Лабораторная работа

ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАЗЛИЧНЫХ ВЕЩЕСТВ МЕТОДОМ НЕЙТРАЛИЗАЦИИ

Цель работы: теоретическое обоснование выбора метода количественного определения различных объектов окружающей среды, привитие навыков работы с аналитическими весами, приготовления и стандартизации растворов. Использование полученных экспериментальных данных для анализов.

Приборы и реактивы: весы технические и аналитические, ареометр, штатив, бюкс, бюретка вместимостью 25 $см^3$, мерные цилиндры вместимостью 25 – 50 и 100 см3 , колба для титрования вместимостью 250 $см^3$, мерная колба вместимостью 100 см3 , пипетка вместимостью 10 $см^3$, воронка.

Растворы: HCl – концентрированная и 0,1 М или 0,1 н. раствор HCl, готовят из фиксанала; NaOH – 0,1 и 0,2 М; метилового оранжевого и фенолфталеина – ω = 1 %.

О п ы т 1. Взвешивание бюкса

1. На технических одночашечных весах. В последнее время в лабораториях аналитической химии для взвешивания с точностью от 0,10 до 0,01 г применяют одночашечные весы. Взвешивание на таких весах занимает очень мало времени. Взвешиваемый предмет помещают на чашку весов, и его масса указывается на табло.

Правила обращения с аналитическими весами

1. Приступая к взвешиванию, следует проверить наличие всех разновесов. Все разновесы должны быть расположены в футляре в строгом порядке.
2. Все движения должны быть плавными, без толчков. Прежде всего следует определить нулевую точку.
3. Взвешиваемый предмет помещают на левую чашку весов, а разновесы – на правую (центр чашки).
4. Накладывать и снимать взвешиваемый предмет и разновесы необходимо с арретированых весов, находящихся в нерабочем состоянии.
5. Вращать ручку арретира следует плавно, без резких движений.
6. Разновесы берут только пинцетом.
7. Каждый анализ должен быть проведён с использованием одних весов и разновесов.
8. После взвешивания и записи массы предмета в журнал необходимо убрать разновесы в футляр.

О п ы т 2. Приготовление 0,1 н. раствора буры ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$)

Масса буры, необходимая для приготовления 100 $см^3$ 0,1 н. раствора рассчитывается по формуле

$$m = н_B \, V_B \, Э_A/1000$$

Подставляя известные величины в формулу, получим: m = 1,9070 г.

Порядок выполнения

Взвешивают сначала на технических, а потом на аналитических весах в бюксе примерно 2 г тетрабората натрия.

Результаты взвешивания заносят в тетрадь в виде таблицы:

Масса, г	Технические весы	Аналитические весы
Бюкса пустого	m1 =	m2 =
Бюкса с бурой	m3 =	m4 =

Масса буры, г: m4 – m2 =

Навеску соли осторожно пересыпают через сухую воронку в мерную колбу вместимостью 100 см3 с сухим горлом. Кристаллы буры, оставшиеся в бюксе и на воронке, количественно смывают в колбу горячей водой. Растворяют соль при перемешивании в горячей воде.

После охлаждения до комнатной температуры раствор доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Запись результатов опыта и расчёты

Используя выражение титра T = V / m, г/$см^3$, вычисляют нормальную концентрацию раствора буры по формуле

$$н_B = T_B \, *1000 \, / \, Э_B$$

Величина титра и нормальной концентрации должна иметь четыре значащих цифры.

О п ы т 3. Стандартизация раствора буры по HCl

Порядок выполнения:

Стандартизацию раствора буры проводят методом пипетирования, т.е. титрованием определённого объёма стандартного раствора $Na_2B_4O_7$ раствором HCl. Тщательно вымытую, закреплённую строго вертикально в штативе

бюретку вместимостью 25 $см^3$ дважды промывают небольшими порциями стандартного 0,1 н. раствора HCl. Потом бюретку заполняют раствором кислоты немного выше нулевого деления, следя за тем, чтобы носик бюретки был заполнен раствором. Лишь перед самым началом титрования устанавливают уровень кислоты в бюретке на нулевое деление (нижний мениск). Чистую пипетку вместимостью 10 $см^3$ ополаскивают приготовленным раствором $Na_2B_4O_7$. Потом отбирают с помощью груши в пипетку 10 $см^3$ раствора тетрабората натрия и переносят его в колбу для титрования. Не следует выдувать из пипетки последние капли жидкости, нужно только прикоснуться концом её к стенке колбы. Добавляют цилиндром примерно 50 $см^3$ дистиллированной воды и 3–4 капли метилоранжа. Тщательно перемешивают раствор и титруют из бюретки раствором HCl до перехода жёлтой окраски в оранжевую. Титрование проводят не менее 2–3 раз до получения воспроизводимых результатов (разница между объёмами титранта не должна превышать 0,05 $см^3$).

Запись результатов опыта и расчёты

Нормальную концентрацию раствора буры вычисляют по формуле:

$$н_A = н_B * V_B / V_A,$$

где $н_A$ и $н_B$ – нормальные концентрации растворов HCl и $Na_2B_4O_7$, моль/$дм^3$;

V_A – средний объём раствора HCl, пошедший на титрование, $см^3$;

V_B – объём раствора $Na_2B_4O_7$, взятый для титрования.