

Государственное образовательное учреждение высшего  
профессионального образования  
«МОСКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ЛЕСА»

Г. Л. Олиференко, А.Н. Иванкин

АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ.  
ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ

Рекомендовано к изданию Редакционно-издательским советом универси-  
тета в качестве учебного пособия для студентов всех специальностей

3-е издание



Москва  
Издательство Московского государственного университета леса  
2016

УДК 543  
О54

*Разработано в соответствии с Государственным образовательным стандартом ФГОС ВО для направления подготовки 18.03.01 на основе примерной программы дисциплины «Аналитическая химия».*

Рецензенты: профессор В.И. Азаров;  
доцент В.Л. Козлова

**Олиференко, Г.Л.**

О54 Аналитическая химия. Лабораторные работы : учеб. пособие / Г.Л. Олиференко, А.Н. Иванкин. – 3-е изд. – М. : ГОУ ВПО МГУЛ, 2016. – 23 с.

В данном пособии дано описание техники химического эксперимента, методики проведения количественных определений, способов расчета при выполнении лабораторных работ в соответствии с программой курса «Аналитическая химия» для студентов, обучающихся химии.

УДК 543

© Олиференко Г.Л., Иванкин А.Н., 2016  
© ГОУ ВПО МГУЛ, 2016

## Введение

Аналитическая химия – это наука о способах идентификации химических соединений, принципах и методах определения химического состава веществ и отчасти их химической структуры. Под химическим составом здесь понимается состав элементный, молекулярный, фазовый и изотопный.

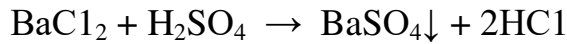
В соответствии с ее целями аналитическая химия подразделяется на *качественный и количественный* анализ. Первый решает вопрос о том, какие компоненты (составные части) включает анализируемый объект, второй дает сведения о количественном содержании различных компонентов в анализируемой системе.

Аналитическая химия имеет большое значение для развития науки и производства. Ученому она доставляет информацию о свойствах новых соединений, технологу дает указания о правильности ведения технологического процесса, экономисту позволяет оценивать качество продукции.

Изучение основ аналитической химии является необходимым звеном в подготовке инженеров лесотехнических специальностей. В процессе работы специалисты указанного профиля постоянно нуждаются в химико-аналитическом исследовании материалов, подвергающихся переработке на любой стадии технологического процесса. Изучая аналитическую химию, студенты лучше усваивают основные законы и теории химии, известные им из курса общей химии. Лабораторные работы по качественному и количественному анализу способствуют развитию практических навыков по обращению с приборами, развивают наблюдательность и способность логически рассуждать, повышают интерес к исследовательской работе.

## Лабораторная работа 1. Гравиметрическое определение содержания бария в техническом образце $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

В основе определения лежит реакция осаждения иона  $\text{Ba}^{2+}$  в виде сульфата:



Сульфат бария удовлетворяет большинству требований, предъявляемых к осадкам: он является наименее растворимой солью бария ( $\text{ПР} = 1,1 \cdot 10^{-10}$ ), устойчив на воздухе, состав его строго соответствует формуле. Определение осложняется, однако, тем, что сульфат бария образует очень мелкие кристаллы, проходящие через поры фильтра. Поэтому в ходе анализа создают условия, обеспечивающие получение крупных кристаллов.

Перед началом работы тщательно моют посуду. Тигель, в котором будет прокаливаться осадок, доводят до постоянной массы. Для этого его прокаливают при той же температуре, при которой будет прокаливаться осадок (800–900 °С). Тигель берут тигельными щипцами за край и помещают в муфельную печь. После 25–30 мин прокаливания его переносят в эксикатор. После охлаждения, взвесив тигель на аналитических весах, его снова прокаливают 15–20 мин, охлаждают в эксикаторе и повторяют взвешивание. Масса тигля считается постоянной, если результаты нескольких последовательных взвешиваний различаются не более, чем на  $\pm 0,0002$  г.

### Выполнение работы

*Взятие навески и ее растворение.* Для анализа требуется около 0,5 г хлорида бария. Взвешивают на аналитических весах сначала пустой бюкс, а затем бюкс с навеской  $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ . Затем переносят навеску в стакан вместимостью 250–300 мл, пустой бюкс снова взвешивают на аналитических весах. По разности вычисляют точную массу навески исследуемого образца хлорида бария в стакане для анализа. Растворяют навеску в 100–150 мл дистиллированной воды.

*Осаждение.* В стакан с анализируемым раствором наливают 2–3 мл раствора 2М  $\text{HCl}$ , чтобы предотвратить образование коллоидных частиц сульфата бария и получить более крупные кристаллы. Анализируемый раствор нагревают на асбестированной сетке почти до кипения (кипение недопустимо, так как пары воды могут увлекать мельчайшие капли жидкости из стакана).

В другой стакан наливают 30 мл воды, прибавляют 3 мл осадителя (1М  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) и также нагревают почти до кипения. Необходимый объем осадителя вычисляют, исходя из массы навески анализируемого вещества, (по уравнению реакции) и берут его в 50 %-ном избытке. Затем горячий

раствор серной кислоты медленно, по каплям, при непрерывном перемешивании палочкой приливают к горячему анализируемому раствору. Стеклопалочкой нельзя касаться дна и стенок стакана, так как иначе осадок плотно прилипнет к стеклу. Вынимать палочку из стакана нельзя, так как при этом потеряются оставшиеся на ней частицы осадка.

Когда почти весь осадитель прилит, не вынимая палочку из стакана, накрывают его для защиты от пыли часовым стеклом и оставляют до следующего занятия, чтобы произошло созревание осадка. Когда раствор над осадком станет совершенно прозрачным, проверяют полноту осаждения. Для этого по стенке стакана прибавляют к раствору 2–3 капли раствора серной кислоты. Если при этом не появится муть, то, следовательно, полнота осаждения ионов бария достигнута. В противном случае необходимо еще добавить в стакан горячего раствора серной кислоты, хорошо перемешать и дать отстояться.

*Фильтрация и промывание осадка.* Для фильтрации берут беззольный фильтр "синяя лента" (диаметром 7–9 см) и хорошо пригоняют его к воронке. Поместив воронку с фильтром в кольцо штатива и подставив под воронку чистый стакан, по стеклянной палочке декантируют жидкость на фильтр, не взмучивая осадок. Если фильтрат оказался мутным, нужно профильтровать его через тот же фильтр, повторяя это до тех пор, пока поры фильтра не забьются частицами осадка и жидкость не станет совершенно прозрачной. Одновременно с этим готовят промывную жидкость (250–300 мл дистиллированной воды и 4–5 капель 1 М  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) и нагревают ее. После декантации приступают к промыванию осадка. Для этого наливают в стакан с осадком 29–30 мл промывной жидкости, перемешивают палочкой, дают осадку отстояться и декантируют жидкость на фильтр. Промывание повторяют несколько раз до полного удаления ионов  $\text{Cl}^-$ , т.е. до тех пор, пока порция фильтрата, слегка подкисленная  $\text{HNO}_3$ , не перестанет мутнеть при действии нитрата серебра. По окончании последней декантации очень осторожно количественно переносят осадок на фильтр с помощью промывалки. Осадок на фильтре несколько раз промывают небольшими порциями горячей воды (без серной кислоты) для удаления ионов  $\text{SO}_4^{2-}$ . Промывание прекращают, когда собранная в пробирку порция фильтрата перестанет мутнеть при добавлении раствора хлорида бария.

*Высушивание и прокаливание осадка.* Если есть возможность, сложенный фильтр оставляют сушиться на ночь; в противном случае его подсушивают в сушильном шкафу или на плитке. Фильтр с осадком заворачивают и помещают в доведенный до постоянной массы фарфоровый тигель и прокаливают в муфельной печи при 800–900 °С до постоянной массы. После прокаливания тигель с остатком охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

*Вычисления.* Массовую долю бария в образце хлорида бария вычисляют по формуле:

$$\% \text{Ba} = (a \cdot F / m) \cdot 100,$$

где:  $a$  – масса полученного осадка  $\text{BaSO}_4$ , г;

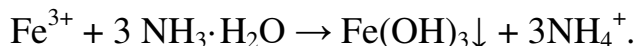
$m$  – масса пробы образца, г;

$F$  – гравиметрический фактор,  $F = M_{\text{Ba}} / M_{\text{BaSO}_4} = 0,5883$ .

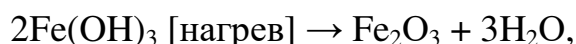
*Оборудование и реактивы.* Аналитические весы с точностью взвешивания  $\pm 0,0002$  г, сушильный шкаф, муфельная печь, эксикатор, фарфоровый тигель, штатив с кольцом, асбестированная сетка, тигельные щипцы, промывалка, три химических стакана вместимостью 250–300 мл, аналитическая воронка, стеклянная палочка, бюкс, часовые стекла, бумажные фильтры (синяя лента). Кристаллический  $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ; 2М  $\text{HCl}$ ; 1М  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ; 30 %-ный раствор  $\text{HNO}_3$  в капельнице; 0,1 %-ный раствор  $\text{AgNO}_3$  в капельнице.

## **Лабораторная работа 2. Гравиметрическое определение железа в растворе соли Мора**

При гравиметрическом определении железа (II) в растворах его предварительно окисляют до  $\text{Fe}^{3+}$ , а затем действием  $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  осаждают в виде  $\text{Fe}(\text{OH})_3$ :



Полученный осадок прокаливают. При прокаливании  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  (вернее, водный оксид железа  $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ) теряет воду и превращается в оксид  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ :



который и взвешивают. Растворимость гидроксида железа очень мала ( $\text{ПР} = 3,21 \cdot 10^{-38}$ ), поэтому он количественно осаждается даже из слабокислых растворов. Малая растворимость приводит к тому, что относительное пересыщение раствора во время осаждения велико, поэтому выделяющийся осадок аморфен и имеет очень большую поверхность. Для лучшей коагуляции осадка осаждение проводят при нагревании в присутствии электролита-коагулянта (солей аммония).

### **Выполнение работы**

*Осаждение.* К раствору соли Мора (7–10 мл, содержащих не более 0,1 г железа) прибавляют 10 мл  $\text{H}_2\text{O}$ , 3 г  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , раствор нагревают почти до кипения (но не кипятят), добавляют по каплям при перемешивании 1–2 мл концентрированной  $\text{HNO}_3$  и продолжают нагревание еще 3–5 мин на асбестированной сетке или песочной бане для окисления  $\text{Fe}^{2+}$  в  $\text{Fe}^{3+}$ . Нагревают в другом стакане 100–150 мл дистиллированной воды и добав-

ляют ее к анализируемому раствору. Затем к горячей жидкости приливают раствор  $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  (1:1) при перемешивании до появления явного запаха аммиака, раствор с осадком оставляют на 5 мин и приступают к фильтрации.

*Фильтрация и промывание осадка.* Для фильтрации используют обеззоленный фильтр средней плотности "белая лента". Слив на фильтр прозрачную жидкость с осадком, промывают осадок в стакане несколько раз декантацией горячей водой. После этого переносят осадок на фильтр. Оставшиеся на стенках стакана и палочке частицы осадка снимают кусочками беззольного фильтра. Осадок на фильтре промывают горячей водой до полного удаления ионов  $\text{Cl}^-$ , т.е. до отрицательной реакции промывных вод на  $\text{Cl}^-$ -ион с  $\text{AgNO}_3$ .

Осаждение, фильтрация и промывание осадка заканчивают обязательно в один прием, оставлять не промытый до конца осадок на фильтре нельзя, он высыхает, и в нем образуются каналы, и в дальнейшем промывная жидкость не будет извлекать из осадка загрязняющие вещества.

*Высушивание и прокаливание осадка.* Осадок подсушивают в сушильном шкафу на воронке. Затем фильтр с осадком помещают в предварительно доведенный до постоянной массы фарфоровый тигель и прокаливают в муфельной печи при 800–900 °С. После прокаливания осадок должен иметь бурый цвет.

*Вычисления.* Найдя массу  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , рассчитывают, сколько в нем содержится железа, пользуясь фактором пересчета:

$$m_{\text{Fe}} = a \cdot F = a \cdot (2 \cdot 55,85 / 159,7) = a \cdot 0,6994 \text{ г},$$

где  $a$  – масса осадка  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , г;

$F$  – гравиметрический фактор.

Затем рассчитывают содержание железа в исходном исследуемом растворе (в г/мл или мг/мл).

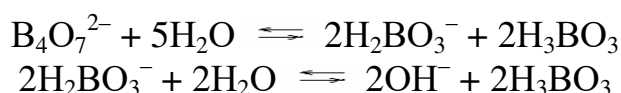
*Оборудование и реактивы.* Аналитические весы, сушильный шкаф, муфельная печь, эксикатор, фарфоровый тигель, тигельные щипцы, штатив с кольцом, асбестированная сетка, промывалка, два химических стакана вместимостью 250–300 мл, аналитическая воронка, стеклянная палочка, бумажные фильтры "белая лента" диаметром 9–11 см. Кристаллический  $\text{NH}_4\text{Cl}$ ; 0,1М раствор соли Мора  $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ;  $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  (1:1);  $\text{HNO}_3$ , концентрированный раствор в капельнице; 0,1 %-ный раствор  $\text{AgNO}_3$  в капельнице.

### **Лабораторная работа 3. Стандартизация раствора соляной кислоты по тетраборату натрия титриметрическим методом**

Раствор  $\text{HCl}$  точной концентрации нельзя приготовить непосредственным разбавлением концентрированной хлороводородной кислоты. Поэтому сначала готовят приблизительно 0,1 н. раствор кислоты и затем ус-

танавливают его точную концентрацию по раствору стандартного вещества. Наиболее удобен тетраборат натрия, так как путем перекристаллизации при 60°C и высушивания на воздухе эту соль легко получить химически чистой, точно соответствующей формуле  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ . Тетраборат натрия удовлетворяет и другим требованиям, предъявляемым к стандартным веществам. Это вещество устойчиво в широких пределах влажности воздуха, имеет достаточно большую молярную массу эквивалента 190,7 г/моль.

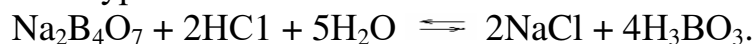
Водные растворы  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$  вследствие гидролиза имеют щелочную реакцию:



или суммарно:



Поэтому водные растворы тетрабората натрия можно титровать кислотами. Суммарно титрование тетрабората хлороводородной кислотой можно представить уравнением



В результате реакции накапливается слабая ортоборная кислота. Следовательно, pH раствора в точке эквивалентности будет несколько меньше 7 и для титрования следует взять в качестве индикатора метиловый оранжевый (или метиловый красный).

### Выполнение работы

*Приготовление стандартного раствора тетрабората натрия.* Сначала рассчитывают величину навески, необходимой для приготовления раствора в мерной колбе емкостью 250 мл. Согласно уравнению реакции эквивалент тетрабората натрия составляет 1/2 моль, а молярная масса эквивалента равна 1/2 молярной массы  $381,4 : 2 = 190,7$  г/моль. Для получения 1 л 0,1 н. раствора потребуется 19,07 г, а для 250 мл  $19,07 : 4 = 4,7875$  г тетрабората натрия.

Взвешивают на технических весах бюкс или часовое стекло, затем в этом бюксе на технических весах взвешивают навеску тетрабората натрия (4–5 г). Точно взвешивают бюкс с навеской на аналитических весах, затем осторожно пересыпают тетраборат натрия через сухую воронку в тщательно вымытую мерную колбу. Бюкс с оставшимися в нем крупинками тетрабората натрия снова точно взвешивают и по разности находят массу тетрабората натрия в колбе. Струей горячей дистиллированной воды из промывалки смывают тетраборат натрия из воронки в колбу. Добавляют еще столько горячей воды в колбу, чтобы она была заполнена на 2/3 объема, вынимают воронку, ополаскивают в ту же колбу. Вращательными движениями перемешивают содержимое колбы до полного растворения. Рас-



твор охлаждают, доливают до метки дистиллированную воду, перемешивают.

Рассчитывают титр и молярную концентрацию эквивалента (нормальность) полученного раствора:

$$T_{\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}} = m / V_{\text{к}},$$

$$N_{\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}} = T_{\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}} \cdot 1000/190,7,$$

где:  $m$  – навеска  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ , г;

$V_{\text{к}}$  – объем колбы, мл.

*Установка концентрации раствора HCl.* Заполняют бюретку раствором HCl из бутылки, стоящей в лаборатории (предварительно бюретку тщательно моют и ополаскивают 2 раза небольшим количеством раствора HCl).

В чистую коническую колбу емкостью 200 мл переносят пипеткой 25,0 мл раствора тетрабората натрия, предварительно дважды ополоснув пипетку этим же раствором, добавляют 1–2 капли метилового оранжевого. В другой такой же колбе готовят "свидетель". Для этого мерным цилиндром отмеривают 40 мл дистиллированной воды, добавляют 12 капель метилового оранжевого и 1 каплю HCl так, чтобы появилось слабо розовое окрашивание раствора.

Колбу с раствором тетрабората натрия ставят под бюретку на лист белой бумаги, и приступают к титрованию, медленно приливая из бюретки раствор HCl и непрерывно перемешивая жидкость плавным круговым движением колбы. Нужно уловить момент, когда от одной капли HCl первоначально желтый раствор приобретает чуть розоватый оттенок – такой, как у приготовленного "свидетеля". Добившись перемены окраски от одной капли титранта, делают отсчет по бюретке и записывают его.

Титрование проводят не менее трех раз, добиваясь, чтобы разница между параллельными титрованиями была не более 0,1 мл и находят среднее значение объема титранта.

Нормальность или молярную концентрацию эквивалента раствора HCl рассчитывают по формуле:

$$N_{\text{HCl}} = (N_{\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}} \cdot V_{\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}}) / V_{\text{HCl}}.$$

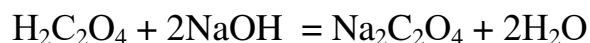
#### **Лабораторная работа 4. Стандартизация раствора гидроксида натрия по щавелевой кислоте**

Гидроксид натрия является основным рабочим раствором при определении кислот в титриметрическом анализе. Приготовить раствор NaOH точной концентрации по точной навеске невозможно, так как твердый NaOH жадно поглощает из воздуха  $\text{CO}_2$  и пары воды. Поэтому сначала готовят раствор его приблизительно нужной концентрации и раствор стандартного (установочного) вещества – щавелевой кислоты  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ . За-

тем титруют раствор щавелевой кислоты раствором гидроксида натрия и рассчитывают его концентрацию.

### Выполнение работы

*Приготовление стандартного раствора щавелевой кислоты.* Взаимодействие щавелевой кислоты с гидроксидом натрия происходит по уравнению:



Предварительно рассчитывают массу навески щавелевой кислоты, которая необходима для приготовления 250 мл 0,1 н. раствора. Молярная масса  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  равна в соответствии с уравнением реакции половине ее молярной массы:  $126,07 : 2 = 63,04$  г/моль. Следовательно, для получения 250 мл 0,1 н.  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  необходимо взять  $63,04 \cdot 0,1 \cdot 0,25 = 1,576$  г кислоты.

Отвешивают в бюксе или на часовом стекле на аналитических весах 1,6–1,8 г щавелевой кислоты и навеску растворяют в мерной колбе вместимостью 250 мл. Метод приготовления раствора  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  такой же, как метод приготовления раствора тетрабората натрия (лабораторная работа № 3). Для растворения кислоты используют только свежекипяченую дистиллированную воду, из которой удален  $\text{CO}_2$ , так как присутствие последнего искажает результаты титрования с фенолфталеином.

Рассчитывают титр и нормальную концентрацию полученного раствора:

$$T_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} = m / V_k;$$

$$N_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} = T_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} \cdot 1000 / 63,04$$

где:  $m$  – навеска  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , г;

$V_k$  – объем колбы, мл.

*Определение концентрации раствора NaOH.* Заполняют бюретку раствором гидроксида натрия из бутылки, стоящей в лаборатории. Отбирают пипеткой вместимостью 25 мл раствор щавелевой кислоты (пипетку необходимо предварительно вымыть и ополоснуть этим раствором), переносят в коническую колбу вместимостью 200 мл, добавляют 4–5 капель фенолфталеина и титруют раствором NaOH, непрерывно перемешивая жидкость в колбе плавными кругообразными движениями, до тех пор, пока раствор в колбе не окрасится от добавления одной капли титранта в устойчивый розовый цвет, не исчезающий в течение 30 с.

Титрование проводят не менее трех раз, чтобы разница между параллельными титрованиями не превышала 0,1 мл, и находят среднее значение объема титранта.

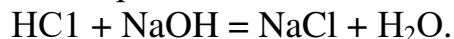
Нормальную концентрацию раствора NaOH рассчитывают по формуле:

$$N_{\text{NaOH}} = N_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} \cdot V_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} / V_{\text{NaOH}}.$$

## Лабораторная работа 5. Титриметрическое определение содержания HCl в растворе

Имея титрованный раствор щелочи, можно определять содержание различных кислот в растворах.

При титровании хлороводородной кислоты раствором гидроксида натрия происходит реакция нейтрализации:



Полученный в мерной колбе раствор (с неизвестным содержанием HCl) доводят до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают. Отбирают пипеткой 20–25 мл этого раствора, переносят в коническую колбу на 150–200 мл, прибавляют 4–5 капель фенолфталеина и титруют до появления бледно-малиновой окраски, не исчезающей в течение 30 с.

Рассчитывают концентрацию HCl по формуле:

$$N_{\text{HCl}} = N_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}} / V_{\text{HCl}}.$$

Содержание HCl рассчитывают по формуле:

$$m_{\text{HCl}} = N_{\text{HCl}} \cdot M_{\text{HCl}} \cdot V_k / 1000.$$

## Лабораторная работа 6. Определение временной жесткости воды методом кислотно-основного титрования

Природная вода из-за наличия в ней различных растворимых солей кальция и магния обладает так называемой *жесткостью*: при кипячении она дает накипь, например в паровых котлах, плохо вспенивает мыло (вследствие образования нерастворимых солей  $\text{Ca}^{2+}$  и  $\text{Mg}^{2+}$  с жирными кислотами) и т.п.

Различают *временную* или *карбонатную* жесткость, которую можно устранить кипячением воды, и *постоянную* жесткость, которая не устраняется кипячением. Сумма карбонатной и постоянной жесткости составляет **общую жесткость**.

Временная жесткость обусловлена наличием в воде гидрокарбонатов кальция и магния, которые при кипячении разлагаются с выделением  $\text{CO}_2$  и осадка карбонатов:

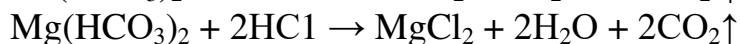
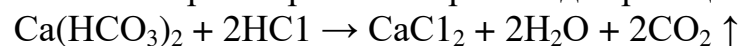


Постоянная жесткость обусловлена присутствием в воде сульфатов и хлоридов ионов Ca и Mg.

Жесткость выражают суммой миллимольэквивалентов (ммольэкв) ионов кальция и магния, содержащихся в 1 л воды. Один миллимольэквивалент жесткости отвечает содержанию 20,04 мг/л  $\text{Ca}^{2+}$  или 12,16 мг/л  $\text{Mg}^{2+}$ .

Целью работы является определение величины временной жесткости воды.

Определение заключается в титровании жесткой воды раствором хлороводородной кислоты. При титровании происходят реакции:



### Выполнение работы

Отмеряют мерным цилиндром 100 мл водопроводной воды, выливают ее в коническую колбу емкостью 200 мл и добавляют 2–3 капли метилового оранжевого до образования слегка заметного желтого окрашивания раствора.

Заполняют бюретку титрованным раствором HCl и медленно оттитровывают воду (кислоты должно пойти всего 4–6 мл) до изменения цвета раствора с желтого на розовый. Титрование повторяют 3 раза и из сходящихся результатов берут среднее.

Рассчитывают нормальную концентрацию суммы гидрокарбонатов Ca и Mg в водопроводной воде:

$$N_{\text{Me}(\text{HCO}_3)_2} = N_{\text{HCl}} \cdot V_{\text{HCl}} / V_{\text{H}_2\text{O}}$$

Таким образом, в литре исследуемой воды содержится  $(N_{\text{HCl}} \cdot V_{\text{HCl}} \cdot 1000) / V_{\text{H}_2\text{O}}$  миллимольэквивалентов гидрокарбонатов кальция и магния.

Это и есть искомая временная (карбонатная) жесткость воды.

*Оборудование и реактивы используемые в лабораторных работах (3–6).* Весы технические и весы аналитические, песочная баня, промывалка, бюретка, бюкс с крышкой, мерная колба вместимостью 250 мл, стеклянная воронка, три конические колбы вместимостью 200 мл, пипетка вместимостью 25 мл, мерный цилиндр на 100 мл. Тетраборат натрия  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ; щавелевая кислота  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ; 0,1 н. HCl; 0,1 н. NaOH; метиловый оранжевый, 0,1 %-ный водный раствор в капельнице; 0,1 %-ный раствор фенолфталеина в 60 %-ном этаноле в капельнице.

### Лабораторная работа 7. Определение общей жесткости воды методом комплексометрического титрования

Общая жесткость воды измеряется суммарным числом миллиэквивалентов ионов  $\text{Ca}^{2+}$  и  $\text{Mg}^{2+}$  в 1 л воды.

Определение общей жесткости проводят путем комплексометрического титрования воды раствором комплексона-III с индикатором эриохром черным Т в щелочной среде. При этом протекает реакция:



## Выполнение работы

*Приготовление титрованного раствора комплексона-III.* Для приготовления титрованного раствора комплексона-III применяют двунариевую соль этилендиаминтетрауксусной кислоты; ее состав отвечает формуле  $\text{Na}_2\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_8\text{N}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  (молярная масса равна 372,242 г/моль). Готовят раствор концентрации примерно 0,1 или 0,05 н. и устанавливают его точную концентрацию по стандартному веществу – соли магния, кальция или цинка.

Очень часто на практике готовят стандартный раствор комплексона-III из *фиксанала*. Фиксаналы представляют собой приготовленные на химических заводах или в специальных лабораториях точно отвешенные количества твердых химически чистых соединений или точно отмеренные объемы титрованных растворов, требуемые для приготовления растворов точно известной нормальности. Указанные вещества помещают в специальные стеклянные ампулы и запаивают.

Приготовление стандартного раствора комплексона-III из фиксанала осуществляется следующим образом. Для количественного перенесения вещества из ампулы в мерную колбу в горло мерной колбы вставляют воронку, снабженную острием, о которое пробивают тонкое дно предварительно тщательно вымытой ампулы. Чтобы полностью удалить из ампулы вещество, пробивают далее заостренной стеклянной палочкой стенку ампулы в углублении, находящемся в верхней ее части. Через образовавшееся отверстие тщательно ополаскивают внутренность ампулы струей воды из промывалки, промывают воронку и, удалив ее, доводят объем жидкости в колбе водой до метки.

В работе используют 0,05 н. раствор комплексона-III, полученный перенесением 0,05 эквивалентов вещества в мерную колбу емкостью 1 л или 0,1 эквивалента в колбу емкостью 2 л.

*Титрование исследуемой воды.* В коническую колбу для титрования емкостью 250 мл отмеряют мерным цилиндром 100 мл водопроводной воды, приливают 5 мл аммонийной буферной смеси и прибавляют 7–8 капель раствора индикатора до появления хорошо заметной, но не очень темной винно-красной окраски.

Заполняют бюретку 0,05 н. титрованным раствором комплексона-III и титруют исследуемую пробу воды до перехода винно-красной окраски в синюю. В конце титрования раствор комплексона-III прибавляют по одной капле до исчезновения красноватого оттенка.

Проводят не менее трех титрований, результаты которых должны различаться не более, чем на 0,1 мл, берут среднее значение.

Жесткость воды ( $\text{Ж}_{\text{H}_2\text{O}}$ ) рассчитывают по формуле:

$$\text{Ж}_{\text{H}_2\text{O}} = (N_{\text{K-III}} \cdot V_{\text{K-III}} \cdot 1000) / V_{\text{H}_2\text{O}}, \text{ мэкв,}$$

где  $N_{\text{K-III}}$  – нормальность комплексона-III;

$V_{\text{к-ш}}$  – объем комплексона-III, израсходованный на титрование;

$V_{\text{H}_2\text{O}}$  – объем воды взятый для титрования.

**Оборудование и реактивы.** Мерная колба вместимостью 1 л, стеклянная воронка, промывалка, мерный цилиндр на 100 мл, конические колбы на 250 мл. Двунатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты, 0,1 мольэкв., фиксанал; эриохром черный Т, 0,1 %-ный раствор в капельнице (раствор устойчив несколько дней); аммонийная буферная смесь (100 мл 20 %-ного раствора  $\text{NH}_4\text{Cl}$  смешивают со 100 мл 20 %-ного  $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  и разбавляют водой до 1 л).

### **Лабораторная работа 8. Стандартизация раствора перманганата калия по щавелевой кислоте методом окислительно-восстановительного титрования**

Перманганат калия, как сильный окислитель, всегда содержит примеси продуктов восстановления, например  $\text{MnO}_2$ , поэтому приготовить титрованный раствор перманганата по точной навеске нельзя. Кроме того, концентрация перманганата калия, переведённого в раствор, заметно понижается в первое время после приготовления, так как  $\text{KMnO}_4$  взаимодействует с аммиаком, органическими веществами и другими восстановителями, попадающими в воду с пылью. Поэтому точную концентрацию перманганата калия устанавливают при помощи стандартного вещества через 7–10 дней после приготовления раствора.

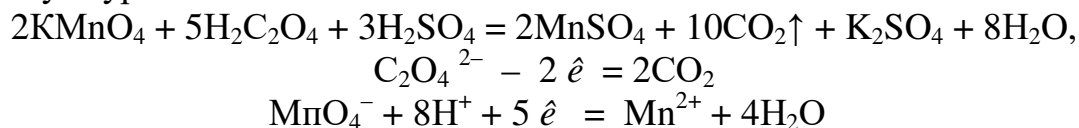
Для того чтобы раствор  $\text{KMnO}_4$  был достаточно устойчивым и титр его не изменялся, осадок  $\text{MnO}_2$  присутствующий в нем в качестве примеси, необходимо удалить, так как он каталитически ускоряет разложение  $\text{KMnO}_4$ :



Такое же воздействие оказывает прямой солнечный свет. В связи с этим раствор  $\text{KMnO}_4$  хранят в темных бутылках.

В качестве стандартных веществ для установки титра раствора  $\text{KMnO}_4$  используют щавелевую кислоту и ее соли, мышьяковидный ангидрид  $\text{As}_2\text{O}_3$ , гексацианоферрат (II) калия  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$  и др.

В данной работе в качестве первичного стандарта используется щавелевая кислота  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ . Протекающая при титровании щавелевой кислоты перманганатом в сернокислой среде суммарная реакция соответствует уравнению:



В этой реакции молярная масса эквивалента щавелевой кислоты  $M_{\text{экв}}\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  равна половине ее молярной массы  $126,07:2 = 63,04$  г/моль.

## Выполнение работы

*Приготовление стандартного раствора щавелевой кислоты.* Для получения 0,05 н. раствора в колбе емкостью 250 мл необходимо растворить  $63,04 \cdot 0,05 \cdot 0,25 = 0,788$  г кислоты.

Навеску щавелевой кислоты, равную 0,7–1,0 г, взвешивают в бюксе или на часовом стекле сначала на технических, а затем на аналитических весах. Величину навески рассчитывают по разности двух взвешиваний бюкса: до и после взятия навески. Взятую навеску количественно пересыпают в мерную колбу (см. лабораторную работу № 1) вместимостью 200–250 мл и растворяют в холодной дистиллированной воде. Раствор доводят по метки дистиллированной водой и перемешивают.

Рассчитывают титр и нормальность полученного раствора (см. работу № 2).

*Определение концентрации раствора перманганата калия.* Титрование щавелевой кислоты перманганатом проводят без индикатора, постольку одна избыточная капля  $\text{KMnO}_4$  окрашивает в конце титрования раствор в отчетливый розовый цвет.

В коническую колбу емкостью 250 мл при помощи пипетки переносят 20 или 25 мл стандартного раствора щавелевой кислоты, добавляют цилиндром 20–25 мл 2 н.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  и нагревают до 60–80 °С (кипятить кислые растворы щавелевой кислоты не рекомендуется, так как они при этом разлагаются). Следует заметить, что кислая среда и нагревание являются необходимыми условиями количественного протекания реакции между оксалатом и перманганатом.

Пока раствор в колбе нагревается, заполняют бюретку раствором перманганата калия, концентрацию которого нужно определить. Предварительно бюретку ополаскивают 2–3 раза небольшим количеством раствора перманганата. Так как раствор перманганата сильно окрашен, установку на нуль и отсчеты лучше делать не по мениску, а по верхней кольцевой границе раствора. Лучше использовать бюретку со стеклянным краном, так как  $\text{KMnO}_4$  заметно окисляет резину.

Горячий раствор щавелевой кислоты подставляют под бюретку и начинают титрование. Раствор титранта приливают по каплям, каждую следующую каплю прибавляют только после того, как исчезнет окраска от предыдущей капли. Первые капли обесцвечиваются довольно медленно. Но как только образуется немного  $\text{Mn}^{2+}$ , являющегося катализатором для данной реакции, дальнейшее обесцвечивание происходит практически мгновенно. Титрование заканчивают, когда одна капля  $\text{KMnO}_4$  окрасит раствор в не исчезающий в течение 30 с бледно-розовый цвет.

В процессе титрования содержимое колбы быстро остывает при добавлении холодного раствора перманганата. Поэтому по мере остывания

колбу подогревают снова. Обычно подогревать титруемый раствор приходится 2 раза – в начале и в конце титрования.

Титрование проводят не менее трех раз и из сходящихся отсчетов (разница между которыми не превышает 0,1 мл) берут среднее значение.

Нормальную концентрацию (N) раствора  $\text{KMnO}_4$  рассчитывают по формуле:

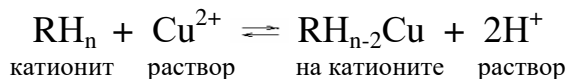
$$N_{\text{KMnO}_4} = N_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} \cdot V_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} / V_{\text{KMnO}_4}$$

где  $V_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}}$  – вместимость пипетки, мл;

$V_{\text{KMnO}_4}$  – объем раствора  $\text{KMnO}_4$ , израсходованного на титрование, мл.

### Лабораторная работа 9. Определение содержания меди (II) в растворе методом ионообменной хроматографии

Определение основано на том, что при прохождении раствора соли меди (II) через катионит в  $\text{H}^+$ -форме происходит замещение катионов меди  $\text{Cu}^{2+}$  на ионы  $\text{H}^+$  из катионита:



Образующуюся в эквивалентном количестве кислоту оттитровывают.

#### Выполнение работы

*Подготовка катионита КУ-2 и хроматографической колонки.* Промывают в стакане дистиллированной водой зерна катионита для удаления мелких частиц и заливают дистиллированной водой (операция «отмучивания»). Оставляют для набухания на 4–5 ч.

В штативе вертикально укрепляют хроматографическую колонку, на дно ее помещают рыхлый, но достаточно плотный комок ваты, направляя и уплотняя его стеклянной палочкой так, чтобы заполнить все сечение в нижней суженной части колонки. Переносят набухшие зерна катионита (через воронку) в колонку, наполненную до половины объема дистиллированной водой. Зерна, задержавшиеся в стакане и воронке, смывают в бюретку дистиллированной водой из промывалки. Наполнение бюретки с водой препятствует образованию пузырьков воздуха между зернами катионита. Колонку заполняют катионитом на две трети ее объема. Следует помнить, что над зернами катионита постоянно должен находиться слой жидкости не менее 2 см.

*Катионит перед анализом переводят в  $\text{H}^+$ -форму.* Для этого через хроматографическую колонку пропускают 200 мл 2 н. раствора  $\text{HCl}$  со скоростью 1–2 капли в 1 с. Затем катионообменник отмывают от кислоты



200–250 мл дистиллированной воды. Периодически отбирают на часовое стекло несколько капель раствора, вытекающего из колонки, и проверяют рН среды с помощью индикатора метилового оранжевого или индикаторной бумаги. Промывание продолжают до получения желтой окраски метилового оранжевого. Над слоем катионита все время должна находиться жидкость. В случае образования в колонке пузырьков воздуха катионообменник следует взрыхлить стеклянной палочкой.

*Проведение ионного обмена.* Полученный у преподавателя анализируемый раствор сульфата меди, объемом 5 мл пропускают через колонку со скоростью 1 капля в 1 с. Вытекающий из колонки раствор (элюат) собирают в коническую колбу для титрования. Для полного вымывания выделившейся кислоты через колонку пропускают 100 мл дистиллированной воды по 10...15 мл, тщательно собирая элюат в ту же колбу. Полноту вымывания проверяют по метиловому оранжевому.

Кислоту, образовавшуюся в конической колбе, оттитровывают стандартным раствором гидроксида натрия по индикатору метиловому оранжевому до перехода цвета индикатора в желтый.

По объему затраченного на титрование раствора щелочи вычисляют количество моль эквивалентов и массу ионов меди (II) в анализируемом растворе:

$$\begin{aligned} n \text{ Cu}^{2+} &= C_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}}; \\ m(\text{Cu}^{2+}) &= v \cdot M_3(\text{Cu}^{2+}), \end{aligned}$$

где  $n$  – число моль эквивалентов  $\text{Cu}^{2+}$ ;

$C_{\text{NaOH}}$  – молярная концентрация эквивалента раствора NaOH (0,1 н.);

$V_{\text{NaOH}}$  – объем раствора NaOH, затраченный на титрование, л;

$M_{\text{eq}}(\text{Cu}^{2+})$  – молярная масса эквивалента меди (II), г/моль экв;

$m(\text{Cu}^{2+})$  – масса ионов меди (II).

*Оборудование и реактивы.* Колонка хроматографическая,  $d = 1,0$ – $1,5$  см,  $l = 25$ – $30$  см. Катионит КУ-2. Стакан вместимостью 100–200 мл. Воронка диаметром 5 см. Пипетка вместимостью 10 мл. Бюретка вместимостью 25 или 50 мл. 2 н. раствор HCl, Часовое стекло. Раствор метилового оранжевого, 0,1 %-ный. Стандартный раствор NaOH, 0,1 н. Колбы конические для титрования вместимостью 200 мл, 3 шт. Стандартный 0,1 н. раствор  $\text{Cu}^{2+}$ , который готовят растворением 3,125 г  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  в воде, раствор доводят дистиллированной водой до метки в мерной колбе вместимостью 250 мл.

### Лабораторная работа 10. Определение массовой доли NaCl

Определение массовой хлорида натрия в образце основано на реакции взаимодействия нитрата серебра с хлоридными анионами в присутствии в индикатора хромата калия.

*Приготовление водного экстракта пробы, дающую слабоокрашенную водную вытяжку.* Навеску пробы массой  $5 \pm 0,01$  г (содержащую около 0,1 г NaCl) количественно переносят через воронку в мерную колбу вместимостью  $250 \text{ см}^3$ , смывая частицы пробы дистиллированной водой. Содержимое колбы доливают водой до  $3/4$  объема, взбалтывают и (при испытании продуктов растительного происхождения) нагревают на кипящей водяной бане в течение 15 мин. При анализе проб, богатых крахмалом или белками, содержимое колбы выдерживают при  $30^\circ\text{C}$  в течение 30 мин при частом взбалтывании.

Затем содержимое колбы охлаждают, доводят до метки дистиллированной водой, взбалтывают и фильтруют через складчатый бумажный фильтр в сухую коническую колбу.

*Приготовление водного экстракта пробы, дающую сильноокрашенную вытяжку.* Навеску пробы массой 5 берут в фарфоровый тигель с погрешностью не более  $\pm 0,01$  г и осторожно обугливают в муфельной печи при  $800^\circ\text{C}$  до тех пор, пока содержимое тигля не будет легко распадаться от надавливания стеклянной палочкой.

Обугленное вещество охлаждают, количественно переносят через воронку в мерную колбу вместимостью  $250 \text{ см}^3$ , смывая тигель несколько раз дистиллированной водой. Колбу доливают до  $3/4$  объема горячей дистиллированной водой и выдерживают 15 мин в кипящей водяной бане при периодическом взбалтывании. Содержимое колбы охлаждают, доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают, фильтруют через складчатый бумажный фильтр в сухую коническую колбу.

### **Проведение испытания**

$25 \text{ см}^3$  приготовленного фильтрата переносят пипеткой в коническую колбу вместимостью  $250 \text{ см}^3$ , нейтрализуют 0,1 М раствором NaOH в присутствии фенолфталеина, прибавляют  $0,5 \text{ см}^3$  10 %-ного раствора хромовокислого калия и титруют 0,1 моль/ $\text{дм}^3$  раствором азотнокислого серебра. Содержимое колбы непрерывно перемешивают и заканчивают титрование при появлении не исчезающей при взбалтывании красноватой окраски жидкости.

Массовую долю хлорида натрия ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = V_1 \cdot K \cdot 0,00585 \cdot V_2 \cdot 100 / m \cdot V_3,$$

где  $V_1$  – объем 0,1 М раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование,  $\text{см}^3$ ;  $K$  – коэффициент поправки к титру раствора азотнокислого серебра; 0,00585 – титр азотнокислого серебра, выраженный по NaCl, г/ $\text{см}^3$ ;  $V_2$  – объем вытяжки приготовленной навески,  $\text{см}^3$ ;  $m$  – масса навески, г;  $V_3$  – объем фильтрата, израсходованный на титрование,  $\text{см}^3$ .

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2%, Вычисления проводят с погрешностью не более 0,01 %.

*Оборудование и материалы.* Весы аналитические. Печь муфельная. Пипетки мерные. Тигель фарфоровый на 5 г пробы. 0,1 М раствор NaOH. 10 % раствор K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>. Титрант 0,1 М раствор AgNO<sub>3</sub>. Водно-спиртовой 0,5% раствор фенолфталеина.

### Лабораторная работа 11. Определение влаги продукта

Метод основан на высушивании исследуемого продукта в сушильном шкафу при температуре 130 °С.

#### Выполнение работы

Чистый пустой бюкс или бюкс с 5–10 г прокаленного песка и стеклянную палочку сушат вместе с крышкой (в открытом виде) в течение 30 мин в сушильном шкафу при температуре 130 °С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Из пробы пищевого концентрата берут навеску массой около 5 г с погрешностью не более ± 0,01 г и помещают ее в высушенный бюкс. Открытый бюкс с навеской вместе с крышкой помещают в сушильный шкаф, предварительно нагретый до 140–145 °С. Температуру шкафа при установке бюкса доводят до 130 °С в течение 10 мин и этот момент считают началом сушки.

Продолжительность сушки при температуре 130 °С составляет 40 мин для молочных концентратов и продуктов детского питания, 45 мин для остальных видов пищевых концентратов.

После высушивания навески бюкс вынимают из сушильного шкафа тигельными щипцами, закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с погрешностью не более ± 0,01 г.

*Обработка результатов.* Массовую долю влаги (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = (m_1 - m_2) \cdot 100 / m,$$

где  $m$  – масса навески испытуемого концентрата, г;

$m_1$  – масса бюксы с навеской до высушивания, г;

$m_2$  – масса бюксы с навеской после высушивания, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое двух параллельных определений. Расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать 0,25%.

*Оборудование и реактивы.* Весы технохимические с погрешностью до  $\pm 0,01$  г. Сушильный шкаф с регулятором температуры до  $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Эксикатор, заполненный свежeproкаленным хлоридом кальция. Тигельные щипцы. Бюксы стеклянные с крышками, 10 шт. Стеклянные палочки. Песок прокаленный. Образец пищевого концентрата (томатная паста, детское питание, сухое молоко и т.п.).

### **Лабораторная работа 12 Определение сахарозы рефрактометрическим методом**

Количественное определение сахарозы в растворе основано на прямой пропорциональной зависимости между концентрацией и показателем преломления водных растворов сахарозы.

Метод предназначен для определения содержания сахарозы в пищевых продуктах – сладких блюдах, сухих продуктах для детского и диетического питания, полуфабрикатах мучных изделий и сухих завтраках.

#### **Выполнение работы**

По дистиллированной воде проверяют правильность установки нулевой точки рефрактометра. Показатель преломления воды при  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$  равен 1,3330.

Взвешивают на технохимических весах около 1 г испытуемого образца (содержащего около 20 % сахарозы) с погрешностью  $\pm 0,01$  г и помещают навеску в коническую колбу. Добавляют в колбу 5 мл дистиллированной воды и содержимое колбы тщательно перемешивают. Фильтруют полученный раствор через складчатый фильтр в сухую колбу. С помощью хорошо оплавленной стеклянной палочки или пипетки наносят 2–3 капли полученного фильтрата на нижнюю призму рефрактометра, закрывают призмный блок и определяют показатель преломления по левой шкале прибора. Во время определения показателя преломления линия раздела светлого и темного полей должна быть резко выражена.

По окончании работы рабочие поверхности призм тщательно вытирают, промывают спиртом или эфиром, затем снова вытирают и оставляют блок на некоторое время открытым для просушки.

*Обработка результатов.* Массовую долю сахарозы ( $S$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$S = H \cdot K,$$

где  $H$  – показатель преломления испытуемого раствора ( $n_D^{20}$ );

$K$  – коэффициент пересчета показателя преломления на массовую долю сахарозы (его находят по справочной таблице).

Для оценки результатов определения можно воспользоваться справочной таблицей:

Таблица. Зависимость показателя преломления ( $n_D^{20}$ ) содержания сахарозы

Для бисквита			Для песочного полуфабриката		
$n_D^{20}$	Массовая доля сухих веществ в фильтрате, %	Массовая доля сахарозы, %	$n_D^{20}$	Массовая доля сухих веществ в фильтрате, %	Массовая доля сахарозы, %
1,3390	4,20	18,6	1,3380	3,45	14,0
1,3395	4,50	20,2	1,3382	3,60	14,5
1,3400	4,90	21,7	1,3384	3,70	15,1
1,3401	5,00	22,7	1,3386	3,85	15,7
1,3404	5,10	23,0	1,3388	4,00	16,2
1,3405	5,15	23,3	1,3390	4,10	16,8
1,3406	5,20	23,6	1,3400	4,80	19,6
1,3407	5,30	23,9	1,3410	5,50	22,4
1,3408	5,35	24,2	1,3420	6,15	26,2
1,3409	5,40	24,5	1,3430	6,80	29,0
1,3410	5,50	24,8	1,3440	7,45	31,8
1,3420	6,20	27,9	1,3442	7,60	32,3
1,3430	6,80	31,0	1,3444	7,74	32,9
1,3440	7,45	34,4	1,3445	7,80	33,2
1,3443	7,70	35,4	1,3447	7,95	33,7
1,3445	7,80	35,8	1,3449	8,05	34,3

*Оборудование и реактивы.* Весы теххимические с погрешностью до  $\pm 0,01$  г. Рефрактометр. Пипетки вместимостью 5 мл, 10 шт. Колбы конические вместимостью 50 мл, 10 шт. Стеклянные воронки диаметром 3–4 см, 10шт. Стеклянные палочки или пипетки. Бумажные фильтры «синяя лента». Образец пищевого продукта.

### Рекомендуемая литература

1. Васильев В.П. Аналитическая химия. Титриметрические и гравиметрические методы анализа. М.: Дрофа, 2005. 453 с.
2. Золотов Ю.А. Аналитическая химия: проблемы и достижения. М.: Наука, 1992. 288 с.
3. Крешков А. П. Основы аналитической химии. Теоретические основы. Количественный анализ. М.: Химия, 1971. 456 с.

## Содержание

Введение .....	3
Лабораторная работа 1. Гравиметрическое определение содержания бария в техническом образце $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ .....	4
Лабораторная работа 2. Гравиметрическое определение железа в растворе соли Мора.....	6
Лабораторная работа 3. Стандартизация раствора соляной кислоты по тетраборату натрия титриметрическим методом.....	7
Лабораторная работа 4. Стандартизация раствора гидроксида натрия по щавелевой кислоте.....	9
Лабораторная работа 5. Определение содержания $HCl$ в растворе..	11
Лабораторная работа 6. Определение временной жесткости воды методом кислотно-основного титрования.....	11
Лабораторная работа 7. Определение общей жесткости воды методом комплексонометрического титрования.....	12
Лабораторная работа 8. Стандартизация раствора перманганата калия по щавелевой кислоте методом окислительно-восстановительного титрования.....	14
Лабораторная работа 9. Определение содержания меди (II) в растворе методом ионообменной хроматографии.....	16
Лабораторная работа 10. Определение массовой доли $NaCl$ .....	17
Лабораторная работа 11. Определение влаги продукта .....	19
Лабораторная работа 12. Определение сахарозы рефрактометрическим методом.....	20
Рекомендуемая литература.....	21

*Учебное издание*

**Олиференко Галина Львовна**  
**Иванкин Андрей Николаевич**

**АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ.**  
**ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ**

*Редактор А. П. Головина*  
*Оригинал-макет подготовила Г.Л. Олиференко*  
*Верстка авторов*

По тематическому плану внутривузовских изданий учебной литературы на 2016 г., доп.

Подписано в печать 24.02.2016. Формат 60x90 1/16. Бумага 80 г/м<sup>2</sup>. Гарнитура «Таймс». Ризография. Усл. печ. л. 2,0. Доп. тираж 100 экз. Заказ № 288

Издательство Московского государственного университета леса. 141005, Мытищи-5, Московская обл., 1-я Институтская, 1, МГУЛ. Телефоны: (095) 588-5762, 588-5348, 588-5415. Факс: 588-5109. E-mail: izdat@mgul.ac.ru