\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O})$, моль/л готовят следующим образом: 14,38 г 7-водного сернокислого цинка помещают в мерную колбу вместимостью 1000,0 мл, добавляют 1,0 мл концентрированной серной кислоты, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают. Готовят 500,0 мл раствора.

2) Установление молярной концентрации раствора 7-водного сернокислого цинка, моль/л.

Аликвоту раствора 7-водного сернокислого цинка помещают в коническую колбу, прибавляют воду (общий объем 95,0 мл), 5,0 мл буферного раствора I. К раствору прибавляют около 0,1 г смеси индикатора эриохрома чёрного. Раствор перемешивают и титруют раствором трилона Б молярной концентрации 0,05 моль/мл до перехода окраски из фиолетовой в синюю.

Используют не менее трех разных объемов раствора 7-водного сернокислого цинка, моль/мл (от 15,0 до 25,0 мл).

Молярную концентрацию раствора 7-водного сернокислого цинка (С1, моль/л) вычисляют исходя из зависимости между концентрациями и объемами растворов. Точную молярную концентрацию раствора с($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$), моль/л вычисляют по каждому объему раствора 7-водного сернокислого цинка. Из вычисленных значений концентраций берут среднее арифметическое значение результатов.

3) Проверка приемлемости результатов определений.

Результаты определения концентрации раствора 7-водного сернокислого цинка считаются приемлемыми при выполнении условия:

$$X_{max} - X_{min} \leq R \cdot \bar{X} \cdot 0,01$$

где X_{min} , X_{max} – полученные значения концентрации 7-водного сернокислого цинка в растворе, моль/л,

\bar{X} – среднее арифметическое значение результатов, моль/л,

R – норматив допустимого расхождения, 3 % при P = 0,95, n = 3.

Проведение анализа

Рассчитанную навеску соли алюминия переносят в колбу для титрования, растворяют в 50,0 мл дистиллированной воды. Прибавляют 40,0 мл раствора трилона Б молярной концентрации 0,05 моль/л, 15,0 мл буферного раствора II и кипятят 5 минут, после чего раствор охлаждают, прибавляют около 0,1 г индикаторной смеси ксиленолового оранжевого и титруют из бюретки раствором 7-водного сернокислого цинка установленной концентрации, моль/л, до перехода желтой окраски раствора в розово-фиолетовую, устойчивую в течение 30 сек.

Обработка результатов

Массовую долю алюминия в анализируемом продукте X, %, вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(V2 \cdot C2 - V1 \cdot C1) \cdot A \cdot 100}{m \cdot 1000}$$

где V_1 – объем раствора соли цинка, установленной молярной концентрации, моль/л, израсходованный на обратное титрование, мл,

V_2 – объем раствора трилона Б молярной концентрации точно 0,05 моль/л, взятый для определения, мл,

C_2 – молярная концентрация раствора трилона Б, 0,05 моль/л,

C_1 – установленная молярная концентрация раствора 7-водного сернокислого цинка, моль/л,

A – молярная масса определяемого элемента, г/моль,

m – масса навески реактива, г.

Относительное допускаемое расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать 5 %. Допускаемое расхождение результатов A , %, вычисляют по формуле:

$$A = \frac{2(X_1 - X_2)}{X_1 + X_2} \cdot 100 \%$$

где X_1 – больший результат из двух параллельных определений,

X_2 – меньший результат из двух параллельных определений.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 4 % при доверительной вероятности $P = 0,95$, $n = 2$.

В соответствии с ГОСТ 3757-75 «Реактивы. Алюминий азотнокислый 9-водный. Технические условия» массовая доля 9-водного азотнокислого алюминия ($Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$), для квалификации чистый для анализа (ч.д.а.) должна быть не менее 98,0 %, для квалификации чистый (ч.) – 97,0 %.

Сделать вывод о заявленной квалификации реактива без учета погрешности измерения.

Лабораторная работа 9

Комплексометрический метод определения содержания никеля ГОСТ 10398–2016 Комплексометрический метод определения содержания основного вещества

Оборудование на рабочую группу: теххимические весы, аналитические весы, плитка электрическая, штативы лабораторные с держателями для бюретки, резиновые груши, пипетки градуированные, пипетки Пастера, промывалки, шпатели, фильтры, термометр.

Оборудование на рабочее место:

Наименование	Количество	Наименование	Количество
мерная колба 200 мл	1	стакан 250 мл	2
мерная колба 50 мл	1	стакан 100 мл	5
коническая колба 250 мл	5	пипетка Мора 25 мл	1
бюретка 25 мл	1	воронка	3
бюкс	5	цилиндр мерный 100 мл	1

Реактивы: аммиак водный раствор 25 %, аммоний хлористый х.ч., соль ЭДТА х.ч., магний сернокислый 0,0500 моль/л из фиксаля, эриохром черный индикаторная смесь, мурексид индикаторная смесь, никель сернокислый семиводный х.ч., дистиллированная вода.

Задание

1. Подготовить рабочее место.
2. Установить коэффициент поправки раствора трилона Б.
3. Определить содержание никеля в сульфате никеля семиводном.
4. Провести обработку результатов анализа, определить приемлемость.
5. Все расчеты и результаты представить в виде протокола.

Сущность метода

Метод основан на образовании малодиссоциированных комплексных соединений катионов с ЭДТА. При этом различные элементы, независимо от валентности, реагируют с ЭДТА в молярном соотношении 1:1. Эквивалентную точку при титровании определяют с помощью индикатора.

Общие требования

При определении соединений с неопределенным составом (некоторые гидроксиды, кристаллогидраты, основные карбонаты), когда нормируется массовая доля части определяемого соединения или металла (катиона), массу навески (m) в граммах вычисляют по формуле:

$$m = \frac{A \cdot C \cdot V \cdot 100}{b \cdot n \cdot 1000}$$

где A – молярная масса определяемого элемента или определяемой части соединения, г/моль,

C – концентрация применяемого для титрования раствора ЭДТА (0,05 моль/л),

b – норма массовой доли определяемого элемента или части соединения, $b = 20,90 \%$,

n – количество атомов элемента, входящих в определяемую часть соединения, $n = 1$,

V – примерный объем раствора ЭДТА, необходимый для титрования навески продукта, (20 ± 2) мл.

Подготовка к анализу

1) Приготовление буферного раствора с рН $10,0 \pm 0,1$.

Буферный раствор рН 10,0 готовят следующим образом: 1,00 г хлористого аммония растворяют в 20–30 мл воды, прибавляют 5,0 мл раствора аммиака с массовой долей 25 % и затем доводят объем раствора водой до 50,0 мл.

2) Приготовление раствора ЭДТА молярной концентрации 0,05 моль/л.

Раствор ЭДТА концентрации 0,05 моль/л готовят следующий образом: 3,72 г ЭДТА помещают в мерную колбу вместимостью 200,0 мл, растворяют в теплой воде (40–60 °С), охлаждают до комнатной температуры, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

3) Установление поправочного коэффициента раствора ЭДТА.

Для установки коэффициента поправки раствора ЭДТА используют

раствор соли магния концентрации точно 0,0500 моль/л, приготовленный из фиксанала.

Пипеткой Мора берут 25,0 мл раствора сернокислого магния концентрации 0,05 моль/л, помещают в коническую колбу, прибавляют 5,0 мл буферного раствора и 70,0 мл воды. К раствору прибавляют около 0,1 г смеси индикатора эриохром. Раствор перемешивают и сразу титруют до перехода окраски из фиолетово-красной в синюю. Титрование проводят 3 раза.

Коэффициент поправки K для раствора ЭДТА концентрации 0,05 моль/л вычисляют с точностью до четвертого десятичного знака по формуле:

$$K = \frac{25}{V}$$

где V – средний объем раствора ЭДТА концентрации 0,05 моль/л израсходованный на титрование, мл.

Коэффициент поправки титрованных растворов должен быть в пределах 0,95–1,05.

Проведение анализа

Рассчитанную навеску соли никеля помещают в коническую колбу для титрования, растворяют в 70–80 мл дистиллированной воды, прибавляют 10,0 мл буферного раствора, около 0,1 г индикаторной смеси мурексида и титруют из бюретки раствором ЭДТА концентрации 0,05 моль/л до перехода желтой окраски раствора в сине-фиолетовую.

Обработка результатов

Массовую долю основного вещества в анализируемом продукте (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{V \cdot A \cdot K \cdot C \cdot 100}{m \cdot 1000}$$

где V – объем раствора ЭДТА, израсходованный на титрование, мл.

A – молярная масса определяемого элемента или определяемой части соединения, г/моль,

m – масса навески продукта, г,

C – концентрация ЭДТА 0,05 моль/л,

К – коэффициент поправки для раствора ЭДТА 0,05 моль/л.

Относительное допускаемое расхождение А между результатами двух параллельных определений не должно превышать 0,5 %:

$$A = \frac{2(X1 - X2)}{X1 + X2} \cdot 100 \%$$

где X1 – больший результат из двух параллельных определений,

X2 – меньший результат из двух параллельных определений.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ И ИОНООБМЕННАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ

Лабораторная работа 10

Количественное определение магния с применением ионообменной хроматографии

Оборудование на рабочую группу: аналитические весы, штативы лабораторные с держателями для колонки и бюретки, хроматографические колонки с катионитом, резиновые груши, пипетки градуированные, пипетки Пастера, промывалки, шпатели, предметные стекла, фильтры.

Оборудование на рабочее место:

Наименование	Количество	Наименование	Количество
стакан 250 мл	2	стакан 100 мл	5
колба коническая 250 мл	2	колба мерная 100 мл	1
колба коническая 100 мл	3	колба мерная 250 мл	1
бюретка 25 мл	1	воронка	4
пипетка Мора 10 мл	2	бюкс	2

Реактивы: соляная кислота 0,1000 н из фиксанала, соляная кислота 3 %, фенолфталеин (индикатор) спиртовой раствор 0,1 %, метиловый оранжевый (индикатор) раствор 0,1 %, сульфат магния семиводный хч, гидроксид натрия х.ч., дистиллированная вода.

Задание

1. Подготовить рабочее место.
2. Подготовить хроматографическую колонку для ионного обмена.
3. Определить содержание магния в исследуемой соли.
4. Провести обработку результатов анализа, определить приемлемость.
5. Все расчеты и результаты представить в виде протокола.

Сущность метода

Определение основано на способности катионообменника в Н-форме, погруженного в раствор электролита, поглощать из него катионы, выделяя в раствор эквивалентное количество катионов водорода. Образовавшуюся кислоту титруют раствором гидроксидом натрия в присутствии индикатора.

Подготовка к анализу

1) Переведение катионообменника в Н-форму.

Через колонку с катионитом пропускают 40,0 мл 3 % раствора соляной кислоты, одновременно сливают жидкость через носик колонки. Сливание прекращают, когда уровень кислоты станет на 2 см выше зерен катионита в колонке. Оставляют жидкость на 30 минут в колонке, затем постепенно промывают колонку дистиллированной водой до нейтральной реакции по метиловому оранжевому. Для проверки среды периодически отбирают несколько капель раствора, вытекающего из колонки на предметное стекло и добавляют 1-2 капли индикатора.

Таким же способом регенерируют катионит.

2) Приготовление 0,1 н раствора гидроксида натрия.

Рассчитанное количество гидроксида натрия взвешивают с точностью до второго десятичного знака в бюксе, количественно переносят в мерную колбу на 250,0 мл, растворяют при перемешивании в 70–80 мл дистиллированной воды и доводят дистиллированной водой до метки.

3) Определение коэффициента поправки раствора гидроксида натрия.

В коническую колбу на 100 мл помещают 10,0 мл 0,1000 н раствора соляной кислоты, прибавляют 3–4 капли раствора индикатора фенолфталеина и

титруют из бюретки раствором гидроксида натрия до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 30 секунд. Титрование проводят три раза.

Коэффициент поправки вычисляют по каждому титрованию с точностью до четвертого знака по формуле:

$$K = \frac{10}{V},$$

где V – объем раствора гидроксида натрия, пошедший на титрование, мл.

Расхождение между коэффициентами не должно превышать 0,001. Из вычисленных значений коэффициентов берут среднее арифметическое. Это значение коэффициента поправки должно быть равным $1,0000 \pm 0,0300$.

Проведение анализа

Проводят два параллельных определения.

1) Проведение ионного обмена.

Навеску соли, массой 0,5000–1,0000 г количественно переносят в мерную колбу на 100,0 мл, растворяют в 30–40 мл дистиллированной воды при перемешивании и доводят дистиллированной водой до метки. В хроматографическую колонку вносят пипеткой Мора 10,0 мл раствора. Устанавливают скорость прохождения раствора через колонку 1–2 капли в секунду. Жидкость в колонке поддерживают на одном уровне, подливая дистиллированную воду. Фильтрат собирают в коническую колбу вместимостью 250 мл. Промывают колонку дистиллированной водой до нейтральной реакции по метиловому оранжевому. Для проверки среды периодически отбирают несколько капель раствора, вытекающего из колонки на предметное стекло и добавляют 1–2 капли индикатора. Раствор с предметного стекла смывают с помощью промывалки в коническую колбу с фильтратом.

2) Определение содержания кислоты в фильтрате.

Собранный фильтрат содержит образовавшуюся свободную кислоту, количество которой эквивалентно количеству поглощенных колонкой катионов анализируемой соли. Кислоту оттитровывают раствором гидроксида натрия до

перехода розовой окраски метилового оранжевого в желто-оранжевую.

Хроматографическую колонку можно использовать многократно, каждый раз перед работой переводя катионит в Н-форму.

Обработка результатов

Массовую долю соли в навеске X , %, вычисляют по формуле:

$$X = \frac{C \cdot V \cdot K \cdot M_{\text{Э}} \cdot V_{\text{К}} \cdot 100}{m \cdot V_{\text{П}} \cdot 1000},$$

где C – молярная концентрация эквивалента раствора гидроксида натрия, моль/л,

V – объем раствора гидроксида натрия концентрации точно 0,1 моль/л, израсходованный на титрование, мл,

K – коэффициент поправки раствора гидроксида натрия,

$M_{\text{Э}}$ – молярная масса эквивалента соли, г/моль,

$V_{\text{К}}$ – объем мерной колбы, мл,

$V_{\text{П}}$ – объем пипетки, мл,

m – масса навески соли, г.

Относительное допустимое расхождение A между результатами двух параллельных определений не должно превышать 0,5 %:

$$A = \frac{2(X_1 - X_2)}{X_1 + X_2} \cdot 100 \%$$

где X_1 – больший результат из двух параллельных определений,

X_2 – меньший результат из двух параллельных определений.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

Рассчитывают теоретическое содержание сульфата магния в кристаллогидрате, $X_{\text{ТЕОРЕТ}}$. Относительную погрешность определения рассчитывают по формуле:

$$\delta = \frac{X_{\text{ПРАКТ.}}}{|X_{\text{ТЕОРЕТ.}} - X_{\text{ПРАКТ.}}|} \cdot 100 \%$$

Относительная погрешность определения не должна превышать 10 %.

Лабораторная работа 11

Количественное определение массовой доли сульфата меди(II) йодометрическим методом и методом ионообменной хроматографии ГОСТ 4165-78 Реактивы. Медь(II) сернокислая 5-водная. Технические условия

Оборудование на рабочую группу: аналитические весы, теххимические весы, штативы лабораторные с держателями для колонки и бюретки, хроматографические колонки с катионитом, резиновые груши, пипетки градуированные, пипетки Пастера, промывалки, шпатели, предметные стекла, фильтры.

Оборудование на рабочее место:

Наименование	Количество	Наименование	Количество
стакан 250 мл	2	стакан 100 мл	6
колба коническая 250 мл	6	колба мерная 50 мл	1
колба коническая 100 мл	3	колба мерная 250 мл	1
бюретка 25 мл	2	воронка	4
пипетка Мора 10 мл	2	бюкс	4
цилиндр мерный 50 мл	1		

Реактивы: соляная кислота 0,1000 н из фиксанала, соляная кислота 3 %, фенолфталеин (индикатор) спиртовой раствор 0,1 %, метиловый оранжевый (индикатор) раствор 0,1 %, раствор крахмала 1 %, тиосульфат натрия 5-водный 0,1000 н из фиксанала, кислота уксусная ледяная х.ч., сульфат меди пятиводный хч, гидроксид натрия х.ч., иодид калия х.ч., дистиллированная вода.

Задание

1. Подготовить рабочее место.
2. Подготовить хроматографическую колонку для ионного обмена.
3. Определить содержание сульфата меди в образце методом ионообменной хроматографии.
4. Определить содержание сульфата меди в образце йодометрическим методом.

5. Провести обработку результатов анализа, определить приемлемость.
6. Все расчеты и результаты представить в виде протокола.

Сущность метода

Определение основано на способности катионообменника в Н-форме, погруженного в раствор электролита, поглощать из него катионы, выделяя в раствор эквивалентное количество катионов водорода. Образовавшуюся кислоту титруют раствором гидроксидом натрия в присутствии индикатора.

Йодометрический метод основан на реакции восстановления меди(II) до меди(I) йодистым калием в слабокислой среде. Выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия в присутствии крахмала.

Подготовка к анализу

1) Переведение катионообменника в Н-форму.

Через колонку с катионитом пропускают 40,0 мл 3 % раствора соляной кислоты, одновременно сливают жидкость через носик колонки. Сливание прекращают, когда уровень кислоты станет на 2 см выше зерен катионита в колонке. Оставляют жидкость на 30 минут в колонке, затем постепенно промывают колонку дистиллированной водой до нейтральной реакции по метиловому оранжевому. Для проверки среды периодически отбирают несколько капель раствора, вытекающего из колонки на предметное стекло и добавляют 1–2 капли индикатора.

Таким же способом регенерируют катионит.

2) Приготовление 0,1 н раствора гидроксида натрия.

Рассчитанное количество гидроксида натрия взвешивают с точностью до второго десятичного знака в бюксе, количественно переносят в мерную колбу на 250,0 мл, растворяют при перемешивании в 70–80 мл дистиллированной воды и доводят дистиллированной водой до метки.

3) Определение коэффициента поправки раствора гидроксида натрия.

В коническую колбу на 100 мл помещают 10,0 мл 0,1000 н раствора соляной кислоты, прибавляют 3–4 капли раствора индикатора фенолфталеина и титруют из бюретки раствором гидроксида натрия до появления розовой

окраски, не исчезающей в течение 30 секунд. Титрование проводят три раза.

Коэффициент поправки вычисляют по каждому титрованию с точностью до четвертого знака по формуле:

$$K = \frac{10}{V},$$

где V – объем раствора гидроксида натрия, пошедший на титрование, мл.

Расхождение между коэффициентами не должно превышать 0,001. Из вычисленных значений коэффициентов берут среднее арифметическое. Это значение коэффициента поправки должно быть равным $1,0000 \pm 0,0300$.

Проведение анализа

Проводят три параллельных определения.

1) Проведение ионного обмена.

Навеску соли массой 0,5000 г количественно переносят в мерную колбу на 50,0 мл, растворяют в 20–30 мл дистиллированной воды при перемешивании и доводят дистиллированной водой до метки. В хроматографическую колонку вносят пипеткой Мора 10,0 мл раствора. Устанавливают скорость прохождения раствора через колонку 1–2 капли в секунду. Жидкость в колонке поддерживают на одном уровне, подливая дистиллированную воду. Фильтрат собирают в коническую колбу вместимостью 250 мл. Промывают колонку дистиллированной водой до нейтральной реакции по метиловому оранжевому. Для проверки среды периодически отбирают несколько капель раствора, вытекающего из колонки на предметное стекло и добавляют 1–2 капли индикатора. Раствор с предметного стекла смывают с помощью промывалки в коническую колбу с фильтратом.

2) Определение содержания кислоты в фильтрате.

Собранный фильтрат содержит образовавшуюся свободную кислоту, количество которой эквивалентно количеству поглощенных колонкой катионов анализируемой соли. Кислоту оттитровывают раствором гидроксида натрия до перехода розовой окраски метилового оранжевого в желто-оранжевую.

Хроматографическую колонку можно использовать многократно, каждый

раз перед работой переводя катионит в Н–форму.

3) Йодометрическое определение.

Выполняют три параллельных определения.

Навеску 5-водной сернокислой меди(II) массой 1,0000 г количественно переносят в коническую колбу вместимостью 250 мл, растворяют в 50,0 мл дистиллированной воды, прибавляют 5,0 мл уксусной кислоты, 3,0 г йодистого калия, перемешивают и титруют раствором тиосульфата натрия при постоянном перемешивании до бледно-желтой окраски. Затем в конце титрования прибавляют 2,0 мл раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей окраски раствора.

Обработка результатов

1) Массовую долю 5-водной сернокислой меди(II) методом ионообменной хроматографии, $X_{ИХ}$, %, вычисляют по формуле:

$$X = \frac{V \cdot K \cdot 0.012485 \cdot V_K \cdot 100}{m \cdot V_{\Pi}}$$

где V – объем раствора гидроксида натрия концентрации точно 0,1 моль/л, израсходованный на титрование, мл,

K – коэффициент поправки раствора гидроксида натрия,

0,012485 – масса 5-водной сернокислой меди(II), соответствующая 1 мл раствора гидроксида натрия молярной концентрации точно 0,1 моль/л, г,

V_K – объем мерной колбы, мл,

V_{Π} – объем пипетки, мл,

m – масса навески соли, г.

За результат измерений принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, абсолютное расхождение между наибольшим (X_{\max}) и наименьшим (X_{\min}) значениями которых при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должно превышать допускаемое расхождение, равное 0,40 %:

$$|X_{\max} - X_{\min}| \leq 0,40$$

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа \pm

0,60 %.

2) Массовую долю 5-водной сернокислой меди(II) йодометрическим методом, $X_{\text{ЙМ}}$, %, вычисляют по формуле:

$$X_{\text{ЙМ}} = \frac{V \cdot 0,02497 \cdot 100}{m}, \quad (6)$$

где V – объем раствора 5-водного тиосульфата натрия молярной концентрации эквивалента точно 0,1 моль/л, израсходованный на титрование, мл,

0,02497 – масса 5-водной сернокислой меди(II), соответствующая 1 мл раствора тиосульфата натрия молярной концентрации эквивалента точно 0,1 моль/л, г,

m – масса навески 5-водной сернокислой меди(II), г.

За результат измерений принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, абсолютное расхождение между наибольшим (X_{max}) и наименьшим (X_{min}) значениями которых при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должно превышать допускаемое расхождение, равное 0,30 %:

$$|X_{\text{max}} - X_{\text{min}}| \leq 0,30$$

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,40$ %.

3) Представление результатов измерений.

Результат измерений представляют в виде:

$$\bar{X} \pm \Delta$$

где \bar{X} – результат измерений массовой доли 5-водной сернокислой меди(II), %,

Δ – абсолютное значение погрешности измерения массовой доли 5-водной сернокислой меди(II), %.

4) Сопоставление результатов анализов, полученных йодометрическим методом и методом ионообменной хроматографии.

Расхождение результатов, полученных йодометрическим методом и

методом ионообменной хроматографии признаются незначимыми, при выполнении следующего условия:

$$|X_{\text{йм}} - X_{\text{их}}| \leq \sqrt{\Delta_{\text{йм}}^2 + \Delta_{\text{их}}^2}$$

где $X_{\text{йм}}$ и $\Delta_{\text{йм}}$ – соответствующие значения результата измерений массовой доли 5-водной сернокислой меди(II), и его абсолютной погрешности, полученных йодометрическим методом, %,

$X_{\text{их}}$ и $\Delta_{\text{их}}$ – соответствующие значения результата измерений массовой доли 5-водной сернокислой меди(II) и его абсолютной погрешности, полученных методом ионообменной хроматографии, %.

ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

Лабораторная работа 12

Определение массовой доли ортофосфорной кислоты

ГОСТ 6552-80. Кислота ортофосфорная. Технические условия

Оборудование на рабочую группу: аналитические весы, штативы лабораторные с держателями для бюретки, штативы для электродов, мешалки магнитные с якорями, рН-метры, электроды комбинированные, резиновые груши, пипетки градуированные, пипетки Пастера, промывалки, шпатели, фильтры.

Оборудование на рабочее место:

Наименование	Количество	Наименование	Количество
мерная колба 250 мл	1	стакан 250 мл	2
коническая колба 100 мл	3	стакан 150 мл	2
бюретка 25 мл	1	стакан 100 мл	3
бюкс с крышкой	2	воронка	2
пипетка Мора 25 мл	1	цилиндр мерный 100 мл	1

Реактивы: концентрированная фосфорная кислота х.ч., метиловый красный (индикатор) спиртовой раствор 0,1 %, соляная кислота 0,1000 н из фиксаля, натрия гидроксид 0,1 н, буферные растворы рН = 4,01 и 6,86, дистиллированная вода.

Задание

1. Подготовить рабочее место.
2. Проверить настройки рН-метра по буферным растворам.
3. Установить коэффициент поправки раствора гидроксида натрия 0,1 н.
4. Собрать установку для потенциометрического титрования.
5. Определить содержание ортофосфорной кислоты.
6. Провести обработку результатов анализа, определить приемлемость.
7. Все расчеты и результаты представить в виде протокола.

Сущность метода

Метод измерений – потенциометрическое титрование, основан на нейтрализации фосфорной кислоты раствором гидроксида натрия до рН 4,60 с использованием универсального электрода.

Подготовка к анализу

1) Установление коэффициента поправки раствора гидроксида натрия $C(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/л (0,1 н) по соляной кислоте.

10,0 мл 0,1000 н раствора соляной кислоты помещают в коническую колбу, добавляют 2–3 капли раствора индикатора метилового красного и титруют из бюретки раствором гидроксида натрия до перехода красно-фиолетовой окраски раствора в желтую.

Коэффициент поправки вычисляют по формуле:

$$K = \frac{C_1}{C}$$

C_1 – найденная концентрация гидроксида натрия, моль/л,

C – заданная концентрация гидроксида натрия в растворе, 0,1000 моль/л (0,1000 н).

Проводят три параллельных определения. Коэффициент поправки вычисляют с точностью до четвертого десятичного знака по каждому титрованию. Расхождение между максимальным и минимальным значениями коэффициента не должно превышать 0,001. Из вычисленных значений берут среднее арифметическое значение, которое должно быть в пределах 0,9500-

1,0500.

2) Подготовка рН-метра.

Проверяют работоспособность рН-метра по двум буферным растворам 4,01 и 6,86 в соответствии с инструкцией производителя оборудования.

Результат проверки должен удовлетворять условию:

$$|\bar{C} - C_0| \leq 0,05$$

где C_0 – аттестованное значение буферного раствора,

\bar{C} – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, C_1 и C_2 , расхождение между которыми удовлетворяет условию:

$$|C_1 - C_2| \leq 0,05$$

где 0,05 – норматив сходимости результатов определений рН буферного раствора.

Проведение анализа

Анализ проводят с использованием двух параллельных навесок.

Около 2,5000 г (1,5 мл) препарата помещают в мерную колбу емкостью 250,0 мл, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Пипеткой отбирают 25,0 мл полученного раствора, помещают в стакан, прибавляют 75,0 мл воды и титруют из бюретки при перемешивании раствора магнитной мешалкой раствором гидроксида натрия до рН 4,60, используя универсальный электрод.

Обработка результатов

Массовую долю ортофосфорной кислоты X , %, вычисляют по формуле:

$$X = \frac{K \cdot V \cdot 0,009799 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 25},$$

где V – объем раствора гидроксида натрия концентрации точно 0,1 моль/л, израсходованный на титрование, мл,

K – коэффициент поправки раствора гидроксида натрия,

m – масса навески кислоты, г,

0,009799 – масса ортофосфорной кислоты, соответствующая 1 мл раствора гидроксида натрия концентрации точно 0,1 моль/л.

Абсолютное расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать допускаемое расхождение, равное 0,3 %. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,5$ % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Результат измерения представляют в виде: $\bar{X} \pm \Delta$, %, $P = 0,95$.

Результат округляют до первого десятичного знака.

Лабораторная работа 13

Анализ смеси ортофосфорной кислоты с дигидрофосфатом натрия

Оборудование на рабочую группу: штативы лабораторные с держателями для бюретки, штативы для электродов, мешалки магнитные с якорями, рН-метры, электроды комбинированные, резиновые груши, пипетки градуированные, пипетки Пастера, промывалки, шпатели, фильтры.

Оборудование на рабочее место:

Наименование	Количество	Наименование	Количество
бюретка 25 мл	1	стакан 250 мл	2
воронка	1	стакан 150 мл	5
цилиндр мерный 100 мл	1	стакан 100 мл	3

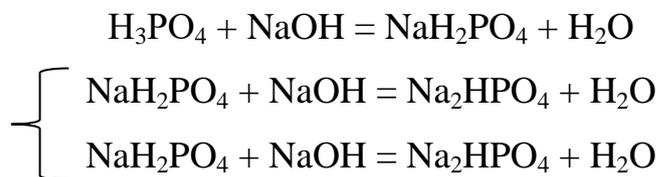
Реактивы: соляная кислота 0,1000 н из фиксанала, натрия гидроксид 0,1 н, буферные растворы рН = 4,01 и 6,86, анализируемый раствор фосфорной кислоты и дигидрофосфата натрия, дистиллированная вода.

Задание

1. Подготовить рабочее место.
2. Проверить настройки рН-метра по буферным растворам.
3. Установить коэффициент поправки раствора гидроксида натрия 0,1 н.
4. Собрать установку для потенциометрического титрования.
5. Определить содержание ортофосфорной кислоты и дигидрофосфата натрия, используя универсальный электрод.
6. Провести обработку результатов анализа, определить приемлемость.
7. Все расчеты и результаты представить в виде протокола.

Сущность метода

Метод основан на последовательной нейтрализации фосфорной кислоты по двум ступеням диссоциации, дигидрофосфат натрия нейтрализуется совместно с продуктом нейтрализации фосфорной кислоты по первой ступени.



Подготовка к анализу

1) Подготовка рН-метра.

Проверяют работоспособность рН-метра по двум буферным растворам 4,01 и 6,86 в соответствии с инструкцией производителя оборудования.

Результат проверки должен удовлетворять условию:

$$|\bar{C} - C_0| \leq 0,05$$

где C_0 – аттестованное значение буферного раствора,

\bar{C} – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, C_1 и C_2 , расхождение между которыми удовлетворяет условию:

$$|C_1 - C_2| \leq 0,05$$

где 0,05 – норматив сходимости результатов определений рН буферного раствора.

2) Установление коэффициента поправки раствора гидроксида натрия $C(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/л (0,1 н) по соляной кислоте.

В стакан вместимостью 150 мл помещают 10,0 мл раствора соляной кислоты соответствующей концентрации, добавляют 90,0 мл дистиллированной воды, перемешивают при помощи магнитной мешалки и титруют из бюретки раствором гидроксида натрия равными порциями по 0,5 мл до резкого, а затем незначительного изменения рН. При последующих титрованиях добавляют раствор гидроксида натрия приблизительно на 3,0-5,0 мл меньше, чем пошло на достижение точки эквивалентности первого титрования, тщательно перемешивают и титруют (дотитровывают) до резкого, а затем незначительного изменения рН.

Титрование проводят три раза.

При помощи ПО MS Excel строят кривую потенциометрического титрования для каждого титрования, откладывая по оси абсцисс объем гидроксида натрия, а по оси ординат – рН. Графически находят точку эквивалентности. Коэффициент поправки раствора натрия гидроксида вычисляют по формуле:

$$K = \frac{V}{V_1}$$

где К – коэффициент поправки раствора натрия гидроксида,

V – объем раствора соляной кислоты, взятый на титрование, мл,

V₁ – объем раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование, мл.

Коэффициент поправки вычисляют с точностью до четвертого десятичного знака по каждому титрованию. Расхождение между максимальным и минимальным значениями коэффициента не должно превышать 0,001. Если один из коэффициентов не укладывается в требования расхождения, допускается рассчитать среднее значение по двум результатам. Из вычисленных значений берут среднее арифметическое значение, которое должно быть в пределах $1,0000 \pm 0,0300$.

Молярную концентрацию эквивалента гидроксида натрия С моль/л вычисляют с точностью до четвертого десятичного знака по формуле:

$$C = C_1 \cdot K$$

где С₁ – заданная молярная концентрация, моль/л,

К – коэффициент поправки.

Проведение анализа

10,0 мл анализируемого раствора переносят в стакан на 150 мл, добавляют 90,0 мл дистиллированной воды, перемешивают при помощи магнитной мешалки. Погружают универсальный электрод, дают установиться показателям прибора и записывают результаты измерения ЭДС.

Титруют 0,1 н раствором гидроксида натрия. Титрант добавляют из бюретки равномерными порциями по 0,5 мл при перемешивании раствора

магнитной мешалкой, дают установиться показателям прибора и записывают результаты измерения ЭДС после каждого добавления титранта. По достижении первого скачка потенциала титрование продолжают до получения второго скачка и затем до незначительного изменения ЭДС.

Титрование проводят 2 раза.

Обработка результатов

По результатам каждого титрования строят дифференциальную кривую титрования $\Delta E/\Delta V = f(V)$. Максимумы кривой соответствуют конечным точкам титрования (2 максимума). Титрованию фосфорной кислоты соответствует объем раствора гидроксида натрия, израсходованного до первого скачка, а титрованию дигидрофосфата натрия соответствует разность объемов гидроксида натрия между вторым и первым скачком.

Концентрации фосфорной кислоты и дигидрофосфата натрия вычисляют по формулам титриметрического анализа.

Относительное расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать допускаемое расхождение, равное 15 %. Сходимость результатов анализа A , %, вычисляют по формуле:

$$A = \frac{2(X1 - X2)}{X1 + X2} \cdot 100 \%$$

где $X1$ – больший результат из двух параллельных измерений,

$X2$ – меньший результат из двух параллельных измерений.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Результаты округляют до четырех значащих цифр.

Лабораторная работа 14

Определение содержания карбонатов потенциометрическим методом

Оборудование на рабочую группу: аналитические весы, штативы лабораторные с держателями для бюретки, штативы для электродов, мешалки магнитные с якорями, рН-метры, электроды комбинированные, резиновые груши, пипетки градуированные, пипетки Пастера, промывалки, шпатели, фильтры.

Оборудование на рабочее место:

Наименование	Количество	Наименование	Количество
бюретка 25 мл	1	стакан 250 мл	2
воронка	1	стакан 150 мл	5
цилиндр мерный 100 мл	1	стакан 100 мл	3
пипетка Мора 15 мл	1	бюкс	2

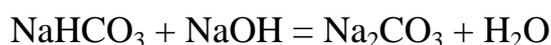
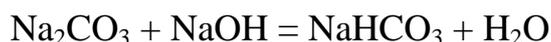
Реактивы: соляная кислота 0,1 н, натрия тетраборат 0,1000 н, буферные растворы рН = 4,01 и 6,86, карбонат натрия х.ч., дистиллированная вода.

Задание

1. Подготовить рабочее место.
2. Проверить настройки рН-метра по буферным растворам.
3. Установить коэффициент поправки 0,1 н раствора соляной кислоты по тетраборату натрия.
4. Собрать установку для потенциометрического титрования.
5. Определить содержание карбоната натрия, используя универсальный электрод.
6. Провести обработку результатов анализа, определить приемлемость.
7. Все расчеты и результаты представить в виде протокола.

Сущность метода

Взаимодействие между Na_2CO_3 и кислотой можно рассматривать как реакцию, протекающую в две стадии. В первой стадии карбонат превращается в бикарбонат, при этом расходуется только половина всего объёма кислоты, необходимого для нейтрализации Na_2CO_3 . Поэтому при анализе карбонатов можно вести титрование до превращения их в NaHCO_3 , удваивая при расчете объем израсходованного рабочего раствора кислоты.



Подготовка к анализу

1) Подготовка рН-метра.

Проверяют работоспособность рН-метра по двум буферным растворам 4,01 и 6,86 в соответствии с инструкцией производителя оборудования.

Результат проверки должен удовлетворять условию:

$$|\bar{C} - C_0| \leq 0,05$$

где C_0 – аттестованное значение буферного раствора,

\bar{C} – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений,

C_1 и C_2 , расхождение между которыми удовлетворяет условию:

$$|C_1 - C_2| \leq 0,05$$

где 0,05 – норматив сходимости результатов определений рН буферного раствора.

2) Установление коэффициента поправки раствора соляной кислоты $C(\text{HCl}) = 0,1$ моль/л (0,1 н) по тетраборату натрия.

В стакан вместимостью 150 мл помещают 15,0 мл 0,1000 н раствора тетрабората натрия, добавляют 85,0 мл воды и титруют потенциометрически из бюретки раствором соляной кислоты. Титрант добавляют равномерными порциями по 0,5 мл и записывают результаты измерения рН после каждого добавления титранта. Титрование продолжают до резкого, а затем незначительного изменения рН. При последующих титрованиях добавляют раствор соляной кислоты приблизительно на 3,0–5,0 мл меньше, чем пошло на достижение точки эквивалентности первого титрования, тщательно перемешивают и титруют (дотитровывают) до резкого, а затем незначительного изменения рН. Титрование проводят три раза.

При помощи ПО MS Excel строят кривую потенциометрического титрования для каждой аликвоты установочного вещества, откладывая по оси абсцисс объем соляной кислоты, а по оси ординат – рН. Графически находят точку эквивалентности. Коэффициент поправки раствора натрия гидроксида вычисляют по формуле:

$$K = \frac{V}{V_1}$$

где K – коэффициент поправки раствора натрия гидроксида,

V – объем аликвоты тетрабората натрия, взятый для титрования, мл,

V_1 – объем раствора соляной кислоты, определенный по кривой

титрования, мл.

Коэффициент поправки вычисляют с точностью до четвертого десятичного знака по каждому титрованию. Расхождение между максимальным и минимальным значениями коэффициента не должно превышать 0,001. Если один из коэффициентов не укладывается в требования расхождения, допускается рассчитать среднее значение по двум результатам. Из вычисленных значений берут среднее арифметическое значение, которое должно быть в пределах $1,0000 \pm 0,0300$. Молярную концентрацию эквивалента соляной кислоты C моль/л вычисляют с точностью до четвертого десятичного знака по формуле: $C = C1 \cdot K$,

где $C1$ – заданная молярная концентрация, моль/л,

K – коэффициент поправки.

Проведение анализа

Навеску образца карбоната натрия массой 0,1000–0,2000 г растворяют в 100,0 мл дистиллированной воды в стакане, вместимостью 150 мл, перемешивают при помощи магнитной мешалки. Погружают универсальный электрод, записывают результат измерения рН. Пробу титруют 0,1 н раствором соляной кислоты. Титрант добавляют из бюретки равномерными порциями по 0,5 мл при перемешивании раствора магнитной мешалкой, дают установиться показателям прибора и записывают результаты измерения рН после каждого добавления титранта. По достижении скачка титрования продолжают титрование до незначительного изменения рН. При последующих титрованиях добавляют раствор соляной кислоты приблизительно на 3,0–5,0 мл меньше, чем пошло на достижение точки эквивалентности первого титрования, тщательно перемешивают и титруют (дотитровывают) до скачка титрования и дальнейшего незначительного изменения рН.

Титрование проводят 2 раза.

Обработка результатов

При помощи ПО MS Excel строят кривую потенциометрического титрования для каждого определения, откладывая по оси абсцисс объем

соляной кислоты, а по оси ординат – рН. Графически находят точку эквивалентности.

Содержание Na_2CO_3 в образце, %, рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{C \cdot V \cdot M_{\text{Э}}}{10 \cdot m_{\text{Н}}}$$

где X – содержание карбоната натрия, %,

C – концентрация соляной кислоты, моль/л,

V – объем соляной кислоты, пошедший на титрование пробы, мл,

$M_{\text{Э}}$ – молярная масса эквивалента карбоната натрия, г/моль,

$m_{\text{Н}}$ – масса навески пробы, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, X_1 и X_2 при выполнении условия:

$$200 \cdot |X_1 - X_2| \leq r \cdot (X_1 + X_2)$$

где X_1 – больший результат из двух параллельных измерений,

X_2 – меньший результат из двух параллельных измерений,

r – предел повторяемости, таблица 7.

Таблица 7 – Метрологические характеристики

Содержание Na_2CO_3 , %	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученных в условиях повторяемости при $P = 0,95$) r , %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности $P = 0,95$) $\pm\delta$, %
Не менее 99,8	5	4

Результат измерений может быть представлен в виде:

$$\bar{X} \pm \Delta, \% , P = 0,95$$

где \bar{X} – среднее арифметическое значение двух параллельных определений массовой концентрации карбоната натрия, %,

Δ – границы интервала, в котором погрешность определения жесткости воды находится с доверительной вероятностью $P = 0,95$:

$$\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot \bar{X}$$

где δ – показатель точности (таблица 7).

Результат округляют до первого десятичного знака.

Лабораторная работа 15

Определение свободной и общей щелочности, массовых концентраций карбонат- и гидрокарбонат-ионов в минеральной воде

потенциометрическим методом

ГОСТ 31957-2012 Вода. Методы определения щелочности и массовой концентрации карбонатов и гидрокарбонатов

Оборудование на рабочую группу: аналитические весы, штативы лабораторные с держателями для бюретки, штативы для электродов, мешалки магнитные с якорями, рН-метры, электроды комбинированные, резиновые груши, пипетки градуированные, пипетки Пастера, промывалки, шпатели, фильтры.

Оборудование на рабочее место:

Наименование	Количество	Наименование	Количество
мерная колба 100 мл	1	стакан 250 мл	2
цилиндр мерный 100 мл	1	стакан 150 мл	4
бюретка 25 мл	1	стакан 100 мл	3
бюкс	2	воронка	2
пипетка Мора 25 мл	1		

Реактивы: соляная кислота 0,1 н, буферные растворы рН = 4,01 и 6,86, карбонат натрия х.ч., минеральная вода, дистиллированная вода свободная от углекислоты.

Задание

1. Подготовить рабочее место.
2. Проверить настройки рН-метра по буферным растворам.
3. Собрать установку для потенциометрического титрования.
4. Установить точную концентрацию 0,1 н раствора соляной кислоты по карбонату натрия потенциометрическим титрованием.
5. Определить содержание свободной и общей щелочности, гидрокарбонат– и карбонат–ионов.
6. Провести обработку результатов анализа, определить приемлемость.
7. Все расчеты и результаты представить в виде протокола.

Сущность метода

Свободную и общую щелочность определяют потенциометрическим титрованием раствором соляной кислоты аликвоты пробы до значений рН, равных $(8,30 \pm 0,05)$ и $(4,50 \pm 0,05)$, соответственно. Массовую концентрацию карбонат- и гидрокарбонат-ионов определяют расчетным методом по результатам измерений общей и свободной щелочности.

Подготовка к анализу

1) Приготовление раствора углекислого натрия.

В мерную колбу вместимостью 100,0 мл помещают навеску натрия углекислого массой $(1,3000 \pm 0,0010)$ г. В колбу добавляют небольшое количество дистиллированной воды до полного растворения соли, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают. Срок хранения раствора не более двух дней.

2) Подготовка рН-метра.

Проверяют работоспособность рН-метра по двум буферным растворам 4,01 и 6,86 в соответствии с инструкцией производителя оборудования.

Результат проверки должен удовлетворять условию:

$$|\bar{C} - C_0| \leq 0,05$$

где C_0 – аттестованное значение буферного раствора,

\bar{C} – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, C_1 и C_2 , расхождение между которыми удовлетворяет условию:

$$|C_1 - C_2| \leq 0,05$$

где 0,05 – норматив сходимости результатов определений рН буферного раствора.

3) Определение точной молярной концентрации раствора соляной кислоты.

В стакан для титрования помещают пипеткой раствор углекислого натрия объемом 5,0 мл и добавляют 95,0 мл дистиллированной воды. Помещают емкость на магнитную мешалку, опускают в раствор магнитный якорь и универсальный электрод рН-метра. Включают мешалку и при перемешивании

титруют раствор углекислого натрия раствором соляной кислоты до достижения значения рН 4,00. Затем раствор соляной кислоты добавляют медленно, по каплям, с установлением стабильных показаний рН-метра после прибавления каждой порции раствора соляной кислоты до рН 4,50. Определяют объем раствора соляной кислоты, пошедший на титрование до точки эквивалентности.

Титрование проводят дважды и регистрируют объемы соляной кислоты, израсходованные на титрование. Точную молярную концентрацию соляной кислоты $C(HCl)$, моль/л, вычисляют по формуле:

$$C(HCl) = \frac{m \cdot V(Na_2CO_3) \cdot 1000}{M_э(Na_2CO_3) \cdot V(HCl) \cdot V_к}$$

где m – масса навески карбоната натрия, г,

$V(Na_2CO_3)$ – объем раствора карбоната натрия, взятый для титрования, мл,

$M_э(Na_2CO_3)$ – молярная масса эквивалента карбоната натрия, г/моль,

$V(HCl)$ – объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование, мл,

$V_к$ – объем колбы, взятой для приготовления раствора карбоната натрия, мл.

За результат измерений точной молярной концентрации соляной кислоты принимают среднее арифметическое значение результатов параллельных определений, удовлетворяющих условию сходимости:

$$|C1 - C2| \leq 0,0085$$

где $C1$ и $C2$ – рассчитанные концентрации соляной кислоты двух параллельных определений, моль/л.

Молярную концентрацию эквивалента соляной кислоты вычисляют с точностью до четвертого десятичного знака.

Проведение анализа

1) Определение свободной щелочности анализируемой пробы.

В стакан вместимостью 150 мл помещают 100,0 мл ($V1$) анализируемой пробы минеральной воды, помещают его на магнитную мешалку, опускают в

стакан магнитный якорь и универсальный электрод рН-метра. Включают мешалку и измеряют исходное значение рН анализируемой пробы воды. Если рН равен или менее 8,30, то свободную щелочность пробы принимают равной нулю. Если же исходное значение рН пробы более 8,30, то приступают к титрованию.

Опускают носик бюретки как можно ближе к поверхности раствора и титруют при постоянном перемешивании раствором соляной кислоты до достижения рН, равного $(8,30 \pm 0,05)$. Регистрируют объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование (V_2).

Если на титрование анализируемой пробы израсходовано более 25,0 мл раствора соляной кислоты, то для титрования берут меньший объем анализируемой пробы (V_1), доводят объем до 100,0 мл дистиллированной водой и повторяют титрование.

2) Определение общей щелочности анализируемой пробы.

После определения свободной щелочности продолжают титрование анализируемой пробы тем же раствором соляной кислоты и титруют до достижения рН, равного $(4,50 \pm 0,05)$. При этом в конце титрования раствор соляной кислоты добавляют медленно с выдержкой не менее 30 с после прибавления порции раствора соляной кислоты до установления стабильных показаний рН-метра. Регистрируют объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование (V_3).

Обработка результатов

1) Свободную щелочность A_p , ммоль/л, вычисляют по формуле:

$$A_p = \frac{C(HCl) \cdot V_2 \cdot 1000}{V_1}$$

где $C(HCl)$ – точная молярная концентрация раствора соляной кислоты, моль/л,

V_2 – объем раствора соляной кислоты, пошедший на титрование свободной щелочности, мл,

V_1 – объем анализируемой пробы, мл.

2) Общую щелочность A_T , ммоль/л, вычисляют по формуле:

$$A_T = \frac{C(HCl) \cdot V_3 \cdot 1000}{V_1}$$

где $C(HCl)$ – точная молярная концентрация раствора соляной кислоты, ммоль/л,

V_3 – объем раствора соляной кислоты, пошедший на титрование общей щелочности, мл,

V_1 – объем анализируемой пробы, мл.

3) За результат измерений свободной щелочности A_p , ммоль/л, и общей щелочности A_T , ммоль/л, принимают среднее арифметическое значение из результатов двух параллельных определений (A_1 , A_2), удовлетворяющих условию сходимости:

$$|A_1 - A_2| \leq r \cdot \bar{A} \cdot 0,01$$

где r – норматив сходимости, %, приведен в таблице 8.

Таблица 8 – Метрологические характеристики

Диапазон измерений щелочности, ммоль/л	Норматив сходимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений при $P = 0,95$) r , %	Показатель точности (границы допускаемой относительной погрешности) $\pm \delta$, %
От 2,0 до 10,0 включительно	17	25
Свыше 10,0 до 15,0 включительно	11	15

4) Результат вычислений представляют в виде:

$$A \pm \Delta, n = 2$$

где Δ – абсолютное значение погрешности измерений щелочности, вычисляют по формуле: $\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot A$

где δ – границы допускаемой относительной погрешности измерений по таблице 8, %.

5) Для вычисления массовых концентраций карбонат- и гидрокарбонат-ионов используют значения свободной щелочности A_p , ммоль/л, и общей щелочности A_T , ммоль/л, с учетом выполнения условия сходимости, применяя соотношения между свободной и общей щелочностью, приведенные в таблице 9.

Таблица 9 – Соотношения между свободной и общей щелочностью

Соотношение между свободной (A_P) и общей (A_T) щелочностью	Молярная концентрация гидрокарбонат-ионов C_T , ммоль/л	Молярная концентрация карбонат-ионов C_K , ммоль/л
$A_P = 0$	A_T	0
$2A_P < A_T$	$A_T - 2A_P$	A_P
$2A_P = A_T$	$< 2,0$	A_P
$2A_P > A_T$	$< 2,0$	$A_T - A_P$
$A_P = A_T$	$< 2,0$	$< 2,0$

Массовую концентрацию гидрокарбонат-ионов в анализируемой пробе, мг/л, вычисляют по формуле:

$$C(\text{HCO}_3^-) = 61 \cdot C_T$$

где C_T – молярная концентрация гидрокарбонат-ионов в соответствии с таблицей 9, ммоль/л,

Массовую концентрацию карбонат-ионов в анализируемой пробе, мг/л, вычисляют по формуле:

$$C(\text{CO}_3^{2-}) = 60 \cdot C_K$$

где C_K – молярная концентрация карбонат-ионов в соответствии с таблицей 9, ммоль/л.

Сравнивают полученный результат измерений со значением, указанным производителем минеральной воды на упаковке, и выдают заключение о соответствии заявленным производителем показателям.

Лабораторная работа 16

Определение качества молочных продуктов потенциометрическим методом

Оборудование на рабочую группу: штативы лабораторные с держателями для бюретки, штативы для электродов, мешалки магнитные с якорями, рН-метры, электроды комбинированные, резиновые груши, пипетки градуированные, пипетки Пастера, промывалки, шпатели, фильтры.

Оборудование на рабочее место:

Наименование	Количество	Наименование	Количество
цилиндр мерный 100 мл	1	стакан 250 мл	2
пипетка Мора 20 мл	1	стакан 150 мл	4
пипетка Мора 50 мл	1	стакан 100 мл	7
коническая колба 100 мл	2	воронка	3
бюретка 25 мл	2		

Реактивы: соляная кислота 0,1000 н из фиксанала, гидроксид натрия 0,1000 н из фиксанала, буферные растворы рН = 4,01 и 6,86, молоко, дистиллированная вода.

Задание

1. Подготовить рабочее место.
2. Проверить настройки рН-метра по буферным растворам.
3. Собрать установку для потенциометрического титрования.
4. Определить активную кислотность, буферную емкость молока и массовую долю казеина в молоке.
5. Провести обработку результатов анализа, определить приемлемость.
6. Все расчеты и результаты представить в виде протокола.

Сущность метода

Метод потенциометрического титрования позволяет определить следующие показатели: активную кислотность, буферную емкость молока по кислоте, массовую долю белка (казеина), и сделать вывод о качестве молока.

Активная кислотность – концентрация ионов водорода, выраженная в единицах рН.

Буферная емкость молока по кислоте – количество моль эквивалента раствора соляной кислоты с молярной концентрацией эквивалента $C_3(\text{HCl})$ 1 моль/л, который требуется прибавить к 1 л молока, чтобы изменить рН молока на единицу.

Казеин молока обладает кислыми свойствами, поэтому способен взаимодействовать со щелочью. В основе получения бесказеиновой сыворотки лежит кислотная коагуляция казеина в изоэлектрической точке (ИТ),

соответствующей рН 4,60–4,70.

Подготовка к анализу

1) Подготовка рН-метра.

Проверяют работоспособность рН-метра по двум буферным растворам 4,01 и 6,86 в соответствии с инструкцией производителя оборудования.

Результат проверки должен удовлетворять условию:

$$|\bar{C} - C_0| \leq 0,05$$

где C_0 – аттестованное значение буферного раствора,

\bar{C} – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, C_1 и C_2 , расхождение между которыми удовлетворяет условию:

$$|C_1 - C_2| \leq 0,05$$

где 0,05 – норматив сходимости результатов определений рН буферного раствора.

Проведение анализа

1) Определение активной кислотности.

В стакан вместимостью 100 мл вносят 80,0 мл молока, помещают его на магнитную мешалку, опускают в стакан магнитный якорь и универсальный электрод рН-метра. Включают мешалку и измеряют значение рН (активную кислотность) после стабилизации показаний рН метра.

Активная кислотность свежего молока лежит в диапазоне 6,30–7,00 ед. рН.

2) Определение буферной емкости молока и массовой доли казеина в молоке.

Первый этап. В стакан вместимостью 150 мл помещают 20,0 мл молока, 80,0 мл дистиллированной воды и якорь магнитной мешалки. Стакан устанавливают на магнитную мешалку, погружают комбинированный электрод в анализируемый раствор. Фиксируют первоначальное значение рН анализируемого раствора, после стабилизации показаний прибора.

Титруют раствором соляной кислоты с молярной концентрацией эквивалента C_3 (HCl) 0,1000 моль/л до достижения ИТ казеина, соответствующей рН = 4,60–4,70. При этом казеин выпадает в осадок хлопьями.

Фиксируют объем раствора соляной кислоты (V_K), соответствующий значению точно рН 4,70 для расчета буферной емкости молока.

Через 5 минут после окончания титрования жидкость фильтруют через фильтр в коническую колбу. Далее отбирают 50,0 мл фильтрата (бесказеиновой сыворотки) в стакан вместимостью 100 мл. Помещают в него якорь магнитной мешалки и погружают комбинированный электрод потенциометрического анализатора. Сыворотку титруют раствором гидроксида натрия с точной молярной концентрацией эквивалента $C_3(\text{NaOH}) = 0,1000$ моль/л. При достижении точки эквивалентности (рН = 9,0) и истечении времени выдержки (30 с) после достижения точки эквивалентности определяют объем раствора гидроксида натрия (V_1), пошедшее на нейтрализацию бесказеиновой сыворотки.

Второй этап. В стакан вместимостью 150 мл помещают 20,0 мл молока, 80,0 мл дистиллированной воды и якорь магнитной мешалки. Стакан устанавливают на магнитную мешалку, погружают комбинированный электрод в анализируемый раствор и при перемешивании медленно добавляют такое же количество соляной кислоты $C_3(\text{HCl}) = 0,1000$ моль/л, сколько потребовалось на осаждение казеина на первом этапе (V_K). Через 5 минут стакан снова устанавливают на магнитную мешалку и погружают комбинированный электрод в анализируемый раствор. Титруют раствором гидроксида натрия с точной молярной концентрацией эквивалента $C_3(\text{NaOH}) = 0,1000$ моль/л до рН = 9,0, что соответствует нейтрализации всего раствора (молоко-вода-кислота). Фиксируют объем титранта, соответствующий точке эквивалентности (V_2).

Обработка результатов

1) Определяют активную кислотность как рН молока.

Результат измерений активной кислотности молока (ед. рН), представляют в виде:

$$\overline{\text{pH}}_{\text{AK}} \pm \Delta, n=2, P=0,95$$

где Δ – абсолютное значение определения активной кислотности, ед. рН (таблица 10),

Таблица 10 – Метрологические характеристики

Наименование продукта	Диапазон измерений активной кислотности, ед. рН	Предел повторяемости (для двух параллельных определений), r , ед. рН	Показатель точности (границы, в которых находится абсолютная погрешность метода), $\pm \Delta$, ед. рН
Молоко	От 3 до 8 включительно	0,03	0,04

\overline{pH}_{AK} – среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений активной кислотности, удовлетворяющих условию сходимости (норматив сходимости в таблице 10), ед. рН:

$$pH1 - pH2 \leq r$$

где $pH1$ – большее значение из двух параллельных определений,

где $pH2$ – меньшее значение из двух параллельных определений.

2) Определяют буферную емкость (B_K) молока по кислоте как объем, мл, раствора соляной кислоты с молярной концентрацией эквивалента $C_3(HCl) = 1$ моль/л, который необходимо добавить к 1 л молока для изменения рН на единицу. Буферная емкость молока по кислоте находится в диапазоне 2,00–2,60 моль/л.

Буферную емкость молока по кислоте рассчитывают по формуле:

$$B_K = \frac{C(HCl) \cdot V_K \cdot 1000}{V_{пр} \cdot \Delta pH}$$

где $C(HCl)$ – молярная концентрация эквивалента соляной кислоты, моль/л,

V_K – объем раствора соляной кислоты с молярной концентрацией эквивалента, расходуемое на титрование молока до рН 4,70, мл,

$V_{пр}$ – объем пробы молока, мл,

ΔpH – разница между начальным значением рН анализируемой пробы и значением рН 4,70.

Результат измерения буферной емкости молока по кислоте, представляют в виде:

$$\overline{B}_K \pm \Delta, n=2, P=0,95$$

где \overline{B}_K – среднее арифметическое значение результатов двух параллельных

определений буферной емкости молока по кислоте, моль/л. Относительное допустимое расхождение A между результатами двух параллельных определений не должно превышать r (таблица 11):

$$A = \frac{2(B_{K1} - B_{K2})}{B_{K1} + B_{K2}} \cdot 100 \%$$

где B_{K1} – больший результат из двух параллельных определений,

B_{K2} – меньший результат из двух параллельных определений.

Δ – абсолютное значение погрешности измерения буферной емкости молока по кислоте, моль/л, рассчитываемое по формуле:

$$\Delta = \delta \cdot \bar{B}_K$$

где δ – границы относительной погрешности измерений по таблице 11.

Таблица 11 – Метрологические характеристики

Наименование продукта	Диапазон измерений буферной емкости по кислоте, моль/л	Относительное значение предела повторяемости (для двух параллельных определений), r , %	Показатель точности (границы, относительной погрешности при $P = 0,95$), δ
Молоко	От 1,7 до 2,8 включительно	0,03	0,03

3) Определение массовой доли казеина.

Массовая доля казеина в молоке находится в диапазоне 2,1–2,9 %.

Рассчитывают объем гидроксида натрия $V_{щ}$, мл, пошедший на титрование раствора молоко + вода + кислота, по формуле:

$$V_{щ} = \frac{(100 + V_K) \cdot V_1}{50}$$

где V_K – объем раствора соляной кислоты с молярной концентрацией эквивалента, расходуемое на осаждение казеина молока, мл,

V_1 – объем раствора щелочи, израсходованный на титрование фильтрата, мл,

50 – объем фильтрата, мл.

Массовую долю казеина K , %, рассчитывают по формуле:

$$K = \frac{(V_2 - V_{щ}) \cdot 0,1131}{V_{пр} \cdot \rho} \cdot 100 \%$$

где V_2 – объем раствора гидроксида натрия, израсходованный на

титрование на втором этапе работы, мл,

$V_{\text{щ}}$ – рассчитанный объем раствора гидроксида натрия, мл,

0,1131 – масса казеина, соответствующая 1 мл раствора гидроксида натрия с молярной концентрацией эквивалента точно 0,1000 моль/л, г,

$V_{\text{пр}}$ – объем пробы молока, мл,

ρ – плотность молока 1,0300 г/мл.

Результат измерений массовой доли казеина, представляют в виде:

$$\bar{K} \pm \Delta, n=2, P=0,95$$

где \bar{K} – среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, %. Относительное допускаемое расхождение A между результатами двух параллельных определений не должно превышать r (таблица 12):

$$A = \frac{2(K1 - K2)}{K1 + K2} \cdot 100 \%$$

где $K1$ – больший результат из двух параллельных определений,

$K2$ – меньший результат из двух параллельных определений.

Δ – абсолютное значение погрешности определения массовой доли казеина, %, рассчитываемое по формуле:

$$\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot \bar{K}$$

где δ – границы относительной погрешности измерений по таблице 12.

Таблица 12 – Метрологические характеристики

Наименование продукта	Диапазон измерений массовой доли казеина	Относительное значение предела повторяемости (для двух параллельных определений), r , %	Показатель точности (границы, относительной погрешности при $P = 0,95$), δ , %
Молоко	От 1,5 до 3,0 включительно	8	8

Лабораторная работа 17

Определение титруемой кислотности сока потенциометрическим методом ГОСТ 34127-2017 Продукция соковая. Определение титруемой кислотности методом потенциометрического титрования

Оборудование на рабочую группу: штативы лабораторные с держателями для бюретки, штативы для электродов, мешалки магнитные с якорями, рН-

метры, электроды комбинированные, резиновые груши, пипетки градуированные, пипетки Пастера, промывалки, шпатели, фильтры.

Оборудование на рабочее место:

Наименование	Количество	Наименование	Количество
пипетка Мора 10 мл	1	стакан 250 мл	2
пипетка Мора 20 мл	1	стакан 150 мл	2
пипетка Мора 50 мл	1	стакан 100 мл	7
коническая колба 100 мл	3	цилиндр мерный 100 мл	1
бюретка 25 мл	1	воронка	2

Реактивы: соляная кислота 0,1000 н из фиксанала, гидроксид натрия 0,1 н, буферные растворы рН = 4,01 и 6,86, фенолфталеин (индикатор) спиртовой раствор 0,1 %, сок яблочный осветленный, дистиллированная вода.

Задание

1. Подготовить рабочее место.
2. Проверить настройки рН-метра по буферным растворам.
3. Собрать установку для потенциометрического титрования.
4. Определить титруемую кислотность яблочного сока.
5. Провести обработку результатов анализа, определить приемлемость.
6. Все расчеты и результаты представить в виде протокола.

Сущность метода

Метод основан на потенциометрическом титровании исследуемого раствора до рН 8,10 раствором гидроксида натрия молярной концентрации эквивалента 0,1 моль/л.

Подготовка к анализу

1) Подготовка рН-метра.

Проверяют работоспособность рН-метра по двум буферным растворам 4,01 и 6,86 в соответствии с инструкцией производителя оборудования.

Результат проверки должен удовлетворять условию:

$$|\bar{C} - C_0| \leq 0,05$$

где C_0 – аттестованное значение буферного раствора,

\bar{C} – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений,

C1 и C2, расхождение между которыми удовлетворяет условию:

$$|C1 - C2| \leq 0,05$$

где 0,05 – норматив сходимости результатов определений pH буферного раствора.

2) Установление коэффициента поправки раствора гидроксида натрия C(NaOH) = 0,1 моль/л (0,1 н) по соляной кислоте.

В коническую колбу для титрования на 100 мл помещают 10,0 мл раствора соляной кислоты концентрации точно 0,1000 н, добавляют 2–3 капли индикатора фенолфталеина и титруют из бюретки раствором гидроксида натрия при постоянном перемешивании до розовой окраски, устойчивой в течение 30 секунд. Титрование проводят три раза.

Коэффициент поправки раствора натрия гидроксида вычисляют по формуле:

$$K = \frac{V}{V1}$$

где K – коэффициент поправки раствора натрия гидроксида,

V – объем раствора соляной кислоты, взятый на титрование, мл,

V1 – объем раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование, мл.

Коэффициент поправки вычисляют с точностью до четвертого десятичного знака по каждому титрованию. Расхождение между максимальным и минимальным значениями коэффициента не должно превышать 0,001. Из вычисленных значений берут среднее арифметическое значение, которое должно быть в пределах $1,0000 \pm 0,0300$.

3) Подготовка пробы.

Часть предварительно перемешанной лабораторной пробы фильтруют через бумажный фильтр. В мерную колбу на 250,0 мл пипеткой вносят 25,0 мл фильтрата, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Проведение анализа

В стакан на 150 мл переносят пипеткой 50,0 мл анализируемого раствора,

добавляют 50,0 мл дистиллированной воды, перемешивают при помощи магнитной мешалки. Погружают универсальный электрод и титруют из бюретки раствором гидроксида натрия сначала быстро, пока значение рН, измеряемое рН-метром, не достигнет 6,0, затем медленнее – до рН = 7,0, а затем по каплям, пока значение рН не достигнет $(8,1 \pm 0,2)$.

Обработка результатов

Титруемую кислотность X , в расчете на преобладающую кислоту в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{K \cdot V \cdot C \cdot M \cdot V_0}{V_{\text{п}} \cdot V_1 \cdot 10}$$

где V – объем раствора гидроксида натрия, израсходованного на титрование, мл,

K – поправочный коэффициент к титру раствора гидроксида натрия,

C – нормальная концентрация раствора гидроксида натрия, 0,1 н,

V_0 – объем колбы, 250 мл,

V_1 – объем аликвоты, взятой для титрования, мл,

$V_{\text{п}}$ – объем пробы сока, взятой для анализа, мл,

M – молярная масса, г/моль, равная для яблочной кислоты 67,0.

Относительное допустимое расхождение A между результатами двух параллельных определений не должно превышать 5 %:

$$A = \frac{2(X_1 - X_2)}{X_1 + X_2} \cdot 100 \%$$

где X_1 – больший результат из двух параллельных определений,

X_2 – меньший результат из двух параллельных определений.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, \bar{X} , %.

Результат измерения представить в виде $\bar{X} \pm \Delta$, %,

где $\Delta = 0,01 \cdot 3 \cdot \bar{X}$, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Вычисления проводят до второго десятичного знака. Результат округляют до первого десятичного знака.

КОНДУКТОМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

Лабораторная работа 18

Определение соляной и уксусной кислот в их смеси

кондуктометрическим методом

Оборудование на рабочую группу: штативы лабораторные с держателями для бюретки, штативы для электродов, мешалки магнитные с якорями, кондуктометры, кондуктометрические электроды, резиновые груши, пипетки градуированные, пипетки Пастера, промывалки, шпатели, фильтры.

Оборудование на рабочее место:

Наименование	Количество	Наименование	Количество
стакан 250 мл	3	стакан 100 мл	4
стакан высокий 250 мл	2	цилиндр мерный 100 мл	1
бюретка 25 мл	1	воронка	1

Реактивы: натрия гидроксид 0,1000 н из фиксанала, анализируемый раствор смеси соляной и уксусной кислот, дистиллированная вода.

Задание

1. Подготовить рабочее место.
2. Собрать установку для кондуктометрического титрования.
3. Определить содержание соляной и уксусной кислот в смеси.
4. Провести обработку результатов анализа, определить приемлемость.
5. Все расчеты и результаты представить в виде протокола.

Сущность метода

Определение основано на последовательном взаимодействии с раствором сильного основания, гидроксидом натрия, кислот, отличающихся степенью ионизации. В первую очередь взаимодействует сильная кислота, что вызывает резкое понижение электропроводности раствора вследствие связывания высокоподвижных катионов водорода. После того как сильная кислота будет нейтрализована, происходит нейтрализация слабой кислоты и электрическая проводимость начинает медленно увеличиваться, так как вместо слабого электролита образуется хорошо диссоциирующая соль. После окончания реакции в растворе появляется избыток щёлочи, и электрическая проводимость

быстро возрастает. На кривой фиксируются две точки перегиба: объем щелочи в первой точке перегиба соответствует титрованию сильной кислоты, а во второй – титрованию суммы сильной и слабой кислот.

Проведение анализа

Анализируют две параллельные пробы.

В ячейку для титрования пипеткой переносят 10,0 мл анализируемой пробы, приливают 200,0 мл дистиллированной воды так, чтобы уровень раствора полностью покрыл рабочую часть электродов и при непрерывном перемешивании титруют раствором гидроксида натрия порциями по 0,5 мл, не прекращая перемешивание. Регистрируют значения удельной электропроводности раствора по показаниям прибора после введения каждой порции титранта. Титрование прекращают после того, как будут обнаружены два скачка титрования – от резкого падения показаний к плавному, а затем к резкому росту значений.

Данные титрования занести в таблицу:

V_{NaOH} , мл	x_1	x_2

Строят кривую титрования в координатах удельная электропроводность – объем раствора NaOH, используя ПО MS Excel. По изломам кривой находят объёмы NaOH (V_1 и V_2) в первой и второй точках эквивалентности: V_1 соответствует нейтрализации HCl, а $(V_2 - V_1)$ – нейтрализации CH_3COOH .

Обработка результатов

По формулам титриметрического анализа рассчитывают содержание соляной и уксусной кислот в анализируемой пробе (г).

За результат определения принимаются среднее арифметическое двух определений, относительное расхождение между которыми не превышает 15 %.

Сходимость результатов анализа A , %, вычисляют по формуле:

$$A = \frac{2(X_1 - X_2)}{X_1 + X_2} \cdot 100 \%$$

где: X_1 – больший результат из двух параллельных измерений

X2 – меньший результат из двух параллельных измерений.

Результаты округляют до четырех значащих цифр.

Лабораторная работа 19

Определение соды и щелочи в их смеси кондуктометрическим методом

Оборудование на рабочую группу: весы аналитические, штативы лабораторные с держателями для бюретки, штативы для электродов, мешалки магнитные с якорями, кондуктометры, кондуктометрические электроды, плитка электрическая, резиновые груши, пипетки градуированные, пипетки Пастера, промывалки, термометр, шпатели, фильтры.

Оборудование на рабочее место:

Наименование	Количество	Наименование	Количество
стакан 250 мл	3	стакан 100 мл	4
стакан 150 мл	5	стакан 50 мл	1
бюретка 25 мл	1	цилиндр мерный 100 мл	1
бюкс	3	воронка	1

Реактивы: соляная кислота 0,1 н, тетраборат натрия десятиводный х.ч., анализируемый раствор смеси гидроксида натрия и карбоната натрия, дистиллированная вода.

Задание

1. Подготовить рабочее место.
2. Собрать установку для кондуктометрического титрования.
3. Определить коэффициент поправки раствора соляной кислоты.
4. Определить содержание гидроксида натрия и карбоната натрия в смеси.
5. Провести обработку результатов анализа, определить приемлемость.
6. Все расчеты и результаты представить в виде протокола.

Сущность метода

Определение основано на последовательном титровании сильной кислотой (соляной) сильного основания (гидроксида натрия) и соли слабой кислоты

(карбоната натрия). В первую очередь взаимодействует сильное основание, что вызывает резкое понижение электропроводности раствора вследствие связывания высокоподвижных гидроксид-ионов. После того как сильное основание будет нейтрализовано, происходит нейтрализация карбоната натрия. Электрическая проводимость при этом практически не изменяется. После окончания реакции в растворе появляется избыток кислоты, и электрическая проводимость быстро возрастает. На кривой фиксируются две точки перегиба: объем кислоты в первой точке перегиба соответствует титрованию гидроксида натрия, а во второй – титрованию суммы гидроксида натрия и карбоната натрия.

Подготовка к анализу

1) Установление коэффициента поправки раствора соляной кислоты.

Используют не менее трех навесок установочного вещества.

Навески массой 0,2500, 0,3000, 0,3500 г 10-водного тетрабората натрия помещают в стаканы на 150 мл, растворяют при энергичном перемешивании в 90 мл теплой (50-60 °С) дистиллированной воды и охлаждают до комнатной температуры. Помещают в каждый раствор кондуктометрический датчик так, чтобы уровень раствора полностью покрыл рабочую часть электрода, и титруют кондуктометрически из бюретки раствором соляной кислоты. Титрант добавляют равномерными порциями, по 0,50 мл, дают установиться показаниям прибора и записывают результаты измерения электропроводности после каждого добавления титранта. Окончанию титрования пробы соответствует начало заметного возрастания проводимости.

Результаты измерений заносят в таблицу:

V_{HCl} , мл	κ_1	κ_2	κ_3

При помощи ПО MS Excel строят кривую кондуктометрического титрования для каждой навески установочного вещества, откладывая по оси абсцисс объем соляной кислоты, а по оси ординат – κ . Графически находят точку эквивалентности. Коэффициент поправки раствора соляной кислоты

вычисляют по формуле:

$$K = \frac{m \cdot 1000}{M \cdot V \cdot C1}$$

где m – навеска установочного вещества, г,

V – объем раствора соляной кислоты, израсходованного на титрование, мл,

M – молярная масса эквивалента установочного вещества, 190,68 г/моль,

$C1$ – заданная молярная концентрация эквивалента соляной кислоты, моль/л.

Коэффициент поправки вычисляют с точностью до четвертого десятичного знака по каждой из трех навесок установочного вещества. Расхождение между максимальным и минимальным значениями коэффициента не должно превышать 0,001. Если один из коэффициентов не укладывается в требования расхождения, допускается рассчитать среднее значение по двум результатам. Из вычисленных значений берут среднее арифметическое значение, которое должно быть равно $1,0000 \pm 0,0300$.

Точную молярную концентрацию эквивалента C , моль/л, соляной кислоты вычисляют по формуле:

$$C = C1 \cdot K$$

C – молярная концентрация эквивалента соляной кислоты, моль/л,

$C1$ – заданная молярная концентрация эквивалента соляной кислоты, моль/л,

K – коэффициент поправки.

Точная молярная концентрация эквивалента вещества в растворе выражается четырьмя цифрами после запятой.

Проведение анализа

Анализируют две параллельные пробы.

В ячейку для титрования пипеткой переносят 10,0 мл анализируемой пробы, приливают 90,0 мл дистиллированной воды так, чтобы уровень раствора полностью покрыл рабочую часть электрода и при непрерывном перемешивании титруют раствором соляной кислоты порциями по 0,5 мл, не

прекращая перемешивание. Регистрируют значения удельной электропроводности раствора по показаниям прибора после введения каждой порции титранта. Титрование прекращают после того, как будут обнаружены два скачка титрования – от резкого падения показаний к плавному, а затем к резкому росту значений.

Данные титрования занести в таблицу:

V_{HCl} , мл	κ_1	κ_2

Строят кривую титрования в координатах удельная электропроводность – объем раствора HCl, используя ПО MS Excel. По изломам кривой находят объёмы HCl (V_1 и V_2) в первой и второй точках эквивалентности: V_1 соответствует нейтрализации NaOH, а $(V_2 - V_1)$ – нейтрализации Na_2CO_3 .

Обработка результатов

По формулам титриметрического анализа рассчитывают содержание гидроксида натрия и карбоната натрия в анализируемой пробе (г/л).

За результат определения принимаются среднее арифметическое двух определений, относительное расхождение между которыми не превышает 25 %.

Сходимость результатов анализа A , %, вычисляют по формуле:

$$A = \frac{2(X_1 - X_2)}{X_1 + X_2} \cdot 100 \%$$

где: X_1 – больший результат из двух параллельных измерений

X_2 – меньший результат из двух параллельных измерений.

Результат измерения представить в виде:

$\bar{X} \pm \Delta$, г/л при доверительной вероятности $P = 0,95$, $\Delta = \bar{X} \cdot 0,25$.

Результаты округляют до четырех значащих цифр.

Лабораторная работа 20

Кондуктометрическое определение содержания водорастворимых солей

ГОСТ 27894.9–88 Торф и продукты его переработки для сельского хозяйства. Метод определения содержания водорастворимых солей

Оборудование на рабочую группу: аналитические весы, теххимические весы, штативы лабораторные с держателями для бюретки, штативы для электродов, кондуктометры, кондуктометрические электроды, резиновые груши, пипетки градуированные, пипетки Пастера, промывалки, шпатели, фильтры «белая лента».

Оборудование на рабочее место:

Наименование	Количество	Наименование	Количество
колба мерная 1 л	1	стакан 250 мл	3
колба мерная 100 мл	11	стакан 100 мл	14
колба коническая 250 мл	1	бюкс	1
бюретка 25 мл	1	воронка	2
пипетка Мора 100 мл	1	пипетка Мора 20 мл	1

Реактивы: хлорид калия х.ч., анализируемая почвенная вытяжка, дистиллированная вода.

Задание

1. Подготовить рабочее место.
2. Собрать установку для кондуктометрического титрования.
3. Подготовить серию стандартных растворов.
4. Определить содержание водорастворимых солей в почвенной вытяжке.
5. Провести обработку результатов анализа, определить приемлемость.
6. Все расчеты и результаты представить в виде протокола.

Сущность метода

Сущность метода заключается в извлечении солей из торфа и продуктов его переработки дистиллированной водой при соотношении 1:5 (по объему) и последующем определении электропроводности водной вытяжки кондуктометрическим способом.

Подготовка к анализу

1) Приготовление образцового раствора калия хлористого с массовой концентрацией 1,0000 г/л.

Навеску массой $(1,0000 \pm 0,0002)$ г калия хлористого, помещают в мерную колбу вместимостью 1 л, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем

колбы до метки водой. В 1 мл образцового раствора содержится 1 мг КСl.

2) Приготовление шкалы образцовых растворов и построение градуировочного графика.

В мерные колбы вместимостью 100,0 мл отмеряют из бюретки возрастающие объемы образцового раствора хлористого калия, указанные в таблице 13, доводят объем колбы до метки дистиллированной водой и перемешивают. Получают шкалу образцовых растворов.

Таблица 13 – Данные для приготовления градуировочных растворов

Показатель	Номер мерной колбы вместимостью 100 мл										
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Объем образцового раствора КСl мл	1	2	3	4	5	10	20	40	60	80	100
Массовая концентрация КСl в колбе вместимостью 100 мл, г/л	0,01	0,02	0,03	0,04	0,05	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0

Получают данные для построения градуировочного графика. Для этого переливают содержимое мерных колб с образцовыми растворами в стаканчики вместимостью 100 мл и последовательно, в порядке возрастания концентрации, измеряют электропроводность растворов. Измерения с каждым раствором повторяют не менее трех раз, записывая максимальные показания прибора.

На основании показаний прибора строят градуировочный график с помощью ПО MS Excel, откладывая по оси абсцисс массовую концентрацию образцовых растворов хлористого калия в г/л, а по оси ординат – соответствующие им показания кондуктометра.

Проведение анализа

Пробу почвенной вытяжки, полученной при соотношении торф:дистиллированная вода 1:5 (80 мл торфа и 400 мл дистиллированной воды), фильтруют через беззольный фильтр. Полученный фильтрат используют для определения электропроводности.

Наливают в стаканчики по 100,0 мл фильтрата и определяют его электропроводность. По градуировочному графику определяют содержание водорастворимых солей в испытуемых фильтратах.

При смене растворов датчики промывают дистиллированной водой.

Обработка результатов

Массовую концентрацию водорастворимых солей X , г/л, торфа или торфяной продукции вычисляют по формуле:

$$X = \frac{C \cdot 1000}{V}$$

где C – массовая концентрация водорастворимых солей в торфе или торфяной продукции, соответствующая на градуировочном графике отсчету на кондуктометре, г/л,

V – объем торфяной продукции, взятый для определения концентрации водорастворимых солей, мл.

За результат определения принимают среднее арифметическое двух параллельных определений (X_1 , X_2), абсолютное допускаемое расхождение между которыми при доверительной вероятности $P = 0,95$ удовлетворяет условию сходимости:

$$|X_1 - X_2| \leq r$$

где r – норматив сходимости, %, приведен в таблице 14.

Таблица 14 – Метрологические характеристики

Массовая концентрация водорастворимых солей, г/л	Абсолютное допускаемое расхождение, г/л
Менее 1,00	0,10
От 1,00 до 3,00	0,15
Свыше 3,00	0,20

Результат определения округляют до второго десятичного знака.

Лабораторная работа 21

Кондуктометрическое определение содержания

хлоридов и йодидов в смеси

Оборудование на рабочую группу: аналитические весы, теххимические весы, штативы лабораторные с держателями для бюретки, штативы для электродов, мешалки магнитные с якорями, кондуктометры, кондуктометрические электроды, резиновые груши, пипетки градуированные, пипетки Пастера, промывалки, шпатели, фильтры, универсальная индикаторная

бумага.

Оборудование на рабочее место:

Наименование	Количество	Наименование	Количество
стакан 250 мл	2	стакан 100 мл	3
стакан высокий 250 мл	4	пипетка Мора 20 мл	1
бюретка 25 мл	1	воронка	1
цилиндр мерный 100 мл	1		

Реактивы: нитрат серебра 0,0100 н, раствор аммиака концентрированный, анализируемая смесь растворов хлорида калия и иодида калия, тиосульфат натрия насыщенный раствор, дистиллированная вода.

Задание

1. Подготовить рабочее место.
2. Собрать установку для кондуктометрического титрования.
3. Определить содержание хлорида калия и иодида калия в смеси.
4. Провести обработку результатов анализа, определить приемлемость.
5. Все расчеты и результаты представить в виде протокола.

Сущность метода

При титровании смеси хлоридов и йодидов раствором нитрата серебра в кислой и нейтральной средах, происходит последовательное осаждение йодида серебра ($PP = 8,3 \cdot 10^{-17}$), затем хлорида серебра ($PP = 1,8 \cdot 10^{-10}$). Поскольку подвижности хлорид-иона и йодид-иона близки, на кривой кондуктометрического титрования наблюдается только один излом, соответствующий суммарному содержанию галогенов. В присутствии аммиака при титровании образуется менее растворимый осадок йодида серебра, а в избытке титранта – растворимый комплекс $[Ag(NH_3)_2]Cl$. На кривой кондуктометрического титрования фиксируется один излом, соответствующий титрованию йодидов. Содержание хлоридов рассчитывают по разности результатов титрования в нейтральной и аммиачной средах.

Проведение анализа

Внимание! Перед каждым титрованием электрод очищают от возможной пленки галогенидов серебра. Для этого его на короткое время

погружают в раствор тиосульфата натрия и тщательно промывают дистиллированной водой.

Проводят два параллельных определения.

В стакан для титрования пипеткой вносят 20,0 мл анализируемого раствора и 80,0 мл дистиллированной воды так, чтобы уровень раствора полностью покрыл рабочую часть электродов, и при непрерывном перемешивании титруют раствором AgNO_3 порциями по 0,5 мл. Регистрируют показания прибора после введения каждой порции титранта. Окончанию титрования смеси галогенидов соответствует начало заметного возрастания проводимости после ее плавного уменьшения. Конечная точка при титровании отвечает излому на кривой титрования.

Титрование провести дважды. Данные титрования занести в таблицу:

$V(\text{AgNO}_3)$, мл	κ_1	κ_2

Строят кривую титрования в координатах: удельная электропроводность – объём раствора AgNO_3 , используя ПО MS Excel. По излому кривой находят объём (V) раствора AgNO_3 , соответствующий конечной точке титрования суммы хлоридов и йодидов.

Во второй стакан для титрования вносят 20,0 мл анализируемого раствора, 80,0 мл дистиллированной воды и по каплям добавляют водный раствор аммиака до $\text{pH} \approx 9$ (контролируют универсальной индикаторной бумагой). Титруют раствором AgNO_3 порциями по 0,5 мл при перемешивании. Регистрируют показания прибора после введения каждой порции титранта.

Окончанию титрования йодидов соответствует начало заметного возрастания проводимости после ее плавного уменьшения. Конечная точка при титровании отвечает излому на кривой титрования. Титрование провести дважды. Данные титрования занести в таблицу.

Строят вторую кривую титрования в координатах: удельная электропроводность – объём раствора AgNO_3 , используя ПО MS Excel. По излому кривой находят объём (V_1) AgNO_3 , соответствующий конечной точке

титрования йодидов. Разность объёмов (V–V1) соответствует содержанию хлоридов.

Обработка результатов

По формулам титриметрического анализа рассчитывают содержание хлоридов и йодидов в анализируемом растворе (г).

Относительное расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать допускаемое расхождение, равное 15 %. Сходимость результатов анализа A, %, вычисляют по формуле:

$$A = \frac{2(X1 - X2)}{X1 + X2} \cdot 100 \%$$

где X1 – больший результат из двух параллельных измерений,

X2 – меньший результат из двух параллельных измерений.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Результаты округляют до четырех значащих цифр.

Лабораторная работа 22

Определение содержания золы в сахаре кондуктометрическим методом

ГОСТ 12574–2016 Сахар. Методы определения золы

Оборудование на рабочую группу: аналитические весы, теххимические весы, плитка электрическая, штативы лабораторные с держателями для бюретки, штативы для электродов, кондуктометры, кондуктометрические электроды, резиновые груши, пипетки градуированные, пипетки Пастера, промывалки, шпатели, фильтры «белая лента».

Оборудование на рабочее место:

Наименование	Количество	Наименование	Количество
колба мерная 500 мл	1	стакан 100 мл	6
колба мерная 200 мл	2	стакан 250 мл	2
воронка	2	стакан 50 мл	1
пипетка Мора 20 мл	1	фарфоровая ступка	1
		пестик	1

Реактивы: хлорид калия 0,0100 моль/л, сахар, дистиллированная вода.

Задание

1. Подготовить рабочее место.
2. Приготовить контрольный и исследуемый раствор.
3. Провести кондуктометрические измерения.
4. Провести обработку результатов анализа, определить приемлемость.
5. Все расчеты и результаты представить в виде протокола.

Сущность метода

Метод основан на измерении удельной электрической проводимости водного раствора сахара кондуктометром, в диапазоне измерений массовой доли золы от 0,001 % до 0,100 %.

Подготовка к анализу

1) Определение удельной электрической проводимости дистиллированной воды.

Перед началом проведения измерений определяют удельную электрическую проводимость S_2 , мкСм/см, используемой дистиллированной воды. Величиной удельной электрической проводимости дистиллированной воды должна быть не более 2 мкСм/см.

2) Приготовление контрольного раствора хлористого калия молярной концентрации 0,0002 моль/л.

Раствор хлорида калия с точной концентрацией 0,0100 моль/л объемом 10 мл помещают в мерную колбу вместимостью 500 мл и доводят объем до метки дистиллированной водой. Раствор готовят в день применения.

Проверяют показания кондуктометра, используя приготовленный контрольный раствор хлористого калия молярной концентрации 0,0002 моль/л, который имеет удельную электрическую проводимость после вычитания удельной электрической проводимости используемой воды ($26,6 \pm 0,3$) мкСм/см при температуре 20 °С.

3) Подготовка пробы для измерений.

Взвешивают 62,60 г кристаллического сахара (кусковой сахар предварительно измельчают в фарфоровой ступке пестиком), растворяют

небольшими порциями теплой дистиллированной воды и переводят в мерную колбу вместимостью 200 мл. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки. Содержимое колбы тщательно перемешивают.

Проведение анализа

Проводят два параллельных определения.

В стакан вместимостью 100 мл наливают около 50 мл анализируемого раствора сахара температурой, несколько раз погружают датчик кондуктометра в раствор для ополаскивания, раствор выливают.

Повторно наполняют стакан анализируемым раствором и погружают в него датчик кондуктометра, следя за тем, чтобы отверстия датчика прибора были погружены в раствор и измеряют удельную электрическую проводимость раствора. Измерения проводят при температуре (20 ± 5) °С. Результаты измерений фиксируют в единицах удельной электрической проводимости С1, мкСм/см, убедившись в том, что показания прибора стабильны. После проведения измерений датчик промывают дистиллированной водой и осушают фильтровальной бумагой.

Обработка результатов

Массовую долю золы X, %, вычисляют по формуле:

$$X = 0,0006 - (C1 - 0,35 \cdot C2)$$

где 0,0006 – коэффициент для выражения результатов в процентах;

C1 – удельная электрическая проводимость анализируемого раствора сахара, мкСм/см;

0.35 – поправка на удельную электрическую проводимость воды;

C2 – удельная электрическая проводимость дистиллированной воды, определенная, мкСм/см.

В случае, если измерения удельной электрической проводимости анализируемого раствора сахара и воды проводят при температуре, отличной от 20 °С, но не более ± 5 °С, необходимо привести значения их удельных электрических проводимостей к значениям при температуре 20 °С по формуле:

$$C^{20} = \frac{C^t}{1 + 0,026 \cdot (t - 20)}$$

где C^{20} – значение удельной электрической проводимости анализируемого раствора сахара или воды, приведенной к значениям при температуре 20 °С, мкСм/см;

C^t – измеренное значение удельной электрической проводимости анализируемого раствора сахара или воды при фактической температуре измерения, мкСм/см;

t – температура окружающей среды во время измерения, °С;

0,026 – температурный коэффициент электрической проводимости, приходящийся на 1 °С;

1 – коэффициент пропорциональности между C^{20} и C^t при температуре 20 °С.

Вычисления проводят до четвертого десятичного знака с последующим округлением до третьего десятичного знака.

За результат определения принимают среднее арифметическое двух параллельных определений (X_1 , X_2), абсолютное допускаемое расхождение между которыми при доверительной вероятности $P = 0,95$ удовлетворяет условию сходимости:

$$|X_1 - X_2| \leq r$$

где $r = 0,001$ %.

Границы абсолютной погрешности метода определения массовой доли золы в сахаре при $P = 0,95$ $\Delta = \pm 0,001$ %.

РЕФРАКТОМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

Лабораторная работа 23

Определение фактора показателя преломления одного из препаратов

Оборудование на рабочую группу: весы теххимические, рефрактометры, резиновые груши, пипетки градуированные, пипетки Пастера, стеклянные палочки, промывалки, шпатели, термометры, фильтры, салфетки марлевые.

Оборудование на рабочее место:

Наименование	Количество	Наименование	Количество
стакан 250 мл	2	стакан 50 мл	5
колба мерная 50 мл	4	воронка	4
бюкс	4		

Реактивы: бромид калия х.ч., спирт этиловый, дистиллированная вода.

Задание

1. Подготовить рабочее место.
2. Подготовить к работе рефрактометр в соответствии с инструкцией к прибору.
3. Определить показатель преломления исследуемых растворов.
4. Провести обработку результатов анализа.
5. Все расчеты и результаты представить в виде протокола.

Сущность метода

Метод основан на явлении преломления, изменении прямолинейного распространения света при переходе из одной среды в другую, называемого рефракцией, она характеризуется показателем преломления. Определение рефрактометрического фактора основано на рефрактометрическом анализе растворов с различными массовыми долями веществ.

Подготовка к анализу

1) Приготовление растворов.

Готовят 3, 4, 5 и 6 % растворы бромида калия объемом 50,0 мл. Плотность водных растворов бромида калия при 20 °С приведена в таблице 15. Готовят одну серию растворов.

Таблица 15 – Плотность водных растворов бромида калия при 20 °С

С, %	0,5	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0	6,0	7,0
ρ	1,0018	1,0054	1,0127	1,0200	1,0275	1,0350	1,0426	1,0503
С, %	8,0	9,0	10,0	12,0	14,0	16,0	18,0	20,0
ρ	1,0581	1,0660	1,0740	1,0903	1,1070	1,1242	1,1419	1,1601

2) Подготовка рефрактометра.

Готовят рефрактометр к работе и настраивают его в соответствии с инструкцией к прибору по дистиллированной воде, для которой $n_D^{20} = 1,3330$ и

$n_D^{25} = 1,3325$. Стекло́нной палочкой или пипеткой Пастера наносят несколько капель дистиллированной воды на измерительную призму. Опускают осветительную призму так, чтобы вода распределилась по всей поверхности измерительной призмы без воздушных пузырьков и сухих мест. Выдерживают 30 секунд прежде, чем приступить к следующему шагу. Это позволит образцу адаптироваться к температуре окружающей среды. Измеряют показатель преломления не менее двух раз до получения сходимости результата в четвертом знаке после запятой.

Сравнивают полученные значения со стандартными значениями для дистиллированной воды. Делают вывод о необходимости (при отклонении значений более, чем на 0,0005) или отсутствии необходимости юстировки прибора.

Проведение анализа

Призму тщательно протирают спиртом и дают просохнуть, затем наносят несколько капель испытуемого раствора на измерительную призму так же, как и при проверке рефрактометра, и определяют показатель преломления. Определение проводят для всех исследуемых растворов не менее двух раз, до получения сходимости четвертого знака после запятой.

Обработка результатов

Если определение выполнено при температуре, отличающейся от $(20,0 \pm 0,5) \text{ }^\circ\text{C}$, то производят пересчет показаний на $20 \text{ }^\circ\text{C}$:

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

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

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

n_D^t – показатель преломления при температуре измерения,

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

Таким образом, при изменении температуры на один градус показатель преломления разбавленного водного раствора изменяется приблизительно на 0,0001.

Фактор показателя преломления для каждой концентрации рассчитывают

по формуле до пятого знака после запятой:

$$F_x = \frac{n - n_0}{C_x}$$

n – показатель преломления раствора,

n_0 – показатель преломления растворителя (для воды = 1,3330),

C_x – концентрация растворенного вещества X, %,

F_x – фактор показателя преломления вещества X.

Фактор показателя преломления соединения рассчитывают, как среднее арифметическое факторов для каждой концентрации.

Лабораторная работа 24

Рефрактометрический метод определения содержания бромид калия в растворе

Оборудование на рабочую группу: весы теххимические, рефрактометры, резиновые груши, пипетки градуированные, пипетки Пастера, стеклянные палочки, промывалки, шпатели, термометры, фильтры, салфетки марлевые.

Оборудование на рабочее место:

Наименование	Количество	Наименование	Количество
стакан 250 мл	2	стакан 50 мл	5
колба мерная 100 мл	1	бюкс	1
колба мерная 50 мл	4	воронка	1

Реактивы: бромид калия х.ч., анализируемый раствор бромида калия, спирт этиловый, дистиллированная вода.

Задание

1. Подготовить рабочее место.
2. Подготовить к работе рефрактометр в соответствии с инструкцией к прибору.
3. Приготовить серию градуировочных растворов, построить график зависимости показателя преломления от концентрации.
4. Определить содержание бромида калия в исследуемом растворе.
5. Провести обработку результатов анализа.

б. Все расчеты и результаты представить в виде протокола.

Сущность метода

Метод основан на явлении преломления, изменении прямолинейного распространения света при переходе из одной среды в другую, называемого рефракцией, она характеризуется показателем преломления.

Массовая доля бромида калия в растворе определяется по градуировочной характеристике функциональной зависимости от показателя преломления.

Подготовка к анализу

1) Приготовление рабочего раствора.

С помощью термометра определяют температуру воздуха. В мерной колбе на 100,0 мл готовят 20 % раствор бромида калия. Рассчитывают первичное значение массы навески и округляют его до второго десятичного знака. Плотности раствора в зависимости от температуры приведены в таблице 16. Температуру раствора принимают равной температуре окружающей среды.

Таблица 16 – Плотность 20 % раствора KBr при температуре от 15 °C до 30 °C

Температура, °C	Плотность KBr, г/мл	Температура, °C	Плотность KBr, г/мл
15	1,1621	23	1,1589
16	1,1617	24	1,1585
17	1,1613	25	1,1581
18	1,1609	26	1,1577
19	1,1605	27	1,1573
20	1,1601	28	1,1569
21	1,1597	29	1,1565
22	1,1593	30	1,1561

2) Приготовление градуировочных растворов.

Готовят градуировочную серию растворов бромида калия объемом по 50,0 мл, для чего в мерные колбы на 50,0 мл вносят 8,0, 12,0, 16,0, 20,0 мл раствора бромида с массовой долей 20 %, доводят до метки дистиллированную воду и тщательно перемешивают. Рассчитывают массовую долю бромида калия в градуировочных растворах. Плотности воды в зависимости от температуры приведены в таблице 17.

Таблица 17 – Плотность и показатель преломления дистиллированной воды при температуре от 15 °С до 30 °С

Температура, °С	Плотность, г/мл	Показатель преломления, n_0
15	0,999099	1,3334
16	0,998943	1,3333
17	0,998775	1,3332
18	0,998595	1,3332
19	0,998405	1,3331
20	0,998204	1,3330
21	0,997992	1,3329
22	0,997770	1,3328
23	0,997538	1,3327
24	0,997296	1,3326
25	0,997045	1,3325
26	0,996783	1,3324
27	0,996513	1,3323
28	0,996233	1,3322
29	0,995945	1,3321
30	0,995647	1,3320

3) Подготовка рефрактометра.

Готовят рефрактометр к работе и настраивают его в соответствии с инструкцией к прибору по дистиллированной воде. Стеклопалочкой или пипеткой Пастера наносят несколько капель дистиллированной воды на измерительную призму. Опускают осветительную призму так, чтобы вода распределилась по всей поверхности измерительной призмы без воздушных пузырьков и сухих мест. Выдерживают 30 секунд прежде, чем приступить к следующему шагу. Это позволит образцу адаптироваться к температуре окружающей среды. Измеряют показатель преломления не менее двух раз до получения сходимости результата в четвертом знаке после запятой.

Сравнивают полученные значения со стандартными значениями для дистиллированной воды (таблица 17). Делают вывод о необходимости (при отклонении значений более, чем на 0,0005) или отсутствии необходимости юстировки прибора.

4) Измерение показателей преломления градуировочных растворов.

Измеряют показатели преломления градуировочных растворов в порядке

возрастания массовой доли бромида калия в растворе. Для измерения показателей преломления наносят несколько капель градуировочного раствора на измерительную призму рефрактометра. Закрывают пластину так, чтобы раствор распространился по всей поверхности призмы без воздушных пузырьков и сухих мест. Выдерживают не менее 30 секунд прежде, чем приступить к непосредственному измерению показателя преломления согласно инструкции к прибору. Это позволит жидкости адаптироваться к температуре окружающей среды, значение которой считывают со встроенного в рефрактометр термометра. Измеряют показатель преломления каждого раствора не менее двух раз до получения сходимости результата в четвертом знаке после запятой.

5) Построение калибровочного графика.

Экспериментальные значения показателя преломления приводят к температуре 20 °С (см. обработку результатов). Строят градуировочный график зависимости показателя преломления градуировочных растворов от массовой доли бромида калия в растворе. Данные обрабатывают методом линейной регрессии с построением линии тренда с использованием ПО MS Excel. Значение R^2 (величина достоверности аппроксимации) полученной линейной зависимости показателя преломления раствора от массовой доли бромида калия должно быть не менее 0,9900. Находят значение рефрактометрического фактора F , %⁻¹, который численно равен угловому коэффициенту градуировочной характеристики.

Проведение анализа

Призму тщательно протирают спиртом и дают просохнуть. Затем наносят несколько капель анализируемого раствора на измерительную призму рефрактометра. Закрывают пластину так, чтобы раствор распространился по всей поверхности призмы без воздушных пузырьков и сухих мест. Выдерживают не менее 30 секунд прежде, чем приступить к непосредственному измерению показателя преломления пробы согласно инструкции к прибору. Это позволит жидкости адаптироваться к температуре

окружающей среды, значение которой считывают со встроенного в рефрактометр термометра. Измеряют показатель преломления пробы не менее двух раз до получения сходимости результата в четвертом знаке после запятой.

Обработка результатов

Показатель преломления зависит от температуры – снижается при нагревании и растёт при охлаждении раствора. Если определение выполнено при температуре, отличающейся от $(20,0 \pm 0,5) \text{ } ^\circ\text{C}$, то производят пересчет показаний на $20 \text{ } ^\circ\text{C}$:

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

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

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

n_D^t – показатель преломления при температуре измерения,

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

Таким образом, при изменении температуры на один градус показатель преломления разбавленного водного раствора изменяется приблизительно на 0,0001.

Концентрацию бромида калия в анализируемой пробе рассчитать по формуле:

$$C = \frac{n_D^{20} - n_0}{F}$$

где C – массовая доля бромида калия в анализируемой пробе, %,

F – рефрактометрический фактор бромида калия, равный величине прироста показателя преломления при увеличении концентрации на 1 %, $\%^{-1}$,

n_D^{20} – среднее арифметическое значение показателя преломления анализируемой пробы,

n_0 – значение показателя преломления дистиллированной воды найденное по графику.

Результат округляют до второго десятичного знака.

Допускаемое относительное значение суммарной погрешности (δ) результата анализа составляет $\pm 5,0 \%$ при доверительной вероятности $P = 0,95$, $n = 2$.

Лабораторная работа 25

Рефрактометрический метод определения содержания сахарозы в растворе

Оборудование на рабочую группу: весы теххимические, рефрактометры, резиновые груши, пипетки градуированные, пипетки Пастера, стеклянные палочки, промывалки, шпатели, термометры, фильтры, салфетки марлевые.

Оборудование на рабочее место:

Наименование	Количество	Наименование	Количество
стакан 250 мл	2	стакан 50 мл	5
колба мерная 50 мл	4	воронка	4
бюкс	4		

Реактивы: сахароза х.ч., анализируемый раствор сахарозы, спирт этиловый, дистиллированная вода.

Задание

1. Подготовить рабочее место.
2. Подготовить к работе рефрактометр в соответствии с инструкцией к прибору.
3. Приготовить серию градуировочных растворов, построить график зависимости показателя преломления от концентрации.
4. Определить содержание сахарозы в исследуемом растворе.
5. Провести обработку результатов анализа.
6. Все расчеты и результаты представить в виде протокола.

Сущность метода

Метод основан на явлении преломления, изменении прямолинейного распространения света при переходе из одной среды в другую, называемого рефракцией, она характеризуется показателем преломления. Массовая доля сахарозы в растворе определяется по градуировочной характеристике функциональной зависимости от показателя преломления.

Подготовка к анализу

1) Приготовление градуировочных растворов.

Готовят градуировочную серию растворов сахарозы объемом по 50,0 мл концентрацией 2, 4, 6 и 8 %. Плотности растворов сахарозы разной

концентрации приведены в таблице 18. Готовят одну серию растворов.

Таблица 18 – Плотность водных растворов сахарозы при 20 °С

С, %	0,5	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0	6,0	7,0
ρ	1,0002	1,0021	1,0060	1,0099	1,0139	1,0178	1,0218	1,0259
С, %	8,0	9,0	10,0	12,0	14,0	16,0	18,0	20,0
ρ	1,0299	1,0340	1,0381	1,0465	1,0549	1,0635	1,0722	1,0810

2) Подготовка рефрактометра.

Готовят рефрактометр к работе и настраивают его в соответствии с инструкцией к прибору по дистиллированной воде, для которой $n_D^{20} = 1,3330$ и $n_D^{25} = 1,3325$. Стеклопалочкой или пипеткой Пастера наносят несколько капель дистиллированной воды на измерительную призму. Опускают осветительную призму так, чтобы вода распределилась по всей поверхности измерительной призмы без воздушных пузырьков и сухих мест. Выдерживают 30 секунд прежде, чем приступить к следующему шагу. Это позволит образцу адаптироваться к температуре окружающей среды. Измеряют показатель преломления не менее двух раз до получения сходимости результата в четвертом знаке после запятой.

Сравнивают полученные значения со стандартными значениями для дистиллированной воды. Делают вывод о необходимости (при отклонении значений более, чем на 0,0005) или отсутствии необходимости юстировки прибора.

3) Измерение показателей преломления градуировочных растворов.

Измеряют показатели преломления градуировочных растворов в порядке возрастания массовой доли сахарозы в растворе. Для измерения показателей преломления наносят несколько капель градуировочного раствора на измерительную призму рефрактометра. Закрывают пластину так, чтобы раствор распространился по всей поверхности призмы без воздушных пузырьков и сухих мест. Выдерживают не менее 30 секунд прежде, чем приступить к непосредственному измерению показателя преломления согласно инструкции к прибору. Это позволит жидкости адаптироваться к температуре окружающей среды, значение которой считывают со встроенного в рефрактометр термометра. Измеряют показатель преломления каждого раствора не менее

двух раз до получения сходимости результата в четвертом знаке после запятой.

4) Построение калибровочного графика.

Экспериментальные значения показателя преломления приводят к температуре 20 °С (см. обработку результатов). Строят градуировочный график зависимости показателя преломления градуировочных растворов от массовой доли сахарозы в растворе. Данные обрабатывают методом линейной регрессии с построением линии тренда с использованием ПО MS Excel. Значение R^2 (величина достоверности аппроксимации) полученной линейной зависимости показателя преломления раствора от массовой доли сахарозы должно быть не менее 0,9900. Находят значение рефрактометрического фактора $F, \%^{-1}$, который численно равен угловому коэффициенту градуировочной характеристики.

Проведение анализа

Призму тщательно протирают спиртом и дают просохнуть. Затем наносят несколько капель анализируемого раствора на измерительную призму рефрактометра. Закрывают пластину так, чтобы раствор распространился по всей поверхности призмы без воздушных пузырьков и сухих мест. Выдерживают не менее 30 секунд прежде, чем приступить к непосредственному измерению показателя преломления пробы согласно инструкции к прибору. Это позволит жидкости адаптироваться к температуре окружающей среды, значение которой считывают со встроенного в рефрактометр термометра. Измеряют показатель преломления пробы не менее двух раз до получения сходимости результата в четвертом знаке после запятой.

Обработка результатов

Показатель преломления зависит от температуры – снижается при нагревании и растёт при охлаждении раствора. Если определение выполнено при температуре, отличающейся от $(20,0 \pm 0,5) \text{ } ^\circ\text{C}$, то производят пересчет показаний на 20 °С:

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

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

n_D^{20} – показатель преломления при 20 °С,

n_D^t – показатель преломления при температуре измерения,

t – температура измерения, °С.

Таким образом, при изменении температуры на один градус показатель преломления разбавленного водного раствора изменяется приблизительно на 0,0001.

Концентрацию сахарозы в анализируемой пробе рассчитать по формуле:

$$C = \frac{n_D^{20} - n_0}{F}$$

где C – массовая доля сахарозы в анализируемой пробе, %,

F – рефрактометрический фактор сахарозы, равный величине прироста показателя преломления при увеличении концентрации на 1 %, %⁻¹,

n_D^{20} – среднее арифметическое значение показателя преломления анализируемой пробы,

n_0 – значение показателя преломления дистиллированной воды найденное по графику.

Результат округляют до второго десятичного знака.

Допускаемое относительное значение суммарной погрешности (δ) результата анализа составляет $\pm 5,0$ % при доверительной вероятности $P = 0,95$, $n = 2$.

Лабораторная работа 26

Рефрактометрический метод определения содержания сахарозы в растворе методом добавок

Оборудование на рабочую группу: весы теххимические, рефрактометры, резиновые груши, пипетки градуированные, пипетки Пастера, стеклянные палочки, промывалки, шпатели, термометры, фильтры, салфетки марлевые.

Оборудование на рабочее место:

Наименование	Количество	Наименование	Количество
стакан 250 мл	2	стакан 50 мл	5
колба мерная 100 мл	1	воронка	1
колба мерная 50 мл	6	пипетка Мора 25 мл	1

Реактивы: сахароза х.ч., анализируемый раствор сахарозы, спирт этиловый, дистиллированная вода.

Задание

1. Подготовить рабочее место.
2. Подготовить к работе рефрактометр в соответствии с инструкцией к прибору.
3. Приготовить исследуемые растворы, определить показатель преломления.
4. Определить содержание сахарозы в исследуемом растворе.
5. Провести обработку результатов анализа.
6. Все расчеты и результаты представить в виде протокола.

Сущность метода

Метод основан на явлении преломления, изменении прямолинейного распространения света при переходе из одной среды в другую, называемого рефракцией, она характеризуется показателем преломления. Массовая доля сахарозы в растворе определяется методом добавок.

Подготовка к анализу

1) Приготовление стандартного раствора.

С помощью термометра определяют температуру воздуха. В мерной колбе на 100,0 мл готовят 20 % раствор сахарозы. Рассчитывают первичное значение массы навески и округляют его до второго десятичного знака. Плотности раствора в зависимости от температуры приведены в таблице 19.

Таблица 19 – Плотность 20 % раствора сахарозы при температуре от 15 °С до 27 °С

Температура, °С	Плотность раствора сахарозы, г/мл	Температура, °С	Плотность раствора сахарозы, г/мл
15	1,05917	22	1,08990
16	1,06346	23	1,09444
17	1,06779	24	1,09897
18	1,07215	25	1,10358
19	1,07654	26	1,10818
20	1,08096	27	1,11278
21	1,08543		

Плотности воды в зависимости от температуры приведены в таблице 17. Температуру раствора принимают равной температуре окружающей среды.

2) Подготовка рефрактометра.

Готовят рефрактометр к работе и настраивают его в соответствии с инструкцией к прибору по дистиллированной воде. Стеклопалочкой или пипеткой Пастера наносят несколько капель дистиллированной воды на измерительную призму. Опускают осветительную призму так, чтобы вода распространилась по всей поверхности измерительной призмы без воздушных пузырьков и сухих мест. Выдерживают 30 секунд прежде, чем приступить к следующему шагу. Это позволит образцу адаптироваться к температуре окружающей среды. Измеряют показатель преломления не менее двух раз до получения сходимости результата в четвертом знаке после запятой.

Сравнивают полученные значения со стандартными значениями для дистиллированной воды (таблица 17). Делают вывод о необходимости (при отклонении значений более, чем на 0,0005) или отсутствии необходимости юстировки прибора.

Проведение анализа

Проводят два параллельных определения.

В три мерные колбы вместимостью 50,0 мл приливают по 25,0 мл анализируемой пробы. В первую колбу добавку не вносят. Во вторую колбу вносят добавку сахарозы в концентрации 2 %, а в третью колбу – в концентрации 4 %. В качестве добавки используют рассчитанные аликвоты стандартного раствора сахарозы с массовой долей 20 %. Концентрации добавок рассчитывают с учётом разбавления раствора в мерной колбе. Затем все колбы доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Измеряют показатели преломления растворов в порядке возрастания содержания сахара в растворе. Для измерения показателей преломления наносят несколько капель раствора на измерительную призму рефрактометра. Закрывают пластину так, чтобы раствор распространился по всей поверхности призмы без воздушных пузырьков и сухих мест. Выдерживают не менее 30 секунд прежде, чем приступить к непосредственному измерению показателя

преломления пробы согласно инструкции к прибору. Это позволит жидкости адаптироваться к температуре окружающей среды, значение которой считывают со встроенного в рефрактометр термометра. Измеряют показатель преломления каждого раствора не менее двух раз до получения сходимости результата в четвертом знаке после запятой.

Обработка результатов

Концентрацию сахарозы в анализируемой пробе рассчитывают по формуле:

$$\left(\frac{n_x - n_0}{n(x + \Delta) - n_x} \right) = \frac{C_x}{\Delta C}$$

где C_x – массовая концентрация сахарозы анализируемой пробы, %,

ΔC – массовая концентрация добавки сахарозы в анализируемой пробе (для двух добавок поочередно), %,

n_x – среднее арифметическое значение показателя преломления анализируемой пробы,

n_0 – значение показателя преломления дистиллированной воды,

$n(x + \Delta)$ – среднее арифметическое значение показателя преломления анализируемой пробы с добавкой (для двух добавок поочередно).

При расчете учесть разбавление.

Относительное расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать допустимое расхождение, равное 8 %. Сходимость результатов анализа A , %, вычисляют по формуле:

$$A = \frac{2(X1 - X2)}{X1 + X2} \cdot 100 \%$$

где $X1$ – больший результат из двух параллельных измерений,

$X2$ – меньший результат из двух параллельных измерений.

Предел точности (границы допустимой абсолютной погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95$) вычисляют по формуле:

$$\Delta = \delta \cdot 0,01 \cdot \bar{X}$$

где \bar{X} – среднее арифметическое значение массовой концентрации сахарозы, %,

δ – стандартное отклонение повторяемости, равное 10 %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

Результат измерения представляют в виде: $\bar{X} \pm \Delta, \%, P = 0,95$.

Результат округляют до второго десятичного знака.

ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

Лабораторная работа 27

Определение массовой концентрации железа с сульфосалициловой кислотой фотометрическим методом

ГОСТ 4011-72 Вода питьевая. Методы измерения массовой концентрации общего железа

Оборудование на рабочую группу: весы теххимические, фотоколориметры, кюветы с рабочей длиной 2 см, резиновые груши, пипетки градуированные, пипетки Пастера, промывалки, шпатели, фильтры, салфетки марлевые.

Оборудование на рабочее место:

Наименование	Количество	Наименование	Количество
колба мерная 50 мл	10	стакан 250 мл	3
колба мерная 100 мл	1	стакан 100 мл	6
цилиндр мерный 50 мл	1	стакан 50 мл	1
бюкс	1	пипетка Мора 10 мл	1
воронка	1		

Реактивы: основной стандартный раствор железо-аммонийных квасцов с содержанием железа 0,1 мг/мл, сульфосалициловая кислота 20 %, аммиак водный раствор 25 %, анализируемый раствор, хлорид аммония х.ч., спирт этиловый, дистиллированная вода.

Задание

1. Подготовить рабочее место.
2. Подготовить к работе фотометр в соответствии с инструкцией к прибору.
3. Определить оптическую плотность градуировочных и исследуемого

растворов.

4. Определить содержание железа в анализируемом растворе.
5. Провести обработку результатов анализа.
6. Все расчеты и результаты представить в виде протокола.

Сущность метода

Метод основан на взаимодействии ионов железа в щелочной среде с сульфосалициловой кислотой с образованием окрашенного в желтый цвет комплексного соединения. Интенсивность окраски, пропорциональную массовой концентрации железа, измеряют при длине волны 400-430 нм. Диапазон измерения массовой концентрации общего железа без разбавления пробы 0,10-2,00 мг/л. В этом интервале суммарная погрешность измерения с вероятностью $P = 0,95$ находится в пределах 0,01-0,03 мг/л.

Подготовка к анализу

1) Приготовление рабочего стандартного раствора железо-аммонийных квасцов.

Рабочий раствор готовят в мерной колбе на 100,0 мл разбавлением основного раствора в 20 раз, 1,0 мл раствора содержит 0,005 мг железа.

2) Приготовление 2 М раствора хлористого аммония.

В мерной колбе вместимостью 50,0 мл растворяют 5,35 г NH_4Cl в небольшом количестве дистиллированной воды и доводят водой до метки.

3) Приготовление раствора аммиака (1:1).

В химический стакан на 50 мл приливают 10,0 мл дистиллированной воды, добавляют 10,0 мл 25 % раствора аммиака и перемешивают.

4) Выбор оптимальной длины волны.

В мерные колбы объемом 50,0 мл вносят 0,0; 20,0 мл раствора железа с массовой концентрацией 0,005 мг/мл. В колбы приливают дистиллированной воды примерно до 25–30 мл. Затем последовательно прибавляют 1,0 мл раствора хлорида аммония, 1,0 мл сульфосалициловой кислоты, 1,0 мл раствора аммиака (1:1), тщательно перемешивая после добавления каждого реактива. Объем раствора в мерной колбе доводят до метки дистиллированной водой,

оставляют стоять 5 мин для развития окраски. Массовая концентрация железа в полученных растворах составляет: 0,00 и 2,00 мг/л соответственно.

Раствор с концентрацией 2,00 мг/л фотометрируют относительно холостого раствора в диапазоне длин волн от 360 нм до 500 нм поочередно с шагом 20 нм в кювете 20 мм. Строят кривую светопоглощения. Выбирают длину волны, соответствующую наибольшему значению оптической плотности исследуемого раствора. Все дальнейшие измерения проводят при выбранной длине волны и выбранной кювете.

5) Приготовление градуировочных растворов для определения железа.

Для построения градуировочного графика в ряд мерных колб на 50,0 мл наливают 0,0; 1,0; 2,0; 5,0. 10,0; 15,0; 20,0 мл рабочего стандартного раствора, что соответствует массовым концентрациям железа 0,0; 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 мг/л. В колбы приливают дистиллированной воды примерно до 25-30 мл. Затем последовательно прибавляют 1,0 мл раствора хлорида аммония, 1,0 мл сульфосалициловой кислоты, 1,0 мл раствора аммиака (1:1), тщательно перемешивая после добавления каждого реактива. Перемешивают и доводят до метки дистиллированной водой, оставляют стоять 5 мин для развития окраски. Измеряют значения оптической плотности растворов по отношению к холостой пробе два раза. Для каждого градуировочного раствора рассчитывают среднее арифметическое значение из полученных значений оптической плотности.

Строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массовую концентрацию железа, а по оси ординат – соответствующие значения оптической плотности. Данные обрабатывают методом линейной регрессии с построением линии тренда с использованием ПО MS Excel. Значение R^2 (величина достоверности аппроксимации) полученной линейной зависимости оптической плотности раствора от массовой концентрации железа должно быть не менее 0,9900.

Проведение анализа

В мерную колбу на 50,0 мл отмеряют 10,0 мл исследуемого раствора. Затем добавляют дистиллированной воды примерно до 25–30 мл и

последовательно прибавляют 1,0 мл раствора хлорида аммония, 1,0 мл сульфосалициловой кислоты, 1,0 мл раствора аммиака (1:1), тщательно перемешивая после добавления каждого реактива. После прибавления аммиака окраска раствора должна стать желтой. В противном случае приливают еще несколько капель раствора аммиака до появления желтой окраски.

Объем раствора в мерной колбе доводят до метки дистиллированной водой, оставляют стоять 5 мин для развития окраски. Измеряют оптическую плотность раствора по отношению к холостой пробе два раза. Рассчитывают среднее арифметическое значение из полученных значений оптической плотности. Массовую концентрацию общего железа находят по градуировочному графику.

Обработка результатов

Массовую концентрацию железа в анализируемом растворе, X , мг/л, с учетом разбавления вычисляют по формуле:

$$X = \frac{C \cdot 50}{V}$$

где C – концентрация железа, найденная по градуировочному графику, мг/л,

V – объем раствора, взятый для анализа, мл,

50 – объем, до которого разбавлена проба, мл.

Относительное расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать допустимое расхождение, равное 25 %. Сходимость результатов анализа A , %, вычисляют по формуле:

$$A = \frac{2(X_1 - X_2)}{X_1 + X_2} \cdot 100 \%$$

где X_1 – больший результат из двух параллельных измерений,

X_2 – меньший результат из двух параллельных измерений.

Предел точности (границы допускаемой абсолютной погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95$) вычисляют по формуле:

$$\Delta = 25 \cdot 0,01 \cdot \bar{X}$$

где \bar{X} – среднее арифметическое значение массовой концентрации железа,

мг/л.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Результат округляют до двух значащих цифр.

Результат измерения представляют в виде: $\bar{X} \pm \Delta, \%, P = 0,95$.

Лабораторная работа 28

Определение содержания алюминия в растворе фотометрическим методом ГОСТ 18165-2014 Вода. Методы определения содержания алюминия

Оборудование на рабочую группу: фотоколориметры, кюветы с рабочей длиной 3 и 5 см, резиновые груши, пипетки градуированные, пипетки Пастера, промывалки, шпатели, фильтры, салфетки марлевые.

Оборудование на рабочее место:

Наименование	Количество	Наименование	Количество
колба мерная 50 мл	12	стакан 250 мл	2
пипетка Мора 20 мл	1	стакан 100 мл	5
колба коническая 100 мл	4	пипетка Мора 25 мл	2

Реактивы: основной стандартный раствор с содержанием ионов алюминия 10,0 мг/л, кислота соляная 0,3 %, реакционная смесь, анализируемый раствор, спирт этиловый, дистиллированная вода.

Задание

1. Подготовить рабочее место.
2. Подготовить к работе фотометр в соответствии с инструкцией к прибору.
3. Определить оптическую плотность градуировочных и исследуемого растворов.
4. Определить содержание алюминия в анализируемом растворе.
5. Провести обработку результатов анализа.
6. Все расчеты и результаты представить в виде протокола.

Сущность метода

Метод основан на взаимодействии ионов алюминия с алюминоном с образованием окрашенного комплексного соединения, с последующим

фотометрическим определением в диапазоне длин волн от 525 до 540 нм и расчетом массовой концентрации алюминия в пробе анализируемой воды.

Подготовка к анализу

1) Выбор оптимальной длины волны.

В мерные колбы объемом 50,0 мл вносят 0,0; 1,4 мл раствора алюминия с массовой концентрацией 10,0 мг/л. Затем последовательно прибавляют 20,0 мл соляной кислоты 0,3 % и 25,0 мл реакционной смеси. После добавления каждого реактива производят перемешивание, доводят растворы до метки соляной кислотой, выдерживают 25–30 минут. Массовая концентрация алюминия в полученных растворах составляет: 0,00; 0,56 мг/л соответственно.

Раствор, не содержащий алюминия, является раствором сравнения. Раствор с концентрацией 0,56 мг/л фотометрируют относительно раствора сравнения при длинах волн от 370 нм до 580 нм поочередно с шагом 30 нм в кювете 50 мм. Строят кривую светопоглощения. Выбирают длину волны, соответствующую наибольшему значению оптической плотности исследуемого раствора. Если оптическая плотность раствора больше единицы, уменьшают толщину кюветы до 30 мм.

Все дальнейшие измерения проводят при выбранной длине волны и выбранной кювете.

2) Приготовление градуировочных растворов для определения алюминия.

В ряд мерных колб на 50,0 мл вносят 0,0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,5; 0,7; 0,8; 1,0; 1,2; 1,4 мл раствора алюминия с массовой концентрацией 10,0 мг/л. Затем последовательно прибавляют 20,0 мл соляной кислоты и 25,0 мл реакционной смеси. После добавления каждого реактива производят перемешивание, доводят раствор до метки соляной кислотой, выдерживают 25–30 минут.

Массовая концентрация алюминия в полученных градуировочных растворах составляет: 0,0; 1,0; 2,0; 4,0; 5,0; 7,0; 8,0; 10,0; 12,0 и 14,0 мкг алюминия или в расчете на 25,0 мл анализируемой пробы 0; 0,04; 0,08; 0,16; 0,20; 0,28; 0,32; 0,40; 0,48; 0,56 мг/л алюминия соответственно.

Раствор, не содержащий алюминия, является холостой пробой для градуировки. Растворы устойчивы в течение одного часа.

Измеряют значение оптической плотности холостой пробы и градуировочных растворов три раза (в порядке возрастания массовой концентрации алюминия) относительно дистиллированной воды.

Для холостой пробы и каждого градуировочного раствора рассчитывают среднее арифметическое значение из полученных значений оптической плотности.

Проведение анализа

Анализируют две параллельные аликвотные порции.

В коническую колбу вместимостью 100 мл вносят 25,0 мл анализируемой пробы, приливают 25,0 мл реакционной смеси и перемешивают. Аналогично подготавливают холостую пробу, заменяя пробу анализируемой воды раствором соляной кислоты.

Через 25–30 минут после добавления реакционной смеси измеряют оптическую плотность подготовленной пробы и подготовленной холостой пробы по три раза при выбранной длине волны, в кюветах с выбранной толщиной поглощающего слоя относительно дистиллированной воды. Рассчитывают среднее арифметическое значение из полученных значений оптической плотности.

Обработка результатов

Массовую концентрацию алюминия в пробе анализируемой воды X , мг/л, рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{(A1 - A0) \cdot f}{b}$$

где $A1$ – оптическая плотность (среднее арифметическое значение) пробы анализируемой воды, единицы оптической плотности,

$A0$ – оптическая плотность (среднее арифметическое значение) холостой пробы, единицы оптической плотности,

f – коэффициент разбавления:

$$f = \frac{V_K}{V_a}$$

где V_K – объем мерной колбы, использованный для разбавления пробы, мл,

V_a – объем аликвоты пробы, отобранной для разбавления, мл,

Если пробу не разбавляли, то $f = 1$,

b – угловой коэффициент градуировочной характеристики, рассчитанный по формуле, единицы оптической плотности $\cdot \text{л} \cdot \text{мг}^{-1}$:

$$b = \frac{\sum_{i=1}^l C_i \cdot A_i}{\sum_{i=1}^l (C_i)^2}$$

где l – число градуировочных растворов,

C_i – массовая концентрация алюминия в i -м градуировочном растворе, мг/л,

A_i – среднее арифметическое значение оптической плотности i -го градуировочного раствора за вычетом оптической плотности холостой пробы для градуировки, единицы оптической плотности.

За результат измерений массовой концентрации алюминия принимают среднее арифметическое значение результатов измерений X_1 и X_2 , полученных в условиях повторяемости, при выполнении условия:

$$200|X_1 - X_2| \leq r(X_1 + X_2)$$

где r – значение предела повторяемости по таблице 20.

Таблица 20 – Метрологические характеристики

Диапазон измерений массовой концентрации алюминия, мг/л	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами, полученными в условиях повторяемости при $P = 0,95$) r , %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами определений, полученных в условиях воспроизводимости при $P = 0,95$) R , %	Показатель точности (границы относительной погрешности при $P = 0,95$) $\pm \delta$, %
Свыше 0,15 до 0,56 включительно	20	28	20

Результат измерений представляют в виде:

$$\bar{X} \pm \Delta, \text{ мг/л}, P = 0,95$$

где \bar{X} – среднее значение концентрации, мг/л,

Δ – границы доверительного интервала абсолютной погрешности измерений массовой концентрации алюминия при доверительной вероятности $P = 0,95$, мг/л, рассчитываемые по формуле:

$$\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot \bar{X}, \text{ где}$$

δ – границы доверительного интервала относительной погрешности измерений массовой концентрации алюминия по таблице 20, %.

Лабораторная работа 29

Фотометрический метод определения меди в воде

ГОСТ 4388-72. Вода питьевая. Методы определения массовой концентрации меди

Оборудование на рабочую группу: фотоколориметры, кюветы с рабочей длиной 5 см, резиновые груши, пипетки градуированные, пипетки Пастера, промывалки, шпатели, фильтры, салфетки марлевые.

Оборудование на рабочее место:

Наименование	Количество	Наименование	Количество
колба мерная 100 мл	12	стакан 250 мл	3
цилиндр мерный 50 мл	1	стакан 100 мл	8
цилиндр мерный 100 мл	1	пипетка Мора 50 мл	1

Реактивы: основной стандартный раствор с содержанием меди 0,1 мг/мл, диэтилдитиокарбамат натрия 0,1 %, калий-натрий виннокислый 50 %, аммиак водный раствор 25 %, соляная кислота 1:1, крахмал 0,25 %, анализируемый раствор, спирт этиловый, дистиллированная вода.

Задание

1. Подготовить рабочее место.
2. Подготовить к работе фотометр в соответствии с инструкцией к прибору.
3. Определить оптическую плотность градуировочных и исследуемого растворов.
4. Определить содержание меди в анализируемом растворе.
5. Провести обработку результатов анализа.

6. Все расчеты и результаты представить в виде протокола.

Сущность метода

Метод основан на взаимодействии ионов двухвалентной меди с диэтилдитиокарбаматом натрия в слабоаммиачном растворе с образованием диэтилдитиокарбамата меди, окрашенного в желто-коричневый цвет. В разбавленных растворах диэтилдитиокарбамат меди образует коллоидные растворы, для большей устойчивости которых добавляют раствор крахмала. Для устранения мешающего влияния железа и жесткости воды добавляют раствор сегнетовой соли.

Подготовка к анализу

1) Приготовление рабочего стандартного раствора сульфата меди(II).

Рабочий раствор концентрацией 10,0 мг/л готовят в мерной колбе на 100,0 мл разбавлением основного раствора в 10 раз. Применяют свежеприготовленный раствор.

2) Приготовление раствора аммиака.

Раствор аммиака готовят разбавлением концентрированного аммиака (25 %) дистиллированной водой в соотношении 1:4.

3) Выбор оптимальной длины волны.

В мерные колбы объемом 100,0 мл вносят 0,0; 6,0 мл раствора сульфата меди с массовой концентрацией меди 10,0 мг/л. Затем последовательно прибавляют 50,0 мл дистиллированной воды, 2–4 капли соляной кислоты 1:1, 2,0 мл раствора сегнетовой соли, 10 мл раствора аммиака, 2 мл раствора крахмала и 10 мл раствора диэтилдитиокарбамата натрия. После добавления каждого реактива производят перемешивание, доводят растворы до метки дистиллированной водой, выдерживают 10 минут. Раствор, не содержащий меди, является раствором сравнения. Массовая концентрация меди в полученных растворах составляет: 0,00; 0,6 мг/л соответственно.

Раствор с концентрацией 0,6 мг/л фотометрируют относительно раствора сравнения при длинах волн от 370 нм до 580 нм поочередно с шагом 30 нм в кювете толщиной 50 мм. Выбирают длину волны, соответствующую

наибольшему значению оптической плотности исследуемого раствора. Если оптическая плотность раствора больше единицы, уменьшают толщину кюветы до 30 мм. Все дальнейшие измерения проводят при выбранной длине волны и выбранной кювете.

4) Приготовление градуировочных растворов для определения меди.

В мерные колбы объемом 100,0 мл вносят 0,0; 0,2; 0,4; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0 мл раствора меди с массовой концентрацией 10,0 мг/л. Затем последовательно прибавляют 50,0 мл дистиллированной воды, 2–4 капли соляной кислоты 1:1, 2,0 мл раствора сегнетовой соли, 10,0 мл раствора аммиака, 2,0 мл раствора крахмала и 10 мл раствора диэтилдитиокарбамата натрия. После добавления каждого реактива производят перемешивание, доводят раствор до метки дистиллированной водой, выдерживают 10 минут. Раствор, не содержащий медь, является раствором сравнения для градуировки.

Растворы устойчивы в течение одного часа.

Измеряют значения оптической плотности растворов в порядке возрастания массовой концентрации меди по отношению к раствору сравнения два раза при выбранной длине волны и толщине кюветы 50 мм. Для каждого градуировочного раствора рассчитывают среднее арифметическое значение из полученных значений оптической плотности.

Строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массовую концентрацию меди, а по оси ординат – соответствующие значения оптической плотности. Данные обрабатывают методом линейной регрессии с построением линии тренда с использованием ПО MS Excel. Значение R^2 (величина достоверности аппроксимации) полученной линейной зависимости оптической плотности раствора от массовой концентрации меди должно быть не менее 0,9900.

Проведение анализа

Анализируют две параллельные аликвотные порции.

В мерную колбу вместимостью 100,0 мл вносят 50,0 мл пробы анализируемой воды, 2–4 капли соляной кислоты 1:1, 2,0 мл раствора

сегнетовой соли, 10,0 мл раствора аммиака, 2,0 мл раствора крахмала и 10,0 мл раствора диэтилдитиокарбамата натрия. После добавления каждого реактива производят перемешивание, доводят раствор до метки дистиллированной водой, выдерживают не менее 10 минут.

По истечении 10 минут измеряют оптическую плотность (А) отобранной пробы анализируемой воды по два раза при выбранной длине волны, используя холостую пробу в качестве образца сравнения в кюветах с выбранной толщиной поглощающего слоя.

Рассчитывают среднее арифметическое значение из полученных значений оптической плотности. Массовую концентрацию меди находят по градуировочному графику.

Обработка результатов

Массовую концентрацию меди в анализируемом растворе, X, мг/л, с учетом разбавления вычисляют по формуле:

$$X = \frac{C \cdot 100}{V}$$

где C – концентрация меди, найденная по градуировочному графику, мг/л,

V – объем раствора, взятый для анализа, мл,

100 – объем, до которого разбавлена проба, мл.

Относительное расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать допустимое расхождение, равное 25 %. Сходимость результатов анализа A, %, вычисляют по формуле:

$$A = \frac{2(X_1 - X_2)}{X_1 + X_2} \cdot 100 \%$$

где X₁ – больший результат из двух параллельных измерений,

X₂ – меньший результат из двух параллельных измерений.

Предел точности (границы допустимой абсолютной погрешности при доверительной вероятности P = 0,95) вычисляют по формуле:

$$\Delta = 25 \cdot 0,01 \cdot \bar{X}$$

где \bar{X} – среднее арифметическое значение массовой концентрации меди, мг/л.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Результат округляют до второго десятичного знака.

Результат измерения представляют в виде: $\bar{X} \pm \Delta$, %, $P = 0,95$.

Лабораторная работа 30

Определение концентрации ионов меди в виде аммиаката дифференциально–фотометрическим методом

Оборудование на рабочую группу: фотоколориметры, кюветы с рабочей длиной 1, 2, 3, 5 см, резиновые груши, пипетки градуированные, пипетки Пастера, промывалки, шпатели, фильтры, салфетки марлевые.

Оборудование на рабочее место:

Наименование	Количество	Наименование	Количество
колба мерная 50 мл	8	стакан 250 мл	2
пипетка Мора 25 мл	1	стакан 100 мл	3

Реактивы: основной стандартный раствор с содержанием меди 1,0 мг/мл, аммиак водный раствор 5 %, анализируемый раствор, спирт этиловый, дистиллированная вода.

Задание

1. Подготовить рабочее место.
2. Подготовить к работе фотометр в соответствии с инструкцией к прибору.
3. Определить оптическую плотность градуировочных и исследуемого растворов.
4. Определить содержание меди в анализируемом растворе.
5. Провести обработку результатов анализа.
6. Все расчеты и результаты представить в виде протокола.

Сущность метода

Метод основан на образовании комплексного соединения ионов меди с аммиаком, обладающего интенсивной сине–фиолетовой окраской.

Подготовка к анализу

1) Выбор оптимальной длины волны.

В мерную колбу объемом 50,0 мл вносят рабочий раствор сульфата меди, содержащий 15 мг ионов меди(II) и добавляют 10,0 мл 5 % раствора аммиака. Объем раствора в мерной колбе доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Через 10 мин фотометрируют в кювете 10 мм относительно раствора сравнения (дистиллированная вода) при длинах волн от 400 нм до 640 нм с шагом 30 нм, записывая результаты измерения в виде таблицы.

Для дальнейшей работы выбирают длину волны, соответствующую наибольшему значению оптической плотности исследуемого раствора.

2) Выбор кюветы.

Для выбора кюветы (толщины поглощающего слоя) в мерных колбах на 50,0 мл готовят растворы сульфата меди, содержащие 15 мг и 5 мг ионов меди(II), соответственно. Добавляют в каждую колбу 10,0 мл 5 % раствора аммиака, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают. Через 10 мин измеряют оптическую плотность (A) раствора максимальной концентрации на выбранной длине волны в кювете 10 мм по отношению к раствору сравнения, содержащему 5 мг меди.

Расчетным путем определяют необходимую толщину кюветы по закону Бугера-Ламберта-Бера. В выбранной кювете измеряют оптическую плотность, которая должна быть близкой к единице. Дальнейшую работу проводят в кювете с выбранной толщиной оптического слоя.

3) Приготовление градуировочных растворов для определения меди.

Готовят одну серию градуировочных растворов. В мерные колбы объемом 50,0 мл вносят рабочий раствор меди, содержащий 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5 и 15,0 мг иона меди(II), добавляют в каждую колбу 10,0 мл 5 % раствора аммиака. Объем раствора в каждой мерной колбе доводят до метки дистиллированной водой. Через 10 мин измеряют оптическую плотность градуировочных растворов в порядке возрастания массовой концентрации меди по отношению к раствору сравнения, содержащему 5 мг иона меди.

Растворы шкалы устойчивы в течение одного часа.

Измерения проводят два раза в каждой колбе при выбранных длине волны и толщине кюветы. Для каждого градуировочного раствора рассчитывают среднее арифметическое значение из полученных значений оптической плотности.

Строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс разность ($C_x - C_0$) концентраций иона меди, а по оси ординат – соответствующие значения оптической плотности. Данные обрабатывают методом линейной регрессии с построением линии тренда с использованием ПО MS Excel. Значение R^2 (величина достоверности аппроксимации) полученной линейной зависимости оптической плотности раствора от массовой концентрации меди должно быть не менее 0,9900.

Проведение анализа

Анализируют две параллельные аликвотные порции.

В мерную колбу вместимостью 50,0 мл вносят 25,0 мл пробы анализируемой воды, прибавляют 10,0 мл 5 % раствора аммиака, перемешивают, доводят раствор до метки дистиллированной водой и выдерживают не менее 10 минут.

Измеряют оптическую плотность (A) пробы анализируемой воды при выбранной длине волны относительно раствора сравнения, содержащего 5,0 мг иона меди, в кюветах с выбранной толщиной поглощающего слоя. Измерения проводят 2 раза.

Рассчитывают среднее арифметическое значение из полученных значений оптической плотности. Массовую концентрацию меди находят по градуировочному графику.

Обработка результатов

Массовую концентрацию меди в анализируемом растворе, X, мг/л, с учетом разбавления вычисляют по формуле:

$$X = \frac{C \cdot 50}{V}$$

где C – концентрация меди, найденная по градуировочному графику, мг/л,
 V – объем раствора, взятый для анализа, мл,
50 – объем, до которого разбавлена проба, мл.

Относительное расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать допускаемое расхождение, равное 25 %. Сходимость результатов анализа A , %, вычисляют по формуле:

$$A = \frac{2(X_1 - X_2)}{X_1 + X_2} \cdot 100 \%$$

где X_1 – больший результат из двух параллельных измерений,
 X_2 – меньший результат из двух параллельных измерений.

Предел точности (границы допускаемой абсолютной погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95$) вычисляют по формуле:

$$\Delta = 25 \cdot 0,01 \cdot \bar{X}$$

где \bar{X} – среднее арифметическое значение массовой концентрации меди, мг/л.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Результат округляют до двух значащих цифр.

Результат измерения представляют в виде: $\bar{X} \pm \Delta$, %, $P = 0,95$.

Лабораторная работа 31

Фотометрический метод определения хрома(VI) в растворе

ГОСТ 31956-2012 Вода. Методы определения содержания хрома(VI) и общего хрома

Оборудование на рабочую группу: фотоколориметры, кюветы с рабочей длиной 5 см, резиновые груши, пипетки градуированные, пипетки Пастера, промывалки, шпатели, фильтры, салфетки марлевые.

Оборудование на рабочее место:

Наименование	Количество	Наименование	Количество
колба мерная 100 мл	10	стакан 250 мл	3
колба мерная 50 мл	1	стакан 100 мл	5
стакан 50 мл	2	пипетка Мора 50 мл	1

Реактивы: основной стандартный раствор с содержанием ионов хрома(VI) 100,00 мг/л, ортофосфорная кислота х.ч., 1,5-дифенилкарбазид раствор в ацетоне, анализируемый раствор, спирт этиловый, дистиллированная вода.

Задание

1. Подготовить рабочее место.
2. Подготовить к работе фотометр в соответствии с инструкцией к прибору.
3. Определить оптическую плотность градуировочных и исследуемого растворов.
4. Определить содержание хрома в анализируемом растворе.
5. Провести обработку результатов анализа.
6. Все расчеты и результаты представить в виде протокола.

Сущность метода

Метод определения хрома(VI) основан на измерении светопоглощения в диапазоне длин волн от 540 до 550 нм окрашенного (красно-фиолетового) комплексного соединения, образующегося в результате реакции 1,5-дифенилкарбазида с бихромат-ионами пробы анализируемой воды в кислой среде и определении хрома(VI) по значению оптической плотности раствора.

Подготовка к анализу

1) Приготовление раствора хрома(VI) массовой концентрации 5,00 мг/л.

В мерную колбу вместимостью 100,0 мл вносят 5,0 мл раствора хрома(VI) массовой концентрацией 100,00 мг/л, доводят до метки дистиллированной и тщательно перемешивают. Раствор готовят в день применения.

2) Приготовление раствора ортофосфорной кислоты.

В мерную колбу вместимостью 50,0 мл наливают 5–10 мл дистиллированной воды, затем вносят 35,0 мл ортофосфорной кислоты и доводят до метки дистиллированной водой.

Внимание! Ортофосфорную кислоту осторожно добавляют в емкость с дистиллированной водой небольшими порциями при перемешивании и

охлаждении. Категорически запрещается добавлять воду к ортофосфорной кислоте.

3) Приготовление градуировочных растворов для определения хрома.

Массовая концентрация хрома(VI) в градуировочных растворах должна находиться в диапазоне 0,025–0,250 мг/л, шесть значений.

В семь мерных колб, вместимостью 100,0 мл вносят рассчитанные объемы раствора хрома(VI) массовой концентрацией 5,00 мг/л, в одну колбу стандартный раствор хрома не вносят. Содержимое колб разбавляют дистиллированной водой до объема приблизительно 40 мл, добавляют 2,0 мл раствора ортофосфорной кислоты и 2,0 мл 1,5-дифенилкарбазида и доводят до метки дистиллированной водой. Растворы готовят в день применения. Готовят одну серию стандартных растворов.

Раствор не содержащий хрома, является раствором сравнения для градуировки. Выдерживают градуировочные растворы и холостую пробу для градуировки 15 минут после их приготовления. Измеряют значения оптической плотности каждого градуировочного раствора (в порядке возрастания массовой концентрации хрома) не менее двух раз при длине волны 540 нм, толщине кюветы 50 мм. Для каждого градуировочного раствора рассчитывают среднее арифметическое значение оптической плотности.

По полученным значениям в программе ПО MS Excel строят график зависимости оптической плотности растворов от значений массовой концентрации ионов хрома(VI). Данные обрабатывают методом линейной регрессии с построением линии тренда. Значение коэффициента градуировочной характеристики R^2 (величина достоверности аппроксимации) должно быть не менее 0,9900.

Проведение анализа

Анализируют две параллельные аликвотные порции.

В мерную колбу вместимостью 100,0 мл вносят пипеткой Мора 50,0 мл анализируемой пробы, добавляют 2,0 мл раствора ортофосфорной кислоты и 2,0 мл раствора 1,5-дифенилкарбазида и доводят дистиллированной водой до

метки, после чего выдерживают 15 мин.

Измеряют не менее 2 раз оптическую плотность аликвот обработанной пробы анализируемой воды при длине волны 540 нм, используя холостую пробу в качестве образца сравнения в кюветах с толщиной поглощающегося слоя 50 мм.

Рассчитывают среднее арифметическое значение из полученных значений оптической плотности. Массовую концентрацию хрома находят по градуировочному графику.

Обработка результатов

Массовую концентрацию хрома(VI) в пробе анализируемой воды мг/л, рассчитывают по формуле:

$$X_{Cr(VI)} = X_S \times f$$

где X_S – значение массовой концентрации пробы анализируемой воды, найденное по градуировочному графику,

f – коэффициент разбавления пробы анализируемой воды при отборе аликвот. Для объема пробы 50,0 мл он равен двум, если взяты другие аликвоты, то f равен $100/V$.

За результат измерений массовой концентрации хрома(VI) принимают среднее арифметическое значение \bar{X} , мг/л, результатов двух параллельных определений X_1 и X_2 при выполнении условия:

$$|X_1 - X_2| \leq r$$

где r – значение предела повторяемости, мг/л,

$$r = 0,005 + 0,15 \bar{X}$$

где \bar{X} – среднее арифметическое значение массовой концентрации хрома(VI), мг/л.

Предел точности (границы допустимой абсолютной погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95$) вычисляют по формуле:

$$\Delta = 0,008 + 0,2 \bar{X}$$

где \bar{X} – среднее арифметическое значение массовой концентрации хрома(VI), мг/л.

Результат округляют до второго десятичного знака.

Результат измерения представляют в виде: $\bar{X} \pm \Delta$, %, $P = 0,95$.

Лабораторная работа 32

Фотометрическое определение хрома(VI) в растворе методом добавок ГОСТ 31956-2012 Вода. Методы определения содержания хрома(VI) и общего хрома

Оборудование на рабочую группу: фотоколориметры, кюветы с рабочей длиной 3 см, резиновые груши, пипетки градуированные, пипетки Пастера, промывалки, шпатели, фильтры, салфетки марлевые.

Оборудование на рабочее место:

Наименование	Количество	Наименование	Количество
колба мерная 100 мл	9	стакан 250 мл	3
колба мерная 50 мл	1	стакан 100 мл	5
стакан 50 мл	2	пипетка Мора 50 мл	1

Реактивы: основной стандартный раствор с содержанием ионов хрома(VI) 100,00 мг/л, ортофосфорная кислота х.ч., 1,5-дифенилкарбазид раствор в ацетоне, анализируемый раствор, спирт этиловый, дистиллированная вода.

Задание

1. Подготовить рабочее место.
2. Подготовить к работе фотометр в соответствии с инструкцией к прибору.
3. Определить оптическую плотность градуировочных и исследуемого растворов.
4. Определить содержание хрома в анализируемом растворе.
5. Провести обработку результатов анализа.
6. Все расчеты и результаты представить в виде протокола.

Сущность метода

Метод определения хрома(VI) основан на измерении светопоглощения в диапазоне длин волн от 540 до 550 нм окрашенного (красно-фиолетового) комплексного соединения, образующегося в результате реакции 1,5-

дифенилкарбазида с бихромат-ионами пробы анализируемой воды в кислой среде и определении хрома(VI) по значению оптической плотности раствора.

Подготовка к анализу

1) Приготовление раствора хрома(VI) массовой концентрации 5,00 мг/л.

В мерную колбу вместимостью 100,0 мл вносят 5,0 мл раствора хрома(VI) массовой концентрацией 100,00 мг/л, доводят до метки дистиллированной и тщательно перемешивают. Раствор готовят в день применения.

2) Приготовление раствора ортофосфорной кислоты.

В мерную колбу вместимостью 1000,0 мл наливают 100–150 мл дистиллированной воды, затем вносят 700,0 мл ортофосфорной кислоты и доводят до метки дистиллированной водой.

Внимание! Ортофосфорную кислоту осторожно добавляют в емкость с дистиллированной водой небольшими порциями при перемешивании и охлаждении. Категорически запрещается добавлять воду к ортофосфорной кислоте.

Проведение анализа

Готовят две параллельные серии растворов.

В 3 мерные колбы вместимостью 100,0 мл приливают по 50,0 мл анализируемой пробы. В первую колбу добавку не вносят. Во вторую колбу вносят добавку хрома в количестве 0,010 мг, а в третью колбу – в количестве 0,015 мг. В качестве добавки используют рассчитанные аликвоты раствора хрома(VI) с массовой концентрацией 5 мг/л. Концентрации добавок рассчитывают с учётом разбавления раствора в мерной колбе. Затем во все 3 колбы последовательно добавляют по 2 мл раствора ортофосфорной кислоты и по 2 мл раствора 1,5-дифенилкарбазида, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Растворы сравнения готовят следующим образом. В мерную колбу вместимостью 100,0 мл вносят 50,0 мл дистиллированной воды, 2,0 мл раствора ортофосфорной кислоты и 2,0 мл раствора 1,5-дифенилкарбазида, доводят до

метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Выдерживают растворы не менее 15 минут, после чего измеряют оптические плотности растворов относительно раствора сравнения не менее двух раз для каждого раствора при длине волны 540 нм и толщине светопоглощающего слоя 30 мм. Для каждого раствора рассчитывают среднее арифметическое значение оптической плотности.

По полученным значениям в программе ПО MS Excel строят графики зависимостей оптической плотности растворов от значений массовой концентрации ионов хрома(VI), **соответствующей введённой добавке.**

Данные обрабатывают методом линейной регрессии с построением линии тренда. Значение коэффициента градуировочной характеристики R^2 (величина достоверности аппроксимации) должно быть не менее 0,9900.

Модуль значения абсциссы в точке пересечения графика с осью OX соответствует массовой концентрации ионов хрома(VI) в анализируемом растворе пробы X_S .

Обработка результатов

Массовую концентрацию хрома(VI) в пробе анализируемой воды мг/л, рассчитывают по формуле:

$$X_{Cr(VI)} = X_S \times f$$

где X_S – значение массовой концентрации пробы анализируемой воды, найденное по градуировочному графику,

f – коэффициент разбавления пробы анализируемой воды при отборе аликвот. Для объема пробы 50,0 мл он равен двум, если взяты другие аликвоты, то f равен $100/V$.

За результат измерений массовой концентрации хрома(VI) принимают среднее арифметическое значение \bar{X} , мг/л, результатов двух параллельных определений X_1 и X_2 при выполнении условия:

$$|X_1 - X_2| \leq r$$

где r – значение предела повторяемости, мг/л,

$$r = 0,005 + 0,15 \bar{X}$$

где \bar{X} – среднее арифметическое значение массовой концентрации хрома(VI), мг/л.

Предел точности (границы допускаемой абсолютной погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95$) вычисляют по формуле:

$$\Delta = 0,008 + 0,2 \bar{X}$$

где \bar{X} – среднее арифметическое значение массовой концентрации хрома(VI), мг/л.

Результат округляют до второго десятичного знака.

Результат измерения представляют в виде: $\bar{X} \pm \Delta, \%, P = 0,95$.

Лабораторная работа 33

Фотометрический метод определения марганца (метод стандартов) ГОСТ 4974-2014 Вода питьевая. Определение содержания марганца фотометрическими методами

Оборудование на рабочую группу: теххимические весы, плитка электрическая, фотоколориметры, кюветы с рабочей длиной 3 см, резиновые груши, пипетки градуированные, пипетки Пастера, промывалки, шпатели, фильтры, салфетки марлевые.

Оборудование на рабочее место:

Наименование	Количество	Наименование	Количество
колба коническая 100 мл	4	стакан 250 мл	3
колба мерная 50 мл	4	стакан 100 мл	5
воронка	4	пипетка Мора 20 мл	1
цилиндр мерный 50 мл	1		

Реактивы: основной стандартный раствор с содержанием ионов марганца(II) 100,00 мг/л, ортофосфорная кислота 20 %, нитрат серебра 1 %, персульфат калия (натрия) х.ч., анализируемый раствор, спирт этиловый, дистиллированная вода.

Задание

1. Подготовить рабочее место.
2. Подготовить к работе фотометр в соответствии с инструкцией к

прибору.

3. Определить оптическую плотность градуировочного и исследуемого растворов.

4. Определить содержание марганца в анализируемом растворе.

5. Провести обработку результатов анализа.

6. Все расчеты и результаты представить в виде протокола.

Сущность метода

Сущность метода заключается в каталитическом окислении соединений марганца персульфатом калия или персульфатом натрия до перманганат-ионов с последующим измерением оптической плотности раствора при длине волны 525 нм и расчетом массовой концентрации марганца в пробе воды.

Подготовка к анализу

1) Приготовление стандартного раствора марганца 10,00 мг/л.

В коническую колбу объемом 100 мл помещают 5,0 мл раствора марганца(II) с концентрацией 100,00 мг/л. Добавляют 10,0 мл 20 % ортофосфорной кислоты, 10,0 мл 1 % раствора нитрата серебра и 0,3 г персульфата калия или натрия. Содержимое колбы разбавляют дистиллированной водой примерно до 40,0 мл, доводят до кипения. Кипятят в течение 5 минут. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу на 50,0 мл и доводят до метки.

Аналогично готовят раствор сравнения, без добавления раствора марганца(II).

2) Выбор оптимальной длины волны.

Приготовленный стандартный раствор с концентрацией 10,00 мг/л фотометрируют относительно раствора сравнения, при длинах волн от 400 нм до 610 нм поочередно с шагом 30 нм в кювете с толщиной оптического слоя 30 мм. Записывая результаты измерения в виде таблицы. Для дальнейшей работы выбирают длину волны, соответствующую наибольшему значению оптической плотности исследуемого раствора.

Проведение анализа

Проводят два параллельных определения.

В две конические термостойкие колбы на 100 мл вносят по 20,0 мл анализируемого раствора. В каждую колбу добавляют 10,0 мл раствора ортофосфорной кислоты, 10,0 мл азотнокислого серебра и по 0,3 г персульфата калия (натрия). Доводят до кипения и кипятят в течение 5 минут.

Растворы охлаждают, переносят в мерные колбы вместимостью 50,0 мл, доводят до метки, перемешивают. Проводят измерение оптической плотности при выбранной длине волны в кювете с толщиной оптического слоя 30 мм два раза для каждой колбы. Для каждого раствора рассчитывают среднее арифметическое значение оптической плотности.

Обработка результатов

Концентрацию марганца C_X определяют по закону Бугера–Ламберта–Бера:

$$A = \varepsilon \cdot C_X \cdot l = K \cdot C_X$$

где A – оптическая плотность,

C_X – молярная концентрация эквивалента моль/л,

ε – молярный коэффициент поглощения,

l – толщина кюветы, см,

$K = \varepsilon \cdot l$ – константа при заданных условиях.

Массовую концентрацию марганца(II) в пробе анализируемой воды мг/л, с учетом разбавления рассчитывают по формуле:

$$X_{Mn(II)} = C_X \times f$$

где C_X – значение массовой концентрации марганца, найденное по градуировочному раствору, мг/л,

f – коэффициент разбавления пробы анализируемой воды при отборе аликвот, $f = V_K/V_A$,

где V_K – объем колбы, взятой для разбавления, мл,

V_A – объем аликвоты, мл.

За результат измерений массовой концентрации марганца(II) принимают

среднее арифметическое значение \bar{X} , мг/л, результатов двух параллельных определений X_1 и X_2 при выполнении условия:

$$200 \cdot |X_1 - X_2| \leq r \cdot |X_1 + X_2|$$

где r – значение предела повторяемости, %, из таблицы 21.

Таблица 21 – Метрологические характеристики

Диапазон измерений массовой концентрации марганца, мг/л	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами, полученными в условиях повторяемости при $P = 0,95$) r , %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами определений, полученных в условиях воспроизводимости при $P = 0,95$) R , %	Показатель точности (границы относительной погрешности при $P = 0,95$) $\pm \delta$, %
От 0,05 до 5,00 включительно	22	35	25

Результат измерений представляют в виде:

$$\bar{X} \pm \Delta, \text{ мг/л}, P = 0,95$$

где \bar{X} – среднее значение концентрации, мг/л,

Δ – границы доверительного интервала абсолютной погрешности измерений массовой концентрации алюминия при доверительной вероятности $P = 0,95$, мг/л, рассчитываемые по формуле:

$$\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot \bar{X}, \text{ где}$$

δ – границы доверительного интервала относительной погрешности измерений массовой концентрации марганца по таблице 21, %.

Лабораторная работа 34

Фотометрический метод определения марганца (метод добавок)

ГОСТ 4974-2014 Вода питьевая. Определение содержания марганца фотометрическими методами

Оборудование на рабочую группу: теххимические весы, плитка электрическая, фотоколориметры, кюветы с рабочей длиной 3 см, резиновые груши, пипетки градуированные, пипетки Пастера, промывалки, шпатели, фильтры, салфетки марлевые.

Оборудование на рабочее место:

Наименование	Количество	Наименование	Количество
колба коническая 100 мл	4	стакан 250 мл	3
колба мерная 50 мл	6	стакан 100 мл	7
воронка	4	пипетка Мора 20 мл	1
цилиндр мерный 50 мл	1	пипетка Мора 10 мл	2

Реактивы: основной стандартный раствор с содержанием ионов марганца(II) 100,00 мг/л, ортофосфорная кислота 20 %, нитрат серебра 1 %, персульфат калия (натрия) х.ч., анализируемый раствор, спирт этиловый, дистиллированная вода.

Задание

1. Подготовить рабочее место.
2. Подготовить к работе фотометр в соответствии с инструкцией к прибору.
3. Определить оптическую плотность градуировочного и исследуемого растворов.
4. Определить содержание марганца в анализируемом растворе.
5. Провести обработку результатов анализа.
6. Все расчеты и результаты представить в виде протокола.

Сущность метода

Сущность метода заключается в каталитическом окислении соединений марганца персульфатом калия или персульфатом натрия до перманганат-ионов с последующим измерением оптической плотности раствора при длине волны 525 нм и расчетом массовой концентрации марганца в пробе воды.

Подготовка к анализу

1) Приготовление стандартного раствора марганца 10,00 мг/л.

В коническую колбу объемом 100 мл помещают 5,0 мл раствора марганца(II) с концентрацией 100,00 мг/л. Добавляют 10,0 мл 20 % ортофосфорной кислоты, 10,0 мл 1 % раствора нитрата серебра и 0,3 г персульфата калия или натрия. Содержимое колбы разбавляют дистиллированной водой примерно до 40,0 мл, доводят до кипения. Кипятят в

течение 5 минут. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу на 50,0 мл и доводят до метки.

Аналогично готовят раствор сравнения, без добавления раствора марганца(II).

2) Выбор оптимальной длины волны.

Приготовленный стандартный раствор с концентрацией 10,00 мг/л фотометрируют относительно раствора сравнения, при длинах волн от 400 нм до 610 нм поочередно с шагом 30 нм в кювете с толщиной оптического слоя 30 мм. Записывая результаты измерения в виде таблицы. Для дальнейшей работы выбирают длину волны, соответствующую наибольшему значению оптической плотности исследуемого раствора.

Проведение анализа

Проводят два параллельных определения.

В две конические термостойкие колбы на 100 мл вносят по 20,0 мл анализируемого раствора. В каждую колбу добавляют 10,0 мл раствора ортофосфорной кислоты, 10,0 мл азотнокислого серебра и по 0,3 г персульфата калия (натрия). Доводят до кипения и кипятят в течение 5 минут.

Растворы охлаждают, переносят в мерные колбы вместимостью 50,0 мл, доводят до метки, перемешивают.

Из каждой приготовленной пробы отбирают по 10,0 мл анализируемого раствора в две колбы на 50,0 мл. В одну добавляют 2,0 мл приготовленного стандартного раствора марганца(II) с концентрацией 10,00 мг/л (по п. 1). И обе колбы доводят до метки.

Проводят измерение оптической плотности при выбранной длине волны в кювете с толщиной оптического слоя 30 мм два раза для каждой колбы. Для каждого раствора рассчитывают среднее арифметическое значение оптической плотности.

Обработка результатов

Концентрацию марганца C_x определяют по формуле:

$$\frac{A_x}{A(X + \Delta) - A_x} = \frac{C_x}{\Delta C}$$

где A_X – оптическая плотность анализируемого раствора,

$A(X + \Delta)$ – оптическая плотность анализируемого раствора с добавкой,

C_X – массовая концентрация марганца, мг/л,

ΔC – массовая концентрация добавки марганца, рассчитанная с учетом разбавления, мг/л.

Массовую концентрацию марганца(II) в пробе анализируемой воды мг/л, с учетом каждого разбавления рассчитывают по формуле:

$$X_{Mn(II)} = C_X \times f$$

где C_X – значение массовой концентрации марганца, найденное по градуировочному раствору, мг/л,

f – коэффициент разбавления пробы анализируемой воды при отборе аликвот, $f = V_K/V_A$,

где V_K – объем колбы, взятой для разбавления, мл,

V_A – объем аликвоты, мл.

За результат измерений массовой концентрации марганца(II) принимают среднее арифметическое значение \bar{X} , мг/л, результатов двух параллельных определений X_1 и X_2 при выполнении условия:

$$200 \cdot |X_1 - X_2| \leq r \cdot |X_1 + X_2|$$

где r – значение предела повторяемости, %, из таблицы 21.

Результат измерений представляют в виде:

$$\bar{X} \pm \Delta, \text{ мг/л, } P = 0,95$$

где \bar{X} – среднее значение концентрации, мг/л,

Δ – границы доверительного интервала абсолютной погрешности измерений массовой концентрации алюминия при доверительной вероятности $P = 0,95$, мг/л, рассчитываемые по формуле:

$$\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot \bar{X}, \text{ где}$$

δ – границы доверительного интервала относительной погрешности измерений массовой концентрации марганца по таблице 21, %.

Лабораторная работа 35

Фотометрический метод определения содержания нитритов с использованием сульфаниловой кислоты

ГОСТ 33045-2014 Вода. Методы определения азотсодержащих веществ

Оборудование на рабочую группу: плитка электрическая, водяная баня, фотоколориметры, кюветы с рабочей длиной 2 см, резиновые груши, пипетки градуированные, пипетки Пастера, промывалки, термометры, шпатели, фильтры, салфетки марлевые.

Оборудование на рабочее место:

Наименование	Количество	Наименование	Количество
колба мерная 100 мл	2	стакан 250 мл	3
колба мерная 50 мл	11	стакан 100 мл	5
пипетка Мора 10 мл	1		

Реактивы: основной стандартный раствор с содержанием нитрит-ионов 1,00 мг/мл, реактив Грисса раствор в уксусной кислоте, анализируемый раствор, спирт этиловый, дистиллированная вода.

Задание

1. Подготовить рабочее место.
2. Подготовить к работе фотометр в соответствии с инструкцией к прибору.
3. Определить оптическую плотность градуировочных и исследуемого растворов.
4. Определить содержание нитрит-ионов в анализируемом растворе.
5. Провести обработку результатов анализа.
6. Все расчеты и результаты представить в виде протокола.

Сущность метода

Метод основан на взаимодействии нитритов с сульфаниловой кислотой в присутствии 1-нафтиламина с образованием красно-фиолетового окрашенного соединения с последующим фотометрическим определением и расчетом массовой концентрации нитритов в пробе исследуемой воды.

Подготовка к анализу

1) Приготовление рабочего стандартного раствора нитрита натрия.

Рабочий раствор готовят разбавлением основного дистиллированной водой в мерной колбе сначала в 100 раз, а затем полученный раствор еще в 10 раз. В 1 мл содержится 1 мкг NO_2^- (1,00 мг/л). Применяют свежеприготовленным.

2) Выбор оптимальной длины волны.

В мерные колбы объемом 50,0 мл вносят 0,0; 15,0 мл рабочего раствора с массовой концентрацией нитрит-ионов 1,00 мг/л. Затем прибавляют 2,0 мл реактива Грисса и доводят растворы до метки дистиллированной водой. Колбы выдерживают 40 мин при комнатной температуре или 10 мин на водяной бане при температуре от 50 °С до 60 °С (с последующим охлаждением). Раствор, не содержащий нитрит-ионов, является раствором сравнения. Массовая концентрация нитрит-ионов в полученных растворах составляет: 0,00; 0,30 мг/л соответственно.

Раствор с концентрацией 0,30 мг/л фотометрируют относительно раствора сравнения при длинах волн от 400 нм до 610 нм поочередно с шагом 30 нм в кювете толщиной 20 мм. Выбирают длину волны, соответствующую наибольшему значению оптической плотности исследуемого раствора. Все дальнейшие измерения проводят при выбранной длине волны и выбранной кювете.

3) Приготовление градуировочных растворов для определения нитрит-ионов.

В ряд мерных колб вместимостью 50,0 мл вносят рабочий стандартный раствор с массовой концентрацией нитрит-ионов 1,00 мг/л в количестве 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 и 15,0 мл. Затем прибавляют 2,0 мл реактива Грисса и доводят растворы до метки дистиллированной водой. Колбы выдерживают 40 мин при комнатной температуре или 10 мин на водяной бане при температуре от 50 °С до 60 °С (с последующим охлаждением). Раствор, не содержащий нитрит-ионов, является раствором сравнения. Массовая концентрация нитрит-ионов в полученных растворах составляет: 0,00; 0,01; 0,02; 0,04; 0,10;

0,20 и 0,30 мг/л соответственно.

Градуировочные растворы готовят в день использования.

Измеряют значения оптической плотности растворов в порядке возрастания массовой концентрации нитрит-ионов по отношению к раствору сравнения два раза при выбранной длине волны и толщине кюветы 20 мм. Для каждого градуировочного раствора рассчитывают среднее арифметическое значение из полученных значений оптической плотности.

Строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массовую концентрацию нитрит-ионов, а по оси ординат – соответствующие значения оптической плотности. Данные обрабатывают методом линейной регрессии с построением линии тренда с использованием ПО MS Excel. Значение R^2 (величина достоверности аппроксимации) полученной линейной зависимости оптической плотности раствора от массовой концентрации нитрит-ионов должно быть не менее 0,9900.

Проведение анализа

Анализируют две параллельные аликвотные порции.

В мерную колбу вместимостью 50,0 мл вносят 10,0 мл анализируемой воды, 2,0 мл реактива Грисса и доводят раствор до метки дистиллированной водой. Выдерживают 40 мин при комнатной температуре или 10 мин на водяной бане при температуре от 50 °С до 60 °С (с последующим охлаждением).

Измеряют оптическую плотность (А) отобранной пробы анализируемой воды по два раза при выбранной длине волны, используя холостую пробу в качестве образца сравнения в кюветах с выбранной толщиной поглощающего слоя. Рассчитывают среднее арифметическое значение из полученных значений оптической плотности. Массовую концентрацию нитрит-ионов находят по градуировочному графику.

Обработка результатов

Массовую концентрацию нитрит-ионов в анализируемом растворе, X, мг/л, с учетом разбавления вычисляют по формуле:

$$X = \frac{C \cdot 50}{V}$$

где C – концентрация нитрит–ионов, найденная по градуировочному графику, мг/л,

V – объем раствора, взятый для анализа, мл,

50 – объем, до которого разбавлена проба, мл.

За результат измерений массовой концентрации нитрит–ионов принимают среднее арифметическое значение \bar{X} , мг/л, результатов двух параллельных определений X_1 и X_2 при выполнении условия:

$$200 \cdot |X_1 - X_2| \leq r \cdot |X_1 + X_2|$$

где r – значение предела повторяемости, %, из таблицы 22.

Результат измерений представляют в виде:

$$\bar{X} \pm \Delta, \text{ мг/л, } P = 0,95$$

где \bar{X} – среднее значение концентрации, мг/л,

Δ – границы доверительного интервала абсолютной погрешности измерений массовой концентрации нитрит–ионов при доверительной вероятности $P = 0,95$, мг/л, рассчитываемые по формуле:

$$\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot \bar{X}$$

где δ – границы доверительного интервала относительной погрешности измерений массовой концентрации нитрит–ионов по таблице 22, %.

Таблица 22 – Метрологические характеристики

Диапазон измерений массовой концентрации нитритов, мг/л	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами, полученными в условиях повторяемости при $P = 0,95$) r , %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами определений, полученных в условиях воспроизводимости при $P = 0,95$) R , %	Показатель точности (границы относительной погрешности при $P = 0,95$) $\pm \delta$, %
От 0,003 до 0,15 включительно	50	70	50
От 0,15 до 0,3 включительно	38	53	38
От 0,3 до 30 включительно	25	35	25

Лабораторная работа 36

Фотометрический метод определения суммарного содержания аммиака и ионов аммония с реактивом Несслера

ГОСТ 33045-2014 Вода. Методы определения азотсодержащих веществ

Оборудование на рабочую группу: фотоколориметры, кюветы с рабочей длиной 2 см, резиновые груши, пипетки градуированные, пипетки Пастера, промывалки, шпатели, фильтры, салфетки марлевые.

Оборудование на рабочее место:

Наименование	Количество	Наименование	Количество
колба мерная 100 мл	1	стакан 250 мл	3
колба мерная 50 мл	13	стакан 100 мл	5
пипетка Мора 25 мл	1		

Реактивы: основной стандартный раствор с содержанием ионов аммония 1,00 мг/мл, реактив Несслера, калий-натрий виннокислый 50 %, анализируемый раствор, спирт этиловый, дистиллированная вода.

Задание

1. Подготовить рабочее место.
2. Подготовить к работе фотометр в соответствии с инструкцией к прибору.
3. Определить оптическую плотность градуировочных и исследуемого растворов.
4. Определить содержание ионов аммония в анализируемом растворе.
5. Провести обработку результатов анализа.
6. Все расчеты и результаты представить в виде протокола.

Сущность метода

Метод основан на способности аммиака и ионов аммония взаимодействовать с реактивом Несслера с образованием окрашенного в желто-коричневый цвет соединения с последующим фотометрическим определением и расчетом массовой концентрации определяемых компонентов в пробе исследуемой воды.

Подготовка к анализу

1) Приготовление рабочего стандартного раствора хлорида аммония.

Рабочий раствор готовят в мерной колбе на 100,0 мл разбавлением основного раствора дистиллированной водой в мерной колбе в 20 раз. В 1 мл содержится 0,05 мг ионов аммония (0,0500 г/л). Применяют свежеприготовленным.

2) Выбор оптимальной длины волны.

В мерные колбы объемом 50,0 мл вносят 0,0; 3,0 мл рабочего раствора с массовой концентрацией ионов аммония 0,05 мг/мл. Затем приливают 1,0 мл 50 % раствора виннокислого калия-натрия, 1,0 мл реактива Несслера, доводят растворы до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор, не содержащий ионов аммония, является раствором сравнения. Массовая концентрация ионов аммония в полученных растворах составляет: 0,00 и 3,00 мг/л соответственно.

Раствор с концентрацией 3,00 мг/л фотометрируют относительно раствора сравнения при длинах волн от 360 нм до 480 нм поочередно с шагом 20 нм в кювете толщиной 20 мм. Выбирают длину волны, соответствующую наибольшему значению оптической плотности исследуемого раствора. Все дальнейшие измерения проводят при выбранной длине волны и выбранной кювете.

3) Приготовление градуировочных растворов для определения ионов аммония.

В ряд мерных колб вместимостью 50,0 мл вносят рабочий стандартный раствор с массовой концентрацией ионов аммония 0,05 мг/мл в количестве 0,0; 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 и 3,0 мл. Затем приливают 1,0 мл 50 % раствора виннокислого калия-натрия, 1,0 мл реактива Несслера, доводят растворы до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор, не содержащий ионов аммония, является холостой пробой. Массовая концентрация ионов аммония в полученных растворах составляет: 0,00; 0,20; 0,50; 1,00; 1,50; 2,00 и 3,00 мг/л соответственно. Градуировочные растворы готовят в день

использования. Окраска устойчива в течение часа.

Через 10 минут измеряют значения оптической плотности холостой пробы и градуировочных растворов в порядке возрастания массовой концентрации ионов аммония по отношению к дистиллированной воде три раза при выбранной длине волны и толщине кюветы 20 мм. Для холостой пробы и каждого градуировочного раствора рассчитывают среднее арифметическое значение из полученных значений оптической плотности.

Проведение анализа

Анализируют две параллельные аликвотные порции.

В мерную колбу вместимостью 50,0 мл вносят 25,0 мл анализируемой воды, приливают 1,0 мл 50 % раствора виннокислого калия-натрия, 1,0 мл реактива Несслера, доводят раствор до метки дистиллированной водой и перемешивают. Аналогично готовят холостую пробу, не содержащую ионов аммония, в которую добавлены все реактивы. Через 10 минут фотометрируют анализируемую пробу и холостую пробу в кюветах с толщиной оптического слоя 2 см при выбранной длине волны по отношению к дистиллированной воде. Окраска устойчива 1 час.

Измеряют оптическую плотность каждого раствора три раза, рассчитывают среднее арифметическое значение из полученных значений оптической плотности.

Обработка результатов

Массовую концентрацию ионов аммония в пробе анализируемой воды X , мг/л, рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{(A1 - A0) \cdot f}{b}$$

где $A1$ – оптическая плотность (среднее арифметическое значение) пробы анализируемой воды, единицы оптической плотности,

$A0$ – оптическая плотность (среднее арифметическое значение) холостой пробы, единицы оптической плотности,

f – коэффициент разбавления:

$$f = \frac{V_K}{V_a}$$

где V_K – объем мерной колбы, использованный для разбавления пробы, мл,

V_a – объем аликвоты пробы, отобранной для разбавления, мл,

Если пробу не разбавляли, то $f = 1$,

b – угловой коэффициент градуировочной характеристики, рассчитанный по формуле, единицы оптической плотности $\cdot \text{л} \cdot \text{мг}^{-1}$:

$$b = \frac{\sum_{i=1}^l C_i \cdot A_i}{\sum_{i=1}^l (C_i)^2}$$

где l – число градуировочных растворов,

C_i – массовая концентрация алюминия в i -м градуировочном растворе, мг/л,

A_i – среднее арифметическое значение оптической плотности i -го градуировочного раствора за вычетом оптической плотности холостой пробы для градуировки, единицы оптической плотности.

За результат измерений массовой концентрации ионов аммония принимают среднее арифметическое значение результатов измерений X_1 и X_2 , полученных в условиях повторяемости, при выполнении условия:

$$200|X_1 - X_2| \leq r(X_1 + X_2)$$

где r – значение предела повторяемости по таблице 23.

Таблица 23 – Метрологические характеристики

Диапазон измерений массовой концентрации аммиака и ионов аммония, мг/л	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами, полученными в условиях повторяемости при $P = 0,95$) r , %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами определений, полученных в условиях воспроизводимости при $P = 0,95$) R , %	Показатель точности (границы относительной погрешности при $P = 0,95$) $\pm \delta$, %
От 0,10 до 0,15 включительно	30	42	30
От 0,15 до 3,0 включительно	20	28	20
От 3,0 до 300 включительно	14	20	14

Результат измерений представляют в виде:

$$\bar{X} \pm \Delta, \text{ мг/л}, P = 0,95$$

где \bar{X} – среднее значение концентрации, мг/л,

Δ – границы доверительного интервала абсолютной погрешности измерений массовой концентрации алюминия при доверительной вероятности $P = 0,95$, мг/л, рассчитываемые по формуле:

$$\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot \bar{X}$$

где δ – границы доверительного интервала относительной погрешности измерений массовой концентрации ионов аммония по таблице 23, %.

Лабораторная работа 37

Фотометрическое определение дихромат- и перманганат-ионов при их совместном присутствии в растворе

Оборудование на рабочую группу: фотоколориметры, кюветы с рабочей длиной 1 см, резиновые груши, пипетки градуированные, пипетки Пастера, промывалки, шпатели, фильтры, салфетки марлевые.

Оборудование на рабочее место:

Наименование	Количество	Наименование	Количество
колба мерная 50 мл	13	стакан 250 мл	3
пипетка Мора 10 мл	1	стакан 100 мл	5

Реактивы: основной стандартный раствор с молярной концентрацией эквивалента перманганата калия 0,02 моль/л, основной стандартный раствор с молярной концентрацией эквивалента бихромата калия 0,02 моль/л, серная кислота 2 н, анализируемый раствор, спирт этиловый, дистиллированная вода.

Задание

1. Подготовить рабочее место.
2. Подготовить к работе фотометр в соответствии с инструкцией к прибору.
3. Определить оптическую плотность градуировочных и исследуемого растворов.
4. Определить содержание перманганат– и бихромат–ионов в

анализируемом растворе.

5. Провести обработку результатов анализа.
6. Все расчеты и результаты представить в виде протокола.

Сущность метода

Определение бихромата и перманганата калия при их совместном присутствии в растворе основано на суммировании оптических плотностей растворов перманганата и бихромата калия при их частичном наложении друг на друга. Растворы, содержащие перманганат и дихромат-ионы, имеют значительно различающиеся спектры поглощения. В спектрах поглощения можно выделить участок (λ_1), где поглощением одного из компонентов ($K_2Cr_2O_7$) можно пренебречь.

Подготовка к анализу

1) Приготовление градуировочных растворов перманганата калия и бихромата калия.

В 5 мерных колб объемом 50,0 мл помещают 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 мл стандартного раствора $KMnO_4$ с молярной концентрацией эквивалента перманганата калия 0,02 моль/л, в другие пять – такие же объемы стандартного раствора $K_2Cr_2O_7$ с молярной концентрацией эквивалента перманганата калия 0,02 моль/л. Во все колбы добавляют по 2,0 мл раствора серной кислоты, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Аналогично готовят раствор сравнения, которым является дистиллированная вода с 2,0 мл раствора серной кислоты. Рассчитывают массовые концентрации перманганата калия и бихромата калия, мг/мл, в приготовленных растворах. Растворы устойчивы в течение часа. Готовят по одной серии стандартных растворов.

2) Выбор оптимальной длины волны.

Измеряют оптическую плотность градуировочных растворов перманганата калия и бихромата калия максимальной концентрации при разных длинах волн от 400 до 680 нм с шагом 40 нм в кюветах с толщиной оптического слоя 10 мм относительно раствора сравнения. Результаты записывают в виде таблицы:

λ , нм								
A (KMnO ₄)								
A (K ₂ Cr ₂ O ₇)								

По полученным данным строят спектры поглощения растворов KMnO₄ и K₂Cr₂O₇. Используя ПО MS Excel, строят две графические зависимости $A = f(\lambda)$ в одной системе координат. По спектрам поглощения выбирают две длины волны для дальнейших измерений: одну (λ_1) – соответствующую максимуму поглощения раствором перманганата калия и минимуму или отсутствию поглощения бихроматом калия; вторую (λ_2) – соответствующую суммарному поглощению света раствором перманганата калия и бихромата калия.

3) Построение калибровочных графиков для определения перманганата калия и бихромата калия.

Измеряют значения оптической плотности градуировочных растворов разной концентрации перманганата калия при длинах волн λ_1 и λ_2 и бихромата калия – при λ_2 . Замеры градуировочных растворов проводят два раза при выбранных длинах волн в порядке возрастания концентрации в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм по отношению к раствору сравнения.

Для каждого градуировочного раствора рассчитывают среднее арифметическое значение из полученных значений оптической плотности.

Результаты записывают в виде таблицы:

Исходный раствор	№ раствора	Объем исходного раствора, мл	Содержание определяемого элемента, мг/л	Оптическая плотность при длине волны	
				λ_1	λ_2
KMnO ₄ 0,02 н	1	2			
			
	n	10			
K ₂ Cr ₂ O ₇ 0,02 н	1	2			
			
	n	10			

По полученным данным, используя ПО MS Excel, строят градуировочные графики в координатах $A = f(C)$: график для перманганата калия (при λ_1 и λ_2) и график для дихромата калия (при λ_2).

Проведение анализа

Анализируют две параллельные аликвотные порции.

Анализируемую пробу, объемом 10,0 мл помещают в колбу вместимостью 50,0 мл, подкисляют 2,0 мл серной кислоты, доводят до метки водой, перемешивают и фотометрируют при выбранных длинах волн λ_1 и λ_2 . Измеряют оптическую плотность раствора два раза, рассчитывают среднее арифметическое значение из полученных значений оптической плотности.

Обработка результатов

С помощью градуировочных графиков находят массовую концентрацию перманганата калия, $C(\text{KMnO}_4)$, мг/л, и массовую концентрацию бихромата калия, $C(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)$, мг/л, учитывая, что

$$A_{\lambda_2}(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = A_{\lambda_2}(C_x) - A_{\lambda_2}(\text{K}_2\text{MnO}_4)$$

Массовую концентрацию перманганата калия и бихромата калия в анализируемом растворе, X , мг/л, с учетом разбавления вычисляют по формуле:

$$X = \frac{C_x \cdot 50}{V}$$

где C_x – концентрация перманганата калия или бихромата калия, найденная по градуировочному графику, мг/л,

V – объем раствора, взятый для анализа, мл,

50 – объем, до которого разбавлена проба, мл.

Относительное расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать допустимое расхождение, равное 15 %. Сходимость результатов анализа A , %, вычисляют по формуле:

$$A = \frac{2(X_1 - X_2)}{X_1 + X_2} \cdot 100 \%$$

где X_1 – больший результат из двух параллельных измерений,

X_2 – меньший результат из двух параллельных измерений.

Предел точности (границы допускаемой абсолютной погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95$) вычисляют по формуле:

$$\Delta = 15 \cdot 0,01 \cdot \bar{X}$$

где \bar{X} – среднее арифметическое значение массовой концентрации перманганата калия или бихромата калия, мг/л.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Результат округляют до двух значащих цифр.

Результат измерения представляют в виде: $\bar{X} \pm \Delta, \%, P = 0,95$.

Лабораторная работа 38

Определение концентрации меди(II) фотометрическим методом с предварительным концентрированием методом ионообменной хроматографии

Оборудование на рабочую группу: фотоколориметры, кюветы с рабочей длиной 5 см, штативы лабораторные с держателями для колонки, хроматографические колонки с катионитом, резиновые груши, пипетки градуированные, пипетки Пастера, промывалки, шпатели, предметные стекла, фильтры, салфетки марлевые.

Оборудование на рабочее место:

Наименование	Количество	Наименование	Количество
колба мерная 50 мл	4	стакан 250 мл	4
колба мерная 250 мл	2	стакан 100 мл	5
воронка	1	пипетка Мора 25 мл	1
мерный цилиндр 100 мл	1		

Реактивы: основной стандартный раствор с содержанием меди 2,0 мг/мл, соляная кислота 2 н, аммиак водный раствор 5 %, метиловый оранжевый (индикатор) раствор 0,1 %, анализируемый раствор, спирт этиловый, дистиллированная вода.

Задание

1. Подготовить рабочее место.
2. Подготовить хроматографическую колонку для ионного обмена.
3. Провести ионный обмен пробы
4. Определить фотометрически концентрацию меди в анализируемой пробе
5. Рассчитать концентрацию меди в анализируемой пробе с учетом произведенных разбавлений

6. Провести обработку результатов анализа, определить приемлемость.
7. Все расчеты и результаты представить в виде протокола.

Сущность метода

Для определения меди используется фотометрический метод. Ионообменная хроматография позволяет осуществить процессы выделения и концентрирования ионов из разбавленных растворов. Пробу, в которой необходимо определить медь пропускают через ионообменную колонку (концентрируют), затем фотометрируют. Метод фотометрии основан на образовании комплексного соединения ионов меди с аммиаком, обладающего сине-фиолетовой окраской.

Подготовка к анализу

1) Переведение катионообменника в Н-форму.

Через колонку с катионитом пропускают 40,0 мл 2 н раствора соляной кислоты, одновременно сливают жидкость через носик колонки. Сливание прекращают, когда уровень кислоты станет на 2 см выше зерен катионита в колонке. Оставляют жидкость на 30 минут в колонке, затем постепенно промывают колонку дистиллированной водой до нейтральной реакции по метиловому оранжевому. Для проверки среды периодически отбирают несколько капель раствора, вытекающего из колонки на предметное стекло и добавляют 1–2 капли индикатора.

Таким же способом регенерируют катионит.

Проведение анализа

1) Проведение ионного обмена.

Проводят два параллельных определения.

Анализируемый раствор, объемом 25,0 мл пропускают через колонку. Скорость прохождения раствора 1–2 капли в секунду. Жидкость в колонке поддерживают на одном уровне, доливая дистиллированную воду. Фильтрат собирают в стакан. Промывание продолжают до исчезновения кислой реакции по метиловому оранжевому. Полученный фильтрат утилизируют в слив.

После этого в колонку вносят 60,0 мл 2 н раствора соляной кислоты и

промывают колонку водой (около 150 мл). Фильтрат из колонки собирают в мерную колбу вместимостью 250,0 мл и доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

2) Фотометрическое определение меди в исследуемой пробе.

Анализируют две полученные пробы.

В мерную колбу вместимостью 50,0 мл отбирают пипеткой 25,0 мл полученного раствора, добавляют 15,0 мл раствора аммиака, доводят раствор до метки дистиллированной водой и перемешивают. Окраска устойчива в течение часа. Выдерживают пробу 10 минут и измеряют оптическую плотность растворов A_x при длине волны 620 нм в кювете толщиной поглощающего слоя 50 мм относительно дистиллированной воды. Измерения проводят два раза. Рассчитывают среднее арифметическое значение из полученных значений оптической плотности.

2) Фотометрическое определение меди в стандартном растворе.

В мерную колбу вместимостью 50,0 мл, добавляют 3,0 мл стандартного раствора меди с концентрацией 2 мг/мл, 15,0 мл раствора аммиака, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Выдерживают раствор 10 минут и измеряют оптическую плотность $A_{СТ}$ в условиях, указанных для анализируемой пробы.

Обработка результатов

Массовую концентрацию меди C_x , мг/мл вычисляют по формуле:

$$\frac{A_x}{A_{СТ}} = \frac{C_x}{C_{СТ}}$$

где: A_x – оптическая плотность анализируемого раствора,

$A_{СТ}$ – среднее значение оптической плотности для двух стандартных растворов,

C_x – массовая концентрация анализируемого раствора Cu^{2+} , мг/мл,

$C_{СТ}$ – массовая концентрация стандартного раствора Cu^{2+} , мг/мл.

Рассчитывают массовую концентрацию меди, X , мг/мл в анализируемом растворе с учетом каждого разбавления по формуле:

$$X = \frac{C_X \cdot V_K}{V_A}$$

где C_X – концентрация меди, найденная по стандартному раствору, мг/л,

V_K – объем колбы, взятой для разбавления, мл,

V_A – объем аликвоты, мл.

Относительное расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать допустимое расхождение, равное 25 %. Сходимость результатов анализа A , %, вычисляют по формуле:

$$A = \frac{2(X_1 - X_2)}{X_1 + X_2} \cdot 100 \%$$

где X_1 – больший результат из двух параллельных измерений,

X_2 – меньший результат из двух параллельных измерений.

Предел точности (границы допускаемой абсолютной погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95$) вычисляют по формуле:

$$\Delta = 25 \cdot 0,01 \cdot \bar{X}$$

где \bar{X} – среднее арифметическое значение массовой концентрации меди, мг/л.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Результат округляют до двух значащих цифр.

Результат измерения представляют в виде: $\bar{X} \pm \Delta$, %, $P = 0,95$.

ИНСТРУКЦИИ ПО РАБОТЕ С ОБОРУДОВАНИЕМ

ПОРЯДОК РАБОТЫ НА РЕФРАКТОМЕТРЕ «КОМПАКТ»

Схема рефрактометра для определения показателя преломления жидких веществ представлена на рисунке 1:

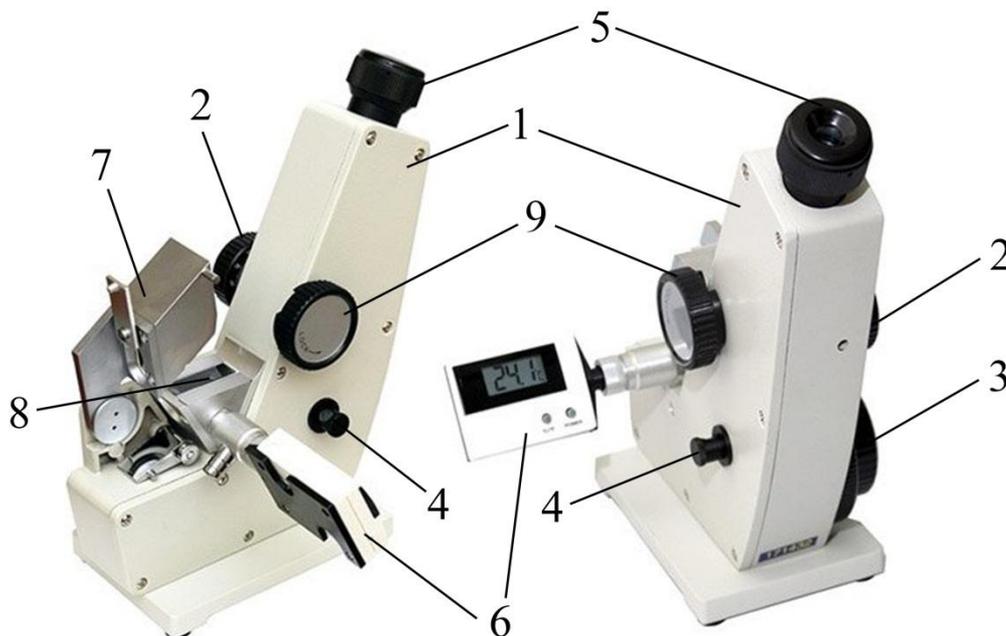


Рисунок 1 – Устройство рефрактометра.

1 – корпус, 2 – дисперсионный компенсатор, 3 – рукоятка для совмещения визирной линии сетки с границей света и тени, 4 – зеркало для освещения шкалы, 5 – окуляр с кольцом диоптрийной наводки, 6 – термометр, 7 – камера осветительной призмы с заслонкой, 8 – камера рефрактометрической (измерительной) призмы, 9 – фиксатор

Порядок работы на приборе

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

- откинуть камеру осветительной призмы (7) и открыть заслонку;
- промыть камеры осветительной призмы и рефрактометрической (измерительной) призмы дистиллированной водой, протереть спиртом (или эфиром) и насухо вытереть марлевой салфеткой;
- оплавленным концом стеклянной палочки или пипеткой Пастера нанести

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

– повернуть зеркало(4) и проверить освещение шкалы;

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

– вращением рукоятки (2) установить резкость границ светотени;

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

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

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

ИНСТРУКЦИЯ ПО РАБОТЕ НА рН-МЕТРЕ «АНИОН 4100»

Диапазон измерений рН от 0 до 14. Воспроизводящая способность $\pm 0,01$ рН. Точность при измерении $\pm 0,02$.

Панель клавиатуры рН-метра «АНИОН 4100» приведена на рисунке 2.

Порядок работы на приборе

1. Включить аппарат в сеть с напряжением 220 В, нажатием кнопки ВКЛ/ВЫКЛ на клавиатуре прибора. Индикаторный (цифровой) дисплей прибора сразу засветится.

2. Управление работой приборов осуществляется с помощью клавиатуры и индикатора.

Кнопки клавиатуры:

ВКЛ/ВЫКЛ – кнопка включения-выключения прибора;

РЕЖИМ – кнопка включения главного меню – меню выбора устройств,

отличающихся друг от друга методом измерения;

ОТМЕНА – кнопка выхода из любого режима, возврата к предыдущему состоянию;

ИЗМЕРЕНИЕ – кнопка перехода в режим наблюдения измеряемых параметров;

ВВОД – кнопка ввода-вывода данных, подтверждения режимов;

←↑↓→ – кнопки управления движением маркера экрана;

ПОДСВЕТКА – кнопка включения - выключения подсветки индикатора.



Рисунок 2 – Панель управления рН-метра / кондуктометра «АНИОН 4100»

3. Нажать кнопку РЕЖИМ, выбрать с помощью стрелок ↑↓ рН-МЕТР, нажать кнопку ВВОД.

4. Подготовить два буферных раствора для проверки настроек рН-метра: первый с рН = 6,86 и второй с рН = 4,01.

5. Ополоснуть универсальный электрод дистиллированной водой и высушить фильтровальной бумагой.

6. Наполнить химические стаканы на 100 мл буферными растворами до объема примерно 60-70 мл, при котором погруженный электрод не должен касаться стенок и дна стакана, а мениск жидкости не должен сильно превышать положения диафрагмы электрода. Заливное отверстие электрода во время измерений должно быть открыто.

7. Поместить электрод в буферный раствор с рН = 6,86, подождать 30

секунд для согласования электрода с раствором и выравнивания температуры. Нажать кнопку ИЗМЕРЕНИЕ. На дисплее должно появиться соответствующее значение pH.

8. Нажать кнопку ОТМЕНА, извлечь электрод из раствора, ополоснуть его дистиллированной водой и высушить фильтровальной бумагой.

Внимание! Все операции с электродами, извлечение из раствора, промывание, высушивание можно производить только в режиме ОТМЕНА!

9. Повторить процедуру со вторым буферным раствором, pH = 4,01.

10. При корректном измерении величины pH буферных растворов можно переходить к проведению испытаний.

11. После окончания работы извлечь электрод из раствора, тщательно ополоснуть его дистиллированной водой, закрыть заливочное отверстие и поместить электрод в стакан с дистиллированной водой.

12. Отключить аппарат от сети нажатием кнопки ВКЛ/ВЫКЛ на клавиатуре прибора.

ИНСТРУКЦИЯ ПО РАБОТЕ НА КОНДУКТОМЕТРЕ «АНИОН 4100»

В основу измерения удельной электрической проводимости (УЭП) растворов положен принцип измерения проводимости раствора в ячейке Кольрауша и автоматического умножения результатов измерений на постоянную ячейки: $\gamma = K \cdot G$, где γ – удельная электрическая проводимость, мСм/см; K – константа датчика; G – проводимость раствора.

Панель клавиатуры кондуктометра «АНИОН 4100» приведена на рисунке 2.

Порядок работы на приборе

1. Включить аппарат в сеть с напряжением 220 В, нажатием кнопки ВКЛ/ВЫКЛ на клавиатуре прибора. Индикаторный (цифровой) дисплей прибора сразу засветится.

2. Нажать кнопку РЕЖИМ, выбрать с помощью стрелок $\uparrow\downarrow$ КОНДУКТОМЕТР, нажать кнопку ВВОД.

3. Перед измерениями, а также при переносе из одного раствора в другой, обязательно промывать датчик дистиллированной водой и осушать фильтровальной бумагой.

4. Погрузить датчик в анализируемый раствор так, чтобы полностью закрыть кондуктометрическую ячейку, а расстояние между корпусом датчика и стенками сосуда было не менее 1 см.

5. Подождать 30 секунд для установления равновесия и считать показания прибора.

6. После окончания измерения нажать клавишу ВКЛ/ВЫКЛ, датчик вынуть из раствора, тщательно промыть дистиллированной водой и высушить фильтровальной бумагой.

ПОРЯДОК РАБОТЫ С ФОТОЭЛЕКТРОКОЛОРИМЕТРОМ ЗОМЗ КФК-3-01

Внешний вид фотоэлектроколориметра ЗОМЗ КФК-3-01 приведен на рисунке 3.



Рисунок 3 – Внешний вид фотоэлектроколориметра ЗОМЗ КФК-3-01.

1 – корпус, 2 – ручка настройки длины волны, 3 – табло, 4 – кюветодержатель, 5 – крышка кюветного отделения, 6 – рукоятка кюветодержателя, 7 – клавиша выбора режима, 8 – клавиша градуировки

Порядок работы на приборе

1. Включить фотометр в сеть 220 В, включить тумблер СЕТЬ на задней панели корпуса (1).

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

3. Установить ручкой (2) длину волны, на которой производится измерение. Длина волны высветится на верхнем световом табло (3).

4. Выбрать режим измерений и провести настройку прибора. Для этого в дальнее гнездо кюветодержателя (4) поместить кювету с дистиллированной водой или нулевым раствором. Закрыть крышку кюветного отделения (5) и сдвинуть рукоятку кюветодержателя (6) до щелчка на себя. На клавиатуре последовательным нажатием клавиши D (7) установить режим измерения ОПТИЧЕСКАЯ ПЛОТНОСТЬ и нажатием клавиши # (решетка) (8) дождаться надписи на табло (3) ИЗМЕРЕНИЕ $A = 0,000$. Если значение 0,000 отобразилось с большим отклонением, то повторно нажать клавишу #.

5. Установить в ближнее гнездо кюветодержателя (4) кювету с анализируемым раствором. Закрыть крышку кюветного отделения (5) и сдвинуть рукоятку кюветодержателя (6) до щелчка от себя. На табло (3) отобразится значение оптической плотности фотометрируемого раствора. Аналогично провести измерения всех анализируемых растворов в порядке возрастания их концентрации.

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

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

ПРИГОТОВЛЕНИЕ НЕКОТОРЫХ РЕАКТИВОВ

ПРИГОТОВЛЕНИЕ ИНДИКАТОРОВ

1) Метилловый оранжевый раствор 0,1 %.

0,1 г индикатора растворяют в 80,0 мл горячей воды и после охлаждения доводят объем раствора водой до 100,0 мл.

2) Метилловый красный спиртовой раствор 0,1 %.

0,1 г индикатора растворяют при нагревании на водяной бане в 100,0 мл этилового спирта.

3) Фенолфталеин спиртовой раствор 0,1 %.

а) 1,0 г индикатора растворяют в 80,0 мл этилового спирта и доводят объем раствора водой до 100,0 мл; б) 10,0 мл раствора индикатора с массовой долей 1 % разбавляют до 100,0 мл раствором этилового спирта с массовой долей 50 %.

4) Эриохром черный Т, индикаторная смесь.

1,0 г индикатора растирают в ступке с 100,0 г хлористого натрия или хлористого калия.

5) Мурексид индикаторная смесь.

1,0 г индикатора растирают в ступке с 100,0 г хлористого натрия или хлористого калия.

6) Ксиленоловый оранжевый, индикаторная смесь.

1,0 г индикатора растирают в ступке с 100,0 г хлористого натрия или хлористого калия.

ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРОВ ИЗ ФИКСАНАЛА

1) Соляная кислота 0,1000 н, гидроксид натрия 0,1000 н, тиосульфат натрия 5-водный 0,1000 н, трилон Б молярной концентрации 0,0500 моль/л, магний серноокислый молярной концентрации 0,0500 моль/л.

В мерную колбу на 1000,0 мл наливают 200–300 мл дистиллированной воды, количественно переносят содержимое фиксаля, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

2) Магний серноокислый молярной концентрации 25 ммоль/л.

В мерную колбу на 2000,0 мл наливают 200–300 мл дистиллированной

воды, количественно переносят содержимое фиксанала, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

3) Буферные растворы $pH = 4,01$ и $6,86$.

В мерную колбу на $1000,0$ мл наливают $200-300$ мл дистиллированной воды, количественно переносят содержимое фиксанала для рН-метрии с соответствующим значением рН, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 4

1) Гидроксид натрия $0,5$ н.

В мерной колбе на $1000,0$ мл растворяют $20,0$ г гидроксида натрия в $200-300$ мл дистиллированной воды, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 5

1) Анализируемая смесь гидроксида натрия и карбоната натрия.

В ступке растирают смесь $21,2$ г карбоната натрия и $8,0$ г гидроксида натрия. Хранят в склянке с крышкой.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 6

1) Анализируемый раствор жесткой воды.

Раствор сульфата магния с концентрацией 25 ммоль/л, приготовленный из фиксанала, разбавить водой в 10 раз. В мерную колбу на $2000,0$ мл наливают $200,0$ мл раствора, доводят дистиллированной водой до метки.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 8

1) Буферный раствор I $pH 9,5-10$.

В мерной колбе на $200,0$ мл растворяют $14,0$ г хлорида аммония в $50-60$ мл воды, прибавляют $50,0$ мл 25% раствора аммиака, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

2) Буферный раствор II $pH 5,5-6,0$.

В горячей воде растворяют $137,5$ г 3-водного уксуснокислого натрия, доводят объем раствора водой до 250 мл, при необходимости фильтруют и прибавляют $2,5$ мл концентрированной уксусной кислоты.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 10

1) Соляная кислота 3 %.

В мерную колбу на 1000,0 мл наливают 200–300 мл дистиллированной воды, приливают 70,0 мл концентрированной соляной кислоты, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 11

1) Раствор крахмала 1 %.

Навеску крахмала массой 1,0 г размешивают в 10,0 мл воды до получения однородной кашицы, смесь медленно вливают при перемешивании в 90,0 мл кипящей воды и кипятят в течение 2–3 мин, охлаждают. Раствор применяют свежеприготовленным.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 12

1) Гидроксид натрия 0,1 н.

В мерной колбе на 1000,0 мл растворяют 4,0 г гидроксида натрия в 200–300 мл дистиллированной воды, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 13

1) Анализируемый раствор фосфорной кислоты и дигидрофосфата натрия.

В мерной колбе на 100,0 мл растворяют 1,2 г дигидрофосфата натрия в 20–30 мл дистиллированной воды, добавляют 0,7 мл концентрированной фосфорной кислоты (85 %), доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 14

1) Соляная кислота 0,1 н.

В мерную колбу на 1000,0 мл наливают 200–300 мл дистиллированной воды, прибавляют 8,6 мл концентрированной соляной кислоты (36 %), доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

2) Тетраборат натрия 0,1000 н.

В мерной колбе на 500,0 мл растворяют в 150–200 мл горячей дистиллированной воды 9,5340 г тетрабората натрия десятиводного, охлаждают

до комнатной температуры, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 18

1) Анализируемый раствор смеси соляной кислоты и уксусной кислоты.

В мерную колбу на 200,0 мл наливают 60–70 мл дистиллированной воды, прибавляют 0,9 мл концентрированной соляной кислоты (36 %) и 0,6 мл ледяной уксусной кислоты, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 19

1) Соляная кислота 0,1 н.

В мерную колбу на 1000,0 мл наливают 200–300 мл дистиллированной воды, прибавляют 8,6 мл концентрированной соляной кислоты (36 %), доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

2) Анализируемый раствор смеси гидроксида натрия и карбоната натрия.

В мерной колбе на 200,0 мл растворяют в 50–60 мл дистиллированной воды 0,8 г гидроксида натрия и 1,06 г карбоната натрия, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 20

1) Анализируемая почвенная вытяжка.

С помощью мерной емкости отбирают 80 мл торфяной продукции, помещают в колбу на 750,0 мл, приливают 400,0 мл дистиллированной воды и оставляют настаиваться 18–20 часов (или встряхивают на ротаторе 2 часа).

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 21

1) Нитрат серебра 0,0100 н.

В мерной колбе на 250,0 мл растворяют в 80–100 мл дистиллированной воды 0,4250 г нитрата серебра, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

2) Анализируемая смесь растворов хлорида калия и иодида калия.

В мерной колбе на 500,0 мл растворяют в 200–220 мл дистиллированной воды 0,0037 г хлорида калия и 0,0083 г иодида калия, доводят до метки

дистиллированной водой и перемешивают.

3) Тиосульфат натрия насыщенный раствор.

В химическом стакане растворяют 70,0 г тиосульфата натрия пятиводного в 100,0 мл дистиллированной воды.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 22

1) Хлорид калия 0,0100 моль/л.

В мерной колбе на 1000 мл растворяют в дистиллированной воде 0,7455 г хлористого калия, прокаленного до постоянной массы при температуре 500 °С (до слабо–красного каления), и доводят объем до метки. Приготовленный раствор тщательно перемешивают. Раствор хранят в склянке с притертой пробкой не более 1 года. В случае помутнения, образования хлопьев, осадка, раствор заменяют свежеприготовленным. Допускается приготовление реактива с использованием стандарт-титра согласно инструкции.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 24

1) Анализируемый раствор бромида калия.

В химическом стакане растворяют 10,0 г бромида калия в 90,0 мл дистиллированной воды.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 25, 26

1) Анализируемый раствор сахарозы.

В химическом стакане растворяют 10,0 г сахарозы в 90,0 мл дистиллированной воды.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 27

1) Основной стандартный раствор железо-аммонийных квасцов с содержанием железа 0,1 мг/мл.

В мерной колбе вместимостью 500,0 мл в дистиллированной воде растворяют 0,4318 г железоаммонийных квасцов $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$ или 0,4505 г железокалиевых квасцов $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot \text{K}_2\text{SO}_4 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$. После растворения добавляют 3 мл концентрированной соляной кислоты и доводят объем до метки дистиллированной водой.

2) Сульфосалициловая кислота 20 %.

В химическом стакане растворяют 40,0 г сульфосалициловой кислоты в 160,0 мл дистиллированной воды.

3) Анализируемый раствор железо-аммонийных квасцов.

В мерную колбу на 200,0 мл наливают 10,0 мл основного раствора с концентрацией 0,1 мг/мл, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 28

1) Основной стандартный раствор с содержанием ионов алюминия 10,0 мг/л.

а) В мерной колбе вместимостью 100,0 мл растворяют 1,7581 г алюмокалиевых квасцов $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ в 0,3 % растворе соляной кислоты и доводят до метки 0,3 % раствором соляной кислоты. Раствор содержит 1000,0 мг/л.

б) В мерную колбу вместимостью 500,0 мл помещают 5,0 мл раствора с содержанием 1000,0 мг/л и доводят 0,3 % раствором соляной кислоты до метки. Раствор содержит 10,0 мг/л.

Срок хранения приготовленного раствора не более 1 месяца.

ИЛИ

а) В мерной колбе вместимостью 100,0 мл растворяют 0,0494 г безводного $AlCl_3$ в 0,3 % растворе соляной кислоты и доводят до метки 0,3 % раствором соляной кислоты. Раствор содержит 100,0 мг/л.

б) В мерную колбу вместимостью 200,0 мл помещают 20,0 мл раствора с содержанием 100,0 мг/л и доводят 0,3 % раствором соляной кислоты до метки. Раствор содержит 10,0 мг/л.

2) Соляная кислота 0,3 %.

В мерную колбу вместимостью 1000,0 мл наливают примерно до половины объема дистиллированной воды, прибавляют 3 мл концентрированной соляной кислоты, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Срок хранения приготовленного раствора не более 6 месяцев.

3) Реакционная смесь.

а) Приготовление концентрированного ацетатного буферного раствора.

В стакане вместимостью 250 мл в 80–100 мл дистиллированной воды растворяют 80,0 г 3-водного уксуснокислого натрия при нагревании на электрической плитке, не допуская кипения. Охлаждают раствор, осторожно приливают 31,0 мл ледяной уксусной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 200,0 мл и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Контролируют рН раствора при помощи рН-метра и при необходимости доводят значение рН до $(4,9 \pm 0,1)$, прибавляя небольшими порциями раствор гидроксида натрия или уксусную кислоту. Срок хранения раствора при температуре от 2 °С до 8 °С не более 3 месяцев.

б) Приготовление разбавленного ацетатного буферного раствора.

Раствор готовят разбавлением концентрированного ацетатного буферного раствора в 10 раз: в мерную колбу вместимостью 100,0 мл вносят 10,0 мл концентрированного ацетатного буферного раствора и доводят до метки дистиллированной водой. Контролируют рН раствора и при необходимости доводят значение рН до $(4,9 \pm 0,1)$, прибавляя небольшими порциями раствор гидроксида натрия или уксусную кислоту. Срок хранения раствора при температуре от 2 °С до 8 °С не более 1 месяца.

в) Приготовление раствора алюминона массовой концентрации 2,0 г/л.

В стакане вместимостью 400 мл растворяют 0,6400 г алюминона в 160,0 мл нагретой до кипения дистиллированной воды, раствор охлаждают до комнатной температуры и прибавляют 160,0 мл разбавленного ацетатного буферного раствора. Срок хранения раствора в темной герметично закрытой емкости при температуре от 2 °С до 8 °С не более 3 месяцев.

г) Приготовление раствора сульфата аммония массовой долей 33,3 %.

В стакане вместимостью 250 мл растворяют 70,0 г сульфата аммония в 140,0 мл дистиллированной воды. Срок хранения раствора не ограничен.

д) Приготовление реакционной смеси.

Смешивают в соотношении 1:2:22 объемные части растворов сульфата

аммония, алюминона и разбавленного ацетатного буферного раствора. Срок хранения раствора в темной закрытой емкости не более 1 месяца.

В день анализа в необходимом объеме реакционной смеси растворяют аскорбиновую кислоту из расчета 30,0 мг аскорбиновой кислоты на каждые 25,0 мл смеси. Например, для приготовления 250,0 мл реакционной смеси берут 10,0 мл раствора сульфата аммония, 20,0 мл раствора алюминона, 220,0 мл разбавленного ацетатного буферного раствора и 300,0 мг аскорбиновой кислоты.

4) Анализируемый раствор ионов алюминия.

В мерную колбу на 500,0 мл помещают 10,0 мл раствора ионов алюминия с концентрацией 10 мг/л и доводят объем раствора до метки 0,3 % раствором соляной кислоты.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 29

1) Основной стандартный раствор с содержанием меди 0,1 мг/мл.

В мерной колбе вместимостью 1000,0 мл растворяют 0,3930 г сульфата меди(II) в небольшом количестве дистиллированной воды, подкисленной 1,0 мл серной кислоты, разбавленной 1:5, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

2) Крахмал 0,25 %.

1,0 г крахмала смешивают с 10,0 мл воды до получения однородной жидкой массы и медленно вливают в колбу с 150,0 мл кипящей воды при постоянном перемешивании. Кипятят в течение 2 минут. Когда жидкость станет прозрачной, добавляют в колбу еще 150,0 мл воды и охлаждают.

3) Диэтилдитиокарбамат натрия 0,1 %.

В небольшом количестве дистиллированной воды растворяют 1,0 г диэтилдитиокарбамата натрия, фильтруют и доводят объем раствора до 1000,0 мл дистиллированной водой. Хранят в склянке из темного стекла в темном месте.

4) Калий-натрий виннокислый 50 %.

В 50,0 мл горячей дистиллированной воды растворяют 50,0 г калия-натрия

ВИННОКИСЛОГО.

5) Соляная кислота 1:1.

К 50,0 мл дистиллированной воды осторожно приливают 50,0 мл концентрированной соляной кислоты.

б) Анализируемый раствор сульфата меди.

В мерную колбу на 500,0 мл помещают 2,0 мл основного раствора сульфата меди с концентрацией Cu^{2+} 0,1 мг/мл, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 30

1) Основной стандартный раствор с содержанием меди 1,0 мг/мл.

В мерной колбе вместимостью 1000,0 мл растворяют 3,9300 г сульфата меди(II) в небольшом количестве дистиллированной воды, подкисленной 1,0 мл серной кислоты, разбавленной 1:5, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

2) Аммиак водный раствор 5 %.

К 160,0 мл дистиллированной воды осторожно приливают 40,0 мл концентрированного раствора аммиака.

3) Анализируемый раствор сульфата меди.

В мерную колбу на 500,0 мл помещают 250,0 мл основного раствора сульфата меди с концентрацией Cu^{2+} 1,0 мг/мл, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 31, 32

1) Основной стандартный раствор с содержанием ионов хрома(VI) 100,00 мг/л.

В мерную колбу вместимостью 50,0 мл вносят 5,0 мл государственного стандартного образца состава водного раствора хрома(VI) массовой концентрации 1,0 мг/мл, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора не более 3 месяцев.

2) 1,5–дифенилкарбазид раствор в ацетоне.

Растворяют 1,0 г 1,5-дифенилкарбазида в 100,0 мл ацетона, добавляют одну каплю ледяной уксусной кислоты. Срок хранения раствора в емкости из темного стекла при температуре от 2 °С до 8 °С не более 14 суток. Признаком непригодности раствора является появление окрашивания.

3) Анализируемый раствор ионов хрома(VI).

В мерную колбу на 1000,0 мл помещают 2,0 мл основного раствора с концентрацией ионов хрома(VI) 100 мг/л и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

ИЛИ

В мерную колбу на 1000,0 мл помещают 0,2 мл государственного стандартного образца состава водного раствора хрома(VI) массовой концентрации 1,0 мг/мл и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 33, 34

1) Основной стандартный раствор с содержанием ионов марганца(II) 100,00 мг/л.

В мерную колбу вместимостью 50,0 мл вносят 5,0 мл государственного стандартного образца состава водного раствора марганца(II) массовой концентрации 1,0 мг/мл, разбавляют до половины объема колбы дистиллированной водой, добавляют 0,5 мл концентрированной азотной кислоты, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора не более 1 месяца.

2) Ортофосфорная кислота 20 %,

В стакан вместимостью 250 мл помещают 200,0 мл дистиллированной воды и осторожно при перемешивании и при необходимости при внешнем охлаждении приливают 50,0 мл ортофосфорной кислоты.

3) Нитрат серебра 1 %.

В мерную колбу вместимостью 100,0 мл вносят 1,0 г нитрата серебра, растворяют в дистиллированной воде и затем доводят до метки дистиллированной водой. Срок хранения раствора в емкости из темного стекла

не более 1 месяца.

4) Анализируемый раствор ионов марганца(II).

В мерную колбу на 500,0 мл помещают 2,5 мл основного раствора с концентрацией ионов марганца(II) 100 мг/л и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

ИЛИ

В мерную колбу на 500,0 мл помещают 0,25 мл государственного стандартного образца состава водного раствора марганца(II) массовой концентрации 1,0 мг/мл и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 35

1) Основной стандартный раствор с содержанием нитрит-ионов 1,00 мг/мл.

В мерной колбе вместимостью 100,0 мл, наполовину заполненной дистиллированной водой, растворяют 0,1497 г нитрита натрия и доводят до метки дистиллированной водой. Приготовленный раствор консервируют добавлением 1,0 мл хлороформа. Срок хранения раствора в емкости из темного стекла не более 1 месяца. Раствор пригоден к использованию, если нет помутнения, хлопьев, осадка.

2) Реактив Грисса раствор в уксусной кислоте.

а) Приготовление 12 % раствора уксусной кислоты.

В мерную колбу вместимостью 200,0 мл, наполовину заполненную дистиллированной водой вносят 25,0 мл ледяной уксусной кислоты и доводят до метки дистиллированной водой.

б) В колбу вместимостью 150 мл вносят 100 мл 12 % раствора уксусной кислоты и осторожно добавляют 10,0 г реактива Грисса до растворения. Срок хранения раствора не более 2 месяцев. Признаком непригодности раствора является появление розовой окраски.

3) Анализируемый раствор нитрит-ионов.

В мерную колбу на 1000,0 мл помещают 1,0 мл основного раствора с концентрацией нитрит-ионов 1,00 мг/мл и доводят объем раствора до метки

дистиллированной водой.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 36

1) Основной стандартный раствор с содержанием ионов аммония 1,00 мг/мл.

В мерную колбу вместимостью 1000,0 мл вносят 2,9650 г хлорида аммония, предварительно высушенного до постоянной массы при температуре от 100 °С до 105 °С, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, доводят до метки водой и перемешивают. Срок хранения раствора в емкости из темного стекла не более 1 года. Раствор пригоден к использованию, если нет помутнения, хлопьев, осадка.

2) Реактив Несслера.

В 5,0 мл дистиллированной воды растворяют 2,5 г иодида калия, прибавляют 3,5 г иодида ртути(II) и перемешивают до полного растворения. Объем полученного раствора доливают водой до 30,0 мл, прибавляют 70,0 мл 10 % раствора гидроксида натрия и выдерживают в течение 2-3 суток. Прозрачный раствор отделяют от осадка декантацией. Раствор реактива хранят в темном месте.

3) Калий-натрий виннокислый 50 %.

В мерной колбе вместимостью 100,0 мл, наполовину заполненной горячей дистиллированной водой, растворяют 50,0 г виннокислого калия-натрия, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Затем прибавляют 0,5–1,0 мл реактива Несслера. После осветления раствор не должен содержать ион аммония (отсутствие окраски), в противном случае прибавляют еще 0,5 мл реактива Несслера. Срок хранения раствора не более 6 месяцев.

4) Анализируемый раствор хлорида аммония.

В мерную колбу на 500,0 мл помещают 1,0 мл основного раствора с концентрацией ионов аммония 1,00 мг/мл и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 37

1) Основной стандартный раствор с молярной концентрацией эквивалента

перманганата калия 0,02 моль/л.

В мерной колбе вместимостью 500,0 мл, наполовину заполненной дистиллированной водой, растворяют 0,3160 г перманганата калия, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

2) Основной стандартный раствор с молярной концентрацией эквивалента бихромата калия 0,02 моль/л.

В мерной колбе вместимостью 500,0 мл, наполовину заполненной дистиллированной водой, растворяют 0,5133 г бихромата калия, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

3) Серная кислота 2 н.

В мерной колбе на 250,0 мл, наполовину заполненной дистиллированной водой, осторожно растворяют 13,9 мл концентрированной серной кислоты. Доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

4) Анализируемый раствор перманганат- и бихромат-ионов.

Смешивают основные стандартные растворы перманганата калия 0,02 моль/л и бихромата калия 0,02 моль/л в соотношении 1:1.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 38

1) Основной стандартный раствор с содержанием меди 2,0 мг/мл.

В мерной колбе вместимостью 500,0 мл растворяют 3,9300 г сульфата меди(II) в небольшом количестве дистиллированной воды, подкисленной 1,0 мл серной кислоты, разбавленной 1:5, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

2) Соляная кислота 2 н.

В мерной колбе на 1000,0 мл, наполовину заполненной дистиллированной водой, осторожно растворяют 170 мл концентрированной соляной кислоты. Доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

3) Анализируемый раствор сульфата меди.

В мерную колбу на 500,0 мл помещают 100,0 мл основного раствора сульфата меди с содержанием меди 2,0 мг/мл, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Александрова, Э.А. Аналитическая химия в 2 книгах. Книга 1. Химические методы анализа: учебник и практикум для среднего профессионального образования / Э.А. Александрова, Н.Г. Гайдукова. – 3-е изд., испр. и доп. – Москва: Издательство Юрайт, 2022. – 533 с. – Режим доступа: <https://urait.ru/bcode/489664>.

2. Александрова, Э.А. Аналитическая химия в 2 книгах. Книга 2. Физико-химические методы анализа: учебник и практикум для среднего профессионального образования / Э.А. Александрова, Н.Г. Гайдукова. – 3-е изд., испр. и доп. – Москва: Издательство Юрайт, 2022. – 344 с. – Режим доступа: <https://urait.ru/bcode/489663>.

3. Опарин, Р.В. Организация лабораторно-производственной деятельности: учебное пособие для среднего профессионального образования / Р.В. Опарин, И.В. Гузенков. – Москва: Издательство Юрайт, 2022. – 216 с. – Режим доступа: <https://urait.ru/bcode/496731>.

4. Гайдукова, Б.М. Техника и технология лабораторных работ: учебное пособие / Б.М. Гайдукова, С.В. Харитонов. – 5-е изд., стер. – Санкт-Петербург: Лань, 2020. – 128 с. – Режим доступа: <https://e.lanbook.com/book/129227>.

4. Борисов, А.Н. Аналитическая химия. Расчеты в количественном анализе: учебник и практикум для среднего профессионального образования / А.Н. Борисов, И.Ю. Тихомирова. – 3-е изд., испр. и доп. – Москва: Издательство Юрайт, 2022. – 146 с. – Режим доступа: <https://urait.ru/bcode/491227>.

5. Подкорытов, А.Л. Аналитическая химия. Окислительно-восстановительное титрование: учебное пособие для среднего профессионального образования / А.Л. Подкорытов, Л.К. Неудачина, С.А. Штин. – Москва: Издательство Юрайт, 2022. – 60 с. – Режим доступа: <https://urait.ru/bcode/492319>.

6. Солопова, В.А. Охрана труда: учебное пособие для СПО / В.А. Солопова. – Саратов: Профобразование, 2019. – 125 с. – Режим доступа: <http://www.iprbookshop.ru/86204.html>.

7. Стась, Н.Ф. Общая и неорганическая химия. Справочник: учебное пособие для среднего профессионального образования / Н.Ф. Стась. – 4-е изд. – Москва: Издательство Юрайт, 2022. – 92 с. – Режим доступа: <https://urait.ru/bcode/491034>.

Составитель:

Родина Татьяна Андреевна,

профессор кафедры химии и химической технологии АмГУ, док. хим. наук

ЛАБОРАНТ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА. ПРАКТИЧЕСКИЙ КУРС.

Учебное пособие для СПО

Изд-во АмГУ. Подписано к печати __. __ 2022. Формат 60x84/16. Усл. печ. л. 10,29. Тираж 50. Заказ .