

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
ПОЛТАВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ ПЕДАГОГІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
ІМЕНІ В. Г. КОРОЛЕНКА

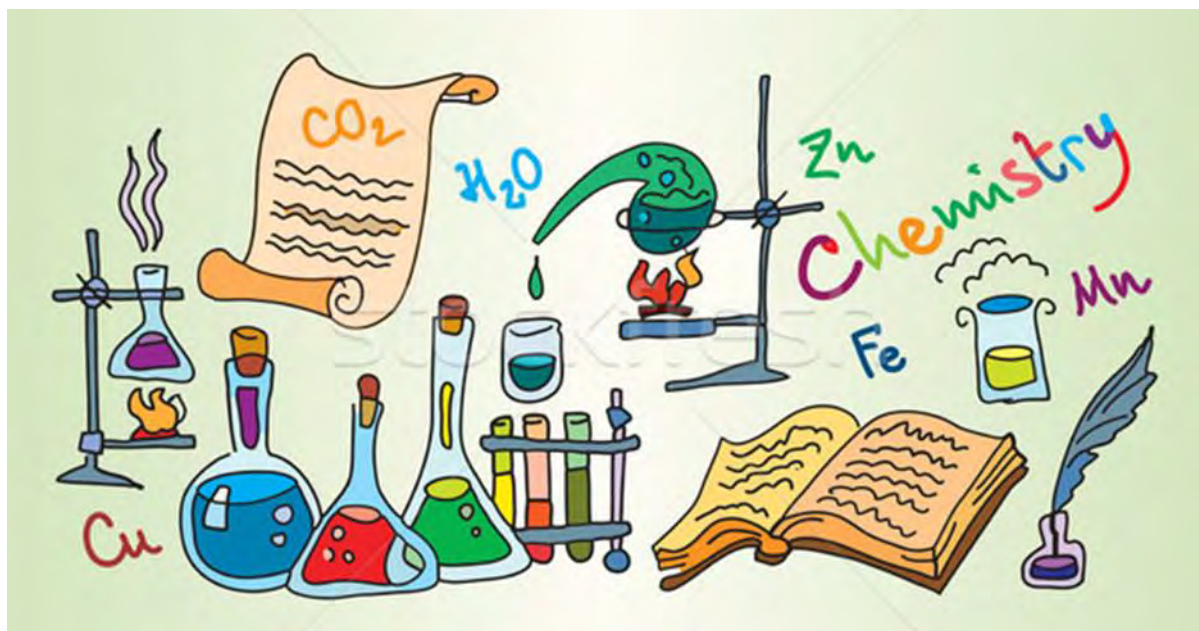
КАФЕДРА ХІМІЇ ТА МЕТОДИКИ ВИКЛАДАННЯ ХІМІЇ

Стрижак С.В.

ЛАБОРАТОРНИЙ ЗОШИТ З АНАЛІТИЧНОЇ ХІМІЇ

Частина II

КІЛЬКІСНИЙ АНАЛІЗ



ПОЛТАВА, 2023

УДК 543.062(075.8)

Л12

*Затверджено на засіданні Вченої ради Полтавського національного педагогічного університету імені В.Г. Короленка
(протокол №14 від 30 червня 2023 року)*

Укладачі:

кандидат педагогічних наук, доцент кафедри хімії та методики викладання хімії Полтавського національного педагогічного університету імені В.Г. Короленка
Стрижак Світлана Володимирівна

РЕЦЕНЗЕНТИ:

кандидат хімічних наук, доцент, завідувач кафедри хімії Полтавського державного медичного університету Іващенко Олена Дмитрівна

кандидат хімічних наук, доцент кафедри хімії та методики викладання хімії Полтавського національного педагогічного університету імені В.Г. Короленка Шинкаренко Валентин Іванович

Стрижак С.В.

Л 12 Лабораторний зошит з аналітичної хімії. Частина II. Кількісний аналіз: Навчальний посібник. – Полтава: ПНПУ імені В.Г. Короленка, 2023. – 64 с.

Навчальний посібник містить матеріал для підготовки до лабораторних занять та самостійної роботи здобувачів освіти спеціальності 102 Хімія: теоретичні питання для самостійної підготовки студентів, методичні рекомендації до виконання лабораторних робіт з кількісного аналізу, завдання для самостійної роботи, приклади розв'язування завдань, контрольні питання та список рекомендованої літератури для підготовки.

© Стрижак С.В., 2023

© Полтавський національний педагогічний університет імені В.Г. Короленка, 2023

Теми лабораторних занять

№ з/п	Назва теми	Кількість годин	
		Денна форма навчання	Заочна форма навчання
Змістовий модуль 1. Якісний аналіз			
1	Теоретичні основи хімічного аналізу. Реакції і хід аналізу суміші першої аналітичної групи катіонів	4	
2	Закон дії мас як теоретична основа якісного аналізу. Реакції і хід аналізу суміші другої аналітичної групи катіонів	4	
3	Типи хімічної взаємодії в хімічному аналізі. Реакції і хід аналізу суміші третьої аналітичної групи катіонів	4	
4	Аналіз суміші катіонів першої, другої та третьої аналітичної групи. (Контрольна задача)	4	
5	Йонний добуток води. Обчислення рН розчинів кислот і основ. Реакції і хід аналізу суміші четвертої аналітичної групи катіонів	4	
6	Буферні розчини. Реакції і хід аналізу суміші п'ятої аналітичної групи катіонів	4	
7	Гідроліз солей. Реакції і хід аналізу суміші шостої аналітичної групи катіонів	4	
8	Аналіз суміші катіонів четвертої, п'ятої та шостої аналітичної групи. (Контрольна задача)	4	
9	Аналіз суміші катіонів першої, другої, третьої четвертої, п'ятої та шостої аналітичної групи. (Контрольна задача)	4	
10	Реакції осадження-розчинення. Реакції і хід аналізу суміші першої аналітичної групи аніонів.	4	
11	Реакції окиснення-відновлення. Реакції і хід аналізу суміші другої аналітичної групи аніонів.	4	
12	Реакції комплексоутворення. Реакції і хід аналізу суміші третьої аналітичної групи аніонів.	4	
13	Аналіз суміші аніонів першої, другої та третьої аналітичної групи. (Контрольна задача)	4	

14	Аналіз твердої речовини (Контрольна задача)	12	
Разом за I модуль		64	
Змістовий модуль 2. Кількісний аналіз			
16	Кількісний аналіз, ваги та зважування Гравіметричний аналіз. Визначення кристалізаційної води в барій хлориді	8	
17	Визначення барію в кристалогідраті барію	4	
18	Загальна характеристика титриметричного аналізу. Методи нейтралізації або кислотно- основного титрування	12	
19	Визначення вмісту натрій гідроксиду в розчині невідомої концентрації (способом піпетування). Контрольна задача	4	
20	Визначення натрій гідроксиду та натрій карбонату за умов спільної їх присутності. Контрольна задача	4	
21	Визначення гідролітичної кислотності ґрунту. Контрольна задача	4	
23	Контрольна задача (методи нейтралізації або кисотно-основного титрування)	4	
24	Окисно-відновне титрування. Перманганатометрія	8	
25	Йодометрія	8	
27	Контрольна задача. Йодометрія	4	
28	Комплексонометрія	4	
29	Контрольна задача. Комплексонометрія	4	
30	Комплексонометрія.	4	
31	Виконання індивідуального науково- дослідницького завдання	4	
32	Виконання індивідуального науково- дослідницького завдання	4	
33	Захист проекту	4	
Разом за II модуль		84	
Разом		148	

Самостійна робота

№ з/п	Назва теми	Кількість годин	
		Денна форма навчання	Заочна форма навчання
1	Тема1. Вступ. Якісний аналіз.	15	

2	Тема 2. Якісний аналіз катіонів. Якісний аналіз аніонів.	15	
3	Тема 3. Закон дії мас як теоретична основа якісного аналізу.	16	
4	Тема 4. Закон дії мас та гетерогенні процеси.	15	
5	Тема 5. Окисно-відновні процеси.	16	
6	Тема 6. Колоїдні системи.	15	
7	Тема 7. Комплексоутворення в аналітичній хімії.	16	
8	Тема 1. Кількісний аналіз.	20	
9	Тема 2. Гравіметричний (Ваговий) метод	20	
10	Тема 3. Об'ємний (титриметричний) аналіз	21	
11	Тема 4. Метод нейтралізації (кислотно-основного титрування)	20	
12	Тема 5. Методи окислення-відновлення (редоксиметрії)	21	
13	Тема 6. Метод осадження	21	
14	Тема 7. Комплексонометричний метод	21	
16	Підготовка до екзамену	60	
	Разом	312	

Оформлення результатів здійснюється безпосередньо на занятті та закінчується вдома. Дані спостережень є відповідями на запитання роботи. Окрім того кожний дослід повинен бути описаний рівнянням реакції з розставленими коефіцієнтами та зазначеними продуктами реакції.

У роботах з **кількісного аналізу** повинні бути обов'язково відповідні розрахунки передбачені роботою: статистичні розрахунки, знаходження концентрацій визначуваних компонентів, розрахунки за рН тощо. Деякі роботи повинні містити графіки. Графіки виконуються на міліметровому папері, який вклеюється до зошита. Також рівняння проведених реакцій.

Методичні рекомендації до самостійної роботи студентів

Самостійна робота студентів здійснюється у процесі аудиторних занять (контрольні задачі) та у позааудиторний навчальний час (завдання для самостійної роботи, індивідуальне науково-дослідницьке завдання тощо) відповідно відповідно до робочої програми дисципліни .

До самостійної роботи студентів входять:

- опрацювання тексту (конспекту) лекції;
- поглиблене опрацювання програмових питань, винесених за допомогою рекомендованих джерел;
 - підготовка до лабораторних занять;
 - підготовка до модульного контролю (до виконання модульної контрольної роботи (МКР));
 - підготовка проектів, постерів, презентацій тощо;
 - виконання контрольних задач, розв'язання задач; проведення досліджень;
 - підготовка до екзамену.

Зразки розв'язків завдань з конкретної теми відповідно представлені у лабораторних роботах. Основні методики якісного та кількісного аналізу також представлені у лабораторних роботах. Для індивідуальне науково-дослідницьке завдання здійснює їх інтерпретацію відповідно до обраної теми дослідження.

Для виконання індивідуального науково-дослідницького завдання студент обирає тему дослідження.

Виконання індивідуального науково-дослідницького завдання складається з таких основних етапів:

- Постановка мети експерименту. Мета визначає, який результат необхідно отримати експериментатор у ході дослідження;
- Формування та обґрунтування гіпотези, яка лежить в основі експерименту. Гіпотеза – сукупність теоретичних положень, істинність яких підлягає перевірці;
- Планування експерименту у такій послідовності: вибір методики дослідження, відбір лабораторного обладнання та реактивів; складання плану експерименту та при необхідності зображення конструкції приладу, планування роботи після закінчення експерименту (утилізація реактивів, особливості миття посуду, тощо); виявлення джерела небезпеки (опис заходів обережності при виконанні експерименту); вибір форми запису результатів експерименту;
- Здійснення експерименту, фіксація спостережень та вимірювань;
- Аналіз, обробка та пояснення результатів експерименту: математична обробка, порівняння результатів експерименту з гіпотезою, пояснення процесів, які відбувались у ході експерименту, формулювання висновків, створення презентації;
- Рефлексія – усвідомлення та оцінювання експерименту на основі співставлення мети та результатів. При цьому доцільно з'ясувати чи всі операції по виконанню експерименту виконані на належному рівні.

Результати експериментального дослідження оформлюються у вигляді презентації та постеру, яка повинна відображати основні етапи роботи над дослідженням та одержані результати.

Лабораторне заняття №1.
КІЛЬКІСНИЙ АНАЛІЗ, ВАГИ ТА ЗВАЖУВАННЯ. ГРАВИМЕТРИЧНИЙ АНАЛІЗ.

ВИЗНАЧЕННЯ КРИСТАЛІЗАЦІЙНОЇ ВОДИ В БАРІЙ ХЛОРИДІ

Мета: систематизувати та поглибити знання методів кількісного хімічного аналізу, сформувані навички визначення вмісту кристалізаційної води, сформувані чітке уявлення про послідовність дій у гравіметричному методі, набути навички роботи з лабораторним обладнанням, приладами; оволодіти методикою кількісних експериментальних досліджень.

Теоретична частина.

1. Предмет і завдання кількісного аналізу.
2. Розрахунки в кількісному аналізі.
3. Класифікація похибок.
4. Прийоми виявлення систематичної похибки.
5. Правильність, відтворюваність і точність аналізу.
6. Оцінка правильності й відтворювальності. Нормальний розподіл. t-розподіл.
7. Порівняння двох середніх.
8. Визначення похибок за Q-критерієм.

Практична частина:

Практична частина.

Обладнання та реактиви: аналітичні терези, сушильна шафа, баня водяна, термометр лабораторний, фільтри паперові, набір пробірок скляних хімічних, піпетки, бюкси, градуйовані на 10 мл, склянки скляні лабораторні з носиком на 100 і 250 мл, лійки скляні, лакмусовий папір; необхідні реактиви.

Визначення кристалізаційної води в кристалогідраті барій хлориді $\text{BaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$.

В залежності від термодинамічних умов одна і та ж сіль може кристалізуватися з різним числом молекул води. При нагріванні кристалогідратів виділяється кристалізаційна вода. При цьому температура висушування для різних кристалогідратів може бути різною і залежить від міцності зв'язку, координації та положення молекул води в кристалічній решітці. Так, наприклад, при визначенні кристалізаційної води в кристалогідраті шавлевої кислоти $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ температура її висушування підтримується в межах 110-112°C, в кристалогідратів $\text{BaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ та $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ – 120-125 °C, а в мідному купоросі $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ – 140-150°C і т. д.

Вміст кристалізаційної води повинен відповідати хімічній формулі. Тому для визначення слід брати перекристалізовану хімічно чисту сіль.

Взяття наважки. Бюкс, в якому буде проводитись зважування, необхідно ретельно вимити, висушити в сушильній шафі і поставити в ексікатор на 20 хв. При висушуванні і охолодженні бюкс повинен бути відкритий, а при зважуванні закритий кришкою. Після цього зважте бюкс з кришкою на аналітичних терезах. Візьміть на технічних терезах грубу наважку барій хлориду $\text{BaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ близько 1,5 г і помістіть її в бюкс, закрийте його кришкою і зважте на аналітичних терезах.

Висушування. Перевернувши кришку бюкса на ребро, поставте його на полицю сушильної шафи. Під бюкс підкладіть листок паперу. Закрийте дверцята шафи і тримаєте в ньому бюкс близько двох годин при температурі 120-125 ° C. Після закінчення цього часу тигельні щипцями перемістіть бюкс разом з кришкою в ексікатор. Через 20 хв. закрийте бюкс кришкою і зважте на аналітичних терезах. Далі знову поставте бюкс із сіллю в сушильну шафу і протримаєте його там близько години, знову охолодіть в ексікаторі і зважте. Якщо друге зважування дало той самий результат, що і перше, чи

відрізняється від нього не більше ніж на 0,0002 г, то кристалізаційна вода видалена практично повністю. Якщо друге зважування відрізняється від першого більш ніж на 0,0002 г, то висушування необхідно продовжувати до отримання постійної маси. Цифрові дані всіх повторних зважувань необхідно записувати в лабораторний журнал.

Обчислення вмісту кристалізаційної води (у відсотках). Припустимо, що отримані наступні цифрові дані:

маса бюкса з речовиною – 13,9602 г

маса бюкса – 12,4234 г

наважка – 1,5368 г

Маса бюкса з речовиною після висушування:

1. 13,7352 г;

2. 13,7542 г;

3. 13,7340 г.

Кількість кристалізаційної води в наважці:

$13,9602 \text{ г} - 13,7340 \text{ г} = 0,2262 \text{ г}$

в 1,5368 г $\text{BaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ міститься 0,2262 г H_2O

а 100 г $\text{BaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ – x г H_2O ,

$x = 14,72$ (г), або 14,72%

Перевірка точності проведеного аналізу.

Знайдену величину кристалізаційної води порівняйте з теоретично обчисленими значенням вмісту в кристалогідраті $\text{BaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$. Виходячи з формули, складемо наступну пропорцію:

в 244,3 г $\text{BaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ міститься 36,03 г H_2O

в 100 г $\text{BaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ – 036,03 x г H_2O

$x = 14,75$ (г), або 14,75%

Абсолютна помилка аналізу складе: $14,72 - 14,75 = -0,03$ (%).

Відносна помилка буде дорівнювати:

$$\frac{-0,03 \times 100}{14,75} \approx -0,20(\%)$$

Різниця в 0,03 може бути викликана неминучими помилками зважування. Правильно проведеним аналіз вважається тоді, коли ця різниця не перевищує $\pm 0,05\%$.

Контрольні питання:

1. Класифікація похибок кількісного аналізу.
2. Правильність (систематична похибка) результатів кількісного аналізу.
3. Репродуктивність або відтворюваність (випадкова похибка) результатів кількісного аналізу.
4. Поняття про генеральну та вибірку сукупності. Репрезентативність вибірки.
5. Представити основні формули математичної обробки результатів аналізу.
6. Промахи в результатах кількісного вимірювання.
7. Вибірка в кількісному аналізі, основні характеристики вибірки.
8. Генеральна сукупність в кількісному аналізі. Основні характеристики генеральної сукупності.

Завдання для самостійної роботи

1. Яка масова частка хрому в сплаві, якщо в результаті обробки зразка сплаву масою 1,122 г одержали 0,2245 г хром(III) оксиду?
2. Обчисліть вміст (%) гігроскопічної вологи в кам'яній солі за результатами гравіметричного аналізу: маса пустого бюксу 25,1412 г, маса бюксу з наважкою 27,1812 г, маса бюксу з наважкою після висушування – 27,0415г.
3. Вміст кальцій оксиду в крейді з вологістю 8% за масою дорівнює 50,8%. Який вміст оксиду в абсолютно сухій крейді?

- source=gbs_ge_summary_r&cad=0#v=onepage&q&f=false)
2. Аналітична хімія. Якісний та кількісний аналіз : Навч. Посіб. / В. Малишев, А. Габ, Д. Шахнін . – В-во Університет "Україна", 2018. – 212 с.
 3. Аналітична хімія. Задачі та вправи / М. Більченко, Р. Пшеничний. – В-во Університетська книга, 2015. – 205 с.
 4. Сегеда А.С., Лабораторний практикум з аналітичної хімії. Якісний і кількісний аналіз: Навч. посіб. / А.С. Сегеда – К.: ЦУЛ, Фітосоціоцентр, 2004. – 280 с.
 5. Слюсарська Т.В. Аналітична хімія. Якісний аналіз. Навч. пос. – Х.: ХДПУ, 2004. – 184с.
 6. Аналітична хімія та аналіз харчової продукції / Р. Слободнюк, А. Горальчук. – В-во Кондор, 2018. – 336с.
 7. Аналітична хімія. Якісний аналіз : навч. посіб. / Г. Зайцева, Т. Рева, О. Чихало. – В-во Медицина, 2017. – 280 с.
 8. Сегеда А.С., Галаган Р.Л. Збірник задач і вправ з аналітичної хімії. Якісний аналіз. – К. : ЦУЛ, Фітосоціоцентр, 2002. – 429 с.

Лабораторна робота № 2 ГРАВІМЕТРИЧНИЙ АНАЛІЗ

ВИЗНАЧЕННЯ БАРІУ В КРИСТАЛОГІДРАТІ БАРІЙ ХЛОРИДУ

Мета: систематизувати та поглибити знання методів кількісного хімічного аналізу, сформувати навички визначення вмісту йонів методом осадження, сформувати чітке уявлення про послідовність дій у гравіметричному методів, набути навички роботи з лабораторним обладнанням, приладами; оволодіти методикою кількісних експериментальних досліджень.

Теоретична частина.

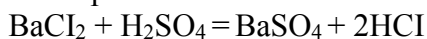
1. Суть гравіметричного методу аналізу.
2. Класифікація гравіметричних методів аналізу.
3. Метод осадження, його суть.
4. Метод відгонки, його суть.
5. Техніка гравіметричного аналізу.
6. Розрахунки в гравіметричних методах аналізу.
7. Посуд для гравіметричного аналізу.
8. Обчислення наважки досліджуваної речовини.

Практична частина:

Обладнання та реактиви: аналітичні терези, сушильна шафа, баня водяна, термометр лабораторний, фільтри паперові, набір пробірок скляних хімічних, піпетки, бюкси, градуйовані на 10 мл, склянки скляні лабораторні з носиком на 100 і 250 мл, лійки скляні, лакмусовий папір; необхідні реактиви.

Визначення барію в барій хлориді $BaCl_2 \cdot H_2O$.

Найбільш зручною сполукою для переведення барію з барій хлориду $BaCl_2 \cdot H_2O$ є барій сульфат $BaSO_4$. Ця сполука малорозчинна у воді (0,0025 г/л), нерозчинна у розбавлених кислотах, не змінює свого складу при прокалюванні на повітрі. Завдяки цим властивостям легко можна виокремити барій у вигляді барій сульфату $BaSO_4$, зібрати його, очистити від домішок і зважити в чистому вигляді. Отже, як осаджувана $BaSO_4$, так і вагова форми $BaSO_4$ відповідають усім вимогам, які до них ставляться. Реакція осадження протікає за рівнянням:

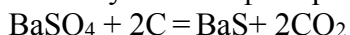


Враховуючи, що осаджувач повинен бути по можливості летючою речовиною, іони Ba^{2+} осаджують сульфатною кислотою, а не її солями. Слід мати на увазі, що осад барій сульфат $BaSO_4$, за своєю природою – речовина дрібнокристалічна. Тож необхідно взяти ряд заходів до перетворення його в крупнокристалічну форму: перед осадженням додається невелика кількість хлоридної кислоти. Підвищення концентрації іонів H^+ призводить до зростання розчинності осаду $BaSO_4$. Подібна дія іонів H^+ на кристалічні осади вигідна, так зменшується перенасичення розчину внаслідок підвищеної розчинності зародків кристалізації, тобто гальмується перша стадія процесу кристалізації, випадає осад у вигляді більш великих кристалів. Осадження проводиться з порівняно розбавлених гарячих розчинів. Додавати осаджувач необхідно повільно, спочатку по краплям, весь час перемішуючи розчин скляною паличкою.

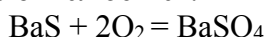
Взяття наважки. Спочатку слід взяти грубу наважку барій хлориду $\approx 0,5$ г. Перенести її в попередньо вимитий, висушений і зважений бюкс. Знову зважити на аналітичних терезах бюкс з сіллю. Відняти від маси бюкса з сіллю масу бюкса. При цьому ми отримуємо величину наважки барій хлориду. Кількісно перенесіть наважку в хімічний стакан па 200-300мл. Для цього пересипте сіль в склянку, а решту змийте дистильованою водою з промивалки декілька разів. Додайте в склянку стільки дистильованої води, щоб загальний об'єм розчину в ньому не перевищував 80-100 мл. До отриманого розчину барій хлориду додайте 3-5 мл 2 н, розчину хлоридної кислоти. У другому хімічному стакані приготуйте розчин сульфатної кислоти (осаджувача). Для цього візьміть обчислену кількість наявного в лабораторії розчину сульфатної кислоти та розбавте його 30 мл дистильованої води. Обидві склянки з розчинами нагрійте майже до кипіння (кипіння не допускати!) та починайте дуже повільно по краплях доливати до гарячого розчину барій хлориду гарячий розчин сульфатної кислоти, весь час перемішуючи суміш скляною паличкою (паличку виймати і з склянки не можна, так як можна втратити частину осаду). Після того, як 2/3 об'єму осаджувача витрачено на осадження, швидкість доливання сульфатної кислоти можна потроху зменшити. Коли весь розчин осаджувача буде прилитий, стакан з осадом закривають папером, не виймаючи з нього скляної палички, і залишають в такому вигляді до наступного заняття.

Не збовтуючи рідину у стакані, перевірте повноту осадження іонів Ba^{2+} . Для цього до відстояної прозорої рідини по стінці стакана прилийте кілька крапель сульфатної кислоти і спостерігайте, чи не з'явиться помутніння. Паралельно з цією роботою прожарте порожній тигель до постійної маси. **Фільтрування і промивання осаду.** Для відділення осаду від розчину використовують беззольні фільтри з синьою стрічкою. Ці фільтри після спалювання залишають лише 0,00003-0,00007 г золи, що виходить за межі чутливості аналітичних терезів. Якщо ж маса золи більше 0,0001 г (вказано на пакеті), то з отриманої маси осаду необхідно відняти масу золи фільтра. Воронку беруть з кутом 60° тоді складений вчетверо і розгорнутий у воронці фільтр буде щільно прилягати до її стінки. Воронка має бути чиста і суха. Беззольний фільтр складають вчетверо, вставляють у воронку, розправляють. Фільтр не повинен виходити за краї воронки. Щільно притиснутий до стінки воронки фільтр змочують водою. Потім поміщають воронку з фільтром в кільце штатива і, підставивши під воронку чистий стакан, декантують по скляній паличці рідину на фільтр, намагаючись не збовтувати розчин. Усі операції проводять ретельно. Коли рідина над осадом буде відділена, приступають до промивання осаду. Для цього осад у склянці промивають декантацією 2-3 рази невеликими порціями (15-20 мл) промивної рідини. Для осаду барій сульфату $BaSO_4$ промивною рідиною служить дистильована вода, підкислена сульфатною кислотою (2-4 мл 2 н. сульфатної кислоти на 100 мл води). Потім новими невеликими порціями промивної рідини дуже обережно кількісно переносять осад на фільтр, використовуючи скляну паличку з гумовим наконечником. Коли весь осад буде перенесений на фільтр, його знову промивають на фільтрі 1-процентним розчином амоній нітратом (3 мл 33%розчину амоній нітрату на 100 мл води) до негативної реакції на іони Cl^- в промивних водах.

Висушування та прожарювання осаду. Воронку разом з осадом накривають аркушем паперу і вміщують в сушильну шафу для висушування. Не потрібно намагатися абсолютно висушувати, так як сухий фільтр буде ламатися. Підсушений осад разом з фільтром переносять у прожарений до постійної маси тигель, ставлять його в фарфоровий трикутник на невеликому полум'ї пальника обвуглюють фільтр. Після припинення виділення диму тигель за допомогою тигельних щипців переносять до тигельної печі, де і відбувається прожарювання осаду при температурі 600-800°C протягом 40-45 хв. Після закінчення прожарювання тигель за допомогою тигельних щипців ставлять в ексікатор, і по охолодженні тигля з осадом зважують. Прожарювання осаду і його зважування неодноразово повторюють, поки розбіжність між останнім і попереднім зважуванням не буде перевищувати 0,0001 г. При прокалюванні барій сульфат може частково відновитися вугіллям обвугленого фільтра:



але це не завадить аналізу, так як при подальшому прожарюванні на повітрі барій сульфід легко окислюється:



Обчислення результатів аналізу. Припустимо, що при проведенні аналізу отримані наступні цифрові дані:

Маса тигля з прожареним осадом

1. 14,6886г

2. 14,6879г

3. 14,6877г

Маса прожареного тигля без осаду – 14,2212 г

Маса осаду – 0,4665 г

Визначаємо кількість барію:

в 233,4 г BaSO_4 міститься 137,3 г Ва

0,4665 г BaSO_4 – x г Ва

X = 0,2745 г

Знайдена кількість барію міститься в 0,4888 г взятої наважки барій хлориду. Знаходимо вміст барію:

в 0,4888 г $\text{BaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ міститься 0,2745 г Ва

в 100 г $\text{BaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ – x г Ва

x = 56,14 (г), або 56,14%

Перевірка точності визначення. Щоб судити про точність проведення аналізу, необхідно зіставити знайдений вміст барію з теоретичним, виходячи з формули $\text{BaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$:

в 244,3 г $\text{BaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ міститься 137,3 г Ва

в 100 г $\text{BaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ – x г Ва

Знаходимо абсолютну помилку: 56,14 - 56,20 = - 0,06 (%) Відносна помилка аналізу складе:

$$\frac{-0,06 \times 100}{56,14} \approx -0,10(\%)$$

Приклади розв'язування задач .

1. **Наважку сухого визначуваної речовини a_A** за умови, що вона х.ч. (хімічно чиста), для одиничного визначення розраховують за формулою (у г)

$$a_A = 0,5 \cdot F;$$

$$a_A = 0,1 \cdot F,$$

де 0,5 – очікувана маса гравіметричної форми у випадку кристалічних, а 0,1 – аморфних осадів; F – **аналітичний (гравіметричний) фактор або множник** є відношенням добутоків молярних мас визначуваної речовини і її гравіметричної форми на стехіометричні коефіцієнти:

$$F = \frac{k_1 \cdot M_{\text{дещі}}}{k_1 \cdot M_{\text{адаа}}}, \quad (1)$$

Значення F або обчислюють, або беруть із довідкових таблиць. Якщо аналізована речовина крім визначуваної містить ще які-небудь інші, то **наважку аналізованої речовини** розраховують за формулою:

$$a_A = \frac{0,5 \cdot F \cdot 100}{\omega} \quad (\text{для кристалічних осадів}),$$

та

$$a_A = \frac{0,1 \cdot F \cdot 100}{\omega} \quad (\text{для аморфних осадів}), \quad (2)$$

де C – приблизний вміст визначуваної речовини в аналізованій, %.

Якщо аналізована речовина – рідина, тоді розрахунок її необхідного об'єму (у см^3) проводять за формулою

$$V_A = \frac{0,5 \cdot F \cdot 100}{\rho \cdot \omega} \quad (\text{для кристалічних осадів}),$$

та

$$V_A = \frac{0,1 \cdot F \cdot 100}{\rho \cdot \omega} \quad (\text{для аморфних осадів}), \quad (3)$$

де ρ – густина; C – приблизний вміст визначуваної речовини в аналізованому, %.

Наважку сухого осаджувача a_B розраховують (у г) за формулою:

$$a_B = \frac{1,5 \cdot a_A \cdot k_1 \cdot M_B}{k_2 \cdot M_{\text{дещі}}}, \quad (4)$$

де 1,5 – коефіцієнт, що визначає надлишок осаджувача.

Якщо осаджувач – рідина, тоді об'єм її (у см^3) розраховують за формулою:

$$V_B = \frac{a_B \cdot 100}{\rho \cdot \omega}, \quad (5)$$

де ω – концентрація осаджувача, %.

Розрахунок концентрації домішок, числа промивань і затрачуваній об'єм промивної рідини (V_0) проводять за формулами:

$$C_n = \left(\frac{V_y}{V_y + V_n} \right)^n \cdot C_0, \quad (6)$$

$$n = \frac{\lg \left(\frac{C_0}{C_n} \right)}{\lg \left(\frac{V_y + V_n}{V_y} \right)}; \quad V_0 = n \cdot V_n, \quad (7)$$

де C_0 , C_n – концентрація домішок до й після промивання; V_y – об'єм рідини, що втримується осадом; V_n – об'єм однієї порції промивної рідини; n – число промивань.

Вміст визначуваної речовини (у г чи %) розраховують за формулами:

$$q_{\text{визн}} = m_{\text{зрав}} \cdot F, \quad (8)$$

$$q_{\text{визн}} = \frac{m_{\text{зрав}} \cdot F \cdot 100}{a_A}; \quad q_{\text{визн}} = \frac{m_{\text{зрав}} \cdot F \cdot 100}{V_A}. \quad (9)$$

Література для підготовки

1. Болотов, О.М. Свечнікова, М.Ю. Голік та ін.; за ред. Проф. В.В. Болотова. – Вінниця : Нова Книга, 2011. – 424с.
2. (Режим доступу:
https://books.google.com.ua/books?id=OD7zCQAAQBAJ&printsec=frontcover&hl=ru&source=gbs_ge_summary_r&cad=0#v=onepage&q&f=false)
3. Аналітична хімія. Якісний та кількісний аналіз : Навч. Посіб. / В. Малишев, А. Габ, Д. Шахнін . – В-во Університет "Україна", 2018. – 212 с.
4. Аналітична хімія. Задачі та вправи / М. Більченко, Р. Пшеничний. – В-во Університетська книга, 2015. – 205 с.
5. Сегеда А.С., Лабораторний практикум з аналітичної хімії. Якісний і кількісний аналіз: Навч. посіб. / А.С. Сегеда – К.: ЦУЛ, Фітосоціоцентр, 2004. – 280 с.
6. Слюсарська Т.В. Аналітична хімія. Якісний аналіз. Навч. пос. – Х.: ХДПУ, 2004. – 184с.
7. Аналітична хімія та аналіз харчової продукції / Р. Слободнюк, А. Горальчук. – В-во Кондор, 2018. – 336с.
8. Аналітична хімія. Якісний аналіз : навч. посіб. / Г. Зайцева, Т. Рева, О. Чихало. – В-во Медицина, 2017. – 280 с.
9. Сегеда А.С., Галаган Р.Л. Збірник задач і вправ з аналітичної хімії. Якісний аналіз. – К. : ЦУЛ, Фітосоціоцентр, 2002. – 429 с.

Лабораторне заняття № 3,4,5,6

ЗАГАЛЬНА ХАРАКТЕРИСТИКА ТИТРИМЕТРИЧНОГО АНАЛІЗУ МЕТОДИ НЕЙТРАЛІЗАЦІЇ АБО КИСЛОТНО-ОСНОВНОГО ТИТРУВАННЯ

Мета: систематизувати та поглибити знання методів кількісного хімічного аналізу, сформувати навички визначення вмісту йонів методом кислотно-основного титрування, сформувати чітке уявлення про послідовність дій у титриметричному аналізі, набути навички роботи з лабораторним обладнанням, приладами; оволодіти методикою кількісних експериментальних досліджень.

Теоретична частина.

1. Методи кислотно-основного титрування.
 - 1.1. Ацидіметрія.
 - 1.2. Алкаліметрія.
2. Стандартні (титровані) розчини.

- 2.1. Первинні стандартні розчини.
- 2.2. Вторинні стандартні розчини.
3. Стандартизація розчинів кислот та лугів.
 - 3.1. За стандартними речовинами.
 - 3.2. За стандартними розчинами лугів чи кислот.
 - 3.3. За розчинами з фіксаналів.
4. Способи визначення точної концентрації вторинних стандартних розчинів:
 - 3.1. Спосіб окремих наважок.
 - 3.2. Спосіб піпетування.

Практична частина.

Обладнання та реактиви: аналітичні терези, сушильна шафа, баня водяна, термометр лабораторний, фільтри паперові, набір пробірок скляних хімічних, піпетки, бюкси, градуйовані на 10 мл, склянки скляні лабораторні з носиком на 100 і 250 мл, лійки скляні, лакмусовий папір; бюретка, конічні колби, лійки, необхідні реактиви.

Приготування титрованих розчинів кислот та лугів

а) Приготування 0,1 н. розчину хлоридної кислоти HCl з концентрованої кислоти ($\rho = 1,19$).

Для приготування 0,1 н. розчину хлоридної кислоти беруть зазвичай концентровану кислоту. Оскільки концентрована кислота ($\rho = 1,19 \text{ г / см}^3$) «димить», то краще для приготування розчину брати кислоту меншої концентрації, 20%(1: 2). Визначають її густину ареометром, потім дізнаються процентну концентрацію і розраховують, скільки цієї кислоти слід взяти, щоб отримати 500 мл 0,1 н. розчину хлоридної кислоти HCl. Обчислюють грам-еквівалент HCl.

Для приготування 1 л 0,1 н. розчину HCl потрібно взяти $36,46 : 10 = 3,46 \text{ г HCl}$, а для приготування 0,5 л – половину: $3,46 : 2 = 1,823 \text{ г HCl}$.

Складають співвідношення:

100 г концентрованого розчину містять 38 г HCl

x г – 1,823 г HCl

x = 4,8 г, тобто $4,8 / 1,19 = 4,0 \text{ мл}$

Потім відміряють 4 мл кислоти, переносять у мірну колбу на 500 мл і доводять об'єм розчину до мітки, закривши колбу пробкою, перемішують. Отримавши приблизно 0,1 н розчин хлоридної кислоти, встановлюють титр і нормальну концентрацію його по розчину натрій тетраборату або натрій карбонату.

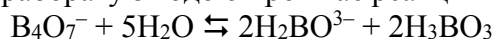
б) Приготування 0,1 н. розчину натрій тетраборату (бури).

Для визначення титру розчину хлоридної кислоти беруть кристалогідрат натрій тетраборату. Ця сіль задовольняє майже всім вимогам, що висуваються до вихідних речовин, але вона відносно мало розчиняється у холодній воді (2: 100). З метою встановлення титру хлоридної кислоти використовують перекристалізований продукт.

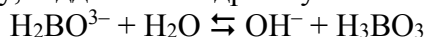
Перекристалізацію натрій тетраборату рекомендується проводити таким способом: готують насичений розчин солі при 50-60°C, відфільтровують через лійку з підігрівом.

Відфільтрованому розчину дають охолонути до 30°C, а потім переносять у крижану воду і ретельно перемішують скляною паличкою протягом 20-30хв. Утворені дрібні кристали швидко відсмоктують на воронці Бюхнера, промивають невеликими порціями крижаної дистильованої води (2-4°C) і висушують при кімнатній температурі до тих пір, поки кристалики не будуть прилипати до скляної палички. Якщо препарат забруднений перекристалізацію повторюють.

При взаємодії натрій тетраборату з водою протікає реакція гідролізу:



H_2BO_3^- – іони, в свою чергу, піддаються гідролізу:



OH^- іони відтитровують кислотою, і гідроліз йде до кінця.

Сумарно реакцію титрування можна виразити рівнянням:



$$E(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}) = \frac{M}{2} = \frac{381,37}{2} = 190,63$$

$$m(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}) = \frac{E \cdot n \cdot V}{1000} = \frac{190,63 \cdot 0,1 \cdot 250}{1000} = 4,77 \text{ г}$$

Наважку 4,77 г беруть на технічних терезах з точністю до 0,02 г, переносять у бюкс з кришкою, зважують на аналітичних вагах, кількісно переносять через суху широкогорлу воронку в чисту мірну колбу на 250 мл. Воронку обполіскують дистильованою водою, а бюкс з кристалами натрій тетраборату зважують і знову і визначають по різниці точну масу.

Обчислюють масу наважки:

маса бюкса з $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ – 25,3642 г

маса без $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ – 20,5932 г

маса $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ – 4,7710 г.

Для розчинення натрій тетраборату наливають в колбу приблизно 1/2 об'єму дистильованої води, нагрівають на водяній бані, перемішуючи вміст колби обертальним рухом до повного розчинення солі. Після розчинення колбу з натрій тетраборатом охолоджують до кімнатної температури і доводять до мітки дистильованою водою спочатку невеликими порціями, а потім по краплях, застосовуючи капілярну піпетку. Закривши колбу пробкою, ретельно перемішують.

Розрахунок титру та нормальної концентрації розчину натрій тетраборату роблять за формулами:

$$T(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}) = \frac{m}{V} = \frac{4,7710}{250} = 0,01908 \text{ г/мл}$$

$$N(\text{солі}) = \frac{T \cdot 1000}{E} = \frac{0,01908 \cdot 1000}{190,63} = 0,1004 \text{ г-екв/л}$$

Як відомо, нормальну концентрацію хлоридної кислоти можна визначити методом піпетування і методом окремих наважок.

в) *Визначення титру розчину хлоридної кислоти по тетраборату методом піпетування.*

Беруть чисту піпетку на 25 мл, ополіскують її розчином натрій тетраборату (з мірної колби). Наповнюють піпетку розчином до мітки і переносять для титрування в колбу на 250 мл, додають 2-3 краплі індикатора метилового оранжевого. Бюретку перед титруванням промивають 2 рази невеликою кількістю хлоридної кислоти і потім наповнюють її, доводячи меніск до нульової риски. Перевіривши, чи немає в капілярній трубці («носику») пухирців повітря, починають титрувати до появи оранжевого забарвлення. Титрування повторюють 3-4 рази і з отриманих результатів беруть найбільш співпадаючі, обчислюють середню величину, наприклад:

1 титрування – 24,92 мл НС1,

2 титрування – 24,76 мл НС1,

3 титрування – 24,80 мл НС1,

4 титрування – 24,78 мл НС1.

$$V_{\text{сер}} = \frac{24,76 + 24,80 + 24,78}{3} = 24,78 \text{ мл}$$

Після титрування проводять обчислення нормальної концентрації розчину хлоридної кислоти:

$N \text{ солі} * V \text{ солі} = N \text{ кислоти} * V \text{ кислоти}$

Розраховують нормальну концентрацію хлоридної кислоти:

$$n \text{ (кислоти)} = \frac{N \text{ солі} V \text{ солі}}{V \text{ кислоти}} = \frac{0,1004 * 25,0}{24,78} = 0,1013 \text{ г-екв/л}$$

г) Приготування титрованого розчину натрій гідроксиду.

Реактиви натрій і калій гідроксидів нерідко містять домішки натрій карбонату чи калій карбонату, тому для точних робіт розчин лугу повинен бути хімічно чистим. Для приготування розчину натрій або калій гідроксиду (без домішок карбон(IV) оксиду) можна застосовувати різні способи:

1) Отримання розчину КОН і NaOH розчиненням металічного калію або натрію у воді, що не містить карбон(IV) оксиду CO₂).

2) Видалення, з виготовленого розчину гідроксиду КОН або NaOH карбонатів додаванням розчину барій хлориду або стронцій хлориду.

3) Видалення карбонатів кип'ятінням концентрованого розчину (50%) натрій гідроксиду. (Цей спосіб недоцільно застосовувати для приготування калій гідроксиду).

При застосуванні третього способу беруть 100 г натрій гідроксиду, поміщають в колбу з термостійкого скла або в фарфорову чашку і розчиняють у 100 мл дистильованої води. Додавання води треба проводити обережно, невеликими порціями, при постійному помішуванні. При розчиненні натрій гідроксиду натрій карбонат залишається у вигляді суспензії, яка при стоянні опускається на дно. Отриманий розчин нагрівають і кип'ятять протягом 2-3 год, охолоджують і зливають в іншу колбу, намагаючись не скаламутити осад, або фільтрують через скляний фільтр. Концентрований розчин натрій гідроксиду зберігають у склянках, закритих гумовими пробками. Склянки для зберігання концентрованих лугів рекомендується покривати зсередини шаром парафіну.

Отримавши 50% розчин натрій гідроксиду, готують приблизно 1 н. розчин натрій гідроксиду.

Наприклад. Скільки 50-процентного розчину слід взяти, щоб приготувати 5 л 1 н. розчину натрій гідроксиду?

1. Визначають ареометром густину 50% розчину натрій гідроксиду визначають $\rho = 1,50 \text{ г/см}^3$ при 20°C.

По таблиці знаходять вміст NaOH 47,33%

2. Знаходять об'єм 50% розчину NaOH, необхідний для приготування 5 л 1 н. розчину:

1000 мл розчину містить 40 г (1 г-екв) NaOH

5000 мл – x г NaOH

$x = 5000 * 4 / 1000 = 200 \text{ г.}$

100г розчину містить 47,33 г NaOH

y г – 200 г NaOH

$y = 422,5 \text{ г}$

$V_{\text{NaOH}} = m / \rho = 422,5 / 1.5 \approx 282 \text{ мл}$

Відмірявши мірним циліндром 282 мл розчину NaOH, доводять об'єм його до 5000 мл дистильованою водою, що не містить карбон(IV) оксиду, і перемішують.

Приготований приблизно 1 н. розчин NaOH переливають в чисту суху склянку, захищають від поглинання карбон(IV) оксиду з повітря хлоркальцієвою трубкою, наповненої свіжовиготовленим натронним вапном, і приєднують бюретку. Після збирання приладу приступають до встановлення титру та концентрації розчину натрій гідроксиду по розчину хлоридної кислоти методом піпетування або по щавлевій кислоті методом окремих наважок.

При визначенні титру розчину натрій гідроксиду за хлоридною кислотою беруть мірну колбу на 250 мл і відміряють з бюретки точно 25 мл розчину лугу. Доводять дистильованою водою до мітки, закривають пробкою і перемішують. Потім піпеткою на 25 мл беруть розчин лугу з мірної колби і переносять в колбу для титрування, додають 2-3 краплі метилового оранжевого та титрують хлоридною кислотою від жовтого до оранжевого фарбування. Титрування повторюють 3-4 рази і розраховують, взявши середню величину з трьох найбільш близьких за значенням кількостей кислоти.

Розрахунок.

1 – титрування - 24,68 мл HCl,

2 – титрування - 24,42 мл HCl,

3 – титрування - 24,38 мл HCl,

4 – титрування - 24,40 мл HCl.

$$V_{\text{сер}} = \frac{24,42 + 24,38 + 24,40}{3} = 24,40 \text{ мл}$$

Знаючи, що $n_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}} = n_{\text{HCl}} \cdot V_{\text{HCl}}$

$$n(\text{NaOH}) = \frac{n(\text{HCl})V(\text{HCl})}{V(\text{NaOH})} = \frac{0,1013 \cdot 24,40}{25,0} = 0,09888 \text{ г-екв/л}$$

Контрольна задача 1. Визначення вмісту натрій гідроксиду в розчині невідомої концентрації (способом піпетування).

У мірну колбу на 250 мл наливають деяку кількість розчину (≈ 1 н. розчину натрій гідроксиду), доливають водою до мітки, перемішують. Беруть піпеткою 25 мл розчину лугу з мірної колби та переносять в колбу для титрування. Додають 2-3 краплі розчину індикатору метилового оранжевого та наповнюють бюретку розчином хлоридної кислоти, нормальну концентрацію якої визначали в попередній роботі, проводять титрування. Припустимо, що при титруванні 25 мл розчину лугу витрачено хлоридної кислоти ($n = 0,1013$ г-екв / л):

1 – титрування – 24,88 мл,

2 – титрування – 24,72 мл,

3 – титрування – 24,76 мл,

4 – титрування – 24,74 мл.

$$V_{\text{сер}} = \frac{24,72 + 24,76 + 24,74}{3} = 24,74 \text{ мл}$$

Розраховують кількість натрій гідроксиду, що міститься мірній колбі:

$$T(\text{HCl} / \text{NaOH}) = \frac{n(\text{HCl}) E(\text{NaOH})}{1000} = 0,004052 \text{ г/мл}$$

Обчислення можна вести й іншим способом:

Знаючи, що $n_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}} = n_{\text{HCl}} \cdot V_{\text{HCl}}$

$$n(\text{NaOH}) = \frac{n(\text{HCl})V(\text{HCl})}{V(\text{NaOH})}$$

$$T(\text{NaOH}) = \frac{n(\text{NaOH}) E(\text{NaOH})}{1000}$$

$$m(\text{NaOH}) = T(\text{NaOH}) V(\text{колби}) = \frac{n(\text{HCl}) V(\text{HCl}) E(\text{NaOH}) V(\text{колби})}{V(\text{NaOH}) 1000}$$

Контрольні питання:

1. Які фактори визначають вибір індикатора при кислотно-основному титруванні?
2. Криві кислотно-основного титрування.
3. Які стандартні розчини застосовуються при кислотно-основному титруванні?
4. Кислотно-основні індикатори. Основні положення іонної, хромофорної та іонно-хромофорної теорій індикаторів.
5. Показник титрування та інтервал переходу індикатора. Зв'язок між ними.
6. Правило вибору індикатора за продуктами реакції та за кривими титрування

Завдання для самостійної роботи:

1. Обчисліть молярну концентрацію, молярну концентрацію еквівалента, (за умов повної нейтралізації) і молярність розчину сульфатної кислоти, де $W(\text{H}_2\text{SO}_4) = 20\%$ і $\rho = 1,14$ г/мл.

Відповідь: $C(\text{H}_2\text{SO}_4) = 2,33$ моль/л, $C_n(\text{H}_2\text{SO}_4) = 4,6$ моль/л, $C_m(\text{H}_2\text{SO}_4) = 2,55$ моль/л

2. Який об'єм розчину сульфатної кислоти з масовою часткою 30% ($\rho = 1219$ кг/м³) можна приготувати з 12 кг розчину сульфатної кислоти з масовою часткою 60% (2 способи). *Відповідь:* 19,7 л.

3. Який об'єм хлоридної кислоти з масовою часткою HCl 38% ($\rho = 1,19$ г / мл) потрібно взяти для приготування 1 л 2н розчину? Визначте титр розчину. *Відповідь:* 161,5 мл; $7,3 \cdot 10^{-2}$ г / мл

4. Для визначення вмісту барій гідроксиду розчин перенесли в мірну колбу місткістю 100 см³ і довели дистильованою водою до мітки. На титрування 5 см³ отриманого розчину було витрачено 14,33 см³ розчину HCl з молярною концентрацією 0,105 моль/л. Обчисліть масу барій гідроксиду розчині. *Відповідь:* 2,574 м.

5. Скільки грамів H_3PO_4 міститься в розчині, якщо на титрування його з фенолфталеїном витрачено 25,50 мл 0,2000 н розчину NaOH? *Відповідь:* 0,166м.

6. Для визначення загальної кислотності шлункового соку 5 мл соку відтитрували розчином NaOH з концентрацією 0,095 моль / л в присутності фенолфталеїну. На титрування витрачено 2,8 мл розчину лугу. Розрахуйте кислотність, ммоль / л.

Відповідь: 53,2 ммоль / л.

8. При титруванні 25,00 мл розчину, що містить суміш Na_2CO_3 і NaHCO_3 з фенолфталеїном витрачено 9,46 мл, а з метиловим оранжевим 24,86 мл 0,1200н. розчину H_2SO_4 . Скільки грамів Na_2CO_3 і NaHCO_3 міститься в 250 мл розчину?

Відповідь: 1,203 г Na_2CO_3 , 0,5989 г NaHCO_3

9. Яку масу дигідрату щавлевої кислоти $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ потрібно взяти, щоб на її титрування витрачалось 20 мл 0,1 М розчину NaOH?

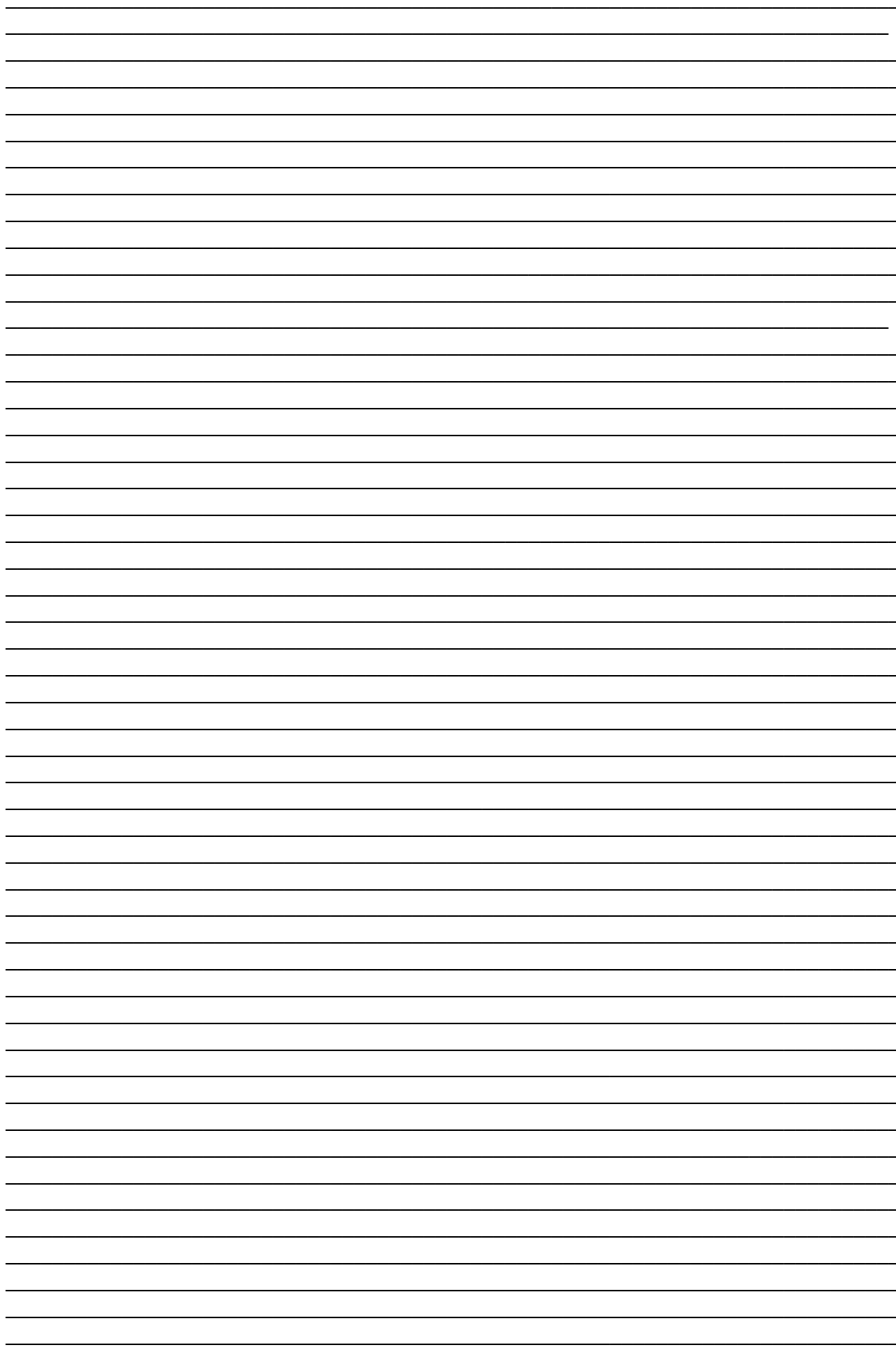
Відповідь: 0,1260 г

10. 9,7770 г концентрованого розчину HNO_3 розбавили водою до 1 л в мірній колбі. На титрування 25,00 мл отриманого розчину витрачено 3,40 мл 0,1040 М розчину NaOH. Визначте масову частку нітратної кислоти в її концентрованому розчині.

Відповідь: 62,73 г3.

1. На титрування 20,00 мл розчину HCl з титром, рівним 0,001825 г / мл, витрачено 23,04 мл розчину NaOH. Обчисліть молярну концентрацію еквівалента і титр розчину NaOH.

Відповідь: 0,04 моль/л; 0,001600 г/мл



2. (Режим доступу: https://books.google.com.ua/books?id=OD7zCQAAQBAJ&printsec=frontcover&hl=ru&source=gbs_ge_summary_r&cad=0#v=onepage&q&f=false)
3. Аналітична хімія. Якісний та кількісний аналіз : Навч. Посіб. / В. Малишев, А. Габ, Д. Шахнін . – В-во Університет "Україна", 2018. – 212 с.
4. Аналітична хімія. Задачі та вправи / М. Більченко, Р. Пшеничний. – В-во Університетська книга, 2015. – 205 с.
5. Сегеда А.С., Лабораторний практикум з аналітичної хімії. Якісний і кількісний аналіз: Навч. посіб. / А.С. Сегеда – К.: ЦУЛ, Фітосоціоцентр, 2004. – 280 с.
6. Слюсарська Т.В. Аналітична хімія. Якісний аналіз. Навч. пос. – Х.: ХДПУ, 2004. – 184с.
7. Аналітична хімія та аналіз харчової продукції / Р. Слободнюк, А. Горальчук. – В-во Кондор, 2018. – 336с.
8. Аналітична хімія. Якісний аналіз : навч. посіб. / Г. Зайцева, Т. Рева, О. Чихало. – В-во Медицина, 2017. – 280 с.
9. Сегеда А.С., Галаган Р.Л. Збірник задач і вправ з аналітичної хімії. Якісний аналіз. – К. : ЦУЛ, Фітосоціоцентр, 2002. – 429 с.

Лабораторне заняття № 7. ВИЗНАЧЕННЯ НАТРІЙ ГІДРОКСИДУ ТА НАТРІЙ КАРБОНАТУ ЗА УМОВ СПІЛЬНОЇ ЇХ ПРИСУТНОСТІ.

Мета: систематизувати та поглибити знання методів кількісного хімічного аналізу, сформувати навички визначення вмісту йонів методом кислотно-основного титрування, сформувати чітке уявлення про послідовність дій у титриметричному аналізі, набути навички роботи з лабораторним обладнанням, приладами; оволодіти методикою кількісних експериментальних досліджень.

Теоретична частина.

1. Методи кислотно-основного титрування.
2. Стандартні (титровані) розчини.
3. Стандартизація розчинів кислот та лугів.
4. Способи визначення точної концентрації вторинних стандартних розчинів:

Практична частина.

Обладнання та реактиви: аналітичні терези, сушильна шафа, баня водяна, термометр лабораторний, фільтри паперові, набір пробірок скляних хімічних, піпетки, бюкси, градуйовані на 10 мл, склянки скляні лабораторні з носиком на 100 і 250 мл, лійки скляні, лакмусовий папір; бюретка, конічні колби, лійки, необхідні реактиви.

Контрольна задача. Визначення натрій гідроксиду та натрій карбонату за умов спільної їх присутності.

Натрій і калій гідроксиди з повітря поглинають карбон(IV) оксид і перетворюються в карбонати.

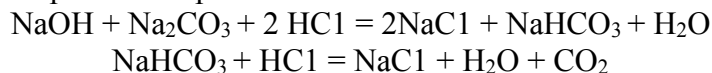
Тому як тверда речовина, так і розчини цих реагентів часто мають домішку карбонатів. У лабораторній практиці нерідко доводиться визначати натрій карбонат в присутності натрій гідроксиду.

Для цього можна застосовувати два способи:

Перший – фіксуванням (на кривій титрування Na_2CO_3) двох точок еквівалентності (спосіб Уордера);

другий – титруванням розчину NaOH, осадивши спочатку карбонат-іон за допомогою іона барію (спосіб Вінклера).

За першим способом титрування суміші натрій карбонату і натрій гідроксиду хлоридною кислотою виражається рівняннями:



Перша фаза закінчується при $\text{pH}=8,3$ в області переходу забарвлення індикатора фенолфталеїну, а друга при $\text{pH}=3,85$ в інтервалі зміни забарвлення метилового оранжевого. Отже, в першій точці еквівалентності відтитровують з фенолфталеїном весь NaOH та половину Na_2CO_3 , а в другій – іншу половину натрій карбонату дотитровують з метиловим оранжевим.

Хід роботи:

Наважку суміші, наприклад 1,0562 г, вміщують в мірну колбу на 250 мл, розчиняють і додають дистильовану воду (що не містить карбон(IV) оксид) до мітки та перемішують. Потім беруть піпеткою 25 мл даного розчину і переносять у конічну колбу на 250 мл, додають 8-10 крапель 0,1% розчину фенолфталеїну і титрують розчином хлоридної кислоти від червоного до майже безбарвного забарвлення. Витрачену кількість хлоридної кислоти відміряють по бюретці і записують. Потім додають у цю ж колбу з розчином 2-3 краплі метилового оранжевого, отримують жовте забарвлення розчину і титрують його з тієї ж бюретки хлоридної кислоти до появи оранжевого забарвлення. Знову роблять відлік по бюретці.

Титрування повторюють 3-4 рази і, як завжди, із трьох близьких результатів титрування беруть середню величину.

Розрахунок:

а) Титрування з фенолфталеїном:

- 1 – титрування – 23,28 мл HCl,
- 2 – титрування – 23,22 мл HCl,
- 3 – титрування – 23,20 мл HCl,
- 4 – титрування – 23,21 мл HCl,

$$V_{\text{сер}} = 23,21 \text{ мл}$$

а) Титрування з метиловим оранжевим:

- 1 – титрування – 24,98 мл,
- 2 – титрування – 24,82 мл,
- 3 – титрування – 24,80 мл,
- 4 – титрування – 24,78 мл,

$$V_{\text{сер}} = 24,80 \text{ мл}$$

Отже, на титрування натрій гідроксиду та половини натрій карбонату витратили 23,21 мл хлоридної кислоти, а на весь натрій гідроксид і натрій карбонат – 24,80 мл:

- на половину Na_2CO_3 – $(24,80 - 23,21)$ 1,59 мл,
- на всю кількість Na_2CO_3 – $(1,59 \cdot 2)$ 3,18 мл,
- на титрування NaOH – 24,80 мл - 3,18 мл = 21,62 мл HCl.

Розрахунок можна вести двома способами: через титр по речовині, що визначається або через нормальну концентрацію:

Перший спосіб:

$$T(\text{HCl}/\text{NaOH}) = \frac{H(\text{HCl})E(\text{NaOH})}{1000}$$

$$m(\text{NaOH}) = N\left(\frac{\text{HCl}}{\text{NaOH}}\right)V'(\text{HCl})\frac{250}{25}, \text{ де } V' = 21,62 \text{ мл}$$

$$T(\text{HCl}/\text{Na}_2\text{CO}_3) = \frac{H(\text{HCl})E(\text{Na}_2\text{CO}_3)}{1000}$$

$$m(\text{Na}_2\text{CO}_3) = T(\text{HCl}/\text{Na}_2\text{CO}_3)V''(\text{HCl})\frac{250}{25}, \text{ де } V'' = 3,18 \text{ мл}$$

$$m(\text{NaOH}) = \frac{0,1022 * 40,00 * 21,62 * 250}{1000 * 25} = 0,8839 \text{ г}$$

$$m(\text{Na}_2\text{CO}_3) = \frac{0,1022 * 53,00 * 3,18 * 250}{1000 * 25} = 0,1723 \text{ г}$$

2.

$$n(\text{NaOH}) = \frac{N(\text{HCl})V(\text{HCl})}{V(\text{NaOH})}$$

$$n(\text{NaOH}) = \frac{0,1022 * 21,62}{25,00} = 0,8838 \text{ г - екв/л}$$

Обчислюємо масу натрій гідроксиду, що знаходиться в 250 мл розчину:

$$m = \frac{0,01299 * 53,00 * 250}{1000} = 0,1721 \text{ г}$$

1,0562 – 100%

0,08838 – x%

x = 83,66%

NaOH – 83,66%

y = 16,34%

Na₂CO₃ – 16,34%

Необхідно відзначити, що відношення першої константи дисоціації до другої $K_1 \setminus K_2$ и для вугільної кислоти менше 10^4 . Отже, стрибок рН близько точки еквівалентності малий, а тому помилка титрування може сягати приблизно $1,0^{-2,0\%}$. Для підвищення точності аналізу рекомендується:

а) титрування з фенолфталеїном вести обережно, особливо до кінця, щоб зменшити можливість утворення вугільної кислоти;

б) зменшити поглинання карбон(IV)оксиду з повітря розчином, що аналізуємо, для чого не слід давати стояти розчину у відкритій колбі до титрування, обережно перемішувати його в процесі титрування.

Застосування способу Уордера доцільно тільки при порівняно малому вмісті натрій карбонату. Співвідношення кількості натрій карбонату і натрій гідроксиду може бути не більше ніж 1: 3.

Контрольні питання:

1. Суть методу кислотно-основного титрування. Ацидиметрія та алкаліметрія.
2. Вимоги до реакцій, що використовуються для кислотно-основного титрування.
3. Криві титрування методу нейтралізації. Фактори, що впливають на величину стрибка на кривій титрування.
4. Теорії індикаторів методу нейтралізації.
5. Основні характеристики рН індикаторів: константа іонізації, інтервал переходу, показник титрування. Зв'язок між ними

Завдання для самостійної роботи:

1. Які з перелічених речовин можна використовувати, як первинні стандарти для стандартизації розчинів кислот: NH₄OH (конц.); NaCl; Na₂B₄O₇·10H₂O; HCOOH (конц.); H₂O₂; NaOH (тв.); Na₂CO₃; K₂SO₄. Навести рівняння реакцій та вказати фактори еквівалентності для сполук, що беруть участь у реакціях.
2. Які з перелічених речовин можна використовувати як первинні стандарти для стандартизації розчинів лугів: Na₂B₄O₇·10H₂O; H₂SO₄(конц.); HCOOH (конц.); H₂C₂O₄ · 2H₂O; H₂O₂; C₆H₅COOH; Na₂CO₃. Навести рівняння реакцій та вказати фактори еквівалентності для сполук, що беруть участь у реакціях.

Література для підготовки

1. Болотов, О.М. Свечнікова, М.Ю. Голік та ін.; за ред. Проф. В.В. Болотова. – Вінниця : Нова Книга, 2011. – 424с.
2. (Режим доступу:
https://books.google.com.ua/books?id=OD7zCQAAQBAJ&printsec=frontcover&hl=ru&source=gbs_ge_summary_r&cad=0#v=onepage&q&f=false)
3. Аналітична хімія. Якісний та кількісний аналіз : Навч. Посіб. / В. Малишев, А. Габ, Д. Шахнін . – В-во Університет "Україна", 2018. – 212 с.
4. Аналітична хімія. Задачі та вправи / М. Більченко, Р. Пшеничний. – В-во Університетська книга, 2015. – 205 с.

5. Сегеда А.С., Лабораторний практикум з аналітичної хімії. Якісний і кількісний аналіз: Навч. посіб. / А.С. Сегеда – К.: ЦУЛ, Фітосоціоцентр, 2004. – 280 с.
6. Слюсарська Т.В. Аналітична хімія. Якісний аналіз. Навч. пос. – Х.: ХДПУ, 2004. – 184с.
7. Аналітична хімія та аналіз харчової продукції / Р. Слободнюк, А. Горальчук. – В-во Кондор, 2018. – 336с.
8. Аналітична хімія. Якісний аналіз : навч. посіб. / Г. Зайцева, Т. Рева, О. Чихало. – В-во Медицина, 2017. – 280 с.
9. Сегеда А.С., Галаган Р.Л. Збірник задач і вправ з аналітичної хімії. Якісний аналіз. – К. : ЦУЛ, Фітосоціоцентр, 2002. – 429 с.

Лабораторне заняття № 8

МЕТОДИ НЕЙТРАЛІЗАЦІЇ АБО КИСЛОТНО-ОСНОВНОГО ТИТРУВАННЯ ВИЗНАЧЕННЯ ГІДРОЛІТИЧНОЇ КИСЛОТНОСТІ ҐРУНТУ

Мета: систематизувати та поглибити знання методів кількісного хімічного аналізу, сформувати навички визначення гідролітичної кислотності ґрунту, сформувати чітке уявлення про послідовність дій у методах кислотно-основного титрування, набути навички роботи з лабораторним обладнанням, приладами; оволодіти методикою кількісних експериментальних досліджень.

Теоретична частина.

1. Гідролітична кислотність ґрунту.
2. Актуальна кислотність ґрунту.
3. Потенційна кислотність ґрунту.
4. Використання методів кислотно-основного титрування для визначення гідролітичної кислотності ґрунту.
5. Розрахунок норми вапна на гектар для нейтралізації кислотності ґрунту.

Практична частина:

Обладнання та реактиви: аналітичні терези, сушильна шафа, баня водяна, термометр лабораторний, фільтри паперові, набір пробірок скляних хімічних, піпетки, бюкси, градуйовані на 10 мл, склянки скляні лабораторні з носиком на 100 і 250 мл, лійки скляні, лакмусовий папір; бюретка, конічні колби, лійки, необхідні реактиви.

Контрольна задача. Визначення гідролітичної кислотності ґрунту

Розрізняють два види кислотності ґрунту: актуальну та потенційну. Актуальна кислотність визначається наявністю вільних іонів Гідрогену в ґрунтовому розчині і її позначають як водневий показник рН. Потенційна кислотність обумовлена присутністю вільних іонів Гідрогену в поглинаючому комплексі та позначається Н.

Потенційна кислотність, у свою чергу, поділиться на обмінну та гідролітичну. Обмінна кислотність визначається рухливими іонами Гідрогену, які можуть бути витіснені з поглинаючого комплексу катіонами нейтральних солей, таких, як калій хлорид, натрій хлорид та ін. Гідролітичну кислотність знаходять при обробці ґрунту розчинами солей сильної основи і слабкої кислоти, наприклад розчином натрій ацетату.

При дії натрій ацетату на поглинаючий комплекс відбувається активне витіснення іонів Гідрогену з комплексу і нейтралізація актуальної кислотності ґрунту. Таким чином визначається сумарна кислотність (актуальна і потенційна). Іони Гідрогену, що утворилися при цьому дають оцтову кислоту, яку титрують розчином натрій гідроксиду в присутності фенолфталеїну.

Хід роботи:

Для аналізу беруть середню пробу ґрунту, що аналізують, добре висушують на повітрі, просівають через сито діаметром 1 мм. На технічних терезах зважують (з точністю до 0,01 г) 40 г ґрунту та переносять наважку в колбу з товстого скла на 250-300 мл (краще з притертою пробкою). Потім в цю склянку додають 100 мл 1 н. розчину натрій ацетату. Суміш перемішують обертальним рухом, закривають колбу пробкою, вміщують на ротатор і збовтують протягом 1 год.

Після збовтування суміш сильно струшують і фільтрують через сухий складчастий фільтр в суху колбу, прагнучи якнайбільше перенести на фільтр ґрунту. Якщо фільтрат каламутний, то першу порцію відкидають, а наступні знову пропускають через той же фільтр. Після того, як основна маса рідини буде відфільтрована; беруть 50 мл фільтрату піпеткою на 50 мл та переносять у конічну колбу на 100-250 мл. Потім у цю ж колбу додають 5-6 крапель фенолфталеїну і титрують 0,1 н. розчином натрій гідроксиду до рожевого забарвлення, що не зникає протягом 0,5-1 хв.

Гідролітична кислотність виражається кількістю міліеквівалентів іонів H^+ , що містяться в 100 г ґрунту.

Вона розраховується за формулою:

$$x = \frac{V \cdot k \cdot 5 \cdot 1.75}{10}$$

де V – кількість мілілітрів 0,1 н. розчину лугу, що витрачена на титрування, k – поправка до 0,1 н. розчину лугу, 5 – коефіцієнт для перерахунку результатів на 100 г ґрунту, 1,75 – коефіцієнт перерахунку (середня величина, яка показує середнє значення гідролітичної кислотності, оскільки при одноразовій обробці ґрунту натрій ацетатом кислотність витискується не повністю).

Загальна величина гідролітичної кислотності в 1,5-2 рази більше, ніж та, яку одержуємо при визначенні даним способом, 10 – поправка для переводу іонів Гідрогену у міліеквіваленти.

Розрахунок норми вапна на гектар.

Кількість вапна на гектар визначається за такою формулою:

$$X_{\text{екв}} = \frac{V \cdot k \cdot 5 \cdot 50 \cdot 1.75 \cdot 3 \cdot 10^6 \cdot 10}{10 \cdot 10^9}$$

де V – кількість мілілітрів 0,1 н. розчину лугу, що був витрачений на титрування 50 мл фільтрату, k – поправка до титру, 5 – коефіцієнт перерахунку, 1,75 – поправочний коефіцієнт, 10 (в чисельнику) – поправка для переходу від 100 г ґрунту до кілограма, 10 (в знаменнику) – поправка для переходу від мілілітрів 0,1 н розчину лугу до міліеквівалентів, 50 – поправка для переходу від міліеквівалентів до міліграм, і $CaCO_3$, $3 \cdot 10^6$ – для переходу від 1 кг ґрунту до маси орного шару на гектарі, $1 \cdot 10^9$ – для переводу міліграмів кальцій карбонату в тонни. Якщо провести всі обчислення, то формула розрахунку значно спрощується:

$$X_{\text{екв}} = V \cdot k \cdot 1,31$$

Контрольні питання:

1. Гідролітична кислотність ґрунту.
2. Актуальна кислотність ґрунту.
3. Потенційна кислотність ґрунту.
4. Використання методів кислотно-основного титрування для визначення гідролітичної кислотності ґрунту.
5. Розрахунок норми вапна на гектар для нейтралізації кислотності ґрунту.

2. (Режим доступу:
https://books.google.com.ua/books?id=OD7zCQAAQBAJ&printsec=frontcover&hl=ru&source=gbs_ge_summary_r&cad=0#v=onepage&q&f=false)
3. Аналітична хімія. Якісний та кількісний аналіз : Навч. Посіб. / В. Малишев, А. Габ, Д. Шахнін . – В-во Університет "Україна", 2018. – 212 с.
4. Аналітична хімія. Задачі та вправи / М. Більченко, Р. Пшеничний. – В-во Університетська книга, 2015. – 205 с.
5. Сегеда А.С., Лабораторний практикум з аналітичної хімії. Якісний і кількісний аналіз: Навч. посіб. / А.С. Сегеда – К.: ЦУЛ, Фітосоціоцентр, 2004. – 280 с.
6. Слюсарська Т.В. Аналітична хімія. Якісний аналіз. Навч. пос. – Х.: ХДПУ, 2004. – 184с.
7. Аналітична хімія та аналіз харчової продукції / Р. Слободнюк, А. Горальчук. – В-во Кондор, 2018. – 336с.
8. Аналітична хімія. Якісний аналіз : навч. посіб. / Г. Зайцева, Т. Рева, О. Чихало. – В-во Медицина, 2017. – 280 с.
9. Сегеда А.С., Галаган Р.Л. Збірник задач і вправ з аналітичної хімії. Якісний аналіз. – К. : ЦУЛ, Фітосоціоцентр, 2002. – 429 с.

Лабораторне заняття № 9

МЕТОДИ НЕЙТРАЛІЗАЦІЇ АБО КИСЛОТНО-ОСНОВНОГО ТИТРУВАННЯ

КОНТРОЛЬНА ЗАДАЧА

Мета: систематизувати та поглибити знання методів кількісного хімічного аналізу, сформувані навички визначення кількісного складу суміші, сформувані чітке уявлення про послідовність дій у методах кислотно-основного титрування, набути навички роботи з лабораторним обладнанням, приладами; оволодіти методикою кількісних експериментальних досліджень.

Теоретична частина.

1. Використання методів кислотно-основного титрування для визначення кількісного складу суміші.

Практична частина:

Виконання контрольної задачі на визначення кількісного складу суміші

Контрольні питання:

1. Методи хімічного аналізу кількісного складу сумішей.
2. Розрахунки кількісного складу сумішей

Завдання для самостійної роботи

Приклад. Розрахувати, скільки грамів сульфатної кислоти міститься в 500 мл розчину, якщо на титрування 25 мл його витрачено 27,15 мл розчину NaOH ($T_{\text{NaOH}} = 0,004316$ г/мл).

Розв'язання: Знаходимо масу натрію гідроксиду:

$$T_{\text{NaOH}} = \frac{m_{\text{NaOH}}}{V} ; m_{\text{NaOH}} = T_{\text{NaOH}} \times V = 0,004316 \times 27,15 = 0,1171 \text{ г}$$

Знаходимо кількість моль еквівалентів NaOH:

$$n_{\text{ек}} = \frac{m_{\text{NaOH}}}{E_{\text{NaOH}}} = \frac{0,1171}{40} = 0,00293 \text{ моль} \times \text{екв}$$

Еквівалентна маса лугу знаходиться як частка при діленні молекулярної маси на кислотність. Для NaOH кислотність дорівнює одиниці, тому $E=M=40$ г/моль-екв. Так як речовини реагують в еквівалентній кількості, то стільки ж еквівалентів і сульфатної кислоти прореагувало. Маса кислоти дорівнює:

$$m(H_2SO_4) = n_{ек} \times E(H_2SO_4) = 0,00293 \times 49 = 0,1434 \text{ г}$$

$$T(H_2SO_4) = \frac{0,1434}{\text{мл } 25} = 0,005740 \text{ г/мл}$$

В 500 мл розчину H_2SO_4 буде $0,005740 \times 500 = 2,87$ г сульфатної кислоти.

В точці еквівалентності (ТЕ) кількість еквівалентів досліджуваної речовини А дорівнює кількості еквівалентів титранта В:

$$n_{ек}(A) = n_{ек}(B)$$

Вимірний об'єм $V(A)$, мл розчину речовини А містить $C_{ек}(A) \cdot V(A)$ ммоль еквівалентів речовини А. Тобто,

$$n_{ек}(A) = C_{ек}(A) \cdot V(A) \text{ або } n_{ек}(A) = N(A) \cdot V(A)$$

Якщо при титруванні витратили $V(B)$ мл робочого розчину (титранта) з нормальністю $C_{ек}(B)$, то кількість витрачених ммоль еквівалентів титранта дорівнює:

$$C_{ек}(B) \cdot V(B) = n_{ек}(B)$$

В точці еквівалентності (ТЕ)

$$C_{ек}(A) \cdot V(A) = C_{ек}(B) \cdot V(B)$$

Найбільш раціональний спосіб розрахунку результатів аналізу – визначення кількості еквівалентів речовини $n_{ек}(A)$, пов'язаного з масою речовини формулою:

$$m(A) = n_{ек}(A) \cdot M_{ек}(A)$$

В методі **окремих наважок** кількість еквівалентів титранта множать на молярну масу еквівалентів речовини

$$m(A) = C_{ек}(B) \cdot V(B) \cdot M_{ек}(A) / 1000$$

В методі **піпетування** маса речовини

$$m(A) = C_{ек}(B) \cdot V(B) \cdot M_{ек}(A) \cdot V_k / (V_{ал}(A) \cdot 1000),$$

$$\text{або } m_A = \frac{N(B) \times V(B) \times E_{ек(A)} \times V_{колби}}{V_{ал(A)} \times 1000}$$

де, $C_{ек}(B)$ або $N(B)$ – нормальність розчину титранта, моль-екв/л;
 $V(B)$ – об'єм розчину титранта, мл;

$M_{ек}(A)$ або $E_{ек}(A)$ – молярна маса еквівалента речовини, г/моль; V_k – об'єм мірної колби, в якій розчинена наважка, мл;

$V_{ал}(A)$ – об'єм аліквотної частини розчину речовини,

мл. Масова частка досліджуваної речовини А у відсотках

$$w(A)\% = m(A) / m_{нав.} \cdot 100\%$$

Література для підготовки

1. Болотов, О.М. Свечнікова, М.Ю. Голік та ін.; за ред. Проф. В.В. Болотова. – Вінниця : Нова Книга, 2011. – 424с.
2. (Режим доступу:
https://books.google.com.ua/books?id=OD7zCQAAQBAJ&printsec=frontcover&hl=ru&source=gbs_ge_summary_r&cad=0#v=onepage&q&f=false)
3. Аналітична хімія. Якісний та кількісний аналіз : Навч. Посіб. / В. Малишев, А. Габ, Д. Шахнін . – В-во Університет "Україна", 2018. – 212 с.
4. Аналітична хімія. Задачі та вправи / М. Більченко, Р. Пшеничний. – В-во Університетська книга, 2015. – 205 с.
5. Сегеда А.С., Лабораторний практикум з аналітичної хімії. Якісний і кількісний аналіз: Навч. посіб. / А.С. Сегеда – К.: ЦУЛ, Фітосоціоцентр, 2004. – 280 с.
6. Слюсарська Т.В. Аналітична хімія. Якісний аналіз. Навч. пос. – Х.: ХДПУ, 2004. – 184с.
7. Аналітична хімія та аналіз харчової продукції / Р. Слободнюк, А. Горальчук. – В-во Кондор, 2018. – 336с.
8. Аналітична хімія. Якісний аналіз : навч. посіб. / Г. Зайцева, Т. Рева, О. Чихало. – В-во Медицина, 2017. – 280 с.
9. Сегеда А.С., Галаган Р.Л. Збірник задач і вправ з аналітичної хімії. Якісний аналіз. – К. : ЦУЛ, Фітосоціоцентр, 2002. – 429 с.

Лабораторна робота № 10 ОКИСНО-ВІДНОВНЕ ТИТРУВАННЯ. ПЕРМАНГНАТОМЕТРІЯ

Мета: систематизувати та поглибити знання методів кількісного хімічного аналізу, сформувані навички визначення вмісту йонів методами окисно-відновного титрування, сформувані чітке уявлення про послідовність дій у окисно-відновному титруванні, набути навички роботи з лабораторним обладнанням, приладами; оволодіти методикою кількісних експериментальних досліджень.

Теоретична частина:

1. Перманганатометрія. Принцип методу. Приклади практичного застосування.
2. Реакції перманганат-іонів, які використовуються в методі.
 - в сильноокислому середовищі;
 - в слабоокислому або нейтральному середовищі;
 - у лужному середовищі.

1. Приготування розчину титранта калію перманганату.
 - приготування титранта з приблизною концентрацією;
 - стандартизація калію перманганату за стандартною речовиною.
4. Перманганатометричне визначення речовин.

Визначення відновників.

 - пряме титрування;
 - зворотне титрування;

Визначення окисників (титрування замісника).

Практична частина:

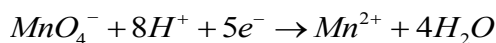
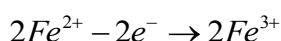
Обладнання та реактиви: аналітичні терези, сушильна шафа, баня водяна, термометр лабораторний, фільтри паперові, набір пробірок скляних хімічних, піпетки, бюкси, градуйовані на 10 мл, склянки скляні лабораторні з носиком на 100 і 250 мл, лійки скляні, лакмусовий папір; бюретка, конічні колби, лійки, необхідні реактиви.

Контрольна задача. Визначення заліза (II) в солі Мора

Сіль Мора – це подвійний амоній сульфату та феррум(II) сульфату $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

Сутність методу полягає в тому, іони Fe^{2+} окислюються розчином KMnO_4 до іонів Fe^{3+} .

У кислому середовищі реакція протікає за таким рівнянням:



5	5
10	2

Із рівняння випливає, що еквівалентна маса Феруму чисельно дорівнює його атомній масі (55,85).

Хід роботи

У мірну колбу на 250 мл беруть певну кількість розчину солі Мора, доводять об'єм колби до мітки дистильованою водою і ретельно перемішують.

Відміряють піпеткою 25,00 мл розчину, переносять у конічну колбу для титрування, додають 10-15 мл 2 н. розчину сульфатної кислоти і титрують її робочим розчином калій перманганату. Титрування проводять на холоді, так як при нагріванні іон Fe^{2+} окислюється киснем повітря до іона Fe^{3+} . Додавання калій перманганату припиняють після того, як розчин прийме блідо-малинове забарвлення, яка не зникає протягом 1-2 хв. Титрування повторюють кілька разів, беруть середнє значення та розраховують кількість грамів заліза в розчині, що аналізують. Розраховують титр калій перманганату по іону Феруму, тобто дізнаються, скільки грамів іона Fe^{2+} може окислити калію перманганат, що міститься в 1 мл даного розчину.

Припустимо, що титрування проводилося 0,05081 н. розчином калій перманганату, тоді:

$$T_{\text{KMnO}_4/\text{Fe}^{2+}} = \frac{N_{\text{KMnO}_4} \cdot E_{\text{Fe}^{2+}}}{1000} = \frac{0,05081 \cdot 55,85}{1000} = 0,002838 \text{ (г/мл)}$$

Грам-еквівалент заліза дорівнює 55,85 г. Якщо на титрування 25 мл досліджуваного розчину витрачено в середньому 23,80 мл розчину KMnO_4 , то кількість заліза в 250 мл буде становити:

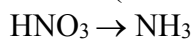
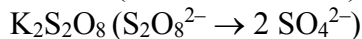
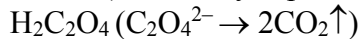
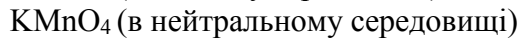
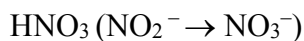
$$m_{\text{Fe}^{2+}} = T_{\text{KMnO}_4/\text{Fe}^{2+}} \cdot V_{\text{KMnO}_4} \cdot \frac{V_{\text{мірної колби}}}{V_{\text{аліквоти}}} = 0,002838 \cdot 23,80 \cdot 10 = 0,6754 \text{ (г)}$$

Контрольні питання:

1. Класифікація методів окислювально-відновного титрування.
2. Способи фіксування точки еквівалентності в методах окислювально-відновного титрування. Їх коротка характеристика.
3. Редокс-індикатори. Механізм зміни забарвлення редокс-індикаторів. Навести формули відповідних індикаторів.
4. Криві окислювально-відновного титрування. Фактори, що впливають на величину стрибка кривої титрування.
5. Розрахунки редокс-потенціалу в окислювально-відновному титруванні до точки еквівалентності. Навести приклади.
6. Розрахунки редокс-потенціалу в окислювально-відновному титруванні в точці еквівалентності. Навести приклади

Завдання для самостійної роботи:

1. Перерахуйте способи фіксування точки еквівалентності в методах окислення-відновлення.
2. Наведіть приклади хімічних сполук, що мають властивості і окисника і відновника.
3. Розрахуйте еквівалентні маси речовин, що приймають участь в реакціях окислення-відновлення



4. Як за методом перманганатометрії визначити вміст а) Ферруму в солі Мора; б) Ферруму в рудах; в) нітритів; г) $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$?
5. Знайти титр $\text{KMnO}_4 / \text{H}_2\text{O}_2$, якщо нормальність розчину 0,02206.

Відповідь: 0, 0003742 г/мл.

6. Яку масу калій перманганату потрібно взяти для приготування 1 л розчину Т ($\text{KMnO}_4 / \text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$) = 0,008348 г/мл.

Відповідь: 1,6 г/мл.

7. Скільки грамів натрій нітриту міститься в 100 мл розчину, якщо на титрування суміші (25 мг 0,05 н розчину калій перманганату та 30 мл 15% розчину сульфатної кислоти) витрачено 10,08 мл розчину натрій нітриту?

Література для підготовки

1. Болотов, О.М. Свечнікова, М.Ю. Голік та ін.; за ред. Проф. В.В. Болотова. – Вінниця : Нова Книга, 2011. – 424с.
2. (Режим доступу:
https://books.google.com.ua/books?id=OD7zCQAAQBAJ&printsec=frontcover&hl=ru&source=gbs_ge_summary_r&cad=0#v=onepage&q&f=false)
3. Аналітична хімія. Якісний та кількісний аналіз : Навч. Посіб. / В. Малишев, А. Габ, Д. Шахнін . – В-во Університет "Україна", 2018. – 212 с.
4. Аналітична хімія. Задачі та вправи / М. Більченко, Р. Пшеничний. – В-во Університетська книга, 2015. – 205 с.
5. Сегеда А.С., Лабораторний практикум з аналітичної хімії. Якісний і кількісний аналіз: Навч. посіб. / А.С. Сегеда – К.: ЦУЛ, Фітосоціоцентр, 2004. – 280 с.
6. Слюсарська Т.В. Аналітична хімія. Якісний аналіз. Навч. пос. – Х.: ХДПУ, 2004. – 184с.
7. Аналітична хімія та аналіз харчової продукції / Р. Слободнюк, А. Горальчук. – В-во Кондор, 2018. – 336с.
8. Аналітична хімія. Якісний аналіз : навч. посіб. / Г. Зайцева, Т. Рева, О. Чихало. – В-во Медицина, 2017. – 280 с.
9. Сегеда А.С., Галаган Р.Л. Збірник задач і вправ з аналітичної хімії. Якісний аналіз. – К. : ЦУЛ, Фітосоціоцентр, 2002. – 429 с.

Лабораторна робота № 11

ЙОДОМЕТРІЯ

Мета: систематизувати та поглибити знання методів кількісного хімічного аналізу, сформувані навички визначення вмісту йонів методами йодометрії, сформувані чітке уявлення про послідовність дій у йодометрії, набути навички роботи з лабораторним обладнанням, приладами; оволодіти методикою кількісних експериментальних досліджень.

Теоретична частина:

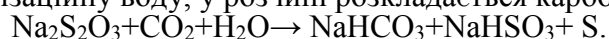
1. Йодометрія. Принцип методу. Приклади практичного застосування.
2. Реакції йодометрії, які використовуються у методі.
3. Титранти методу йодометрії.
 - Розчин йоду в йодиді калію;
 - Розчин тіосульфату натрію.
4. Йодометричне визначення речовин.
 - Визначення відновників. (Пряме титрування; Зворотне титрування)
 - Визначення окисників (титрування замісника).
5. Використання методу йодометричного титрування для визначення лікарських речовин.

Практична частина:

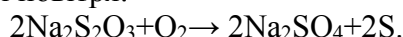
Обладнання та реактиви: аналітичні терези, сушильна шафа, баня водяна, термометр лабораторний, фільтри паперові, набір пробірок скляних хімічних, піпетки, бюкси, градуйовані на 10 мл, склянки скляні лабораторні з носиком на 100 і 250 мл, лійки скляні, лакмусовий папір; бюретка, конічні колби, лійки, необхідні реактиви.

Приготування та стандартизація робочого розчину натрій тіосульфату

Кристалічний натрій тіосульфат $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ є нестабільною речовиною. Він легко втрачає кристалізаційну воду, у розчині розкладається карбон(IV) оксидом:



Окиснюється навіть киснем повітря:

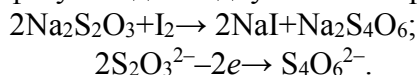


Тому стандартний титрований розчин натрій тіосульфату за точною наважкою приготувати неможливо.

Готують спочатку розчин тіосульфату з приблизною концентрацією, дають декілька днів для стабілізації приготованого розчину і після цього установлюють титр розчину за установочною речовиною.

Розчин натрій тіосульфату готують з молярними концентраціями еквівалента 0,1; 0,05; 0,02 моль/дм³.

Взаємодія натрій тіосульфату з йодом відбувається за рівнянням:



Фактор еквівалентності $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ у цій реакції становить $1/2$.

$$M(1/2 \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 124 \text{ г/моль.}$$

Розраховують масу кристалічного натрій тіосульфату для приготування заданого об'єму (наприклад 1000 см³) розчину з приблизною молярною концентрацією еквівалента $c(1/2 \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,02$ моль/дм³.

$$m(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot M(1/2 \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) / 1000 = 0,02 \cdot 1000 \cdot 124 / 1000 = 2,48 \text{ г}$$

Розраховану наважку натрій тіосульфату переносять у мірну колбу на 1дм³, розчиняють у дистильованій воді і доводять водою до риски колби, ретельно перемішують. Отриманий розчин переносять у склянку з темного скла, закривають скляним корком і залишають на декілька днів для стабілізації розчину.

Робочий розчин натрій тіосульфату можна приготувати із фіксаналу.

Стандартизація робочого розчину натрій тіосульфату

Для встановлення точної концентрації розчину тіосульфату можна використати різні первинні стандарти. Але найчастіше застосовують K₂Cr₂O₇.

Концентрацію розчину натрій тіосульфату за калій дихроматом встановлюють методом непрямого йодометричного визначення, методом титрування замісника, оскільки прямим титруванням дихроматом тіосульфату не можна провести розрахунки через те, що реакція відбувається з утворенням суміші продуктів реакції.

Приготування установочного розчину K₂Cr₂O₇

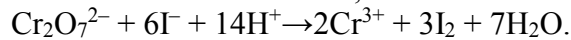
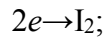
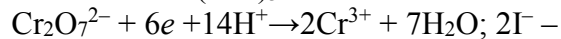
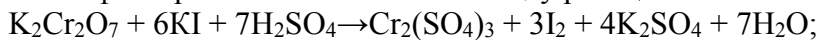
Концентрація розчину установочної речовини повинна бути того ж порядку, що і концентрація робочого розчину тіосульфату.

Розрахунки наважки K₂Cr₂O₇ для приготування первинного стандарту

Для розрахунку наважки K₂Cr₂O₇ необхідно задати об'єм його розчину і молярну концентрацію еквівалента $c(1/6 K_2Cr_2O_7)$.

Нехай потрібно приготувати розчин K₂Cr₂O₇ об'ємом 100см³ і $c(1/6 K_2Cr_2O_7) = 0,0200$ моль/дм³.

Визначаємо фактор еквівалентності K₂Cr₂O₇ у реакції:



Фактор еквівалентності K₂Cr₂O₇ = $\frac{1}{6}$; $M(\frac{1}{6} K_2Cr_2O_7) = 49,03$ г/моль. Маса наважки K₂Cr₂O₇ становитиме:

$$m(K_2Cr_2O_7) = c(K_2Cr_2O_7) \cdot V(K_2Cr_2O_7) \cdot M(1/6 K_2Cr_2O_7) / 1000 = 0,02 \cdot 1000 \cdot 49,3 / 1000 = 0,998 \text{ г}$$

Оскільки практично розраховану наважку з точністю до десятитисячних грама взяти неможливо, зважують речовину так, щоб маса наважки була дуже близькою до розрахованої, а потім уточнюють концентрацію приготованого розчину K₂Cr₂O₇ у відповідності до практично отриманої маси дихромату:

$$c(K_2Cr_2O_7) = \frac{m(\text{наважки}) \cdot 1000}{V(K_2Cr_2O_7) \cdot M(1/6 K_2Cr_2O_7)}$$

Взяту наважку калій дихромату без втрат переносять через лійку у мірну колбу на 100см³, бюкс ополіскують декілька разів невеликими порціями дистильованої води, ці води додають у мірну колбу. Речовину у колбі розчиняють, доводять об'єм колби дистильованою водою до 100см³, ретельно перемішують.

Таким чином, отримують 100см³ титрованого установочного розчину калій дихромату.

При роботі з калій дихроматом і його розчином слід пам'ятати, що сполуки Хрому із ступенем окиснення 6+ є токсичними. Це вимагає акуратності при роботі з хроматами і дихроматами.

Зважування

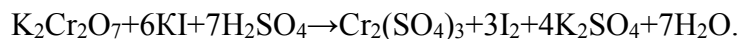
$m(\text{бюкса}) -$

$m(\text{бюкса з наважкою}) -$

$m(\text{наважки}) -$

Хід визначення

Приготований титрований розчин калій дихромату об'ємом точно 10 см³ за допомогою піпетки переносять у колбу для титрування, додають 5-7 см³ розчину КІ (w=20%) і такий же об'єм розчину Н₂SO₄ (с(1/2 Н₂SO₄)=2 моль/дм³). Накривають колбу скляною пластинкою або годинниковим склом для попередження втрат йоду через його леткість, ставлять колбу в темне місце на 5 хвилин для проходження реакції:



Після цього йод, що виділився, відтитровують розчином тіосульфату, яким заповнена бюретка. Спочатку, поки видно забарвлення йоду, титрують без індикатора. Коли ж розчин у колбі для титрування набуде солом'яно-жовтого забарвлення, додають близько 1 см³ розчину крохмалю і продовжують титрувати до переходу синього забарвлення у слабко зелене від одної краплі розчину Na₂S₂O₃.

Слабко зелене забарвлення розчину у колбі для титрування обумовлене присутністю у розчині гідратованих йонів Cr³⁺.

Розрахунки концентрації розчину Na₂S₂O₃

$$c(1/6 \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) \cdot V(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = c(1/2 \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3).$$

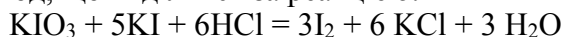
$$c(1/2 \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = c(1/6 \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) \cdot V(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) / V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3).$$

Контрольні питання:

1. Яких умов необхідно дотримуватись при використанні методу йодометрії?
2. Як проводиться визначення окисників та відновників йодометричним методом? Навести приклади.

Приклад. На титрування йоду, що виділився при взаємодії 25,00 мл розчину КІО₃ з калій йодидом в солянокислому середовищі, витрачається 26,55 мл розчину натрію тіосульфату, титр якого за калію дихроматом 0,004875 г/мл. Визначте титр КІО₃.

Розв'язання: Йод, що виділився за реакцією:

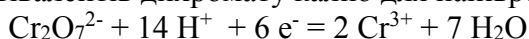


титрують розчином натрію тіосульфату.

- 1) Нормальність розчину тіосульфату натрію розраховується за формулою:

$$C(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = T(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 / \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) \times 1000 / M_{\text{ек}}(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)$$

Молярна маса еквівалентів дихромату калію для напівреакції



дорівнює $M_{\text{ек}}(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = M(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) \times 1/6 = 294,48/6 = 49,08$ г/моль $C_{\text{екв}}$

$$(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,004875 \times 1000 / 49,08 = 0,09933 \text{ г/моль}$$

- 2) Нормальність розчину КІО₃ розраховують за законом еквівалентів:

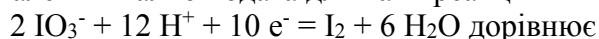
$$C(\text{KIO}_3) \times V(\text{KIO}_3) = C(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \times V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$$

$$C(\text{KIO}_3) = C(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \times V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) / V(\text{KIO}_3) = 0,09933 \times 26,55 / 25,00 = 0,1055 \text{ г/моль}$$

Титр розчину калію йодата дорівнює

$$(\text{KIO}_3) = C(\text{KIO}_3) \times M_{\text{ек}}(\text{KIO}_3) / 1000 = 0,1055 \times 42,8 / 1000 = 0,004515 \text{ г/мл}$$

Молярна маса еквівалентів калію йодата для напівреакції



$$M_{\text{ек}}(\text{KIO}_3) = M(\text{KIO}_3) \times 1/5 = 214,00 / 5 = 42,80 \text{ г/моль.}$$

Завдання для самостійної роботи:

1. До якого об'єму необхідно розбавити 1500 мл 0,1 н. розчину K₂Cr₂O₇ для одержання розчину з титром за ферумом 0,005000 г/мл?

2. (Режим доступу: https://books.google.com.ua/books?id=OD7zCQAAQBAJ&printsec=frontcover&hl=ru&source=gbs_ge_summary_r&cad=0#v=onepage&q&f=false)
3. Аналітична хімія. Якісний та кількісний аналіз : Навч. Посіб. / В. Малишев, А. Габ, Д. Шахнін . – В-во Університет "Україна", 2018. – 212 с.
4. Аналітична хімія. Задачі та вправи / М. Більченко, Р. Пшеничний. – В-во Університетська книга, 2015. – 205 с.
5. Сегеда А.С., Лабораторний практикум з аналітичної хімії. Якісний і кількісний аналіз: Навч. посіб. / А.С. Сегеда – К.: ЦУЛ, Фітосоціоцентр, 2004. – 280 с.
6. Слюсарська Т.В. Аналітична хімія. Якісний аналіз. Навч. пос. – Х.: ХДПУ, 2004. – 184с.
7. Аналітична хімія та аналіз харчової продукції / Р. Слободнюк, А. Горальчук. – В-во Кондор, 2018. – 336с.
8. Аналітична хімія. Якісний аналіз : навч. посіб. / Г. Зайцева, Т. Рева, О. Чихало. – В-во Медицина, 2017. – 280 с.
9. Сегеда А.С., Галаган Р.Л. Збірник задач і вправ з аналітичної хімії. Якісний аналіз. – К. : ЦУЛ, Фітосоціоцентр, 2002. – 429 с.

Лабораторна робота № 12,13

ЙОДОМЕТРІЯ

Мета: систематизувати та поглибити знання методів кількісного хімічного аналізу, сформувані навички визначення вмісту йонів методами йодометрії, сформувані чітке уявлення про послідовність дій у йодометрії, набути навички роботи з лабораторним обладнанням, приладами; оволодіти методикою кількісних експериментальних досліджень.

Теоретична частина:

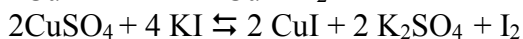
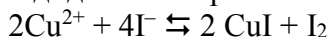
6. Йодометрія. Принцип методу. Приклади практичного застосування.
7. Реакції йодометрії, які використовуються у методі.
8. Титранти методу йодометрії.
 - Розчин йоду в йодиді калію;
 - Розчин тіосульфату натрію.
9. Йодометричне визначення речовин.
 - Визначення відновників. (Пряме титрування; Зворотне титрування)
 - Визначення окисників (титрування замісника).
10. Використання методу йодометричного титрування для визначення лікарських речовин.

Практична частина:

Обладнання та реактиви: аналітичні терези, сушильна шафа, баня водяна, термометр лабораторний, фільтри паперові, набір пробірок скляних хімічних, піпетки, бюкси, градуйовані на 10 мл, склянки скляні лабораторні з носиком на 100 і 250 мл, лійки скляні, лакмусовий папір; бюретка, конічні колби, лійки, необхідні реактиви.

Контрольна задача. Визначення Купруму в розчині мідного купоросу

Визначення Купрум (II) засноване на хімічній взаємодії іонів Купрум (II) з йодид іонами, що супроводжується виділенням еквівалентної кількості вільного йоду та наступним його титруванням розчином натрій тіосульфату. Реакція між іонами Купрум (II) і йодид іонами протікає згідно рівнянню:



Так як ця реакція оборотна, то для практично повного перебігу її зліва направо необхідно збільшити концентрацію йонів I^- . Реакцію проводять у слабкокислотному середовищі, так як у сильнолужному середовищі реакція йде дуже повільно, спостерігається гідроліз солей Купруму та самоокислення-самовідновлення йоду, а в сильнокислотному середовищі йодид іони окислюються киснем повітря. У конічну колбу беруть піпеткою 25 мл досліджуваного розчину, до якого приливають 2-4 мл 4 н розчину сульфатної кислоти та 3-5 г калій йодиду, залишають на 5 хв. Потім титрують натрій тіосульфатом. Під кінець титрування додають крохмаль. Титрування закінчують, коли зникне синє забарвлення розчину і залишиться блідо-рожевий осад.

Припустимо, що взята наважка мідного купоросу в кількості 6,2508 г, розчинена в мірній колбі на 250 мл. Для титрування взято 25 мл приготовленого розчину мідного купоросу. На титрування йоду, що виділився пішло 24,1 мл натрій тіосульфату, нормальна концентрація якого дорівнює 0,1015. Знайдемо вміст Купруму.

Нормальна концентрація приготовленого розчину купрум сульфату дорівнює:

$$N(CuSO_4 \cdot 5 H_2O) = \frac{0,1015 \cdot 24,1}{25} = 0,09783 \text{ (г-екв/л)}$$

У 250 мл розчину мідного купоросу (в наважці $CuSO_4 \cdot 5 H_2O$ міститься:

$$m = \frac{63,54 \cdot 0,09783 \cdot 250}{1000} = 1,5530 \text{ (г) Cu}$$

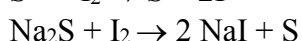
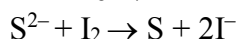
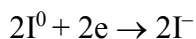
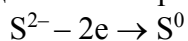
Або 6,2508 г $CuSO_4 \cdot 5 H_2O$ складає 100%

1,5530 г Cu — — — — $x\%$

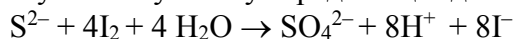
$X = 24,86\% Cu$

Контрольна задача. Визначення відновників. Визначення вмісту натрій сульфіді в технічному натрій сульфіді.

Визначення сульфід-іонів іодометричним способом ґрунтується на окислюванні їх йодом до вільної сірки:



Так як іони S^{2-} є дуже сильними відновниками ($E_0(S^{2-}/S^0) = -0,48 \text{ В}$), реакція зліва направо практично йде до кінця. Титрування слід проводити в кислотному середовищі, тому що навіть у слабколужному середовищі йде часткове окислення іона S^{2-} до іона SO_4^{2-}



Титрування можна проводити як прямим, так до зворотнім методом. Беруть точну наважку (в межах 1 г) подрібненого натрій сульфіді, розчиняють в мірній колбі на 250 мл. Для титрування беруть піпеткою 20 або 25 мл отриманого розчину і переносять у колбу. Потім до розчину натрій сульфіді доливають надлишок титрованого розчину йоду та 8-10 мл 10 % розчину хлоридної кислоти. Йод, що не прореагував (надлишок) титрують розчином натрій тіосульфату. Вільна сірка, що утворилася, не заважає титруванню. Вміст натрій сульфіді в речовині визначають у відсотках.

Припустимо, що взята наважка натрій сульфід у кількості 0,9282 г, яка розчинена у мірній колбі на 250 мл. До 25 мл досліджуваного розчину додано 40,00 мл 0,1011 н. розчину йоду. Надлишок йоду відтитрували 0,1038 н. розчином натрій тіосульфату, якого витрачено в середньому 24,4 мл. Спочатку знайдемо, яком у об'єму розчину йоду відповідають 24,4 мл розчину натрій тіосульфату, що витрачені на титрування:

$$24,4 \cdot 0,1038 = V \cdot 0,1011$$

$$V = 25,05 \text{ мл}$$

Отже, з доданих 40 мл йоду на реакцію з натрій тіосульфатом пішло (40,00 – 25,05) 14,95 мл. Нормальна концентрація розчину натрій сульфід у буде дорівнювати:

$$N(\text{Na}_2\text{S}) = \frac{0,1011 \cdot 14,95}{25} = 0,06046 \text{ (г – екв/л)}$$

У 250 мл розчину натрій сульфід (в наважці Na_2S) міститься:
 $(39,03 \cdot 0,06046 \cdot 250) / 1000 = 0,5888 \text{ (г) Na}_2\text{S}$

$$0,5888 \cdot 100 / 0,9282 = 63,45 \text{ (\%)}$$

Таким чином, в речовині міститься 63,45% натрій сульфід.

Контрольна задача Йодометрія

Визначення кількісного складу суміші

Приклади розв'язування задач:

1. На 20,00 см³ 0,01950 н розчину натрій тіосульфату витратили 20,10 см³ розчину йоду. Розрахувати нормальність і титр розчину йоду.

Дано:

$$V_1 = 20,00 \text{ см}^3$$

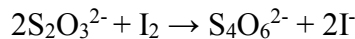
$$N_1 = 0,01950 \text{ моль-екв/дм}^3$$

$$V_2 = 20,10 \text{ см}^3$$

$$\frac{\text{г/см}^3}{\text{г/см}^3}$$

$$N_2(\text{I}_2) - ? \quad T(\text{I}_2) - ?$$

Рішення



Розрахуємо нормальність розчину йоду:

$$N_1 \cdot V_1 = N_2 \cdot V_2; \quad N_2 = N_1 \cdot V_1 / V_2$$

$$N_2 = 20,00 \cdot 0,01950 / 20,10 = 0,01940 \text{ моль-екв / дм}^3$$

Розрахуємо титр розчину I_2 :

$$T(\text{I}_2) = N_2 \cdot E_M / 1000 = 0,01940 \cdot 126,91 / 1000 = 0,002462$$

$$\text{ВІДПОВІДЬ: } N(\text{I}_2) = 0,01940 \text{ моль-екв / дм}^3; \quad T(\text{I}_2) = 0,002462$$

2. На титрування 10,00 см³ розчину аскорбінової кислоти (2,000 г аскорбінової кислоти розчинили у мірній колбі на 200,0 см³) витратили 11,40 см³ 0,09730 н розчину йоду. Розрахувати масову частку $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ у наважці.

Дано:

$$V_1 = 10,00 \text{ см}^3$$

$$V_2 = 11,40 \text{ см}^3$$

$$N_1 = 0,09730 \text{ моль-екв/дм}^3$$

$$\text{екв/дм}^3 \quad m(\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6) = 2,000 \text{ г}$$

$$V = 200,0 \text{ см}^3$$

$$\omega(\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6) - ?$$

Рішення

Розрахуємо нормальність розчину аскорбінової кислоти :

$$N_1 \cdot V_1 = N_2 \cdot V_2$$

$$N_2 = N_1 \cdot V_1 / V_2 = 0,09730 \cdot 10,00 / 11,40 = 0,1109 \text{ моль-}$$

екв/дм³ Розрахуємо масу $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ у наважці.

У 1000 см³ розчину міститься $0,1109 \cdot 88 \text{ C}_6\text{H}_8\text{O}_6$

У 200,0 см³ розчину міститься X $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$

$$X = 200,0 \cdot 0,1109 \cdot 88 / 1000 = 1,9518 \text{ г}$$

Розрахуємо масову частку $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ у наважці:

Література для підготовки

1. Болотов, О.М. Свечнікова, М.Ю. Голік та ін.; за ред. Проф. В.В. Болотова. – Вінниця : Нова Книга, 2011. – 424с.
2. (Режим доступу:
https://books.google.com.ua/books?id=OD7zCQAAQBAJ&printsec=frontcover&hl=ru&source=gbs_ge_summary_r&cad=0#v=onepage&q&f=false)
3. Аналітична хімія. Якісний та кількісний аналіз : Навч. Посіб. / В. Малишев, А. Габ, Д. Шахнін . – В-во Університет "Україна", 2018. – 212 с.
4. Аналітична хімія. Задачі та вправи / М. Більченко, Р. Пшеничний. – В-во Університетська книга, 2015. – 205 с.
5. Сегеда А.С., Лабораторний практикум з аналітичної хімії. Якісний і кількісний аналіз: Навч. посіб. / А.С. Сегеда – К.: ЦУЛ, Фітосоціоцентр, 2004. – 280 с.
6. Слюсарська Т.В. Аналітична хімія. Якісний аналіз. Навч. пос. – Х.: ХДПУ, 2004. – 184с.
7. Аналітична хімія та аналіз харчової продукції / Р. Слободнюк, А. Горальчук. – В-во Кондор, 2018. – 336с.
8. Аналітична хімія. Якісний аналіз : навч. посіб. / Г. Зайцева, Т. Рева, О. Чихало. – В-во Медицина, 2017. – 280 с.
9. Сегеда А.С., Галаган Р.Л. Збірник задач і вправ з аналітичної хімії. Якісний аналіз. – К. : ЦУЛ, Фітосоціоцентр, 2002. – 429 с.

Лабораторне заняття № 14, 15, 16 КОМПЛЕКСОНОМЕТРІЯ

Мета: систематизувати та поглибити знання методів кількісного хімічного аналізу, сформувані навички визначення вмісту йонів методом комплексонометрії, сформувані чітке уявлення про послідовність дій у комплексонометричному методі аналізу, набути навички роботи з лабораторним обладнанням, приладами; оволодіти методикою кількісних експериментальних досліджень.

Теоретична частина.

1. Характеристика методу.
2. Теоретичні основи комплексонометрії.
3. Комплексонометричні комплекси.
4. Комплексонометричне титрування.
5. Індикатори методу.
6. Практичне застосування методу комплексонометрії.
7. Визначення твердості води.

Практична частина:

Обладнання та реактиви: аналітичні терези, сушильна шафа, баня водяна, термометр лабораторний, фільтри паперові, набір пробірок скляних хімічних, піпетки, бюкси, градуйовані на 10 мл, склянки скляні лабораторні з носиком на 100 і 250 мл, лійки скляні, лакмусовий папір; бюретка, конічні колби, лійки, необхідні реактиви.

Приготування робочого розчину трилону Б і визначення його точної нормальної концентрації

Для приготування 0,05 н розчину трилону Б розраховується наважка:

$$M_{\text{Тр Б}} = \frac{N \cdot E \cdot V}{1000} \text{ (г)}$$

Трилон Б (комплексон III) має таку формулу:



При температурі 120-140°C він зневоднюється. У реакціях катіонами заміщується два іони Na^+ , тому еквівалентна маса цієї солі дорівнює половині молекулярної маси:

$$E_{\text{Тр Б}} \cdot 2\text{H}_2\text{O} = 186,13 \text{ г}; \quad E_{\text{Тр Б}} = 168,11 \text{ г.}$$

На технохімічних терезах беруть наважку, близьку до розрахованої, розчиняють у мірній колбі певного об'єму і ретельно перемішують. Точну нормальну концентрацію і титр встановлюють з допомогою розчину вихідної речовини сульфату магнію (або хлориду магнію) 0,05Н (або 0,1 Н). Розчин цієї речовини готують із наважки, взятої на аналітичних терезах, попередньо розрахувавши її за формулою:

$$Q = \frac{N \cdot E \cdot V}{1000} \text{ (г)}$$

Виходячи із наважки і об'єму колби, в якій її розчиняють, розраховують титр і нормальну концентрацію сульфату магнію (або хлориду магнію), еквівалентна маса сульфату магнію дорівнює 1/2 молекулярної маси.

Бюретку заповнюють розчином трилону Б. Піпеткою набирають 10 мл розчину сульфату магнію і переносять у колбу для титрування. Туди ж доливають 5 мл аміачного буферного розчину, ретельно перемішують і вносять 20-30 мг (на кінчику шпателя) сухої індикаторної суміші (еріохром чорний Т і NaCl у співвідношенні 1:100). Титрують розчином трилону Б по краплях до переходу червоного кольору в синьо-голубий (не менше трьох разів). Потім розраховують нормальну концентрацію трилону Б:

$$N_{\text{Тр Б}} = \frac{N_{\text{MgSO}_4} \cdot V_{\text{MgSO}_4}}{\bar{V}_{\text{Тр Б}}}$$

Аміачний буферний розчин готують таким чином: у мірну колбу на 1 л вносять 67,5 хлориду амонію (NH_4Cl), доливають 200 мл дистильованої води і ретельно перемішують до повного розчинення солі. Потім додають 570 мл концентрованого розчину гідроксиду амонію (NH_4OH), доводять об'єм до помітки дистильованою водою і перемішують. рН одержаного розчину дорівнює 10.

Визначення загальної твердості води.

Тверда вода має ряд негативних властивостей: утворює накип у котлах, знижує миючу здатність мила, погіршує розварювання окремих продуктів та ін.

Твердість буває: 1) тимчасова (карбонатна) - обумовлюється присутністю гідрокарбонатів кальцію і магнію [$\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$ і $\text{Mg}(\text{HCO}_3)_2$]; 2) постійна твердість.

Сума тимчасової і постійної твердості визначає загальну твердість води.

Для проведення багатьох технічних процесів потрібна м'яка вода, тому необхідно визначати її твердість. Зараз для цієї мети широко використовується комплексометричний метод, так як він має високу чутливість, вимагає невеликих витрат часу і дає хороші результати.

Хід роботи

У колбу для титрування вносять 100,0 мл досліджуваної води, додають 5 мл аміачного буферного розчину, ретельно перемішують і вносять на кінці шпателя суху індикаторну суміш. Після повного розчинення цієї суміші розчин забарвлюється у червоний колір (еріохром чорний Т утворює з іонами Ca^{2+} і Mg^{2+} забарвлені у червоний колір нестійкі сполуки).

До цього розчину з бюретки по краплинах додають розчин ЕДТА (трилон Б) до переходу червоного забарвлення у синьо-голубе. Титрування повторюють не менше трьох разів і для розрахунку беруть середнє значення об'єму розчину ЕДТА. Градуси твердості - суму міліеквівалентів (МЕКВ) іонів кальцію і магнію в 1 л води - визначають за формулою:

$$m_B = \frac{N_{\text{ЕДТА}} \cdot \bar{V}_{\text{ЕДТА}} \cdot 1000}{100} = N_{\text{ЕДТА}} \cdot \bar{V}_{\text{ЕДТА}} \cdot 10$$

Результати власних досліджень запишіть у лабораторний журнал:

Джерело води	$V_{\text{ЕДТА}}$	m_B (МЕКВ/л)

За результатами роботи зробіть висновок.

Комплексонометричне визначення сульфід-іонів у розчині

Кількісно визначити вміст сульфід-іонів у розчині можна методом непрямого комплексонометричного титрування.

Досліджуваний розчин сульфїду лужного металу вносять піпеткою в нейтральний чи слабко кислий розчин солі Купруму, взятий у точно відомому надлишку. Сульфід-іони зв'язуються Cu^{2+} -іонами в малорозчинний купрум сульфїд, $D.P(\text{CuS})=4 \cdot 10^{-38}$. CuS практично нерозчинний у воді, розведених розчинах кислот.

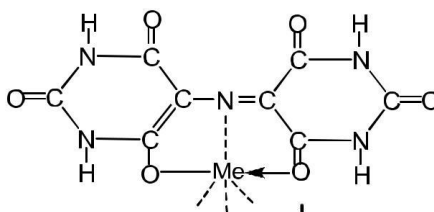
Утворений чорний осад купрум сульфїду відфільтровують, а надлишок у фільтраті Cu^{2+} -іонів титрують розчином ЕДТА у присутності металоіндикатора мурексиду. За наявності у досліджуваному розчині незначної кількості S^{2-} -іонів відфільтровувати осад CuS не обов'язково.

Мурексид – барвник, що являє собою амонійну сіль пурпурової кислоти. Аніон мурексиду має таку будову:

Забарвлення аніона – червоно-фіолетове. Від'ємний заряд не на одному атомі Оксигену, а рівномірно розподілений між чотирма атомами Оксигену в центральній частині молекули. Вільна пурпура кислота має жовте забарвлення, утворюється тільки при додаванні сильних мінеральних кислот і швидко розкладається із зменшенням рН розчину.

При підвищенні рН розчину від аніона мурексиду відщеплюється ще два протона від аміногрупи. У зв'язку з цим, оскільки в молекулі барвника є чотири аміногрупи, аніон мурексиду позначають скороченою формулою H_4Ind^- . Переходи $\text{H}_4\text{Ind}^- \rightarrow \text{H}_3\text{Ind}^{2-} \rightarrow \text{H}_2\text{Ind}^{3-}$ супроводжуються зміною червоно-фіолетового забарвлення в синьо-фіолетове.

Здатність мурексиду утворювати металокомплекси обумовлена будовою його молекули, що дає можливість утворення двох п'ятичленних хелатних комплексів при його взаємодії з іоном металу внаслідок одночасного координування йона металу з центральним атомом Нітрогену та двома атомами Оксигену:



Металокомплекс мурексиду

Максимум поглинання комплексу мурексиду з йонами Cu^{2+} спостерігається при $\text{pH}=8$ і $\lambda=460$ нм.

Розчини сульфідів лужних металів можуть містити тіосульфат-іони та сульфат-іони, проте вони не заважають визначенню S^{2-} -іонів, оскільки при цьому не утворюється малорозчинних солей Купруму. При комплексонометричному методі визначається фактичний вміст тільки сульфід-іонів.

Хід аналізу

У конічну колбу на 100cm^3 вносять точно 15cm^3 титрованого розчину купрум сульфату з $c(1/1 \text{ CuSO}_4)=0,01\text{моль/дм}^3$. До цього розчину піпеткою додають 5cm^3 досліджуваного розчину, що містить близько $0,30\text{мг/см}^3$ сульфід-іонів, перемішують. Осад CuS відфільтровують. Осад на фільтрі промивають декілька разів невеликими порціями дистильованої води. Фільтрат переносять у конічну колбу на 250cm^3 , додають дистильованої води приблизно до 100cm^3 , вносять на кінчику шпателя кристалічний мурексид (у масовому співвідношенні мурексид: $\text{NaCl}_{\text{крист.}}=1:100$), розчиняють індикатор і титрують розчином ЕДТА ($c(1/1 \text{ трилону Б})=0,01 \text{ моль/дм}^3$) до чіткої зміни забарвлення розчину. Зміна забарвлення мурексиду в процесі титрування Cu^{2+} -іонів при різних значеннях pH буде такою:

при $\text{pH}=11$	жовте → фіолетове
при $\text{pH}=9$	жовте → червоно-фіолетове
при $\text{pH}=6$	оранжеве → червоне

Розрахунки за результатами титрування

$$c(1/1 \text{ трилон Б}) V(1/1 \text{ трилон Б}) = c_2(1/1 \text{ Cu}^{2+}) V(\text{Cu}^{2+}(\text{p}))$$

$$c_2(1/1 \text{ Cu}^{2+}) = c(1/1 \text{ трилон Б}) V(1/1 \text{ трилон Б}) / V(\text{Cu}^{2+}(\text{p})) \text{ моль / дм}^3$$

де $c_2(1/1 \text{ Cu}^{2+})$ – концентрація Cu^{2+} -іонів у взятому для аналізу розчині CuSO_4 після зв'язування сульфід-іонів досліджуваного розчину, моль/дм³;

$c(1/1 \text{ трилону Б})$ – концентрація титранту, моль/дм³;

$V(\text{трилону Б}(\text{p}))$ – об'єм розчину трилону Б, що пішов на титрування залишку Cu^{2+} -іонів у взятому розчині після осадження S^{2-} -іонів, см³;

$V(\text{Cu}^{2+}(\text{p}))$ – об'єм розчину CuSO_4 , взятого для аналізу, см³.

Масу сульфід-іонів у взятому для аналізу об'ємі досліджуваного розчину розраховують за формулою:

$$m(\text{S}^{2-}) = (c_1 - c_2) \text{Cu}^{2+} \cdot \text{mM}(1/1 \text{ S}^{2-}) \cdot V(\text{S}^{2-}(\text{p})) / 1000$$

де $m(\text{S}^{2-})$ – маса сульфід-іонів у взятому для аналізу об'ємі досліджуваного розчину, мг;

$c_1(1/1 \text{ Cu}^{2+})$ – концентрація вихідного розчину CuSO_4 , взятого для дослідження, моль/дм³;

$c_2(1/1 \text{ Cu}^{2+})$ – концентрація Cu^{2+} іонів у взятому для аналізу розчині CuSO_4 після осадження S^{2-} -іонів досліджуваного розчину, моль/дм³;

$\text{mM}(1/1 \text{ S}^{2-})$ – мілімолярна маса сульфід-іонів, мг/моль;

$V(\text{S}^{2-}(\text{p}))$ – об'єм досліджуваного розчину, взятий для визначення сульфід-іона, см³

$$m(\text{S}^{2-}) = (0,01 - c_2) (1/1 \text{ Cu}^{2+}) \cdot 32 \cdot 5 / 1000 \text{ мг.}$$

Контрольні питання:

1. Які хімічні сполуки називають комплексними?
2. У чому різниця між комплексними сполуками і подвійними солями?

Література для підготовки

1. Болотов, О.М. Свечнікова, М.Ю. Голік та ін.; за ред. Проф. В.В. Болотова. – Вінниця : Нова Книга, 2011. – 424с.
2. (Режим доступу:
https://books.google.com.ua/books?id=OD7zCQAAQBAJ&printsec=frontcover&hl=ru&source=gbs_ge_summary_r&cad=0#v=onepage&q&f=false)
3. Аналітична хімія. Якісний та кількісний аналіз : Навч. Посіб. / В. Малишев, А. Габ, Д. Шахнін . – В-во Університет "Україна", 2018. – 212 с.
4. Аналітична хімія. Задачі та вправи / М. Більченко, Р. Пшеничний. – В-во Університетська книга, 2015. – 205 с.
5. Сегеда А.С., Лабораторний практикум з аналітичної хімії. Якісний і кількісний аналіз: Навч. посіб. / А.С. Сегеда – К.: ЦУЛ, Фітосоціоцентр, 2004. – 280 с.
6. Слюсарська Т.В. Аналітична хімія. Якісний аналіз. Навч. пос. – Х.: ХДПУ, 2004. – 184с.
7. Аналітична хімія та аналіз харчової продукції / Р. Слободнюк, А. Горальчук. – В-во Кондор, 2018. – 336с.
8. Аналітична хімія. Якісний аналіз : навч. посіб. / Г. Зайцева, Т. Рева, О. Чихало. – В-во Медицина, 2017. – 280 с.
9. Сегеда А.С., Галаган Р.Л. Збірник задач і вправ з аналітичної хімії. Якісний аналіз. – К. : ЦУЛ, Фітосоціоцентр, 2002. – 429 с.

Лабораторне заняття № 17, 18

ВИКОНАННЯ ІНДИВІДУАЛЬНОГО НАУКОВО-ДОСЛІДНИЦЬКОГО ЗАВДАННЯ

Мета: систематизувати та поглибити знання методів кількісного хімічного аналізу, сформувані навички визначення кількісного складу в досліджуваних об'єктах, сформувані чітке уявлення про послідовність дій у кількісному аналізі, набути навички роботи з лабораторним обладнанням, приладами; оволодіти методикою кількісних експериментальних досліджень.

Практична частина:

Обладнання та реактиви: аналітичні терези, сушильна шафа, баня водяна, термометр лабораторний, фільтри паперові, набір пробірок скляних хімічних, піпетки, бюкси, градуйовані на 10 мл, склянки скляні лабораторні з носиком на 100 і 250 мл, лійки скляні, лакмусовий папір; бюретка, конічні колби, лійки, необхідні реактиви.

**ВИКОНАННЯ ІНДИВІДУАЛЬНОГО НАУКОВО-ДОСЛІДНИЦЬКОГО ЗАВДАННЯ
Самостійна робота**

Для виконання індивідуального науково-дослідницького завдання студент обирає тему дослідження.

Виконання індивідуального науково-дослідницького завдання складається з таких основних етапів:

- Постановка мети експерименту. Мета визначає, який результат необхідно отримати експериментатор у ході дослідження;
- Формування та обґрунтування гіпотези, яка лежить в основі експерименту. Гіпотеза – сукупність теоретичних положень, істинність яких підлягає перевірці;
- Планування експерименту у такій послідовності: вибір методики дослідження, відбір лабораторного обладнання та реактивів; складання плану експерименту та при необхідності зображення конструкції приладу, планування роботи після закінчення експерименту (утилізація реактивів, особливості миття посуду, тощо); виявлення джерела небезпеки (опис заходів обережності при виконанні експерименту); вибір форми запису результатів експерименту;
 - Здійснення експерименту, фіксація спостережень та вимірювань;
 - Аналіз, обробка та пояснення результатів експерименту: математична обробка, порівняння результатів експерименту з гіпотезою, пояснення процесів, які відбувались у ході експерименту, формулювання висновків, створення презентації;
 - Рефлексія – усвідомлення та оцінювання експерименту на основі співставлення мети та результатів. При цьому доцільно з'ясувати чи всі операції по виконанню експерименту виконані на належному рівні.

Результати експериментального дослідження оформлюються у вигляді презентації та постеру, яка повинна відображати основні етапи роботи над дослідженням та одержані результати.

Лабораторне заняття № 19**ЗАХИСТ ПРОЕКТІВ**

Мета: систематизувати та поглибити знання методів якісного та кількісного хімічного аналізу, сформувані навички визначення вмісту йонів методами аналітичної хімії, сформувані уміння публічно представляти результати експериментальних досліджень.

