**Лабораторная работа 4, 5**

**Техника эксперимента.**

При проведении следует выполнять ряд общих правил, несоблюдение которых повлечёт за собой ошибки в результатах анализа.

Вся посуда, используемая в эксперименте, должна быть тщательно вымыта – вода должна равномерно смачивать стенки посуды, не оставляя капель. Мерная посуда: (колбы, пипетки, бюретки) должна быть предварительно откалибрована, поскольку реальная ёмкость посуды часто отличается от той, которая обозначена на маркировке. Для калибровки посуду взвешивают на аналитических весах, затем заполняют дистиллированной водой и снова взвешивают. По массе воды определяют реальную ёмкость посуды.

Мерные колбы и пипетки нельзя брать за расширенные части т.к. от тепла рук происходит расширение стекла, и объём посуды может измениться. Набирают жидкость в пипетки, обычно засасывая её ртом. Однако этого нельзя делать в случае ядовитых или едких жидкостей. В этом случае используют различные приспособления: резиновые груши, дозаторы и т.д. Но при работе следует придерживаться какого-либо одного способа заполнения пипеток. Поверхность жидкости в пипетках и мерных колбах имеет вогнутую форму. Отсчёт объёма производится по нижнему краю мениска жидкости в случае прозрачных растворов и по верхнему краю в случае непрозрачных или сильно окрашенных.

Взятие аликвотных частей является ответственной операцией в титриметрическом анализе. Набрав пипеткой определённый объём жидкости дают ему свободно вытечь в колбу. Затем на несколько секунд прикасаются кончиком пипетки к стенке колбы. Выдувать остаток раствора, который всегда остаётся в пипетке не следует. Все растворы должны иметь одинаковую температуру примерно 200С. После взятия аликвотной части добавляют, если это необходимо индикатор. Поскольку индикатор не является нейтральным веществом, добавлять его нужно ровно столько, сколько предусмотрено методикой.

Рабочее место должно быть хорошо освещено. Под колбу, в которой производят титрование, подкладывают лист белой бумаги. Бюретка должна быть укреплена строго вертикально. Перед заполнением её 2-3 раза ополаскивают раствором титранта. Раствор в бюретку наливают при помощи воронки. Сначала наливают раствора несколько больше нулевого деления, после чего необходимо удалить воздух из кончика бюретки. Если бюретка с краном, то, открыв его, выливают некоторое количество раствора. Если бюретка снабжена резиновой трубкой, то необходимо, отогнув её вверх, выпустить воздух из кончика бюретки. После этого устанавливают уровень жидкости на ноль и обязательно вынимают воронку. Последнее необходимо делать потому, что на воронке всегда остаётся какое-то количество раствора, которое может попасть в бюретку и исказить объём, пошедший на титрование.

После того как произведены предварительные приготовления, приступают к титрованию. Колбу с титруемым раствором вносят под бюретку и начинают приливать титрант малыми порциями, перемешивая раствор круговыми движениями колбы. От момента начала титрования и до его окончания выносить колбу из-под бюретки нельзя, т. к. при этом часть раствора может пролиться мимо колбы, что приведёт к потерям и искажению результатов анализа. Приливать титрант из бюрентки следует таким образом, чтобы он непосредственно попадал в раствор, находящийся в колбе, а не стекал по стенке.

Вблизи точки эквивалентности окраска раствора начинает изменяться. В этот момент раствор нужно прибавлять по каплям. В точке эквивалентности происходит резкое изменение окраски титруемого раствора от одной капли титранта. В момент изменения окраски индикатора титрование следует прекратить и измерить объём титранта по бюретке. Иногда переход окраски индикатора бывает недостаточно резким, и установить точку эквивалентности бывает достаточно трудно. В этом случае используют т. наз. «свидетеля». «Свидетель» - раствор, имеющий концентрацию веществ, соответствующую точке эквивалентности, к которому прибавлено такое же количество индикатора, что и к титруемому раствору. «Свидетель» служит эталоном окраски, с которым сравнивают окраску титруемого раствора.

Если возникают сомнения в правильности определения точки эквивалентности, то нужно записать объём титранта, а затем прилить некоторое количество титранта в колбу. Если наблюдается резкое изменение окраски раствора, то записанный объём титранта считается объёмом, пошедшим на титрование. Если окраска не изменилась, продолжают приливать титрант по каплям.

Титрование проводят несколько раз. Первое титрование является приближённым. Оно ставит своей целью примерно определить объём титранта. При последующих титрованиях в целях экономии времени можно сразу вылить некоторое количество титранта и только вблизи точки эквивалентности титровать медленно по каплям. Титрование проводят обычно до получения не менее трёх сходящихся результатов.

**ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ**

**Кислотно-основное титрование. Определение концентрации раствора щелочи.**

Концентрацию раствора щелочи определяют методом прямого титрования стандартным раствором кислоты в присутствии индикатора метилового красного или метилового оранжевого.

*Оборудование и реактивы*: бюретки. колба коническая, пипетки, фиксанал соляной кислоты, метиловый красный индикатор.

Выполнение работы.

Приготовить стандартный раствор соляной кислоты из фиксанала. В мерную колбу на 1л. вставьте чистую воронку. В воронку вставьте стеклянный боек. Ампулу тщательно вымойте водопроводной, а затем дистиллированной водой. Аккуратно разбейте ампулу с одного конца о боек, вставленный в воронку. Другим бойком, не вынимая ампулы из воронки, разбейте ее сверху. Смойте содержимое ампулы в колбу дистиллированной водой: тщательно ополосните ампулу изнутри и снаружи, а также ополосните стенки воронки. Доведите объем дистиллированной водой до метки. Данный раствор является первичным стандартом.

В коническую колбу поместите аликвотную часть раствора щелочи. Прибавьте 4-5 капель индикатора метилового красного. Бюретку заполните стандартным раствором кислоты и титруйте раствор щелочи до изменения желтой окраски в оранжево-желтую.

Титруют 3-4 пробы, находят средний объем раствора титранта.

Расчет результатов.

Молярную концентрацию раствора щелочи рассчитывают исходя из того, что растворы одинаковой молярной концентрации реагируют в объемах пропорциональных стехиометрическим коэффициентам в уравнении реакции.

NaOH + HCl = NaCl + H2O

** **   

***«Определение карбонатной жесткости воды»***

Определение *временной жесткости* проводят методом кислотно-основного титрования (титрование воды в присутствии метилового оранжевого раствором соляной кислоты)

*Посуда:*

1. бюретка для титрования,
2. колба для титрования,
3. мерная пипетка объемом 100 мл.

*Реактивы:*

1. природная или питьевая вода,
2. раствор HCl 0,1 н,
3. дистиллированная вода,
4. индикатор – метиловый оранжевый.

*Ход выполнения работы:*

Перед выполнением работы ознакомьтесь еще раз с правилами работы и отсчета показаний по бюретке.

1. Подготовить бюретку к работе.

Промыть бюретку дистиллированной водой, затем 2 раза небольшим количеством раствора HCl. Наполнить бюретку соляной кислотой и установить уровень жидкости на нуле по нижнему краю мениска. Необходимо следить за тем, чтобы в нижней части трубки не оставалось пузырьков воздуха.

2. Отобрать аликвоту исследуемой воды для анализа.

Отбирают пипеткой 100 мл исследуемой воды и переносят в коническую колбу для титрования и добавляют в колбу для титрования 1-2 капли метилового оранжевого.

3. Титрование исследуемой воды соляной кислотой.

Коническую колбу с анализируемым раствором, ставят под бюретку и по каплям добавляют из бюретки раствор HCl, непрерывно перемешивая жидкость плавными круговыми движениями колбы. Необходимо уловить момент, когда от одной капли соляной кислоты первоначально желтый раствор станет оранжевого цвета. Когда раствор стал оранжевым, запишите объем, который пошел на титрование.

Результаты титрования записываем в таблицу экспериментальных данных.

Аналогичным образом проводят второе и третье титрование. Если результаты трех титрований не расходятся или отличаются на несколько сотых долей миллилитра, титрование считают законченным.

Если расхождения превышают сотые доли миллилитра, то повторяют титрование до тех пор, пока не получат по крайней мере три воспроизводимых результата.

Рассчитывают средний объем кислоты, который пошел на титрование, затем рассчитывают временную жесткость горячей и холодной воды в ммоль/л.