**МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ ИРКУТСКОЙ ОБЛАСТИ**

Областное государственное бюджетное

профессиональное образовательное учреждение

«Братский медицинский колледж»

**МЕТОДИЧЕСКАЯ РАЗРАБОТКА ПРАКТИЧЕСКОГО ЗАНЯТИЯ**

**ДЛЯ СТУДЕНТОВ**

специальность Фармация

*Очная форма обучения*

*по программе базовой подготовки*

ОП.10 Аналитическая химия

Вид занятия: практическое занятие №7

Тема: Метод нейтрализации

Братск, 2016г.

Рассмотрено и одобрено

на заседании ЦМК №

Протокол заседания № \_\_\_\_\_

от «\_\_\_» \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ 20\_\_г.

Председатель \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

 (ФИО)

Разработчик (и):

Калинина Ольга Николаевна - преподаватель, ОГБПОУ БМК

**Тема** «Метод нейтрализации»

**Продолжительность занятия** – 270 минут

**Цель занятия:** Учебная

* Научиться проводить количественный анализ химических веществ

**В результате изучения темы студент должен** **иметь практический опыт:**

* Проведение количественного анализа химических веществ

уметь:

* Проводить количественный анализ химических веществ, в том числе лекарственных средств

знать:

* Теоретические основы аналитической химии;
* Методы количественного анализа неорганических и органических веществ

должен овладеть общими компетенциями:

* ОК 2 Организовывать собственную деятельность, выбирать типовые методы и способы выполнения профессиональных задач, оценивать их эффективность и качество.
* ОК 3Принимать решения в стандартных и нестандартных ситуациях и нести за них ответственность.

должен владеть профессиональными компетенциями:

* ПК 1.6 Соблюдать правила санитарно-гигиенического режима, охраны труда, техники безопасности и противопожарной безопасности.

**Методическое оснащение занятия:**

Материально – техническое оснащение:

* Колбы конические
* Колбы мерные
* Бюретки
* Стеклянные палочки
* Химические стаканы
* Глазные пипетки
* Штатив
* Таблицы
* Цилиндры
* Воронка

**Раздаточный материал:**

Методическая разработка практического занятия для студентов, таблицы

**Место проведения:**

Лаборатория «Аналитическая химия»

**Основные источники:**

1. Саенко О.Е. «Аналитическая химия. Учебник для средних специальных учебных заведений», М., Феникс, 2014

2. Ищенко А.А. Аналитическая химия. М: «ACADEMA», 2004

3. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика) Высшая школа, 2003.

**Дополнительные источники:**

1. Основы аналитической химии в 2-х книгах. Под ред. Ю.А. Золотова. М.: Высшая школа, 2000.
2. Пилипенко А.Т., Пятницкий И.В. Аналитическая химия в 2-х книгах. М., Химия, 1990
3. Жаркова Г. М., Петухова Э. Е. Аналитическая химия. Качественный анализ. СПб. Химия, 1993.
4. Барсукова З.С. Аналитическая химия. М.: Высшая школа, 1990.
5. Васильев В.П. Аналитическая химия. Лабораторный практикум. М: «Дрофа», 2004.
6. Пономарев В.Д. «Аналитическая химия». Москва «Медицина» 1982.
7. Полеес М.Э., «Аналитическая химия. М.: Медицина, 1981.
8. К.А. Селезнев «Аналитическая химия» М. «Высшая школа», 1982.
9. С.А. Шапиро , Я.А. Гурович, М., «Высшая школа» , 1973.
10. ЯрославцевА.А. Сборник задач и упражнений по аналитической химии. М: «Высшая школа», 1979

**План занятия**

1. Вводная часть – 30 минут
* Организационный момент;
* Мотивация занятия;
* Контроль исходного уровня знаний
1. Основная часть – 210 минут
* Изучение и конспектирование техники работы в титриметрии;
* Изучение правил доведения объема жидкости в колбе до метки, правил пользования бюретками, правил обращения с пипетками;
* Оформить анализ и приступить к выполнению лабораторной работы;
1. Заключительная часть – 30 минут
* Подведение итогов;
* Домашнее задание

**ХОД ЗАНЯТИЯ**

1. **Откройте дневник и запишите тему и цель занятия**

**Мотивация занятия:**

Титриметрический или объемный метод анализа является одним из методов количественного анализа. В основе этого метода лежит точное измерение объемов растворов двух веществ, реагирующих между собой. Количественное определение с помощью титриметрического метода анализа выполняется довольно быстро, что позволяет проводить несколько параллельных определений и получать более точное среднее арифметическое. В основе всех расчетов титриметрического метода анализа лежит закон эквивалентов.

1. **Ответьте устно на вопросы:**

1. На какой реакции основан метод кислотно-основного титрования;

2**.** Кислотно-основные индикаторы, их виды;

3. Расскажите о видах кривых титрования

1. **Изучите и законспектируйте технику работы в титриметрии**

**ТЕХНИКА РАБОТЫ В ТИТРИМЕТРИИ**

В титриметрии используют мерную посуду. Это колбы, бюретки, пипетки.

Мерные колбы применяют для приготовления стандартных растворов и для разбавления исследуемых растворов. Это плоскодонные колбы с узким длинным горлом, на котором нанесена круговая метка. При работе с прозрачными растворами колбу заполняют так, чтобы нижняя часть мениска касалась метки. При доведении объема жидкости до метки глаза наблюдателя и метка должны находиться на одном уровне. Содержимое колбы необходимо тщательно перемешать. Для этого закрывают пробкой отверстие колбы и переворачивают ее 15 – 20 раз.

1. **Изучите правила доведения объема жидкости в колбе до метки**

**ПРАВИЛА ДОВЕДЕНИЯ ОЪЕМА ЖИДКОСТИ В КОЛБЕ ДО МЕТКИ**

При наливании жидкости в измерительные сосуды необ­ходимо выполнять три правила.

1. Колбу брать только за горло и обязательно выше метки, чтобы не изменить температуру раствора, а также самой колбы.

2. Раствор наливать до метки (черты) так, чтобы вогнутый ме­ниск поверхности жидкости сливался своей нижней частью с меткой, нанесенной на горло колбы.

3. При проверке правильности наполнения колбу держать так, чтобы метка находилась на уровне глаз.



Рисунок 1 – Наблюдение за правилом установки мениска

Бюретки представляют собой градуированные цилиндрические трубки с суженным концом, который соединен резиновой трубкой с оттянутой стеклянной (или пластиковой) трубочкой. В резиновую трубку вставляют маленький стеклянный шарик. При легком нажиме в месте нахождения стеклянного шарика из бюретки вытекает раствор титранта. Необходимо следить за тем, чтобы непосредственно перед титрованием бюретка целиком до самого кончика была заполнена раствором, чтобы в ней отсутствовали пузырьки воздуха. Для этого отгибают кверху стеклянную трубочку, надавливают на стеклянный шарик и выпускают некоторую часть жидкости. После этого наливают раствор титранта выше нулевой метки. Совместив уровень нулевой метки с уровнем глаз, сливают жидкость из бюретки, пока нижний край ее мениска (в случае прозрачных растворов) или верхний край мениска (в случае непрозрачных растворов) не коснется отметки 0,00 мл. Отсчет показаний по бюретке проводят с точностью до 0,01 – 0,05 мл. Перед каждым титрованием уровень раствора нужно доводить до нулевого положения. Если при заполнении бюретки использовалась воронка, перед титрованием ее необходимо убрать, во избежание попадания в бюретку дополнительных капель раствора.

1. **Изучите правила пользования бюретками**

**ПРАВИЛА ПОЛЬЗОВАНИЯ БЮРЕТКАМИ**

При пользовании бюреткой необходимо выполнять следующие правила:

1. Работать всегда только с совершенно чистой бюреткой.

*2.* Бюретку укреплять в штативе строго вертикально при по­мощи металлических лапок или специальных зажимов.

3. Перед каждым титрованием обязательно заполнять бюретку раствором до нулевого деления.

4. Установка уровня на нулевом делении и отсчет израсходо­ванного на титрование раствора выполняются самим работающим и обязательно одним и тем же способом.

5. При всех отсчетах по бюретке глаза наблюда­теля должны находиться строго на уровне мениска.

6. Перед началом работы внимательно проверить, нет ли в трубке бюретки ниже ее крана (в носике) пузырьков воздуха. При наличии пузырьков воздуха их удаляют, в противном случае может быть допу­щена грубая ошибка.

7. Жидкость из бюретки при титровании выпускать очень медленно, не допуская вытекания струей.



Рисунок 2 - Отсчет по бюретке в за­висимости от положения глаза наблюдателя

1. **Изучите правила пользования пипетками**

**ПРАВИЛА ПОЛЬЗОВАНИЯ ПИПЕТКАМИ**

При измерении объема пипетками необходимо выполнять сле­дующие правила.

1. Работать только с совершенно чистой пипеткой.

2. При засасывании ртом воздуха из пипетки нижний конец пи­петки должен быть все время погружен в жидкость.

3. Засосав жидкость в пипетку выше метки, быстро вынуть трубку пипетки изо рта и закрыть отверстие указательным пальцем.

4. Держа закрытую пальцем пипетку так, чтобы метка приходи­лась на уровне глаз, слегка ослабить нажим пальца па отверстие пипетки, чтобы жидкость стала кап­лями вытекать в подставленный со­суд до тех пор, пока ее уровень не понизится до метки. Затем, усилив нажим указательным пальцем, пре­кратить вытекание жидкости.

5. Ввести нижний конец пипетки в сосуд, в который требуется влить измеряемую жидкость, и снова осла­бить нажим пальца, чтобы уровень в пипетке стал медленно понижать­ся. Ни в коем случае нельзя просто отнимать палец от отверстия, так как при быстром выливании жидко­сти значительная часть ее останется на стенках пипетки. Жидкость из пипетки должна выливаться не бы­стрее, чем за 30 с.

6. Когда вся жидкость вытечет, отнять палец и, прикоснувшись кончиком пипетки к внутренней поверхности стенки колбы, не торо­пясь, просчитать про себя: «двадцать один, двадцать два...» до тридцати, после чего вынуть пипетку. Пипетки калибруют на выливание, и поэтому ни в коем случае нельзя выдувать или «выжи­мать» из кончика пипетки удерживаемую капиллярными силами каплю жидкости.

7. Самым внимательным образом осмотреть всю пипетку, и, если на ее внутренних стенках будет обнаружена хотя бы одна капли невылившегося раствора, всю работу начинают вновь, предвари­тельно вымыв пипетку моющей смесью. Невыполнение последнего правила делает всю объемно-аналитическую работу совершенно бессмысленной, так как каждая капля (0,04 мл) составляет от объема пипетки (обычно 20 мл) 0,2%.

Перед помещением в шкаф пипетку следует сполоснуть водой и закрыть верхнее отверстие бумажной гильзой.



Рисунок 3 - Положение пипетки в руке при установке мениска

1. **Оформите анализ и приступите к выполнению лабораторной работы**

**Приготовление раствора соляной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/л методом разбавления**

Для приготовления раствора заданной нормальности определите плотность, имеющейся в лаборатории концентрированной соляной (или серной) кислоты.

1. Плотность измерьте ареометром и по таблице плотностей растворов сильных кислот и щелочей определить, какому процентному содержанию она соответствует.
2. Затем рассчитайте, сколько граммов концентрированной кислоты на­до взять для приготовления 250 мл (или другого объема) приблизительно 0,1 н. раствора и пересчитайте ее массу на объем, используя формулу:

$$V=\frac{m}{ρ}$$

1. Вычислите молярную концентрацию, титр раствора кислоты, который вам необходимо приготовить. Все данные внесите в таблицу 1. Правильность расчета проверьте у преподавателя.

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Вещество** | **Исходный раствор** | **Заданный раствор** |
| **Плотность****раствора** | **Массовая доля****раствора** | **Объем****раствора** | **Объем****раствора** | **Молярная****концентрация****эквивалента** | **Молярная****концентрация** | **Титр** |
| ρ1 | ω1 | V1 | V2 | C2(1/z\*X) | С2(X) | Т |
| НС1 | г/мл | % | мл | мл | моль/л | моль/л | г/мл |

Таблица 1 - Экспериментальные и расчетные данные по приготовлению раствора соляной кислоты

4)Отмерьте этот объем (взяв немного больше кислоты) маленьким цилиндром и вылейте его в мерную колбу (или в склянку с пробкой), в которой находится некоторое количество дистиллированной воды, разбавьте дистиллированной водой до 250мл.

5) Закройте пробкой, тщательно перемешайте раствор. На склянку наклейте этикетку с названием раствора, его концентрацией и своей фамилией и сохраните для следующих опытов.

**Приготовление стандартного раствора тетрабората натрия по точной навеске**

1. Перед началом работы подготовьте необходимое оборудование (промывалку, часовое отекло, сухую воронку), тщательно вы­мойте и ополосните 2-3 раза дистиллированной водой мерную колбу.
2. Для приготовления точно 0,1 н. раствора буры рассчитайте необходимую навеску по формуле:

 $g=\frac{N ∙Э ∙V}{1000}$, где Э =$^{1}/\_{2}$М= $^{381,4}/\_{2}$= 190,7г.- молярная масса эквивалента тетрабората натрия (Na2B4O7 ∙10Н2О)

1. Навеску отвесьте на аналитических весах на часовом стекле, результаты взвешивания запишите в таблицу 2:

Таблица 2 – Результаты взвешивания навески

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Масса час. стекла на аналит. весах | Масса час. стекла с навеской на техн. весах | Масса час. стекла с навеской на аналит. весах | Навеска буры |
|  |  |  |  |

1. Осторожно пересыпьте через сухую воронку (к мокрой воронке вещество пристанет и плотно забьет ее трубку) в хорошо вымытую колбу на 50 мл.
2. Затем струей горячей воды из промывалки (в холодной воде бура растворяется плохо) хорошо смойте буру из воронки в колбу, выньте воронку и добейтесь полного растворения буры, перемешивая содержимое колбы плавными круговыми движениями (колба должна быть заполнена на 2/3 объема).
3. После этого колбу охладите водой под краном до комнатной тем­пературы и доведите объем раствора холодной дистиллированной водой до метки. Под конец воду добавляйте осторожно по каплям (держа глаз на уровне метки) до тех пор, пока нижний края мениска не коснётся последней. Если все же воды будет прилито больше, то весь процесс приготовления раствора придется повторить (отливать воду нельзя!).
4. Приготовив раствор, закройте колбу пробкой и тщательно перемещайте его (переворачивая колбу 10-15 раз). На склянку наклейте этикетку с указанием названия раствора, его концентрации и фамилии.

Титр раствора вычислите делением навески на объем мерной колбы, нормальность раствора определите по формуле, исходя из титра.

**Установка нормальности раствора соляной кислоты по стандартному раствору тетрабората натрия**

Наиболее подходящим исходным веществом для установки титра соляной кислоты является бура или тетраборат натрия. Водные растворы буры, благодаря гидролизу, имеют щелочную реакцию и поэтому их можно титровать кислотами.

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

 Na2B4O7+2HCI+5H2O →2 NaCI+ H3BO3

Из уравнения реакции следует, что фактор эквивалентности тетрабората натрия равен $^{1}/\_{2}$ и молярная масса эквивалента равна 190,7г.

1. Тщательно вымытую бюретку ополосните дважды небольшими порциями приготовленной соляной кислоты для удаления остатков воды. После этого закрепите бюретку в штативе и через воронку заполните ее (несколько выше нулевого деления) раствором приготовленной кислоты. Затем подставьте под бюретку колбу с кислотой и сильно нажав на зажим, заполните раствором рези­новую трубку и "носик" бюретки, так чтобы там не осталось пузырьков воздуха.
2. В конической колбе приготовьте "свидетель". Его раствор должен иметь слабое розовое окрашивание (золотисто - розовое).
3. После этого выньте воронку, так как с нее может оте­кать кислота и искажать отсчет объема, и установите уровень раствора кислоты в бюретке на нуле.
4. Чисто вымытую пипетку емкостью 10 мл (или другой емкости) ополосните раствором буры и отмерьте по 10 мл буры в три чисто вымытые колбы для титрования.

Помните, что не следует выдувать последние 1-2 капли жидкости, оставшиеся в пипетке, так как они учтены при ее калибровке.

1. В одну из трех колб с бурой добавьте 1-2 капли мети­лового оранжевого, поставьте колбу под бюретку (на белую плитку или лист бедой бумаги) и понемногу приливайте из бюрет­ка раствор соляной кислоты, все время перемешивая жидкость плавными круговыми движениями (не прекращая приливания кисло­ты!). Нужно уловить момент, когда от одной капли соляной кислоты первоначально чисто желтый раствор приобретет чуть розовый оттенок (золотисто-розовый) как раз такой, как у «свидетеля» (он должен стоять на листе белой бумаги).
2. Первое титрование считайте ориентировочным. Титрование повторяйте до получения не менее трех сходя­щихся результатов, т. е. пока отсчеты будут отличаться друг от друга не более чем на 0,1 мл. Полученные данные занесите в таблицу 3.

Таблица 3 - Экспериментальные и расчетные данные стандартизации раствора соляной кислоты

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| Номеропыта | Объем раствора | Молярная концентрацияэквивалента | Титррастворакислоты | Титррастворакислотыпо буре |
| Буры  | Кислоты | Буры  | Кислоты |
| л | л | моль/л | моль/л | г/мл | г/мл |
| 1. |  |  |  |  |  |  |
| 2. |  |  |
| 3. |  |  |

1. из трех сходящихся результатов возьмите среднее арифметическое и вычислите нормальность раствора соляной кислоты из уравнения V1N1=V2N2.
2. Титрованный раствор соляной кислоты далее можно исполь­зовать для определения концентрации щелочей в растворе.

**Приготовление рабочего титрованного раствора NaOH**

1. В чистую колбу вместимостью 250 мл вносят рассчитанную массуNaOH, необходимую для приготовления раствора с концентрацией 0,1М, предварительно взвесив щелочь на кальке на технохимических весах, и тщательно перемешивают.

2. Бюретку заполняют раствором хлороводородной кислоты.

3. В колбу для титрования помещают аликвоту (10,00 мл) раствора NaOH, 2 - 3 капли раствора метилового оранжевого. Колбу с раствором NaOH помещают под бюретку на лист белой бумаги и приливают из бюретки раствор HCl, непрерывно перемешивая плавными круговыми движениями содержимое колбы.

4. Титрование заканчивают, когда от одной капли раствора кислоты первоначально желтая окраска титруемого раствора становится розово-красной. Титрование проводят не менее 3 раз. Фиксируют объем по бюретке. Для расчета концентрации NaOH используют среднее из 3-х значений объема раствора титранта.

5. Расчет концентрации NaOHведут по флрмуле:

C. (HCl) . V(HCl)

 С(NaOH) = V (NaOH)

1. **Подведение итогов**
* выявление недостатков при изучении темы и пути их устранения;
* рекомендации по дальнейшему углублению знаний по данной теме;
* оценивание работы студента на практическом занятии
1. **Запишите вопросы для подготовки к следующему занятию**

1. Перечислите виды окислительно-восстановительного титрования;

2. Какие индикаторы используются для определения точки эквивалентности;

3. Дайте краткую характеристику всем видам окислительно-восстановительного титрования;

4. Какой рабочий раствор используется в методе перманганатометрия;

5. Перечислите особенности метода;

6. На каких реакциях основан метод перманганатометрического титрования

**Литература для подготовки:**

 **Основные источники:**

1. Саенко О.Е. «Аналитическая химия. Учебник для средних специальных учебных заведений», М., Феникс, 2014

2. Ищенко А.А. Аналитическая химия. М: «ACADEMA», 2004

3. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика) Высшая школа, 2003.

 **Дополнительные источники:**

1.Основы аналитической химии в 2-х книгах. Под ред. Ю.А. Золотова. М.: Высшая школа, 2000.

2. Пилипенко А.Т., Пятницкий И.В. Аналитическая химия в 2-х книгах. М., Химия, 1990

3. Жаркова Г. М., Петухова Э. Е. Аналитическая химия. Качественный анализ. СПб. Химия, 1993.

4. Барсукова З.С. Аналитическая химия. М.: Высшая школа, 1990.

5. Васильев В.П. Аналитическая химия. Лабораторный практикум. М: «Дрофа», 2004.

6. Пономарев В.Д. «Аналитическая химия». Москва «Медицина» 1982.

7. Полеес М.Э., «Аналитическая химия. М.: Медицина, 1981.

8. К.А. Селезнев «Аналитическая химия» М. «Высшая школа», 1982.

9. С.А. Шапиро , Я.А. Гурович, М., «Высшая школа» , 1973.

10. ЯрославцевА.А. Сборник задач и упражнений по аналитической химии. М: «Высшая школа», 1979