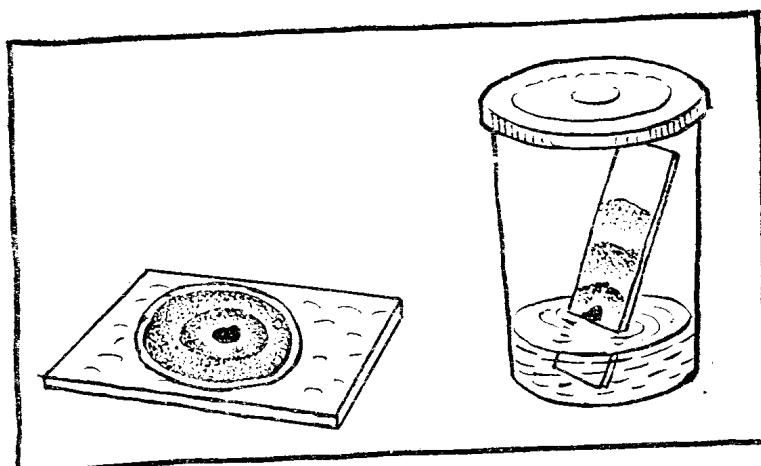


Муниципальное бюджетное общеобразовательное
учреждение лицей при ТПУ г. Томска

ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ И ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ В ШКОЛЕ

учебное пособие

составитель Н. Т. Усова



Томск 2014

УДК 372.854
ББК 24+74.2
Х94

Рецензент:
кандидат педагогических наук *Шабанова И. А.*

Х94 Хроматографический и титриметрический анализ в школе : учеб. пособие / сост. Н. Т. Усова. – Томск : ПК «Скорость цвета», 2014. – 32 с.

В учебном пособии рассматриваются два физико-химических метода анализа: хроматография и титриметрический метод, которые не требуют сложного оборудования и легко могут быть использованы в любой школьной лаборатории для проведения исследовательских работ с учениками. Пособие предназначено для учащихся 8–11 классов, интересующихся исследованиями в области химии и биологии.

Пособие издано в рамках грантовой программы социальных инициатив «Родные города».

УДК 372.854
ББК 24+74.2

© Н. Т. Усова, 2014
© Оформление. ООО ПК «Скорость цвета», 2014

Содержание

Предисловие	4
Глава 1. Хроматографический метод анализа	6
История хроматографии	6
Основы метода хроматографии	7
Виды хроматографии	8
Основные правила техники безопасности в лаборатории	10
Работа 1. Разделение зеленого красителя листьев методом колоночной хроматографии	11
Работа 2. Разделение хлорофилла методом восходящей бумажной хроматографии	13
Работа 3. Разделение хлорофилла методом круговой бумажной хроматографии	14
Работа 4. Разделение хлорофилла методом тонкослойной хроматографии	15
Работа 5. Определение ионов железа Fe^{3+} в различных сортах яблок методом бумажной и тонкослойной хроматографии	18
Контрольные вопросы	18
Глава 2. Титриметрический метод анализа	19
Виды титриметрического анализа	19
Определение жесткости воды титриметрическим методом анализа	20
Что такое «жесткая вода»?	20
Какая бывает жесткость воды?	20
В каких единицах измеряют жесткость воды?	21
Почему жесткая вода – это плохо?	21
Можно ли «жесткую» воду сделать «мягкой»?	22
Экспериментальная часть	23
Работа 6. Определение временной жесткости воды методом кислотно-основного титрования	23
Учимся готовить рабочий раствор	23
Учимся проводить титрование	27
Работа 7. Определение общей жесткости воды методом комплексообразования	28
Возможности титриметрического метода анализа	30
Контрольные вопросы	30
Библиографический список	31

Предисловие

Юные исследователи окружающей среды!

Приступив к изучению химии в школе, каждый из вас, наверное, уже понял, что химия – это не просто предмет в школе. Это увлекательная наука о веществах и их превращениях. Из чего что состоит? Что вредно, а что полезно? А что будет, если..? Эти вопросы как учитель я часто слышу на своих уроках. Любопытство и любознательность – две главные составляющие, которые продвигают вперед любую науку, и химия не исключение. До XIX века большинство новых элементов и веществ было открыто совершенно случайно, благодаря любопытству их авторов. Именно так был открыт, например, первый газ из группы благородных – аргон двумя английскими учеными Релем и Рамзаем, которые изучали состав воздуха. А вспомните совершенно удивительное открытие фосфора, когда солдат-алхимик Бранд в 1669 году в поисках философского камня выпарил солдатскую мочу, а сухой остаток прокалил с древесным углем. «Мой огонь» – так назвал Бранд холодное зеленовато-голубоватое свечение паров открытого им белого фосфора. До конца своей жизни ученый не знал, что открыл новый химический элемент. Конечно, скажите вы, в тот период времени наука только зарождалась, поэтому таких открытий было много. Действительно, наука не стоит на месте, но и в наши дни ученые продолжают делать открытия и изобретения. Какое отношение имеете к этому вы? Да самое прямое. Именно за вами будущее этой удивительной науки, и, возможно, кто-то из вас станет ученым химиком и будет решать серьезные проблемы современного общества.

В мире накопилось огромное количество экологических проблем, в решении которых ведущее место принадлежит аналитической химии. Аналитическая химия – это раздел химической науки, который на основе фундаментальных законов химии и физики изучает методы качественного и количественного анализа химических соединений, а также методы определения химического состава и структуры веществ. Основной целью этого раздела химии в настоящее время становится определение концентрации загрязняющих веществ в различных природных объектах, таких, например, как природные и сточные воды, атмосферные осадки, воздух, почва, различные биологические объекты. Без деятельности аналитиков невозможно решение таких глобальных экологических проблем, как разрушение озонового слоя атмосферы, выпадение кислотных осадков, загрязнение почвы ионами опасных экотоксикантов. Аналитические методы анализа играют важную роль практически во всех отраслях промышленности, сельского хозяйства, медицины. Большое значение для общества имеет анализ пищевых продуктов, судебно-криминалистический анализ, анализ археологических находок и произведений искусства. В аналитической

химии разработано достаточно большое количество методов исследований и приборов, способных работать не только в лабораториях, но и в полевых условиях.

С помощью аналитических методов можно проводить исследования объектов окружающей среды в школе во внеурочное время с учителем. Для этого надо задуматься над тем, что именно вы хотите исследовать и как вы это будете делать. Каждый год своим ученикам я предлагаю заняться выполнением какой-нибудь исследовательской работы. Иногда в ответ слышу не просто принципиальное согласие, а нечто подобное: «Я хочу исследовать краску для волос». Хорошо, отвечаю я, а что конкретно тебя интересует в этой краске? Ведь сама краска для волос – это только объект исследования, а предметом исследования может служить, например негативное влияние какого-то компонента этой краски на структуру волос. Из литературных источников можно выяснить, что в состав краски входит много компонентов, например, оксидационные пигменты, аммиак, перекись водорода и др. Влияние каждого из них может служить предметом исследования. После определения предмета исследования возникает следующий вопрос: а каким аналитическим методом содержание этого компонента в краске можно определить? И тут выясняется, что этот компонент в составе краски можно определить только с использованием сложного аналитического метода, требующего определенного оборудования, которого в школьной лаборатории, конечно же, нет. Соответственно возникает известный русский вопрос: что делать?

Чтобы не попасть в подобную ситуацию, я предлагаю вам познакомиться с двумя простыми и доступными физико-химическими методами анализа, которые можно использовать в исследовании многих объектов окружающей среды: воды, почвы, пищевых продуктов, лекарств. А предмет исследования вы сможете выбрать сами.

Первый метод – хроматография позволяет на качественном уровне определить наличие индивидуальных веществ, входящих в состав многокомпонентной смеси. Второй метод называется титриметрический, или объемный метод анализа. Это количественный метод, позволяющий определить концентрацию определяемого вещества в исследуемом растворе.

В пособии представлены небольшие экспериментальные исследовательские работы, на примере которых вы легко освоите методику и технику выполнения этих методов анализа, а также научитесь пользоваться химической посудой и оборудованием. В дальнейшем вы сможете самостоятельно проводить собственные исследования. Желаю вам успехов!

Н. Т. Усова

Глава 1

Хроматографический метод анализа

Как вы думаете, черные чернила фломастеров или гелиевых ручек являются индивидуальным веществом или это смесь нескольких веществ? Оказывается, ответ на этот вопрос можно получить с помощью очень простого эксперимента. Вырежьте из фильтровальной бумаги прямоугольник размером примерно 3 на 9 см. В сантиметре от нижнего края поставьте фломастером черную точку. Налейте на дно стакана воду и опустите в нее нижний край бумаги. При этом поставленная точка не должна быть погружена в воду. Держите бумагу за верхний край так, чтобы она находилась в стакане вертикально. Можно ее держать руками, а можно прикрепить на карандаш, как показано на рис. 1. Под действием капиллярных сил вода начнет подниматься вверх по бумаге, увлекая за собой поставленную точку. В результате через несколько минут вы увидите несколько разных цветных полосок, в зависимости от того, фломастеры какой фирмы-производителя вы выбрали для исследования. Так легко и быстро можно определить, что черные чернила – это смесь нескольких пигментов, а помог вам в этом хроматографический метод анализа.



Рис. 1. Самодельное приспособление для проведения опыта

История хроматографии

Хроматографию как оригинальный метод разделения веществ открыл русский естествоиспытатель Михаил Семенович Цвет [1], который в период с 1901 по 1903 года установил, что хлорофилл, придающий растениям зеленый цвет, является не индивидуальным веществом, как это считалось ранее, а смесью веществ. Профессор Цвет пропустил спиртовую вытяжку из свежих листьев через стеклянную трубку, наполненную порошком мела. Самый верхний слой порошка сразу окрасился в зеленый цвет (рис. 2 А). Затем ученый медленно, по каплям подливал в трубочку с мелом органический растворитель – петролейный эфир. По мере того как окрашенный слой промывался растворителем, зеленое колечко начало передвигаться вниз по трубке и постепенно разделяться на отдельные части (зоны) с разной окраской (рис. 2 Б). Окрашенные зоны медленно перемещались вниз по колонке и разделялись участками, где окрашенные вещества отсутство-



М. С. Цвет
(1872–1919)

вали (рис. 2 В). Вытолкнув столбик мела из колонки, Цвет вырезал из него окрашенные зоны и экстрагировал (извлек) из каждой соответствующий компонент хлорофилла для дальнейших исследований. Таким образом, ученый провел разделение смеси структурно-родственных веществ без применения высоких температур и химических реагентов [2]. Своим опытом Цвет доказал, что хлорофилл имеет сложное строение. В его состав входят хлорофилл *a* и хлорофилл *b*, а также каротиноиды (каротин, ксантофилл и др.). Хлорофиллы, так же как и каротиноиды, нерастворимы в воде, но хорошо растворимы в органических растворителях. Хлорофиллы *a* и *b* различаются по цвету: хлорофилл *a* имеет синне-зеленый оттенок, а хлорофилл *b* – желто-зеленый.

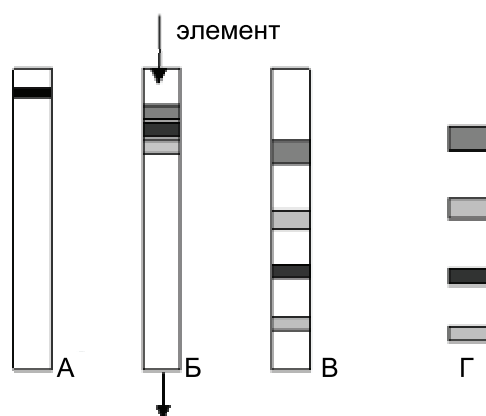


Рис. 2. Схема опыта Цвета по хроматографическому разделению хлорофилла [2]. А – начальный момент, Б – неполное разделение, В – полное разделение, Г – после разделения.

Компоненты хлорофилла, подобно световым лучам в спектре, расположились друг за другом в столбе порошка мела в виде окрашенных полос (рис. 2).

Основы метода хроматографии

Явление, которое в своем эксперименте наблюдал Михаил Семенович Цвет, он назвал **хроматограммой**, а сам метод исследования – **хроматографией** (от двух греческих слов «хроматос» – цвет (окраска), «графо» – писать). В современном понимании, **хроматография – это**

учение о закономерностях разделения сложных смесей веществ на индивидуальные соединения за счет различий в сорбируемости (поглощении) [1]. Здесь мы сделаем небольшое отступление, чтобы пояснить такое понятие, как сорбция. Сорбция (от лат. sorbeo – поглощаю) – свойство одного вещества поглощать другое вещество. Поглощающее ве-



щество называется *сорбентом*, поглощаемое им вещество – *сорбатом*. По характеру поглощения различают два вида сорбции: *адсорбцию*, при которой поглощение происходит на поверхности твердого или жидкого сорбента, и *абсорбцию*, при которой происходит поглощение вещества всей массой жидкого сорбента.

Одним из самых популярных сорбентов является активированный уголь, таблетки которого можно купить в любой аптеке. Что такое уголь знает каждый. Но хорошие адсорбционные свойства проявляет не каменный, а древесный уголь и не просто древесный, а активированный, который получают при обжиге древесного угля и обработке его водяным паром при температуре 800–1000 °С. Такой уголь отличается еще большим количеством пор на его поверхности и соответственно более высокой адсорбционной активностью. Попадая в желудок или кишечник, он своей поверхностью адсорбирует все вредные вещества. Именно поэтому его широко используют при отравлениях. Убедиться в этом проще простого. Приготовьте бледный раствор чернил любого цвета и налейте в пробирку, но не доверху. Положите в пробирку измельченную таблетку активированного угля, закройте пальцем и встряхните как следует. Раствор посветлеет на глазах [3].

Теперь мы с вами можем ответить на вопрос, что же произошло в стеклянной трубке, набитой мелом, в эксперименте, который проводил М. С. Цвет? Вещества, входящие в состав хлорофилла, обладают разной адсорбционной способностью. Одни легко и быстро адсорбируются и остаются в верхнем слое сорбента, другие медленнее, поэтому дольше задерживаются в растворителе и, соответственно, оказываются в более низкой части колонки. Так достигается разделение компонентов и получается хроматограмма.

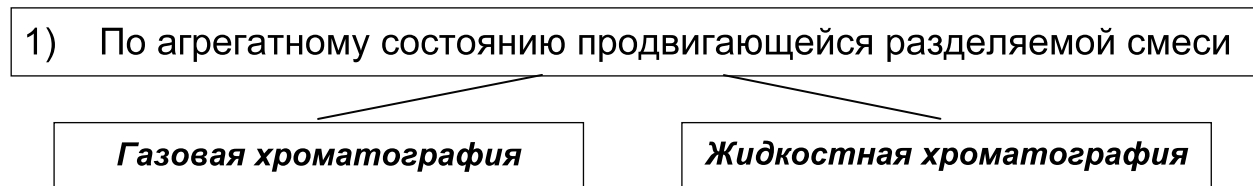
Виды хроматографии

К сожалению, при жизни М. С. Цвета новый метод не получил широкого признания. Сегодня хроматография в ее различных вариантах широко используется в науке и промышленности и является одним из ведущих методов физико-химического анализа. Созданы приборы – хроматографы, позволяющие не только качественно, но и количественно определять компоненты сложных смесей (рис. 3).

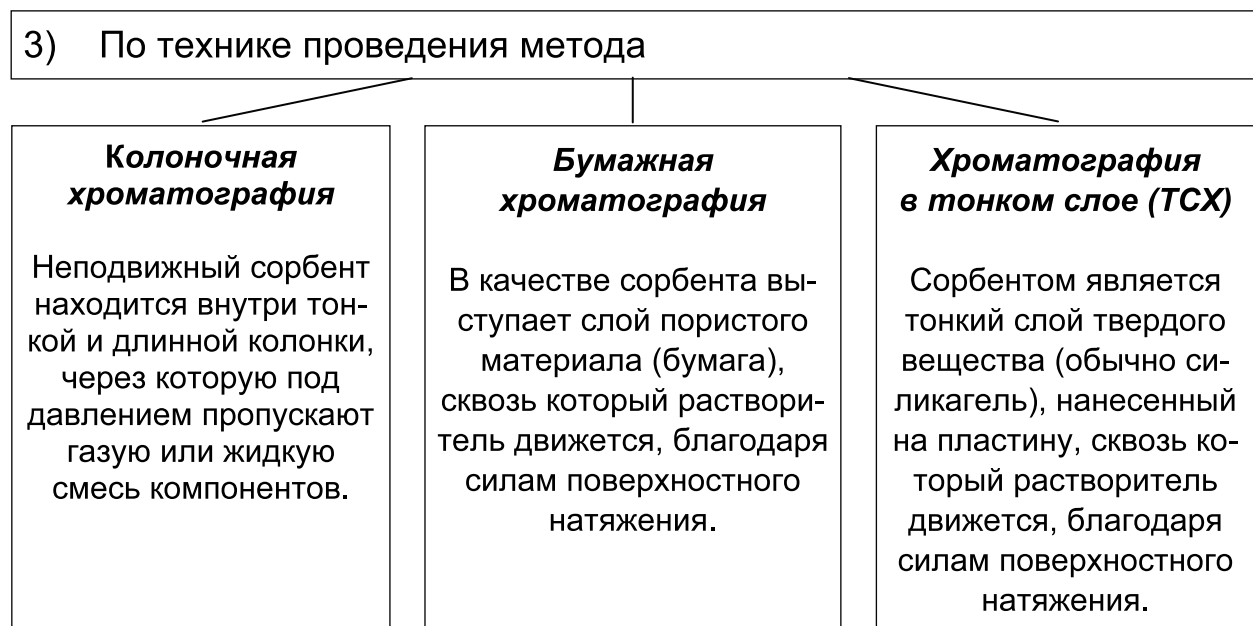
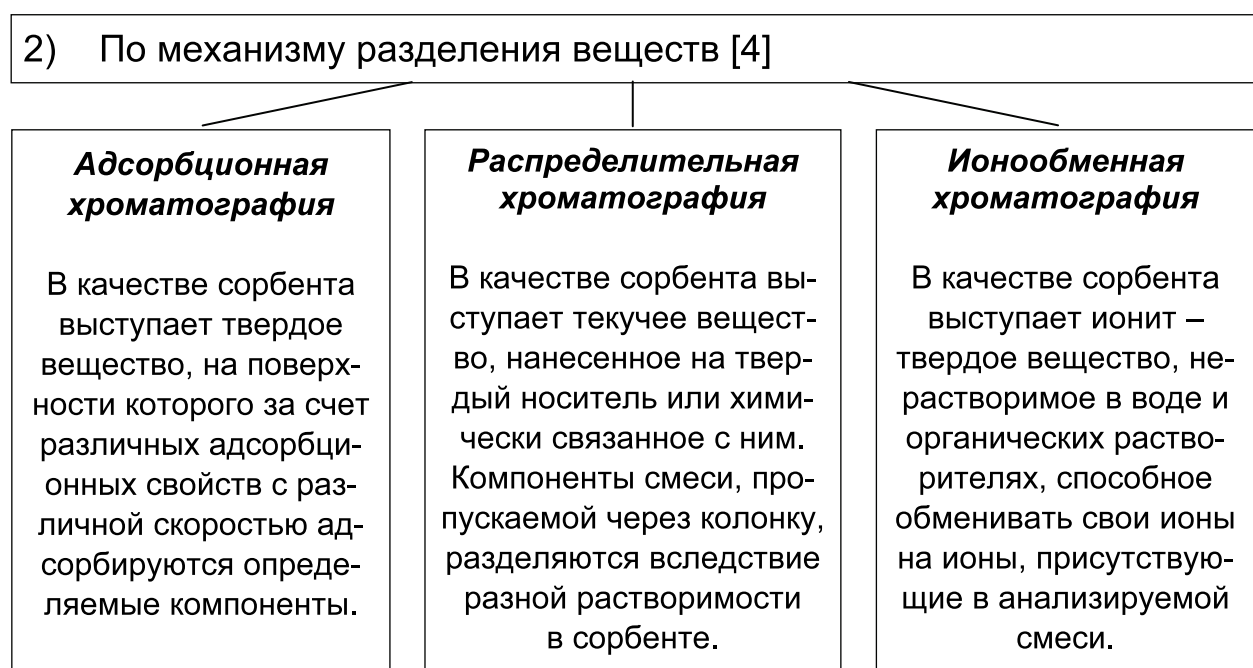


Рис. 3. Газовый хроматограф «Хроматэк – Кристалл 5000»

Методы хроматографического анализа можно классифицировать по разным признакам:



Более детальная классификация учитывает и природу неподвижного сорбента. Так, внутри газовой хроматографии выделяют газожидкостную и газо-твердофазную хроматографии, аналогичным образом выделяют разные варианты жидкостной хроматографии (жидкожидкостная, твердо-жидкостная).



Согласно рассмотренным видам классификации, классический метод Цвета – это *адсорбционная колоночная, жидкостная хроматография*.

Как вы думаете, какой из трех видов хроматографии по технике проведения метода в настоящее время завоевал более широкое признание? Мы поставили проблемный вопрос. Для ответа на этот вопрос можно провести хроматографическое разделение хлорофилла всеми тремя видами хроматографии: колоночной, бумажной и в тонком слое. Таким образом, нам предстоит провести небольшое исследование. А любое исследование состоит из нескольких последовательных этапов вне зависимости от того, в какой области оно проводится и кто его проводит: ученый в университете или ученик в школе [5]:

- 1) выявление и постановка проблемного вопроса;
- 2) изучение теории, посвященной данной тематике, постановка цели и задач исследования;
- 3) подбор методик исследования и практическое овладение ими;
- 4) сбор собственного материала, его анализ и обобщение;
- 5) собственные выводы.

Как показывает практика, самым сложным этапом исследования является правильная постановка цели и задач, а также формулирование выводов. Попробуем поставить себя на место Михаила Семеновича Цвета и сформулируем цель его исследования и соответствующий вывод:

цель: исследование хлорофилла методом колоночной хроматографии;

объект исследования: спиртовая вытяжка из листьев растений;

предмет исследования: установление состава хлорофилла;

вывод: хлорофилл представляет собой смесь различных компонентов.

Теперь приступим к проведению нашего исследования. В отличие от М. С. Цвета, мы уже знаем состав хлорофилла. Соответственно, *цель* нашего исследования другая: сравнение различных видов хроматографического анализа на примере разделения хлорофилла. *Объект исследования* у нас остается прежним: спиртовая вытяжка из листьев растений, а *предмет исследования* другой: техника проведения колоночной, бумажной и тонкослойной хроматографии. Вывод мы сделаем после проведения нашего исследования.

Основные правила техники безопасности в лаборатории

Приступая к выполнению экспериментальной части исследования необходимо вспомнить общие правила работы в лаборатории и основные требования по технике безопасности.

Общие правила работы в лаборатории:

1. Приступая к выполнению эксперимента, внимательно изучи инструкцию.

2. Содержи рабочее место в чистоте и порядке. Убери все лишнее со стола в сумку.
3. Пролитые на стол или пол химические вещества убери под руководством учителя или лаборанта.
4. В лаборатории необходимо соблюдать тишину и порядок, запрещается есть, пить и заниматься посторонними делами.
5. По окончании работы приведи в порядок свое рабочее место: помой посуду, протри поверхность рабочего лабораторного стола. Не забудь вымыть руки.

Основные правила по технике безопасности:

1. Осторожно обращайся со стеклянной посудой. Помни, что острые осколки стекла могут вызвать порезы. В случае пореза стеклом нужно сначала внимательно осмотреть рану и извлечь из нее осколки стекла, если они есть, а затем обмыть раненное место 2 % раствором перманганата калия, смазать йодом и завязать бинтом или заклеить лейкопластырем.
2. Все работы с легко воспламеняющимися и ядовитыми веществами (бензин, ацетон, толуол, петролейный эфир) необходимо проводить только в вытяжном шкафу.
3. При попадании на кожу или одежду раствора кислоты или щелочи, промой ее большим количеством воды.
4. Сухие реактивы бери с помощью пластмассовой лопатки или шпателя.
5. Избыток реактива нельзя высыпать или выливать обратно в сосуд, из которого он был взят.
6. После расходования реактива банку или стакан необходимо сразу закрыть пробкой и поставить на место.

Работа 1. Разделение зеленого красителя листьев методом колоночной хроматографии ¹

Разотрите в фарфоровой ступке примерно 10 г зеленых листьев, например крапивы (убирая крупные жилки), добавьте к ним немного песка и карбоната кальция CaCO_3 (для нейтрализации кислот клеточного сока). К полученной кашице прилейте 50 мл ацетона, смесь закройте и выдержите в темном месте не менее часа. Тем временем подготовьте колонку с адсорбентом.

Возьмите стеклянную трубку длиной 18–20 см с внутренним диаметром 8–15 мм, укрепите ее вертикально в штативе и закройте снизу пробкой, в которой просверлено отверстие. Сверху на пробку положите кусочек марли и слой ваты, чтобы порошкообразный адсорбент, который надо очень плотно утрамбовать стеклянной или деревянной палочкой, не высыпался из колонки. В качестве колонки можно также использовать бескрановую бюретку. Насыпьте в колонку сначала све-

¹ Гроссе Э., Вайсмантель Х. Химия для любознательных. Основы химии и занимательные опыты. Пер. с нем., 2-е русск. Изд. – Л.: Химия, 1985. – Лейпциг, 1974. – 336 с.

жепрокаленный оксид алюминия, так, чтобы он занял 2–3 см по высоте. Над этим слоем насыпьте слой измельченного до тонкого порошка карбоната кальция высотой 4 см. Еще выше поместите слой очень тонко размолотой высушенной сахарной пудры высотой 6 см. Опыт неплохо получится даже при заполнении трубки одной сахарной пудрой. Лучшее качество разделения обычно получается при заполнении колонки не сухим, а «мокрым» способом. В этом случае порошок адсорбента размешивают и вносят в колонку вместе с растворителем (в нашем опыте – с бензином).

Отфильтруйте раствор хлорофилла от остатков растительных клеток и песка. Затем соедините колонку с колбой для отсасывания (рис. 4), последнюю подключите к водоструйному насосу и пропустите через колонку несколько миллилитров бензина. Продолжая отсасывание, прилейте в колонку раствор хлорофилла. Нельзя брать этого раствора слишком много, кроме того, он не должен быть слишком концентрированным. Отсасывать нужно не слишком сильно, чтобы не нарушить равномерность слоя адсорбента. Без отсасывания качество разделения лучше, но опыт занимает много времени. Раствор, вытекающий из колонки, называется *элюатом*.

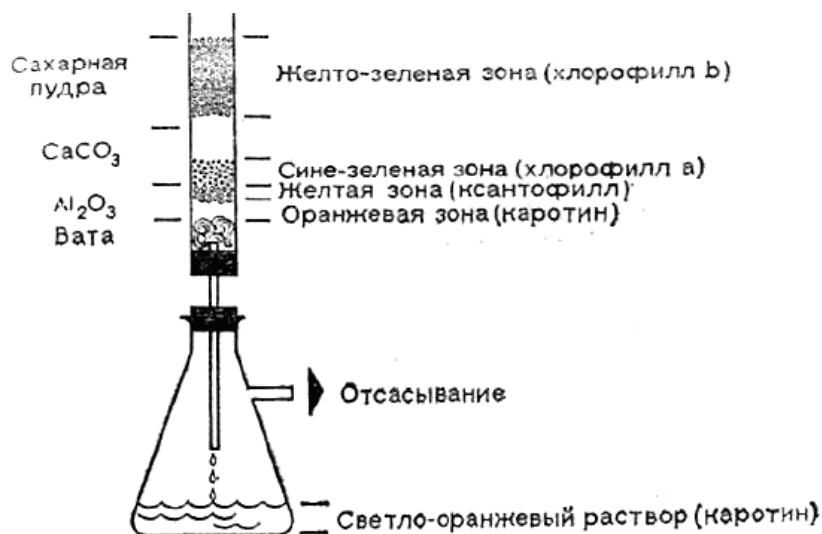


Рис. 4. Разделение зеленого красителя листьев методом колоночной хроматографии

Через определенное время вы увидите, что в колонке образуется несколько разноцветных зон. В заключение пропустите через колонку еще 10–15 мл смеси бензина с бензолом в соотношении 4:1. При этом окрашенные зоны расширяются. Этот процесс называется проявлением хроматограммы.

После этого вы обнаружите в колонке четыре зоны разного цвета. Верхняя, желто-зеленая зона содержит хлорофилл *b*, ниже синезеленая зона – хлорофилл *a*. В слое оксида алюминия адсорбируются желтый ксантофилл и под ним – оранжевый каротин. Каротин знаком вам по цвету моркови, в которой он содержится. Если колонка была

заполнена только сахарной пудрой, то каротин не задерживается и в виде раствора попадает в колбу для отсасывания.

Работа 2. Разделение хлорофилла методом восходящей бумажной хроматографии²

Еще раз приготовьте раствор растительного красителя. Для бумажной хроматографии его понадобится меньше – всего 10–15 капель. Достаточно растереть два маленьких листочка крапивы. Добавьте к ним 2 мл пропанона (ацетона).

В качестве бумаги для хроматографии можно использовать простую плотную фильтровальную бумагу. Из трех известных вариантов – восходящей, нисходящей и круговой бумажной хроматографии – выберем восходящую хроматографию. Вырежьте из бумаги полоску шириной 1 см, чтобы она поместилась в пробирку. На одном конце сделайте полоску поуже, чтобы получался вытянутый «язычок» (смотри рис. 5). Над тем местом, где полоска начинает сужаться, проведите простым карандашом линию старта. На середину этой линии с помощью пипетки с тонко оттянутым концом нанесите одну за другой несколько капелек приготовленной вами вытяжки хлорофилла. Каждую следующую каплю можно наносить только после того, как высохнет предыдущая, и нужно следить, чтобы пятно на старте не получилось слишком большим. Для ускорения высушивания можно поместить полоску на нагретый кусок листового металла либо выдержать ее в сушильном шкафу. Капли нужно наносить до образования на линии старта пятна интенсивного зеленого цвета.

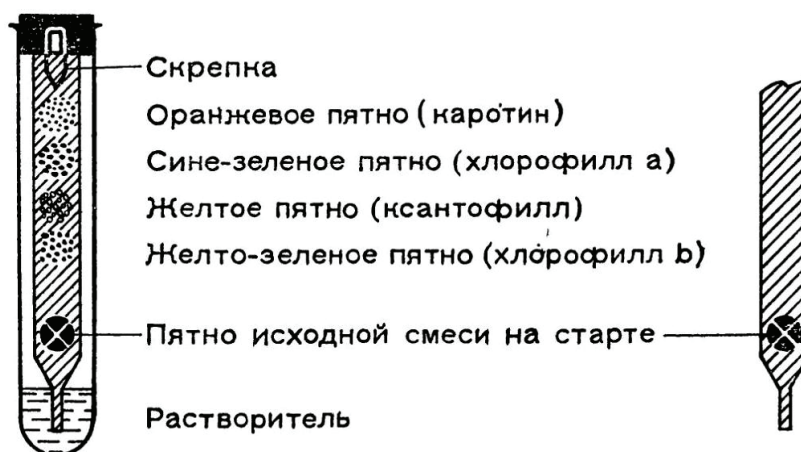


Рис. 5. Разделение зеленого красителя листьев методом бумажной хроматографии

Подвесьте полоску бумаги в пробирке так, чтобы язычок на 1 см был погружен в растворитель. В качестве растворителя можно использовать петролейный эфир, толуол или бензин. Под действием ка-

² Гроссе Э., Вайсмантель Х. Химия для любознательных. Основы химии и занимательные опыты. Пер. с нем., 2-е русск. Изд. – Л.: Химия, 1985. – Лейпциг, 1974. – 336 с.

пиллярных сил растворитель будет подниматься по бумаге, а вместе с ним будут подниматься и красители. Но продвигаться по бумаге они будут с различной скоростью. Медленнее всех поднимается желто-зеленый хлорофилл *b*, быстрее – ксантофилл и еще быстрее – сине-зеленый хлорофилл *a*. С фронтом растворителя поднимается желтый или оранжевый каротин.

Очень красивые хроматограммы получаются при исследовании вытяжек листьев другого цвета, например красных (краснокочанной капусты, лесного бука и т. д.). Обнаружение на этих хроматограммах зеленых и желтых пятен покажет вам, что в таких листьях окраска красителей группы хлорофилла перекрывается интенсивной красной или фиолетовой окраской антоцианинов. В цветках васильков содержатся, например, фиолетовый цианидин и красный пеларгонидин. Оба эти вещества входят в состав природных красящих веществ ряда антоцианинов. Для их разделения цветы обрабатывают спиртом. Полученный раствор, содержащий эти красители, наносят на бумагу для хроматографии. После высушивания язычок бумажной полоски погружают в 2 н. соляную кислоту, выступающей в роли растворителя.

Работа 3. Разделение хлорофилла методом круговой (радиальной) бумажной хроматографии

На круглом обеззоленном химическом фильтре сделайте по радиусу два надреза, не доходя до центра (рис. 6), и полученный «язычок» (2) немного отогните вниз.

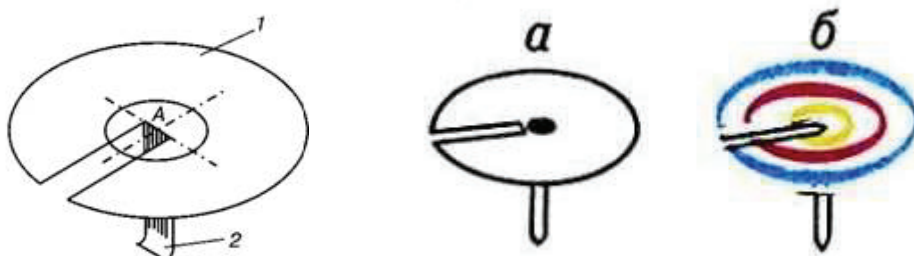


Рис. 6. Бумажный диск для круговой хроматографии: А – место нанесения капель; 1 – бумажный кружок; 2 – фитиль для подачи растворителя, а – вид хроматограммы до разделения, б – вид хроматограммы после разделения.

В центр с помощью пипетки нанесите стартовое пятно пигментов, чтобы оно не расплывалось. Пятно должно иметь интенсивно зеленый цвет, что достигается 2–3-кратным нанесением вытяжки. Затем просушите хроматограмму и положите ее на края чашки Петри, в которую предварительно налейте слой бензина высотой примерно 0,5 см. Опустите «язычок» в растворитель и плотно закройте чашку крышкой. В данном случае чашка Петри выступает в роли хроматографической камеры. На полученной хроматограмме пигменты будут расположены концентрическими кругами со стартовым пятном в центре.

Работа 4. Разделение хлорофилла методом тонкослойной хроматографии³

Метод тонкослойной хроматографии (ТСХ) был предложен в 1938 г. Н. А. Измайловым и М. С. Шрайбер, которые в статье «Капельно-хроматографический метод анализа и его применение в фармацевтике» впервые описали разделение на тонком незакрепленном слое оксида алюминия ряда алкалоидов при анализе экстрактов из лекарственных растений. В настоящее время известны два варианта метода ТСХ. По одному из них тонкий слой сорбента готовят закрепленным на какой-либо пластине, по второму – слой получают незакрепленным, используя для этого сухой просеянный порошок адсорбента. В качестве сорбентов применяют различные вещества: силикагель, гипс, целлюлоза, оксид магния, оксид алюминия.

В настоящее время большое распространение получили готовые пластинки для ТСХ, которые продаются в специализированных магазинах. Например, это могут быть пластинки, представляющие собой закрепленный слой силикагеля, нанесенный на алюминиевую фольгу. Такие пластинки будем использовать в дальнейшем нашем исследовании.

Разотрите 1–2 зеленых листочка в ступке и добавьте 5 мл пропилового спирта до получения зеленой кашицы.

Из готового листа пластины для ТСХ вырежьте полоску шириной 3 см и высотой 10 см. С помощью линейки и карандаша нанесите линию старта и линию финиша (1 см сверху и снизу). Далее с помощью капилляра (это может быть капилляр для определения температуры плавления или самостоятельно сделанный из стеклянной трубки с помощью спиртовки) на линию старта нанесите анализируемую пробу. При этом капилляр необходимо держать перпендикулярно к пластинке, слегка прикасаясь к слою сорбента (рис. 7).

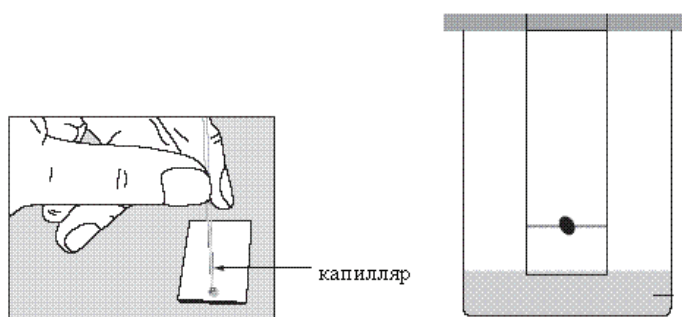


Рис. 7. Разделение смеси методом ТСХ

Диаметр пятна должен быть минимальным (2–5 мм). После высыхания пятна процедуру повторите еще раз. Далее пластинку поместите в стакан с растворителем (смесь толуола и ацетона 4:1) под углом 10–15° и закройте крышкой. При погружении пластины следует просле-

³ Нифантьев Э. Е., Верзилина М. К., Котлярова О. С. Внеклассная работа по химии с использованием хроматографии: Кн. Для учителя. – М.: Просвещение, 1983. – 143 с.

дять, чтобы растворитель находился ниже линии старта. Это несложное сооружение называется хроматографической камерой (рис. 7).

За счет капиллярных сил растворитель перемещается вверх по слою сорбента, увлекая за собой растворимые компоненты пробы. Примерно через 10–15 мин, когда фронт растворителя приблизится к линии финиша на пластинке, ее извлеките из хроматографической камеры и высушите. В идеале вы увидите 8 пятен пигментов листа против 4 в колонке. При наличии УФ лампы рассмотрите хроматограмму в УФ-лучах. Из 8 пятен флуоресцируют только пятна, соответствующие пигментам хлорофилла. Сделайте вывод о скорости выполнения эксперимента и чувствительности метода ТСХ по сравнению с другими видами хроматографии, выполненными вами ранее.

В проведенном эксперименте анализируемые вещества были окрашены. А что делать, если вещества бесцветны? В этом случае их обнаруживают специальными методами: оптическими или химическими. Из последних широко распространено выявление парами йода.



Рис. 8. Эксикатор лабораторный

С этой целью пластинку с хроматограммой после испарения растворителя помещают в эксикатор с кристаллами йода. Эксикатор представляет собой толстостенный стеклянный сосуд с шлифованной крышкой, который обычно используют для высушивания или хранения высушенных материалов (рис. 8). Через несколько минут пластинку вынимают из эксикатора. Вещества, взаимодействующие с парами йода, проявляются на хроматограмме в виде пятен желто-коричневого цвета.

Для обнаружения веществ широко применяется опрыскивание хроматограммы из пульверизатора растворами реагентов, которые дают цветные реакции с анализируемыми веществами. Например, кислоты можно выявлять лакмусом. Универсальным выявителем органических веществ в ТСХ является серная кислота (концентрированная или 50 %-ная), иногда в кислоту добавляют дихромат калия ($K_2Cr_2O_7$) (10 %-ный раствор в 50 %-ной кислоте). Необходимо проводить опрыскивание в перчатках и следить, чтобы обработка проводилась достаточно мелкими каплями во избежание изменения формы пятен. После опрыскивания органические вещества выявляются в виде темных пятен за счет протекания реакций окисления, дегидратации и др. Для стимулирования этих процессов рекомендуется хроматограмму подогреть на плитке.

А что делать, если на хроматограмме обнаружены пятна неизвестных нам веществ? Для их идентификации в методе ТСХ можно воспользоваться несколькими приемами. Самый распространенный способ – сравнение со свидетелями. В этом случае рядом с каплей пробы на стартовую линию наносят капли «свидетелей» – предполагаемых компонентов пробы (растворы химически чистых индивидуальных веществ). Последующее совпадение по высоте подъема (а также по окраске) какого-либо пятна пробы и пятна свидетеля ука-

зывает на присутствие соответствующего вещества в пробе. Данный способ с успехом можно использовать и в бумажной хроматографии.

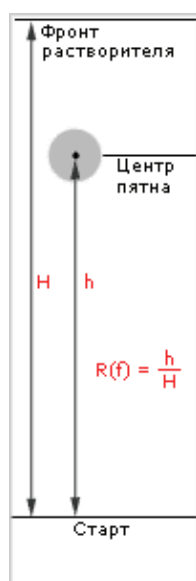


Рис. 9. Определение величины хроматографической подвижности исследуемого компонента на хроматограмме

Второй способ идентификации компонентов смеси – определение величины хроматографической подвижности R_f и ее сравнение с табличными величинами. Величина R_f есть константа, характеризующая хроматографическую подвижность вещества, и не зависит от размера пластинки, времени разделения, концентрации компонента в пробе и присутствия других компонентов. Она определяется отношением расстояния от линии старта до центра пятна к расстоянию от линии старта до линии финиша (рис. 9).

Сравнение с табличными значениями R_f – удобный и быстрый метод идентификации, особенно если в лаборатории отсутствует нужный свидетель или вообще не ясно, какие свидетели использовать,

поскольку неизвестен даже ориентировочный состав пробы. Воспроизводимость величины R_f зависит от ряда факторов, например, от состава растворителя и др. Поэтому имеющиеся в литературе величины можно использовать в качестве ориентировочных материалов. Таким образом, самым надежным способом идентификации веществ является сравнение со свидетелем.

Наше исследование подошло к концу. Сравнение трех видов хроматографии показало, что самым эффективным методом является ТСХ. Ее преимущества очевидны: быстрота эксперимента, на который требуется всего 10–15 минут, высокая чувствительность, которая в 10–20 раз превышает чувствительность бумажной хроматографии, что позволяет обнаруживать ничтожно малые количества веществ (0,1–0,05 мкг), и очень простое оборудование.

Методом бумажной и тонкослойной хроматографии в школе можно исследовать самые разнообразные объекты окружающей среды. Например, определить наличие тяжелых металлов в сточных водах или снегу, провести анализ минерального или органического состава пищевых продуктов, определить ионообменные свойства почвы или наличие в ней важнейших элементов питания. Подробные методики проведения перечисленных исследований описаны в книге «Внеклассная работа по химии с использованием хроматографии» [1]. Для закрепления техники проведения бумажной и тонкослойной хроматографии можно провести еще одно небольшое исследование по определению соединений железа в пищевых продуктах, например в яблоках.

Работа 5. Определение ионов железа Fe^{3+} в различных сортах яблок методом бумажной и тонкослойной хроматографии

Оборудование и реактивы: хроматографическая камера, плотная фильтровальная бумага, пластины для ТСХ, пульверизатор, 1–5 %-ный раствор $FeCl_3$ (свидетель), 5–10 %-ный раствор $K_4[Fe(CN)_6]$ (проявитель), смесь этанола с разбавленной в двое соляной кислотой в объемном соотношении 1:4 (растворитель).

Приготовьте сок яблок различных сортов (лучше, если это будут яблоки разного цвета). Обозначьте сок яблока зеленого цвета буквой З, красного цвета буквой К и желтого цвета буквой Ж. Вырежьте из фильтровальной бумаги прямоугольник размером 6 на 10 см и из пластины для ТСХ прямоугольник размером 4 на 10 см. С помощью карандаша и линейки нанесите на них линию старта и линию финиша (1 см сверху и снизу). На линию старта с помощью капилляра слева нанесите свидетель раствор $FeCl_3$. Далее через примерно одинаковое расстояние нанесите последовательно с помощью разных капилляров сок яблок З, К и Ж. Каждую пробу необходимо наносить своим капилляром по 2 раза, после высыхания предыдущего нанесения. Опустите бумагу и пластинку в стаканы с растворителем так, чтобы растворитель находился ниже линии старта, и закройте крышкой. После того как растворитель поднимется до линии финиша, хроматограммы выньте, просушите и с помощью пульверизатора опрыскайте раствором $K_4[Fe(CN)_6]$, который является качественным реактивом на ионы Fe^{3+} и образует синее окрашивание берлинской лазури. По площади пятен на хроматограммах сделайте вывод о содержании железа в различных сортах яблок.

Контрольные вопросы

1. Что такое хроматография?
2. Что такое сорбция и чем адсорбция отличается от абсорбции?
3. Какую роль в хроматографии играет растворитель?
4. Что общего и в чем различие методов колоночной, бумажной и тонкослойной хроматографии?
5. Почему при проведении ТСХ время эксперимента наименьшее по сравнению с колоночной и бумажной хроматографией?
6. Перечислите основные способы, которые используют для определения бесцветных веществ на хроматограмме.
7. Перечислите основные способы идентификации анализируемых веществ.
8. Что такое R_f и как эту величину определяют?
9. Какой вид хроматографии по технике проведения является наиболее эффективным и почему?

Глава 2

Титриметрический метод анализа

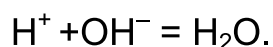
Титриметрический или объемный анализ относится к количественным методам определения анализируемых веществ. Подобно хроматографическому методу он не требует сложного оборудования, точен и прост в осуществлении.

Суть метода заключается в измерении объема раствора реагента, затраченного на взаимодействие с раствором определяемого вещества. Раствор реагента называется *рабочим раствором*, его готовят заранее с определенной концентрацией. При постепенном прибавлении рабочего раствора к анализируемой пробе происходит химическая реакция между веществом рабочего раствора, концентрация которого известна, и веществом в анализируемой пробе, содержание которого необходимо определить. **Процесс постепенного прибавления рабочего раствора к анализируемой пробе называется титрованием.** Титрование проводят до наступления *точки эквивалентности*, момента, когда вещества количественно полностью прореагируют между собой согласно стехиометрическим коэффициентам в уравнении реакции. Точку эквивалентности обычно определяют визуально по изменению окраски или образованию осадка. Зная концентрацию и объем рабочего раствора, пошедшего на титрование, а также объем исследуемой пробы, можно рассчитать концентрацию анализируемого вещества.

Виды титриметрического анализа

Титриметрические методы анализа классифицируют по виду реакции, которая осуществляется в процессе титрования [7]:

1. Метод нейтрализации. В основе метода лежит реакция нейтрализации:



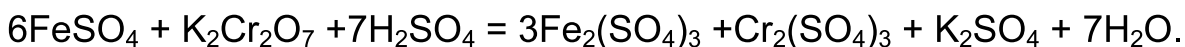
В качестве рабочего раствора используют растворы сильных минеральных кислот (при анализе оснований) либо растворы щелочей (при анализе кислот). Точку эквивалентности определяют по изменению окраски кислотно-основного индикатора, присутствующего в анализируемой пробе.

2. Метод осаждения. В результате реакции взаимодействия рабочего раствора с определяемым веществом образуется малорастворимое соединение. Например, сульфат бария:



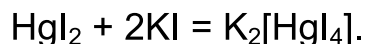
3. Окислительно-восстановительный метод. В основе метода лежит окислительно-восстановительная реакция. В качестве ра-

бочего раствора в этом методе часто применяют такие сильные окислители, как перманганат калия KMnO_4 (перманганатометрия) или дихромат калия $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (дихроматометрия). Например, реакции окисления железа дихроматом калия в кислой среде:



Точку эквивалентности определяют по изменению цвета раствора.

4. **Комплексометрический метод.** В основе метода лежит реакция, при которой образуется окрашенное комплексное соединение. Например:



Возможно, вы еще не знакомы с комплексными соединениями, так как их изучают в 11-м классе. Комплексными называют соединения, в которых хотя бы одна ковалентная связь образована по особому механизму – донорно-акцепторному. В формулах этих соединений часто присутствуют квадратные скобки. Большинство комплексных соединений имеют разнообразную окраску. Кстати, хлорофилл – это комплексное соединение магния.

Определение жесткости воды титриметрическим методом анализа

Что такое «жесткая вода»?

Вода является одним из самых распространенных объектов исследования окружающей среды. Для освоения техники титриметрического метода анализа проведем небольшое исследование обычной питьевой воды из водопроводного крана. Предметом нашего исследования будет являться такой показатель, как жесткость воды. Что же это такое?

Любой школьник знает, что вода является универсальным растворителем, благодаря этому в природе чистая вода не встречается. Взаимодействуя с солями, содержащимися в земной коре, она приобретает определенную жесткость. *Жесткость воды (Ж) обусловлена содержанием в ней растворимых солей, в основном кальция и магния (хлоридов, гидрокарбонатов, сульфатов и др.).* В действительности все двухвалентные катионы металлов в той или иной степени влияют на жесткость. Термин «жесткая» по отношению к воде исторически сложился из-за свойств материала тканей, постиранных в жесткой воде обыкновенным хозяйственным мылом, становиться более жесткими на ощупь.

Какая бывает жесткость воды?

По анионному составу солей кальция и магния различают жесткость *временную и постоянную*. Временная жесткость (или карбонат-

ная) потому так и называется, что ее легко можно устранить, например, кипячением, так как она обусловлена содержанием в воде гидрокарбонатов, которые при нагревании легко разлагаются:



Когда говорят «вода закипает», то это значит, что происходит выделение углекислого газа, а после кипячения воды на стенках чайника или кастрюли остается белый налет накипи (карбонатов кальция и магния). Постоянная (или некарбонатная) жесткость обусловлена присутствием других солей, например, хлоридов, сульфатов кальция и магния, которые не разлагаются при нагревании.

По катионному составу различают *кальциевую жесткость* (J_{Ca}), обусловленную содержанием ионов Ca^{2+} , *магниевую жесткость* (J_{Mg}), обусловленную содержанием ионов Mg^{2+} , и *общую жесткость* (J_0). Кальциевую и общую жесткость определяют методом титрования, а магниевую жесткость обычно рассчитывают по формуле $J_{\text{Mg}} = J_0 - J_{\text{Ca}}$ [9].

В каких единицах измеряют жесткость воды?

В мировой практике используют несколько единиц измерения жесткости, все они определенным образом соотносятся друг с другом. В России Госстандартом в качестве единицы жесткости воды установлен моль на кубический метр ($\text{моль}/\text{м}^3$) или мг-экв/л (миллиграмм эквивалент на литр). Численно эти значения совпадают (1 мг-экв/л соответствует 20,04 мг/л катионов Ca^{2+} или 12,16 мг/л катионов Mg^{2+}) [8].

Жесткость воды колеблется в широких пределах: от 0,1–0,2 мг-экв/л в реках и озерах, расположенных в зонах тайги и тундры, до 80–100 мг-экв/л и более в подземных водах, морях и океанах.

Оценку общей жесткости воды обычно характеризуют следующим образом:

<i>Вода</i>	<i>Жесткость, мг-экв/л</i>
очень мягкая вода	до 1,5 мг-экв/л
мягкая вода	от 1,5 до 4 мг-экв/л
вода средней жесткости	от 4 до 8 мг-экв/л
жесткая вода	от 8 до 12 мг-экв/л
очень жесткая вода	более 12 мг

Отметим, что общая жесткость питьевой воды во избежание ухудшения ее органолептических свойств должна быть не более 7 мг-экв/л.

Почему жесткая вода – это плохо?

Многочисленные рекламные ролики по телевизору напоминают нам о том, что жесткая вода способствует усиленному образованию накипи. И это происходит не только на стенках стиральных машин, но



Рис. 10. Накипь на нагревательном элементе

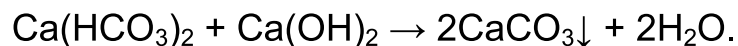
и на стенках бытовой металлической посуды, и в паровых котлах, отопительных приборах, что значительно снижает интенсивность теплообмена и приводит к большому перерасходу топлива (рис. 10). В воде с высокой жесткостью плохо развариваются овощи и мясо, так как катионы Ca^{2+} образуют с белками пищи нерастворимые соединения. Большая магниевая жесткость придает воде горький привкус, поэтому содержание катионов Mg^{2+} в питьевой воде не должно превышать

100 мг/л. Жесткая вода способствует образованию в организме человека камней, например в почках или в желчном пузыре. Делаем вывод: жесткая вода – это действительно плохо!

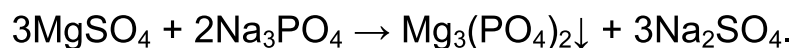
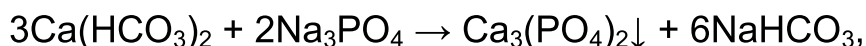
При этом не следует забывать, что кальций и магний являются важными макроэлементами, необходимыми любому живому организму. При их дефиците в организме также могут возникать серьезные заболевания, такие, например, как остеопороз при недостатке кальция или заболевание нервной системы при недостатке магния. Основным источником поступления этих элементов в организм является вода.

Можно ли «жесткую» воду сделать «мягкой»?

Конечно же, можно. Для устранения или уменьшения жесткости воды применяют различные методы. В большей степени это делают для технических нужд. Для устранения временной или, как ее еще называют, карбонатной жесткости достаточно воду просто прокипятить. Из реагентных методов наиболее распространен известково-содовый метод, который позволяет устранить и временную, и постоянную жесткость воды. Например, добавление гашеной извести приводит к переводу солей кальция в нерастворимый карбонат:



Лучшим реагентом для устранения общей жесткости воды является ортофосфат натрия Na_3PO_4 , входящий в состав большинства препаратов бытового и промышленного назначения. Образующиеся фосфаты кальция и магния плохо растворимы в воде:



Следует отметить, однако, что попадание сточных вод, содержащих эти фосфаты, в окружающую среду может приводить к серьезным экологическим проблемам. В промышленности применяют еще один способ – пропускание воды через ионообменную смолу. Это вещество поглощает катионы солей жесткости, а взамен отдает ионы натрия или водорода.

Мы с вами познакомились с теоретической частью рассматриваемого нами проблемного вопроса: какую жесткость имеет водопроводная вода? Пора приступить к практической части нашего исследования, но прежде необходимо попытаться сформулировать цель и задачи исследования.

Цель: определение жесткости питьевой водопроводной воды.

Задачи:

1. определить временную жесткость воды методом кислотно-основного титрования;
2. определить общую жесткость воды методом комплексонометрического титрования.

Объект исследования: питьевая водопроводная вода.

Предмет исследования: жесткость воды.

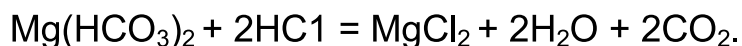
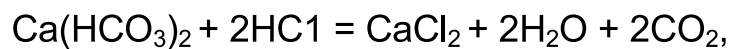
Экспериментальная часть

Необходимые реактивы и оборудование: исследуемая вода (вода из-под крана), 0,1 н (нормальный) раствор соляной кислоты, индикатор метилоранж, раствор ЭДТА (0,05 н), аммиачный буферный раствор, индикатор эриохром черный Т, бюретка на 25 мл, конические колбы, цилиндр на 100 мл.

Техника безопасности: для выполнения работы необходимо вспомнить правила обращения с растворами кислот и щелочей, а также правила обращения со стеклянной химической посудой.

Работа 6. Определение временной жесткости воды методом кислотно-основного титрования

Временная жесткость определяется кислотно-основным титрованием исследуемой воды 0,1 н раствором соляной кислоты в присутствии индикатора метилоранжа. При титровании протекают следующие реакции:



Учимся готовить рабочий раствор

0,1 нормальный раствор соляной кислоты является рабочим раствором. Нормальность (н) – это один из способов выражения концентрации растворов. Для приготовления растворов с заданной концентрацией необходимы специальные мерные колбы. Они представляют собой стеклянные плоскодонные сосуды с узким и длинным горлышком, на котором имеется горизонтальная метка (рис. 11). На каждой мерной колбе указан ее объем.

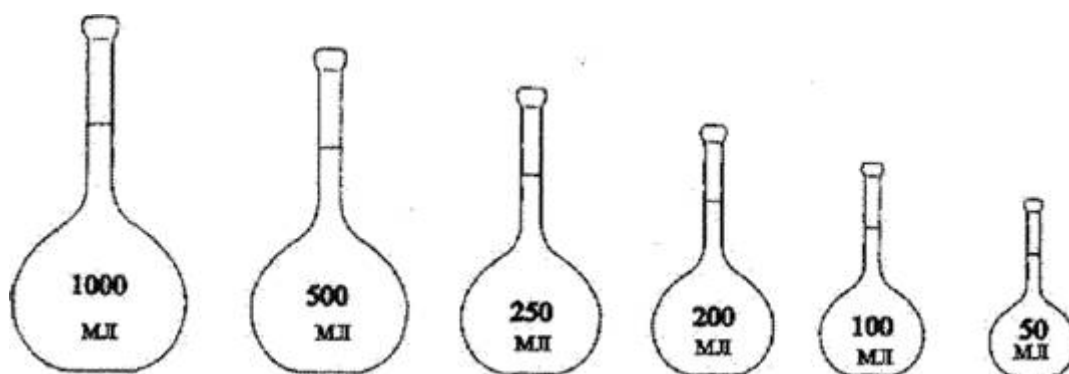


Рис. 11. Мерные колбы

Для правильного измерения объема жидкости важно, чтобы глаз наблюдателя находился на одном уровне с меткой, а нижняя часть мениска жидкости касалась бы этой черты (рис. 12).

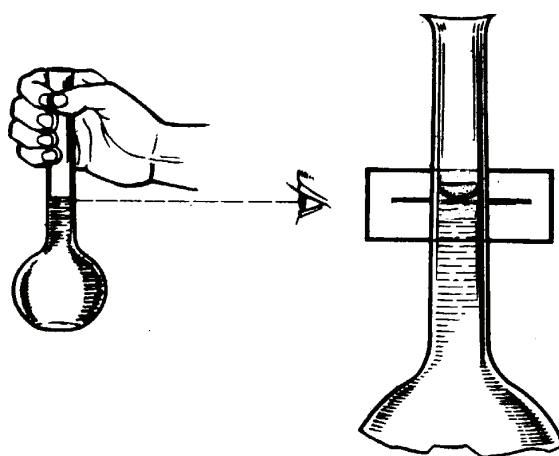


Рис. 12. Измерение объема жидкости в мерной колбе

Теперь попытаемся разобраться, как на практике можно приготовить 0,1 н раствор соляной кислоты. Самый простой способ приготовления рабочих растворов или, как еще их называют, *титрантов* – с помощью фиксаналов.

Фиксаналы или *стандарт-титры* – это вещества, в строго определенном количестве содержащиеся в стеклянных ампулах, которые предназначены для приготовления растворов точно известной концентрации [10]. Коробки с ампулами продаются в специализированных магазинах по продаже химреактивов. Для приготовления нашего рабочего раствора возьмите ампулу, на которой написано 0,1 н HCl. Теперь необходимо содержимое этой ампулы количественно перенести в мерную колбу объемом 1000 мл.

Для этого, находящийся в коробке с фиксаналом боек (3) (стеклянная палочка с острым концом и утолщением посередине) вставьте в воронку (2) таким образом, чтобы длинный конец бойка вошел в трубку воронки, а короткий (острый) конец его был направлен кверху. Крестовидное утолщение бойка при этом будет упираться в нижнюю часть конуса воронки (рис. 13). Воронку вместе с бойком вставьте в

чистую мерную колбу (1) объемом 1000 мл. Ампула, в которой запаяно предназначенное для растворения вещество, имеет с двух сторон углубление. Дно ампулы (4), там, где углубление, ударьте о боек в воронке и таким образом разбейте ампулу. Содержимое ампулы вылейте в мерную колбу. Затем вторым бойком разбейте углубление в верхней части ампулы. Через образовавшееся отверстие обмойте внутреннюю поверхность ампулы дистиллированной водой из промывалки (6). Полученный раствор доведите водой до одной трети колбы (7) и кругообразными движениями произведите первое перемешивание раствора. Затем раствор доведите до метки дистиллированной водой, после чего проводите второе перемешивание. Данный способ приготовления растворов является достаточно простым и точным.

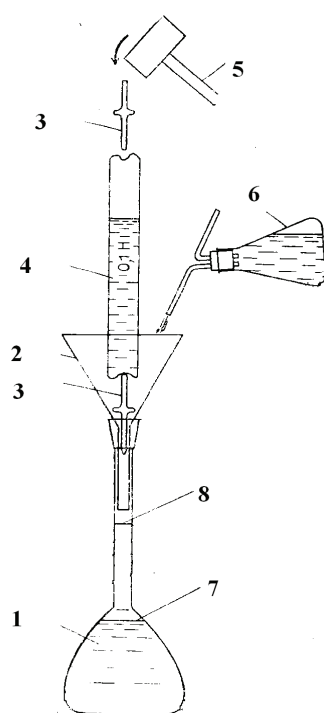


Рис. 13. Приготовление раствора из стандарт-титра или фиксаля.
1 – мерная колба, 2 – воронка, 3 – стеклянный боек, 4 – фиксаля,
5 – молоточек, 6 – промывалка с дист. водой, 7 – уровень раствора
для первого перемешивания, 8 – уровень метки

В том случае, если фиксаля нет, то можно приготовить раствор из концентрированной соляной кислоты. Для этого по справочнику химика необходимо узнать (либо произвести расчеты самостоятельно), сколько мл концентрированной соляной кислоты необходимо взять для приготовления 0,1 н раствора HCl. В нашем примере нам необходимо с помощью стеклянной пипетки отмерить 8,3 мл концентрированной соляной кислоты перелить этот объем в мерную колбу на 1000 мл и довести раствор дистиллированной водой до метки. Пипетки служат для точного измерения небольших объемов жидкости на выливание (от 1 до 100 мл) и бывают двух типов: без градуировки, так

называемые пипетки Мора (рис. 14а), и градуированные (рис. 14б). На пипетках Мора указан объем жидкости, который может быть отмерен с ее помощью.

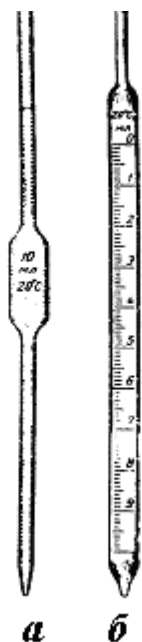


Рис. 14 Виды пипеток
а) пипетка Мора,
б) градуированная пипетка

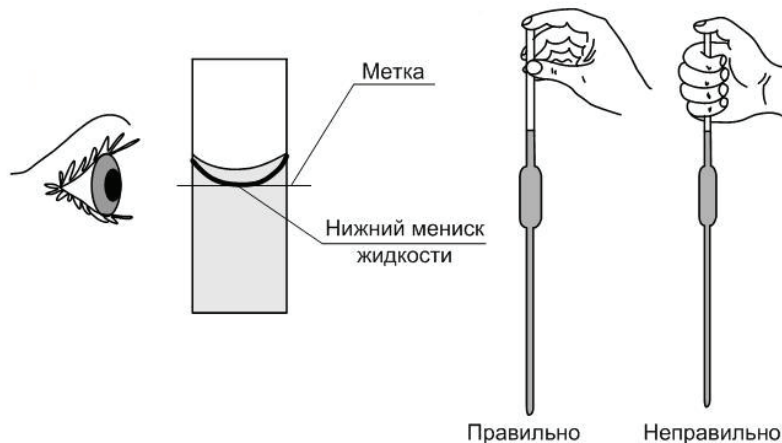


Рис. 15. Приемы работы с пипеткой

Так как при работе с концентрированными кислотами требуется особая осторожность, то будет лучше, если отбор кислоты с помощью пипетки проведет учитель. Для отбора необходимого объема кислоты возьмите градуированную пипетку на 10 мл. и опустите ее в емкость с кислотой так, чтобы нижний конец пипетки был погружен в кислоту. С помощью резиновой груши засосите кислоту вверх в пипетке до тех пор, пока она не поднимется выше отметки 0 мл. Затем закройте верхний конец пипетки указательным пальцем (см. рис. 15) и поднимите пипетку над кислотой, не вникая ее из сосуда и держа вертикально. Аккуратно слегка приоткройте указательный палец, удерживающий кислоту в пипетке, и медленно слейте кислоту до отметки 0 мл. При этом пипетка должна находиться в строго вертикальном положении, а метка на уровне глаз (рис. 15). Как только кислота дошла до отметки 0 мл, указательный палец вновь прижмите и аккуратно переносите пипетку в стаканчик. Опять приоткройте указательный палец и медленно слейте в стаканчик кислоту до отметки 8,3 мл. Вновь прижмите указательный палец, переносите пипетку в емкость с кислотой и аккуратно слейте остаток кислоты. Отобранную жидкость перелейте из стаканчика в мерную колбу на 1000 мл, которую предварительно наполовину наполните дистиллированной водой. Перемешайте раствор. Затем раствор доводите до метки дистиллированной водой, по-

сле чего проведите второе перемешивание. Следует учитывать, что данный способ приготовления растворов является менее точным.

Учимся проводить титрование

Для осуществления процесса титрования нам необходим измерительный инструмент, который называется *бюретка*. Она представляет собой длинную стеклянную градуированную трубку, внизу которой находится либо кран, либо небольшой резиновый шланг с вставленным в него в качестве затвора стеклянным шариком и на конце короткой пипеткой (рис. 16).

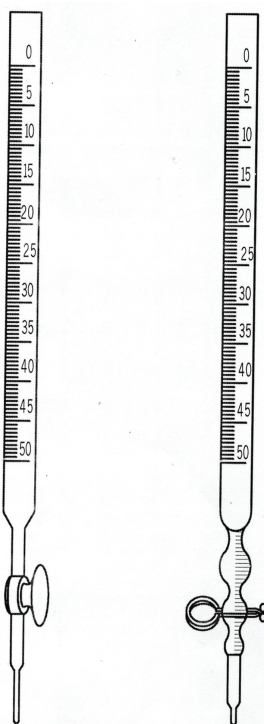


Рис. 16. Бюретки

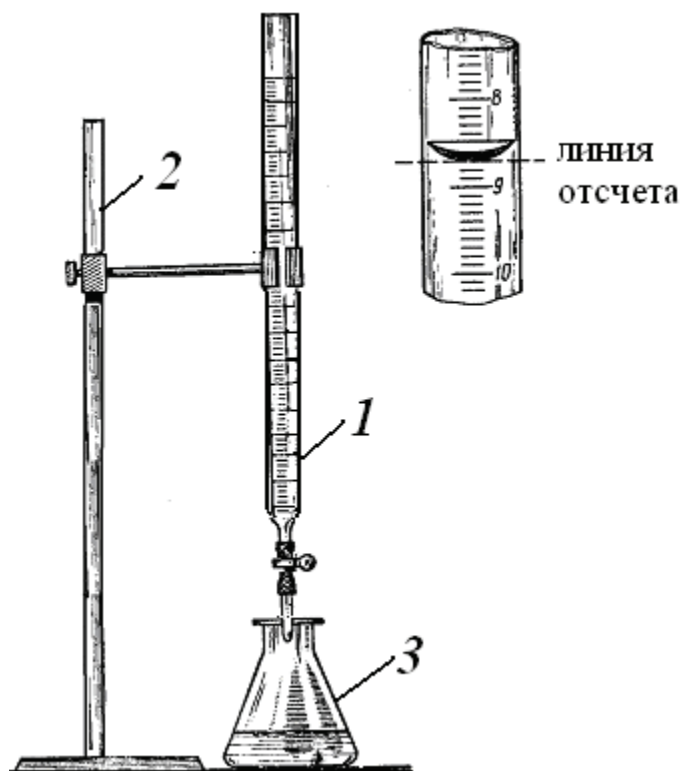


Рис. 17. Прибор для титрования:
1 – бюретка, 2 – штатив, 3 – коническая колба

Для медленного выливания рабочего раствора из бюретки в первом случае приоткрывают стеклянный кран, а во втором оттягивают резиновую трубку в том месте, где находится стеклянный шарик. Рабочий объем бюретки может быть различным: от 10 до 100 мл. Используются также микробюретки объемом от 1 до 5 мл, которые имеют более сложную конструкцию.

Чаще всего для титрования используют бюретку на 25 мл. С помощью маленькой воронки заполните бюретку выше отметки 0 мл, приготовленным 0,1 н раствором HCl. Важно проследить, чтобы в ее оттянутом кончике (после крана или после резиновой трубки) не осталось пузырьков воздуха. Бюретку (1) укрепите вертикально в лапке штатива (2) (рис. 17). Мерным цилиндром отмерьте 50 мл исследуе-

мой воды и перелейте ее в коническую колбу (3). Туда же добавьте 2–3 капли метилоранжа. Далее проводите титрование до исчезновения желтой окраски и появления оранжевого (но не розового цвета раствора). Для этого в колбу для титрования медленно по каплям добавляйте раствор из бюретки, нажимая на шарик в резиновой трубочке большим и указательным пальцами одной руки, а другой непрерывно перемешивайте содержимое колбы. При появлении оранжевого цвета титрование прекратите и запишите объем кислоты, израсходованный на титрование. При этом помним, что в момент отсчета показания бюретки, глаза экспериментатора должны находиться на уровне нижнего мениска раствора. Чтобы было понятно, как снимать показание, посмотрите на рис. 17. Показание бюретки составляет 8,7 мл. Первое титрование считается пробным. Приготовьте еще две колбы исследуемой воды и проведите титрование еще раз. Полученные результаты объема кислоты, пошедшего на титрование, не должны отличаться более чем на 0,2–0,3 мл. Результаты опыта заносите в таблицу, приведенную ниже.

Номер опыта	Объем исследуемой воды $V(H_2O)$, мл	Объем раствора кислоты, мл	Средний объем кислоты $V_{cp.}(HCl)$, мл
1	50		
2	50		
3	50		

После титрования слейте остатки рабочего раствора в стакан и трижды промойте бюретку небольшими порциями дистиллированной воды.

Расчитайте временную жесткость воды по формуле:

$$Ж_{вр} = \frac{N_{HCl} \cdot V_{cpHCl}}{V_{H_2O}} \cdot 1000 = \quad (\text{мг - экв / л}), \text{ где } N_{HCl} = 0,1.$$

Работа 7. Определение общей жесткости воды методом комплексообразования

Общую жесткость воды определяют комплексометрическим титрованием или, проще говоря, методом комплексообразования, основанном на образовании внутрикомплексных соединений ионов металлов со специальным органическим реагентом, имеющим сложное строение и название – динатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты. Для удобства данное соединение сокращенно называют ЭДТА или трилон Б.

Для приготовления 0,05 н рабочего раствора трилона Б. можно воспользоваться фиксаналом или 9,3 г этого вещества насыпать в мерную колбу на 1000 мл и добавить дистиллированной воды до метки. Приготовленным раствором заполните чистую бюретку.

Теперь приготовьте аммиачную буферную смесь, которая необходима для создания щелочной среды, в которой должен работать индикатор. Для этого 20 г химически чистой NH_4Cl растворите в дистиллированной воде в мерной колбе на 1000 мл, добавьте 100 мл 20%-ного раствора NH_4OH и доведите объем дистиллированной водой до метки.

Цилиндром отмерьте по 100 мл исследуемой воды в три чистые плоскодонные конические колбы, добавьте в каждую из них с помощью пипетки по 5 мл аммиачного буферного раствора (для поддержания $\text{pH} = 9 - 10$) и чуть-чуть (на кончике стеклянной палочки) сухой соли эриохрома черного Т (индикатора). Полученные смеси хорошо перемешайте. Индикатор можно использовать в виде раствора. Для этого 0,5 г эриохрома черного Т растворите в 10 мл буферного раствора. Полученный раствор перелейте в мерную колбу на 100 мл и доведите объем 96 %-ным этиловым спиртом до метки.

Приготовленные колбы поставьте на лист белой бумаги. Одну из колб будете использовать в качестве контрольного образца для сравнения цвета растворов, а в другую по каплям при непрерывном вращательном перемешивании приливайте из бюретки раствор ЭДТА (трилона Б) до перехода окраски от одной капли **из винно-красной в фиолетовую**. Подождите 1–2 минуты, перемешивая раствор. Если окраска не стала **сине-голубой с зеленоватым оттенком**, доведите ее до этого цвета, добавив еще несколько капель раствора ЭДТА из бюретки. Сравните цвет рабочего раствора с окраской контрольного раствора в первой колбе. В момент изменения окраски запишите положение уровня раствора ЭДТА в бюретке по нижнему мениску и определите израсходованный на титрование объем ЭДТА.

Процесс титрования повторите еще 2 раза с новыми порциями воды. Результаты титрования не должны сильно отличаться друг от друга. Если все же они отличаются, опыт придется повторить.

Величину общей жесткости воды (J_0) в мг-экв/л вычислите по формуле:

$$J_0 = \frac{C_{\text{ЭДТА}} \cdot V_{\text{ЭДТА}} \cdot 1000}{V},$$

где $C_{\text{ЭДТА}} = 0,05$, $V_{\text{ЭДТА}}$ – средний объем ЭДТА, пошедший на титрование, 1000 – пересчет на 1 литр, V – объем взятой для анализа воды.

Сделайте самостоятельно вывод о жесткости анализируемой воды.

Возможности титриметрического метода анализа

Метод широко используется в аналитической химии для количественного определения различных компонентов в воде, почве, а также в пищевых продуктах и лекарственных препаратах. Ниже приведен перечень определения некоторых показателей с помощью титриметрического метода анализа.

1. Определение щелочности воды.
2. Определение содержания кальция и магния в водном растворе.
3. Определение остаточного хлора в водопроводной воде.
4. Определение содержания хлорид-иона в водном растворе.
5. Определение перманганатной окисляемости воды.
6. Комплексометрическое определение сульфатов в водном растворе.
7. Определение кислотности молока, сметаны, творога, хлеба.
8. Определение содержания витамина С в овощах и фруктах.
9. Определение содержания танина в различных сортах чая.
10. Определение витамина Р (рутина) в чае и настоях трав.
11. Определение емкости катионного обмена почв.

Методики их выполнения можно без труда найти в литературных и Интернет-источниках. Каждая из этих методик может быть использована в исследовательской работе по химии во внеурочное время. Удачи!

Контрольные вопросы

1. Сформулируйте суть метода титриметрического анализа.
2. Перечислите виды титриметрического анализа. На чем они основаны?
3. Чем обусловлена жесткость воды? Приведите ее классификацию.
4. Перечислите основные способы устранения жесткости воды.
5. Какой вид титрования используют для определения временной жесткости воды?
6. Какой вид титрования используют для определения общей жесткости воды?

Библиографический список

1. Нифантьев Э. Е. Внеклассная работа по химии с использованием хроматографии : кн. для учителя / Верзилина М. К., Котлярова О. С. – М. : Просвещение, 1983. – 143 с.
2. Аналитическая химия. Хроматографический анализ [Электронный ресурс] – URL: <http://crus55.narod.ru/12.htm>
3. Ольгин О. Опыты без взрывов. 2-е изд., перераб. – М. : Химия, 1986. – 192 с.
4. Энциклопедия Кругосвет. Универсальная научно-популярная онлайн-энциклопедия [Электронный ресурс]. URL: http://www.krugosvet.ru/enc/nauka_i_tehnika/himiya
5. Леонтович А.В., Савичев А.С. Исследовательская и проектная работа школьников. 5–11 классы / под ред. А. В. Леонтовича. – М. : ВАКО, 2014. – 160 с.
6. Гроссе Э., Вайсмантель Х. Химия для любознательных. Основы химии и занимательные опыты : пер. с нем., 2-е русск. изд. – Л. : Химия, 1985. – Лейпциг, 1974. – 336 с.
7. Астафуров В. И.. Основы химического анализа : учеб. пособие по факультативному курсу для учащихся IX–X кл. – М. : Просвещение, 1977. – 160 с.
8. Интересности и Полезности на Интереско.инфо. Подробнее про жесткость воды [Электронный ресурс]. URL: <http://interesko.info/podrobnee-pro-zhyostkost-vody>
9. Словари и энциклопедии на Академике. Химическая энциклопедия [Электронный ресурс]. URL: http://dic.academic.ru/dic.nsf/enc_chemistry/1589/ЖЕСТКОСТЬ
10. Словари и энциклопедии на Академике. Химическая энциклопедия [Электронный ресурс]. URL: http://dic.academic.ru/dic.nsf/enc_chemistry/4824/ФИКСАНАЛЫ

учебно-методическое издание

Хроматографический и титриметрический анализ в школе

составитель Н. Т. Усова

Компьютерная верстка В. П. Титаренко
Ответственный за выпуск А. В. Зеличенко

Подписано в печать 30.10.2014. Формат 60×84/16.
Бумага офсетная. Гарнитура Arial.
Печать трафаретная. Усл. печ. л. 1,86. Уч. изд. л. 1,45.
Тираж 100 экз.



ООО ПК «Скорость цвета».
634034, г. Томск, пр-т Ленина, 30/2, оф. 21. Тел. 21-67-67.