Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение

высшего образования

«Красноярский государственный медицинский университет имени профессора В.Ф. Войно-Ясенецкого» Министерства здравоохранения
Российской Федерации

ФГБОУ ВО КрасГМУ им. проф. В.Ф. Войно-Ясенецкого Минздрава России

#####

##### ***Медико-психолого-фармацевтический факультет***

Кафедра биологической химии с курсами медицинской, фармацевтической и токсикологической химии

**Отчёт по лабораторной работе**

По дисциплине «Химия»

Тема: «\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_»

 Выполнил(а): студент(ка)

 Группы \_\_\_ пед

 ФИО

 Проверила:

доцент Залога А.Н.

Красноярск 2021Лабораторная работа №1

**Уточнение концентрации гидроксида натрия по щавелевой кислоте методом нейтрализации.**

**Цель работы:** *освоить приёмы титрования и определить точную концентрацию приготовленного раствора NaOH по стандартному раствору кристаллической щавелевой кислоты; сравнить установленное значение концентрации NaOH с аналитической концентрацией*.

Метод нейтрализации (кислотно-основного титрования) служит главным образом для количественного определения кислот и щелочей. В клинической практике метод нейтрализации применяется для определения кислотности желудочного сока, буферной ёмкости крови, спинномозговой жидкости, мочи и других биологических жидкостей. В санитарно-гигиенических лабораториях кислотно-основное титрование используется для установления доброкачественности продуктов питания. Этот метод широко используется также в фармацевтической химии при анализе лекарственных веществ как неорганической, так и органической природы.

***Рабочими растворами*** в методе нейтрализации являются сильные кислоты или сильные основания, которые используются в качестве титрантов, а также стандартные растворы солей, по которым устанавливают точную концентрацию титрантов.

***Стандартные растворы*** – это растворы известной концентрации. ***Титрант*** – это такой рабочий раствор, который заливается в бюретку и приливается по каплям к другому раствору (в колбочке). Титрант, концентрацию которого установили с помощью стандартного раствора, называется ***титрованным раствором***.

***Титрование*** – это процесс добавления титранта (титрованного раствора) по каплям до точки эквивалентности (конца реакции).

***Точка эквивалентности*** – это момент реакции, когда вещества прореагировали между собой в эквивалентных количествах. Только в этом случае параметры определяемого вещества (его массу, концентрацию, количество или объём) можно рассчитывать на основе закона эквивалентов. Точку эквивалентности устанавливают с помощью индикаторов кислотно-основного типа.

***Индикатор*** в методе нейтрализации – это слабая кислота или слабое основание органической природы, молекулярная и ионная форма которого отличается по цвету. С позиций протолитической теории Брёнстеда-Лоури, индикатор – сопряженная кислотно-основная пара, компоненты которой отличаются по цвету: **HInd** ⇄ **H**+ + **Ind**−

**цвет I** **цвет II**

Поэтому каждый индикатор характеризуется определенным значением pKa, *или* так называемым показателем титрования рТ = рКа = −. Вспомним, что **рКа** – это значение рН среды, при котором содержание кислотной и сопряженной основной формы одинаковы. А это значит, что в точке **рТ** цвет раствора индикатора будет смешанный. Но глаз человека замечает смешанный цвет и тогда, когда одна из форм индикатора преобладает над другой раз в 10. В этом случае мы получаем зону перехода цвета индикатора ***рТ±1***. При значениях ***рН< рТ±1*** (т. е. левее зоны перехода цвета) индикатор будет находиться главным образом в кислотной своей форме ***HInd***. А при значениях ***рН> рТ±1*** (т. е. правее зоны перехода цвета) будет значительно преобладать его сопряженная основная форма ***Ind*−**.

В таблице представлены примеры индикаторов и их характеристики.

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **Индикатор** | **Окраска** | **рКа (рТInd)** | **рН-диапазонов изменения окраски** |
| в форме кислоты | в форме основания |
| **Тимоловый синий** (первое изменение) | Красная | Желтая | 1,5 | 1,2 ÷ 2,8  |
| **Метиловый оранжевый** | « | Желтая | 3,7 | 3,2 ÷ 4,4 |
| **Бромкрезоловый зеленый** | Желтая | Синяя | 4,7 | 3,8 ÷ 5,4 |
| **Метиловый красный** | Красная  | Желтая | 5,1 | 4,2 ÷ 6,2 |
| **Лакмус** (азолитмин) | « | Синяя |  | 5,0 ÷ 8,0 |
| **Бромтимоловый синий** | Желтая | Синяя | 7,0 | 6,0 ÷ 7,6 |
| **Феноловый красный** | « | Красная | 7,9 | 6,8 ÷ 8,4 |
| **Тимоловый синий**(второе изменение) | « | Синяя | 8,9 | 8,0 ÷ 9,6 |
| **Фенолфталеин** | Бесцветная | Малиновая | 9,4 | 8,2 ÷ 10,0 |
| **Тимолфталеин** | « | Синяя |  | 9,3 ÷ 10,5 |

***При выборе индикатора*** руководствуются правилом: значение рН в точке эквивалентности (рНэ) должно попадать в зону перехода цвета индикатора (т. е. **рНэ**= рТ±1). Значение же **рНэ** определяется по продуктам реакции, когда в колбочке для титрования уже израсходовано исходное вещество, но ещё нет избытка титранта (а есть только продукты реакции).

В методе нейтрализации может быть использовано не только **прямое титрование**, но и **обратное** (*или* титрование по избытку).

*Суть обратного титрования*: к определяемому веществу добавляется фиксированный избыток стандартного вспомогательного раствора, который затем оттитровывается другим раствором, выполняющим роль титранта. К обратному титрованию прибегают в том случае, когда, например, под рукой нет нужного индикатора для прямого титрования или определяемое вещество слишком летучее.

**Реактивы и оборудование:**

1. Бюретки, пипетки, колбы для титрования.

2. Индикатор – фенолфталеин.

3. 0,1 э раствор гидроксида натрия NaOH.

4. 0,1 э свежеприготовленный раствор щавелевой кислоты H2C2O4∙2H2O.

**Порядок выполнения работы:**

1. Заполнить бюретку 0,1э раствором NaOH.

2. В колбу для титрования отмерить пипеткой 5 мл раствора H2C2O4∙2H2O.

3. Добавить 1-2 капли раствора фенолфталеина.

4. Провести титрование приготовленной пробы раствором NaOH до появления слабо розового окрашивания.

5. Затраченный объём раствора NaOH занести в таблицу.

Титрование повторить 5 раз.

Определение точной концентрации NaOH по щавелевой кислоте.

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| № | Объём стандартного раствора H2C2O4∙2H2O, мл | **Cэ** H2C2O4∙2H2O,моль-экв./л | Объём **NaOH**, затраченный на титрование, мл | Определяемая концентрация **Сэ** NaOH,моль/л |
| 1 | 5 | 0,1 |  |  |
| 2 | 5 | 0,1 |  |  |
| 3 | 5 | 0,1 |  |  |
| 4 | 5 | 0,1 |  |  |
| 5 | 5 | 0,1 |  |  |

В процессе титрования щавелевая кислота взаимодействует со щелочью по уравнению:

H2C2O4 + 2NaOH Na2C2O4 + 2H2O

C2O42– + НОН НC2O4– + ОН–

НC2O4– + HОН H2C2O4 + ОН– гидролиз идёт по аниону, рН > 7

Эквивалентную концентрацию **Сэ** исследуемого раствора NaOH рассчитывают, используя *следствие* **закона эквивалентов**: *произведения эквивалентной концентрации на объём одинаковы для любой пары участников реакции*.

Титр простой (**Т**NaOH) и титр сложный ( *или* титр NaOH по определяемому веществу рассчитывают по формулам:

, г/мл

, г/мл

В конце работы сделать заключение, совпадают ли полученные результаты концентрации **Сэ** гидроксида натрия с аналитической концентрацией, указанной на бутылочках – 0,1э NaOH.

**Вопросы по теме занятия.**

1. Какие реакции, лежат в основе метода определения точной концентрации NaOH?
2. Для чего устанавливают титр NaOH?
3. Почему титр NaOH уточняют по щавелевой кислоте? Можно ли использовать для этой цели другой рабочий раствор?
4. Можно ли щавелевую кислоту использовать в качестве титранта?
5. Какая разница между стандартным рабочим раствором и титрованным рабочим раствором?
6. Как устанавливается точка эквивалентности в данной реакции?
7. Как обосновать выбор индикатора фенолфталеина?
8. Какая форма титрования используется в данной работе?
9. Привести примеры расчетов различных видов концентраций NaOH, его количества или массы, опираясь на закон эквивалентов, на основе данных проведенного эксперимента.
10. Предложите рабочий раствор для установки титра HCl. Напишите соответствующую реакцию.
11. Предложите метод определения аммиака с использованием обратного титрования. Напишите реакции, лежащие в основе этого метода. Как будете устанавливать точку эквивалентности в этом случае? Назовите все рабочие растворы. Напишите расчетные формулы для определения различных видов концентраций аммиака в этом методе, его массы.
12. Индикаторы в методе титрования. Исходя из определения, сделайте выход на их характеристики (рТ, зона перехода цвета). Принцип действия кислотно-основного индикатора.
13. Какой индикатор следует применить при титровании:

а) слабых оснований сильными кислотами;

б) слабых кислот сильными основаниями?

Лабораторная работа №2

**Применение метода нейтрализации** (кислотно-основного титрования) **для определения кислотности желудочного сока.**

**Принцип метода**. При исследовании кислотности желудочного сока определяют несколько показателей: общую кислотность, свободную HCl, связанную HCl. *Определение всех показателей кислотности проводится титрованием 0,1э раствором NaOH в присутствии разных индикаторов*.

Желудочный сок в просвете желудка имеет кислую **рН**: натощак в норме у взрослого человека примерно 1,5-2 и у новорожденных детей ≈ 3-4. После приёма пищи рН ещё ниже. Главный неорганический компонент желудочного сока – **соляная** (хлористоводородная) **кислота**, которая вырабатывается обкладочными (париетальными) клетками желудка и находится в просвете желудка в свободном и связанном состоянии (главным образом с белками). Она поддерживает определенный уровень кислотности в желудке, препятствует проникновению в организм болезнетворных микроорганизмов и подготавливает пищу к эффективному гидролизу. Соляная кислота имеет постоянную и неизменную концентрацию – 160 ммоль/л.

Кроме белков в желудочном соке присутствуют и другие слабые кислоты: бикарбонаты, гидросульфаты, дигидро- и гидрофосфаты, сама фосфорная кислота, уксусная, молочная, пировиноградная, масляная, яблочная и некоторые другие. Поэтому различают *три вида кислотности*: **свободную** (*или* активную кислотность, обусловленную концентрацией свободных **Н+**), **связанную** (*или* потенциальную, обусловленную наличием недиссоциированных в кислой среде желудка слабых кислот) и **общую** (суммарное содержание всех кислот).

В лабораториях кислотность желудочного сока определяют титрованием его титрованным рабочим раствором NaOH в присутствии индикаторов. Результаты выдаются в титриметрических единицах.

***Титриметрическая единица***– это объём 0,1э раствора NaOH, необходимый для нейтрализации кислоты в 100 мл желудочного сока.

На исследование берём не 100 мл желудочного сока, а 5-10 мл, и титруем не 0,1э NaOH, а обычно меньшей его концентрацией (≈ 0,09э), тогда при расчёте кислотности желудочного сока в **титриметрических единицах** необходимо делать две поправки: на объём желудочного сока и на концентрацию идеального раствора NaOH (0,1э).

С учётом этих поправок можно вывести **общую формулу для расчёта кислотности желудочного сока**:

 *титр. ед*.,

где – это параметры щёлочи согласно определению титриметрической единицы; – объём NaOH, затраченный на титрование взятой на исследование пробы желудочного сока (5-10 мл, например); – концентрация рабочего раствора NaOH.

Если титрованный раствор NaOH окажется идеальным – 0,1моль/л, а объём желудочного сока, взятый на исследование V(ж.сока) = 5 мл, то формула для расчёта кислотности упрощается:

**Кислотность ж. с.** =, *титр. ед*.

Эти формулы применяют для определения любого вида кислотности желудочного сока: ***свободной кислотности*** (в присутствии метилового жёлтого, он же диметиламиноазобензол) или ***общей кислотности*** (в присутствии фенолфталеина). В этом случае ***связанную кислотность*** определяют по разности общей и свободной кислотности.

**!!!** *В норме (у здорового взрослого человека) общая кислотность составляет* ***40****÷****60*** *т.е., а свободная кислотность составляет* ***20****÷****40*** *т.е.*

**Оборудование и реактивы:**

1. Бюретки.

2. Пипетки на 5 мл.

3. Колбы конические для титрования.

4. Желудочный сок (отфильтрованный).

5. Титрованный раствор NaOH (концентрацию которого уточняли).

6. Индикаторы: спиртовые растворы 0,1% фенолфталеина и 0,1% диметиламиноазобензола (метилового жёлтого).

**Порядок выполнения работы:**

1. Заполнить бюретку титрованным раствором NaOH.

2. Отмерить пипеткой 5 мл желудочного сока, перенести в колбу для титрования.

3. Прибавить в колбу с желудочным соком по капле оба индикатора (фенолфталеин и диметиламиноазобензол): появится ярко-красное окрашивание, что указывает на присутствие свободной кислоты HCl.

4. Титровать раствором NaOH пока красная окраска раствора не сменится до оранжевой – сработает диметиламиноазобензол (∆рН 2,4÷4,0). По бюретке отмечаем объём щёлочи, пошедшей на титрование (он эквивалентен содержанию свободной HCl). И если его ввести в формулу для расчёта кислотности, то получим ***свободную кислотность*** желудочного сока в титриметрических единицах.

5. Продолжаем титровать, пока оранжевая окраска раствора не сменится на ярко-малиновую – сработает фенолфталеин (∆рН 8,2÷10,0). В этот момент прекращаем титрование и фиксируем объём щелочи (от нуля бюретки), пошедшей на титрование до появления *второй оранжевой окраски* (в сумме он эквивалентен содержанию всех кислотообразующих соединений). И если этот объём ввести в формулу для расчёта кислотности, то получим ***общую кислотность*** желудочного сока в титриметрических единицах.

6. Посчитаем ***связанную кислотность***, как разность между общей и свободной кислотностью.

7. Титрование провести 5 раз и каждый раз рассчитывать свободную, общую и связанную кислотности желудочного сока в титриметрических единицах. Результаты титрования и расчёты занести в таблицу.

8. Сделать выводы, сопоставляя полученные результаты, с параметрами кислотности желудочного сока у здорового взрослого человека.

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| № | **V**пробы(желуд.сок), мл | **Сэ**(NaOH),моль/л |  мл |  мл (от нуля бюретки) | (**свободная к-ть**, титр. ед.) | (**общая к-ть**, т. е.) | **Связан-ная** кислот-ность,т. е. |
| 1 | 5 | 0,09 |  |  |  |  |  |
| 2 | 5 | 0,09 |  |  |  |  |  |
| 3 | 5 | 0,09 |  |  |  |  |  |
| 4 | 5 | 0,09 |  |  |  |  |  |
| 5 | 5 | 0,09 |  |  |  |  |  |

***Примеры расчётов***: допустим, на титрование 5 мл отфильтрованного желудочного сока с диметиламиноазобензолом израсходовали 1,3 мл 0,09э раствора NaOH, а с фенолфталеином (считая от нуля бюретки) – 3 мл титранта.

**Свободная кислотность** (в титр. ед.), обусловленная содержанием соляной кислоты, равна:

= т. е.

**Общая кислотность** (в титр. ед.), обусловленная содержанием, как соляной кислоты, так и различными видами слабых кислот, равна:

= т. е.

**Связанная кислотность** (в титр. ед.), обусловленная наличием недиссоциированных слабых кислот, равна разности между общей и свободной кислотностями желудочного сока: 54 – 23,4 = 30,6 т. е.

**Вопросы по теме занятия.**

1. Составляющие кислотности желудочного сока (или её фракции: общая, свободная, связанная кислотность) и их определение.
2. Единицы измерения кислотности желудочного сока и формулы для расчетов.
3. Для чего при исследовании кислотности желудочного сока используются два индикатора?
4. Какие реакции лежат в основе метода определения двух фракций кислотности желудочного сока?
5. Обосновать выбор индикатора метилового желтого для определения свободной кислотности.
6. Обосновать выбор индикатора фенолфталеина для определения связанной кислотности.
7. Какую кислотность желудочного сока можно определить, используя только один индикатор – фенолфталеин?
8. Почему при титровании желудочного сока щелочью в присутствии двух индикаторов, раствор в колбочке для титрования приобретает оранжевую окраску и в первой, и во второй точке эквивалентности? Для ответа используйте диаграммы перехода окраски индикаторов.
9. Каковы значения кислотности желудочного сока у взрослого здорового человека?
10. При каких заболеваниях может быть повышена общая кислотность за счет свободной? При каких заболеваниях может наблюдаться понижение кислотности желудочного сока?