Міністерство освіти і науки України
Сумський державний університет
Факультет технічних систем та енергоефективних технологій

5335 Методичні вказівки
до виконання лабораторних робіт
із дисципліни
«АНАЛІТИЧНА ХІМІЯ. КІЛЬКІСНИЙ АНАЛІЗ»
для студентів спеціальності 102 *«Хімія»*
всіх форм навчання

Суми
Сумський державний університет
2022

Методичні вказівки до виконання лабораторних занять із дисципліни «Аналітична хімія. Кількісний аналіз» / укладачі: І.Г. Воробйова, Ю. В. Ліцман, Л. М. Пономарьова.– Суми : Сумський державний університет, 2022. – 68с.

Кафедра теоретичної та прикладної хімії

ЗМІСТ С.

Вступ……..3
Лабораторна робота 1.Аналітичні терези, вправи зі зважування……....5
Лабораторна робота 2.Визначення вмісту барію в кристалогідраті $BaCl_2 \cdot 2H_2O$……11
Лабораторна робота 3. Перевірка місткості мірного посуду……..18
Лабораторна робота 4. Визначення H_2SO_4 у розчині з невідомою концентрацією……...23
Лабораторна робота 5. Визначення масової частки NaOHі Na_2CO_3 під час їх сумісного знаходження……28
Лабораторна робота 6. Визначення хлоридної та борної кислот за їх сумісної наявності……....35
Лабораторна робота 7. Визначення твердості води методом комплексонометрії……..39
Лабораторна робота 8.Визначення вмісту Ферум (II) у солі Мора методом перманганатометрії……..44
Лабораторна робота 9.Визначення йона Cu^{2+} у розчині мідного купоросу……48
Лабораторна робота 10.Визначення фторидів методом потенціометрії…….54
Лабораторна робота 11.Фотометричне визначення Fe(III)……...60
Список використаної літератури……...64
Додаток А……65

ВСТУП

За своєю структурою аналітична хімія – багатокомпонентна дисципліна, що передбачає різноманітні форми організації навчально-пізнавальної діяльності студентів: лекції, лабораторні заняття, самостійну роботу.

Методичні вказівки являють собою частину навчально-методичного комплексу з аналітичної хімії та є керівництвом до проведення лабораторних занять для студентів. Основна мета цихвказівок – закріплення теоретичних знань шляхом формування практичних навиків у галузі аналітичної хімії. До посібника ввійшли найбільш типові лабораторні роботи. Вони містять короткі теоретичні відомості, принцип методу з зображенням формул і реакцій взаємодіючих речовин, перелік основних матеріалів, реактивів та обладнання, детальний опис ходу роботи та передбачуваних результатів.

Під час укладання вказівок використані навчальні видання та збірники стандартизованих методик хімічного аналізу. Всі лабораторні роботи апробовані в навчальному лабораторному практикумі. Методики, покладені в основу лабораторних робіт, передбачають використання малих кількостей речовин, що відповідає сучасній тенденції впровадження в лабораторний практикум напівмікрометоду.

Лабораторна робота 1

Аналітичні терези, вправи зі зважування

Аналітичним сигналом у гравіметрії є маса. Масу речовини вимірюють,зважуючи речовину. Вага речовини (P) є пропорційною її масі (m):

$$P = mg,$$

де g – прискорення сили тяжіння, величина стала.

Зважуючи речовину, порівнюють її масу з іншою, відомою масою за допомогою терезів. Відомі маси, які визначені з високою точністю зазвичай у формі металевих гир, називаються різноважками.

Класичні терези (механічні, електромеханічні) діють за принципом важеля першого роду. Основою терезів є коромисло, яке спирається на ребропризми, рисунок 1.

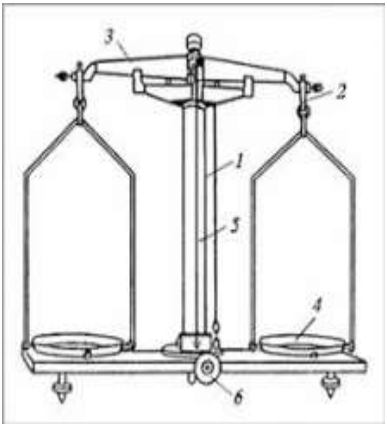


Рисунок 1 –Терези: 1 – основа; 2 – сідла; 3 – коромисло; 4 – чашка; 5 – стрілка; 6 – аретир

В умовах рівноваги моменти сил одинакові:

$M_1 = M_2$, $P_1 l_1 = P_2 l_2$, $m_1 g\ l_1 = m_2 g\ l_2$, де $l_1 = l_2$, тоді $m_1 = m_2$.

У лабораторії аналітичної хімії для визначення маси з точністю до ±0,01 г використовують технохімічні терези (рис. 1.), а з точністю до ±0,0001 г – аналітичні терези (рис. 2.).

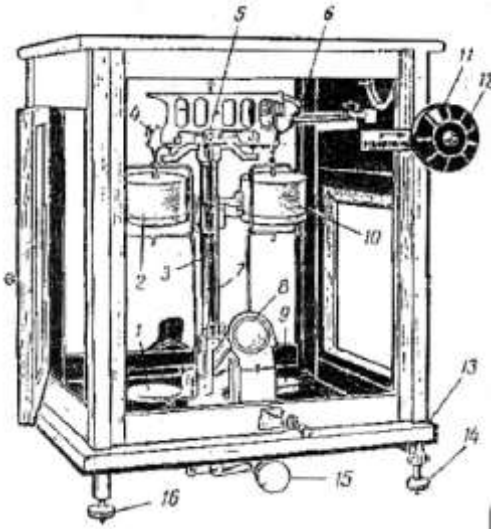


Рисунок 2 – Будова аналітичних демпферних терезів: 1,9 – чашки; 2,10 – демпфери; 3 – колонка; 4 – сідла; 5 – середня призма коромисла;6 – ричаги; 7 – стрілка; 8 – оптична шкала; 11 – великий лімб; 12 – малий лімб; 13 – основа; 14, 16 – ніжки, які регулюються; 15 – аретир

Правила та порядок зважування на аналітичних терезах

Аналітичні терези зазвичай установлюють у спеціальних кімнатах (вагових), де створюють умови захисту від механічних коливань різного походження. Терези

розміщують на капітально встановлених столах чи інших горизонтальних поверхнях.

Кожні аналітичні терези мають набір гир, які зберігаються у футлярі та розміщені в порядку зменшення маси. Кожен такий набір має пінцет для користування гирями.

Розпочинаючи зважування необхідно мати при собі лабораторний журнал і ручку для запису результатів зважування.

Маса речовини, що зважується, попередньо зазвичай визначається на технохімічних терезах.

Сипучі речовини зважують у спеціальному посуді (бюксі, на годинниковому склі, в хімічному стакані), рідини – в щільно закритому посуді. Предмети, що зважуються, повинні бути чистими та сухими, мати температуру вагової кімнати.

Зважують на терезах зручно сидячи, не торкаючись стола з терезами.

Перш ніж розпочати зважування, необхідно уважно оглянути терези та набір гир.

Терези вмикають у мережу струму (~ 220 В). Не відкриваючи дверцят шафи терезів, за нульового положення лімбів плавно повертають диск аретиру до кінця, лампа освітлювача вмикається й на екрані вейтографу з'являється зображення мікрошкали. Коливання стрілки швидко зупиняється, нуль шкали збігається з вертикальною лінією на екрані. Якщо такого збігу не відбулося, необхідно поворотом головки коректора сумістити лінію з нулем мікрошкали. Після цього, відкриваючи та закриваючи аретир, переконатися, що стрілказупиняється на нулі, збігаючись із вказівником вейтографу.

На середину лівої чашки терезів поміщають предмет, який попередньо зважують на технохімічних терезах, а на праву чашку гирку, попередньо допускаючи що маса її важча за предмет, і плавно привідкривають аретир, щоб було видно

невелике відхилення стрілки. Якщо мікрошкала при цьому переміщується на екрані вправо, то це означає, що гирка перетягує. У цьому разі закривають аретир і замість цієї ставлять меншу за порядком гирку та знову опускають аретир. Так продовжують до того часу, поки не буде визначена маса з точністю до 1 г.

Далі накладають дрібні кільцеві гирки поворотом великого лімба. Для цього під час закритого аретира повертають лімб проти годинникової стрілки через одну поділку, встановлюючи цифри лімба навпроти стрілки – вказівника міліграмів. Лімб можна повертати в будь-якому напрямі. Потім накладають гирі за допомогою малого лімба в такому самому порядку.

Дрібні гирки накладають до того часу, поки відхилення стрілки не перестане виходити за цифру +10 (або –10) мікрошкали. Після цього чекають повного зупинення стрілки. На світловому екрані фіксують за мікрошкалою результат і записують його. Великі поділки відповідають третьому, а дрібні – четвертому знаку після коми.

Після закінчення роботи обидва лімби приводять у нульове положення, кладуть гирі у футляр, знімають предмет і перевіряють нульову точку. Якщо вказівник екрана не збігається з нулем мікрошкали, необхідно за допомогою коректора досягти збігу їх і знову зважити предмет.

Аналітичні терези різних моделей мають особливості в конструкції та в системі управління, тому необхідно знайомитися з порядком роботи на терезах за інструкцією з експлуатації.

Електронні терези позбавлені такого практичного недоліку, як вправи згирями, проте їх вартість, яка прямо залежить від точності, ще надовго затримає електричні терези в навчальних лабораторіях.

Мета та завдання

1. Практично ознайомитися з роботою аналітичних терезів.
2. Відпрацювати техніку зважування.
3. Визначити масу гравіметричного посуду.

Обладнання та реактиви

Технохімічні терези ТХ 200.
Аналітичні терези ВЛА 200 М або ВЛР 200.
Гравіметричний посуд (бюкс, тигель).

Виконання роботи

Перш ніж розпочати виконання роботи, необхідно уважно ознайомитися з правилами роботи та порядком зважування на аналітичних терезах.

Відпрацювання техніки зважування на аналітичних терезах здійснюється під час зважування предметів або посуду, які використовується в гравіметрії. Для зважування використовують чистий і сухий посуд, який зберігають в ексикаторі.

Для встановлення орієнтовної ваги посуду (грубе визначення) його спочатку зважують на технохімічних терезах із точністю до 0,02г. Потім виконують зважування предметів на аналітичних терезах.

Результати зважувань записують у лабораторний журнал, визначають абсолютну та відносну похибки зважування.

Запис результатів аналізу

№	Посуд	Технохімічні терези, m (г)	Аналітичні терези, m (г)	Похибка
1				
2				
…				

Питання до самоперевірки

1. Основні завдання кількісного аналізу.
2. Класифікація методів вагового аналізу.
3. Точність зважування.
4. Абсолютна та відносна похибки визначення.

Лабораторна робота 2

Визначення вмісту барію в кристалогідраті $BaCl_2 \cdot 2H_2O$

Під час гравіметричноговизначення барію в розчинах його солей барій осаджують у вигляді сульфату розведеною сульфатною кислотою:

$$BaCl_2 + H_2SO_4 \rightarrow BaSO_4\downarrow + 2HCl.$$

Барій сульфат добре відповідає вимогам, що ставляться до осадів. Йогодобуток розчинності дорівнює $1{,}1 \cdot 10^{-10}$. Він практично не розчиняється в кислотах, має строго певний склад, якій відповідає молекулярній формулі $BaSO_4$. Так як під час прожарювання склад барію сульфату не змінюється, то ця сполука є і ваговою формою, тобто в цьому визначенні вагова форма збігається з осаджуваною. Осадження $BaSO_4$ ускладнюють такі його властивості: кристали його дуже дрібні й під час фільтрування можуть проходити через пори фільтра, тому при осадженні $BaSO_4$ потрібно піклуватися про збільшення кристалів, крім того, кристали $BaSO_4$ легко забруднюються сторонніми іонами з розчину.

Важливою умовою збільшення кристалів та їх чистоти є повільнийдодаток осаджувача. Крім того, осадження $BaSO_4$ проводять за наявності невеликої кількості HCl, що перешкоджає забрудненню осаду. Збільшенню кристалів сприяє також нагрівання. Проте в кінці осадження деяке підвищення розчинності BaSO4 за рахунок нагрівання та підкислення потрібно усунути, тому осадження закінчують на холоді.

Мета і завдання

Вивчити методику визначення вмісту барію в $BaCl_2 \cdot 2H_2O$.

Розраховувати помилку визначення вмісту барію в розчині його солі.

Обладнання та реактиви

Ваги аналітичні, піч муфельна, ексикатор, плитка електрична, бюкс, щипцітигельні, стакан хімічний, паличка скляна, лійка, циліндр, тигель, фільтр «синя стрічка»; сульфатна кислота, 2 н. розчин; хлоридна кислота, 2 н. розчин; розчин NH_4NO_3 , $\omega(NH_4NO_3)$=1 %; розчин $AgNO_3$, $\omega(AgNO_3)$ =1 %.

Виконання роботи

Підготовка тигля. Помити і висушити тигель, потім поставити його в муфельну піч на 60 хв за t = 600 ^{0}C. Охолодити тигель в ексикаторі, після цього зважити на аналітичних терезах.

Взяття наважки. Наважку досліджуваної солі (близько 0,5 г) беруть натехнохімічних терезах у бюксі, який попередньо зважений на аналітичних терезах. Далі наважку точно визначають на аналітичних терезах. Точно визначену наважку солі кількісно переносять у хімічний стакан на 150–200 мл (бюкс споліскують 2–3 рази дистильованою водою), розчиняють у 50–60 мл води та в утворений розчин доливають 3–5 мл розчину HCl.

В іншому хімічному стакані готують розчин осаджувача. Для цього обчислений за рівнянням реакції об’єм розчину сульфатної кислоти, взятий із необхідним надлишком, розбавляють водою до 40 мл.

Розрахунок об'єму осаджувача

1) маса осаджувача

$$BaCl_2 \cdot 2H_2O + H_2SO_4 = BaSO_4 + 2HCl + 2H_2O$$

$$m(H_2SO_4) = \frac{M(H2SO4) \cdot m(BaCl2 \cdot 2H2O)}{M(BaCl2 \cdot 2H2O)};$$

2) об'єм осаджувача

$$V(H_2SO_4) = \frac{m(H2SO4)1000}{M_{екв}(H2SO4)C_{екв}(H2SO4)}.$$

Необхідний об'єм з урахуванням 1,5-кратного надлишку

$V_{ос} = 1{,}5 \cdot V(H_2SO_4)$.

Осадження.Обидва стакани з приготовленими розчинами нагрівають наелектроплитці. Потім повільно, невеликими порціями (по скляній паличці) переливають розчин сульфатної кислоти до розчину солі, постійно помішуючи суміш скляною паличкою, яка надалі залишається в реакційному стакані до закінчення реакції. Процес переливання осаджувача прискорюється з наближенням до кінця реакції.

По закінченні операції осадження стакан з осадом закривають аркушем паперу (не виймаючи скляну паличку) і залишають його для «дозрівання» осаду до наступного заняття.

Фільтрування та промивання осаду.Перш ніж розпочати відокремленняосаду від маточного розчину, необхідно перевірити повноту осадження йонівBa^{2+}. Для цього по стінці стакану обережно наливають декілька крапель розчину сульфатної кислоти. Якщо ця дія не викликає утворення осаду –осадження виконане повністю. У разі появи

каламуті додати ще 5 $см^3$ сульфатної кислоти і знову перевірити на повноту осадження.

Фільтрування осаду барій сульфату виконують, використовуючи фільтр із синьою смужкою. Фільтр ретельно вкладають у чисту та суху лійку та змочують водою із промивалки. Лійку з фільтром уставляють у кільце лабораторного штативу так, щоб її носик торкався внутрішньої стінки хімічного стакану, до якого буде збиратися фільтрат. Осад переносять на фільтр методом декантації, 2–3 рази промиваючи невеликими порціями (15–20 мл) промивної рідини. Промивну рідину готують змішуючи 4 мл розчину H_2SO_4 і 100 мл води.

Перенесення рідини та осаду на фільтр здійснюють дуже обережно, не допускаючи розбризкування та втрат. Для ретельного та кількісного перенесення осаду на фільтр використовують скляну паличку з гумовим наконечником, за допомогою якого зчищають кристалічний наліт на стінках стакана.

Осад на фільтрі додатково промивають розчином амоній нітрату до негативної реакції на Cl^- у промивних водах. Контроль здійснюють розчином $AgNO_3$.

Висушування та прожарювання осаду. Лійку з фільтром переносять досушильної шафи, де за кілька хвилин його підсушують (до незначної вологості), після чого фільтр з осадом обережно та компактно складають і переносять у фарфоровий тигель, який заздалегідь був прожарений до постійної маси. Фільтр у тиглі обвуглюють на помірному полум'ї газового пальника (до припинення диму), потім тигель переносять у муфельну піч, користуючись муфельними щипцями, і прожарюють до постійної маси за температури 600 °С. Прожарювання виконують за 2–3 прийоми по 30–40 хвилин. Зважування тигля здійснюється після його охолодження в ексикаторі. Якщо різниця між зважуваннями не перевищує 0,0002г, можна вважати, що осад доведений до постійної маси. Якщо різниця більше, то

операцію щодо прожарювання повторюють до того часу, поки не буде досягнута постійна маса.

Зважування гравіметричної форми та розрахунки за результатами аналізу.Визначення маси барій сульфату (гравіметричної форми), одержаного прожарюванням, знаходять як різницю мас тиглю з речовиною та попередньо прожареного пустого тиглю. За кінцевий результат зважувань беруть середнє арифметичне з трьох найбільш близьких значень. Усі результати зважувань заносять у лабораторний журнал .

Запис результатів аналізу

Маса бюксу

Маса бюксу с $BaCl_2 \cdot 2H_2O$

Маса наважки g $BaCl_2 \cdot 2H_2O$

Маса тигля (пустого)

$m_т$ – перше зважування

– друге зважування.

Маса тигля с BaSO4 $m_{тос}$

– перше зважування

– друге зважування

– трете зважування

Маса гравіметричной форми

$q = m_{тос} - m_т$

Гравіметричний чинник

$F_{BaSO4/Ba} = \frac{MBa}{MBaSO4}$.

Вміст барію в досліджуваному зразку кристалогідрату $BaCl_2\ 2H_2O$:

$\omega(Ba) = \frac{q\ F\ 100}{g}$,

де F – гравіметричний чинник, $M(Ba) / M(BaSO_4)$;

q – маса гравіметричної форми, г;

G – наважка кристалогідрату, взятого для аналізу, г.

Правильність виконаного аналізу та точність кінцевого результату оцінюють за значеннями абсолютної та відносної похибки. Як істинне значення береться вміст барію, обчислений за хімічною формулою кристалогідрату. У визначенні допускається відносна похибка не більша за 0,5 %.

Розрахунок теоретичного вмісту барію в солі

$M(BaCl_2 \cdot 2H2O) – 100\%$

M (Ba) – Хт

$Хт = \frac{M\ (Ba)100}{M(BaC12\ \cdot 2H2O)}$

Абсолютна похибка $\Delta X = |Xт - Xпр|$

Відносна похибка $\sigma = \frac{\Delta X \, 100}{Xт}\%$.

Питання до самоперевірки

1.Поясніть умови проведення реакції осадження в гравіметрії?

2.За якими властивостями сульфатна кислота кращий осаджувач іонів Ba2+ ніж натрію сульфат?

3.З якою метою промивають осад? Чому в гравіметрії для промивання осаду використовують розбавлений розчин осаджувача?

4.Які хімічні реакції можуть відбуватися під час висушування та прожарювання осаду?

Лабораторна робота 3

Перевірка місткості мірного посуду

Калібрування хімічного вимірювального посуду здійснюється за масою води, що виливається чи заливається до нього. Калібрують бездоганно чистий, попередньо висушений посуд. Мірні колби перевіряють, зважуючи та заповнюючи їх водою до нижнього краю меніску з міткою. З верхньої частини горловини фільтрувальним папером видаляють краплини води, що залишились на стінках і повторно зважують заповнену колбу на технохімічних (аналітичних) терезах щонайменше 3 рази. За масою води в колбі (m) вираховують об'єм (V) із врахуванням температури t і густини води ρ. За особливо точних обрахунків враховують зміну маси води і гир у вакуумі та повітрі, а також об'єму мірної колби за різних температур.

Калібрування піпеток або бюреток здійснюють вимірюванням певного об'єму води в попередньо зваженому бюксі, який повторно зважують на аналітичних терезах після наповнення фіксованим об'ємом води. За різницею мас визначають масу води та вираховують об'єм піпетки (бюретки). У градуйованих піпеток перевіряють правильність градування. Для цього з піпетки в бюкс зливають послідовно 5, 10, 15, 20, 25 $см^3$ води. Бюкси кожен раз зважують і вираховують похибку градування піпетки. Всі визначення проводять щонайменше тричі та вираховують середнє значення.

Мета і завдання

Оволодіти методикою калібрування мірного посуду (мірної колби, піпетки, бюретки).

Обладнання та реактиви. Вода дистильована, термометр, мірна колба об'ємом 100 мл, мірна піпетка Мора (об'ємом 10–25 мл), ваги аналітичні, ваги технохімічні, різноважки, скляний бюкс (стакан), бюрека (об'ємом 25 мл).

Виконання роботи

1. Калібрування мірної колби об'ємом 100 см^3

Бездоганно чисту суху колбу зважують (щонайменше тричі) та знаходять середнє значення її маси. Тоді дистильованою водою заповнюють колбу до мітки (за нижнім краєм меніску). Температуру води попередньо визначають. Із верхньої частини горловини фільтрувальним папером видаляють краплини води, що залишилися на стінках і зважують заповнену колбу на технохімічних вагах щонайменше 3 рази. За масою води в колбі (m) вираховують об'єм (V) із врахуванням температури та густини води:

$$V = m / \rho_{(H_2O)}.$$

У разі калібрування за температури, відмінній від 20 °С, її об'єм приводять до об'єму за 20 °С за формулою

$$V_{20} = m\ 1000 / m_t,$$

де m – маса води в мірній колбі за температури t ,г;
m_t – маса води за температури t, що займає об'єм 1 000 мл за 20 °С, г;
V_{20} – справжній об'єм, мл.

Таблиця 1 – Густина та питома вага води за різної температури

Температура, °С	Густина, г/см^3	Маса води, що займає об'єм 1000 см^3 при 20°С
12	0,99952	998,23
14	0,99927	998,04
16	0,99897	997,80
18	0,99862	997,51
20	0,99823	997,18
22	0,99780	996,80
24	0,99732	996,39

Усі визначення проводять щонайменше тричі та вираховують середнє значення. На основі одержаних результатів розраховують поправку для перевіреної колби та заносять у таблицю.

Маса пустої колби _____

Розрахунок поправок для колби

$V_{колби}$, мл	**Маса колби з водою, г**	**Маса води, г**	$\mathbf{V_{дійсний}}$, **мл**	$\mathbf{\Delta V = V_д - V_o}$

2. Калібрування піпеток Мора

Скляний бюкс або стакан старанно миють, сушать, а тоді зважують (послідовно на технохімічних та аналітичних терезах). Піпетку заповнюють дистильованою водою до мітки (за нижнім краєм меніску), вміст виливають у бюкс і зважують. За різницею мас визначають масу води та вираховують об'єм піпетки. Всі визначення проводять щонайменше тричі та вираховують середнє значення.

На основі одержаних результатів розраховують поправку для перевіреної піпетки та заносять у таблицю.

Маса пустого бюксу _____

Розрахунок поправок для піпетки

$V_{піпетки}$, мл	Маса бюксу з водою, г	Маса води, г	$V_{дійсний}$, мл	$\Delta V = V_д - V_o$

3. Калібрування бюретки

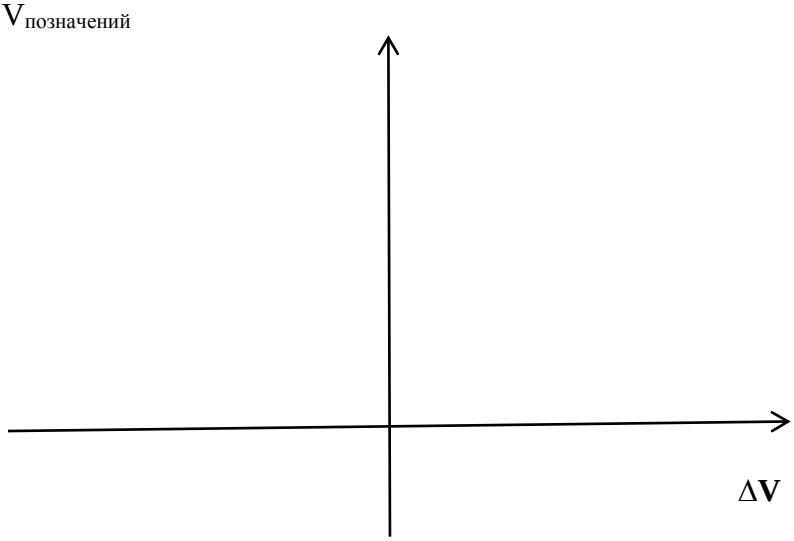
Перед початком роботи бюретку встановлюють строго вертикально та заповнюють їїдистильованою водою до «нуля». Для перевірки точності бюретки відмірюють і зважують на аналітичних вагах (тричі) різні об'єми води (5,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0 мл). Результати зважувань заносять у таблицю.

На основі одержаних результатів розраховують поправку для кожної перевіреної поділки **(ΔV) і заносять у таблицю.**

Розрахунок поправок для піпетки

$V_{позначений}$, мл	Маса бюксу з водою, г	Маса води, г	$V_{дійсний}$, мл	$\Delta V = V_д - V_o$
5				
10				
15				
20				
25				

Знайдені поправки подають у вигляді графіку поправок для бюретки. На осі ординат відкладають позначений на бюретці об'єм (мл) ($V_{позначений}$), а на осі абсцис – поправку в мілілітрах (ΔV) **(вліво від нуля зі знаком «мінус» і вправо – зі знаком «плюс».**



Питання для самоперевірки

1. Як перевірити місткість мірного посуду (мірних колб, бюреток, піпеток)?

2. Криві поправок для бюреток. Як їх побудувати?

Лабораторна робота 4

Визначення H_2SO_4 у розчині з невідомою концентрацією

Для виконання роботи використовують метод нейтралізації (кислотно-основної взаємодії), в основі якого покладена реакція взаємодії іонів водню з гідроксид-іонами:

$$H+ + OH - H_2O.$$

Кількість сульфатної кислоти визначають за титрованим розчином лугу (KOH, або NaOH). Розчин реактиву відомої концентрації називається робочим, або титрованим розчином. Найкращим методом приготування титрованих робочих розчинів є розчинення точної наважки відповідної чистої речовини в певному об'ємі води. Але виготовити титровані робочі розчини лугу таким методом не можна, бо під час їх зберігання завжди утворюється певна кількість соди внаслідок поглинання вуглекислого газу з повітря. Крім цього луги містять воду й інші домішки. Отже, приготувати титровані розчини лугу з точної наважки неможливо. Тому в методі нейтралізації розчини готують приблизної концентрації, а потім установлюють точну нормальність розчинів за допомогою вихідних речовин.

Для встановлення нормальності сульфатної кислоти частіше використовують щавлеву кислоту.

Процес додавання робочого розчину до розчину визначуваної речовини називається титруванням. Звичайно титрують до того моменту, поки буде досягнута точка еквівалентності, тобто моменту, коли кількість реактиву, яка є в об'ємі робочого розчину, стане еквівалентною кількості визначуваної речовини.

Точку еквівалентності звичайно встановлюють, вводячи в розчин речовини, що здатні змінювати свій колір після введення робочого розчину в еквівалентній кількості або в невеликому надлишку. Ці речовини називаються

індикаторами. Найчастіше використовують індикатори фенолфталеїн, метилоранж, лакмус.

Мета і завдання

1. Практично ознайомитися з методом кислотно-основного титрування.

2.Визначити вміст сульфатної кислоти в досліджуваному розчині.

Обладнання та реактиви: бюретка, 25 мл; піпетка Мора, 10 мл; мірні колби, 100 мл; колби для титрування; оксалатна кислота, крист.; натрій гідроксид, крист; розчин-аналіт сульфатної кислоти; крапельниця; розчин фенолфталеїну, спирт.; стакан,50 мл; бюкс; лійка; ваги технохімічні; ваги аналітичні; мірні циліндри.

Виконання роботи

1. Приготування стандартного розчину оксалатної кислоти

Молярна маса еквівалента оксалатній кислоті дорівнює: $M_{e\,H_2C_2O_4\cdot 2H_2O}$.

Для приготування 100 мл 0,1 н. розчину оксалатної кислоти необхідно розрахувати наважку за формулою

$$m_{H_2C_2O_4} = (M_{екв\,H_2C_2O_4\cdot 2H_2O} C_{екв\,H_2C_2O_4\cdot 2H_2O} V_{колби}) / 1000.$$

Розраховану наважку кислоти зважують у бюксі на технохімічних терезах, апотім точно на аналітичних терезах. Наважка може не точно відповідати обчисленому значенню, але достатньо до нього наближеною (+– 0,1 г).Масу кислоти визначають як різницю мас бюксу з наважкою та пустого бюксу. Результати зважувань та обчислень записують у журнал:

$m_{\text{бюксу з наважкою}}$

$m_{\text{ пустого бюксу}}$

$m_{\text{наважки}H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O}$.

Наважку кислоти кількісно переносять, користуючись лійкою, у чисту мірну колбу на 1 000 мл, розчиняють у дистильованій воді та об'єм рідини в колбі доводять до позначки. Одержаний розчин ретельно перемішують. Значення титру та молярної концентрації одержаного розчину обчислюють за такими формулами:

$$T_{H_2C_2O_4 2H_2O} = m_{H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O} / V_{\text{колби}};$$

$$C_{\text{екв}H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O} = (T_{H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O}\ 1000) / M_{\text{Э}H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O}.$$

2. Приготування приблизно 0,1 н. розчину гідроксиду натрію та встановлення його титру

Молярна маса еквівалента гідроксиду натрію дорівнює:

$$m_{e\,NaOH} = \frac{40.01}{1} = 40.01\ г/моль$$

Для приготування 100 мл 0,1 н розчину натрій гідроксиду необхідно розрахувати наважку за формулою

$$m_{NaOH} = (M_{\text{Э}NaOH} C_{\text{екв}NaOH} V_{\text{колби}}) / 1000.$$

Зважують із невеликим надлишком розраховану наважку натрію гідроксиду, вносять у мірну колбу, промивають її декілька разів холодною дистильованою водою (щоб відмити від карбонатів), розчиняють у дистильованій воді та об'єм розчину доводять до позначки.

3. Стандартизація розчину натрію гідроксиду за розчином оксалатної кислоти

У бюретку наливають через лійку невелику кількість приготованого розчину лугу. Обполіскують її цим розчином, виливають його в раковину й потім наповнюють бюретку до нульової позначки розчином NaOH. У колбу для титрування

вносять піпеткою 10,00мл розчину кислоти оксалатної, додають 2–3 краплі індикатору фенолфталеїну та титрують розчином натрію гідроксиду до появи рожевого забарвлення, яке не зникає впродовж 1 хвилини. Титрування виконують 3–4 рази, беручи результат першого за орієнтир.

Одержані під час титрування результати повинні відрізнятися один від одного не більше, ніж на 0,05 мл. За кожного титрування бюретка повинна заповнюватися розчином до нульової позначки. З одержаних результатів титрування знаходять середнє арифметичне:

1-ше титрування – V; 3-тє титрування – V3;

2-ге титрування – V2; 4-те титрування – V4.

V_{NaOH}.

Розраховують молярну концентрацію еквівалентів натрію гідроксиду за формулою

$$C_{екв NaOH} V_{NaOH} = C_{екв H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O} V_{H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O}.$$

4. Визначення вмісту сульфатної кислоти в розчині невідомої концентрації

Отримують у викладача мірну колбу з досліджуваним розчином сульфатної кислоти, розбавляють доводячи до мітки та аналізують. Відбирають із колби піпеткою 10 мл розчину кислоти та переносять розчин у конічну колбу на 100–150 мл, доливають 2–3 краплі фенолфталеїну та титрують стандартним розчином гідроксиду натрію до появи малинового забарвлення.

Обчислення здійснюють за результатом, знайденим як середнє арифметичне трьох найближчих, розбіжність яких не повинна перевищувати 0,05 мл.

Результати титрування заносять у таблицю.

№ титрування	Об'єм NaOH

V_{NaOH}.

За результатом титрування обчислюють концентрацію досліджуваногорозчину та масу сульфатної кислоти у вихідному розчині.

$$C_{екв,NaOH} \cdot V_{NaOH} = C_{екв H_2SO_4} \cdot V_{a H_2SO_4},$$

$$m_{H_2SO_4} = C_{екв.H_2SO_4} \cdot M_{E H_2SO_4} \cdot V_{колби} / 1000,$$

Питання для самоперевірки

1. Які речовини можна визначити методом нейтралізації?
2. Значення методу кислотно-основного титрування.
3. Які вимоги до реакції, що використовують для кислотно-основного титрування?
4. Застосування методу нейтралізації для кількісного визначення кислот і основ.

Лабораторна робота 5

Визначення масової частки NaOH і Na_2CO_3 під час їх сумісного знаходження

Натрій гідроксид, поглинаючи CO_2 з повітря, має домішки натрій карбонату. У таких та інших випадках вміст натрій карбонату визначають методом кислотно-основного титрування (спосіб Уордера).

Взаємодія NaOH і Na_2CO_3 може бути подана рівняннями:

$NaOH + Na_2CO_3 + 2HCl = 2NaCl + NaHCO_3 + H_2O$, (тобто зарН = 8,3);

$NaHCO_3 + HCl = NaCl = H_2O + CO_2$, (тобто зарН = 3,95).

Реакція нейтралізації перебігу проходить у дві стадії, відповідно маємо дві точки еквівалентності (на кривій титрування спостерігається два стрибки титрування). Дві точки еквівалентності можна зафіксувати двома індикаторами. Першу (pH=8,3) встановлюємо фенолфталеїном (інтервал переходу = 8–10), другу (pH = = 3,85) – метиловим оранжевим (інтервал переходу = 3,2–4,4). Отже, за наявності фенолфталеїну буде відтитрований увесь NaOH та половина кількості Na_2CO_3 , а за наявності метилоранжу буде відтитрована друга половина кількості Na_2CO_3.

Мета і завдання

1. Ознайомитися з титриметричним аналізом суміші речовин.
2. Обгрунтувати вибір індикаторів.
3. Визначити вміст NaOH та Na2CO3.

Обладнання та реактиви

Бюретка, 25 мл; піпетка Мора, 10 мл; мірні колби, 50, 100 мл; колби для титрування; градуйована піпетка; набір ареометрів; мірний циліндр;хлоридна кислота, ω(HCl) = 25–30 %; Na2B4O7 · 10H2O, кристалічний; розчин –аналіт суміші Na2CO3 – NaOH; індикатори: фенолфталеїн, метилоранж.

Виконання роботи

1. Приготування робочого розчину HCl, Секв = 0,1 моль екв /л, (0,1н.),V = 250мл

Для приготування 0,1 н. розчину HCl використовують розчин кислоти з масовою часткою 25–30 %. Насамперед необхідно точно встановити масову частку HCl у вихідному розчині. Для цього, користуючись ареометрами, вимірюють густину розчину і за її значенням знаходять у довіднику масову частку. За цими даними виконують обчислення, скільки мл вихідного розчину необхідно для приготування 250 мл 0,1 н. розчину HCl. За допомогою градуйованої піпетки або мірної пробірки відбирають розрахований об'єм вихідного розчину кислоти та переносять його в мірну колбу місткістю 250 мл, доливають дистильовану воду до кругової мітки та ретельно перемішують.

$$m_{HCl} = (M_{екв HCl} C_{екв HCl} V_{колби}) / 1000$$

$$\rho_{(розчину)} = 1{,}1239 \text{ г/мл}$$

$$\omega_{(HCl)} = 25\%$$

$$V_{(розчину)} = \frac{m(HCl) \cdot 100}{\omega(HCl) \cdot \rho(\text{розчину})}.$$

2. Приготування стандартного розчину бури ($Na_2B_4O_7$. 10 H_2O), $C_{екв}$ = 0,1 моль екв/л, (0,1н.)

Для встановлення точного значення титру та концентрації ($C_н$) робочого розчину HCl, як стандартний використовують розчин кристалогідрату натрій тетраборату, який готують за наважкою солі. Кристалогідрат натрій тетраборату відповідає вимогам до стандартів. Під час титрування сильною кислотою відбувається реакція за сумарним рівнянням

$$B4O7^{2-} + 2H^{+} + 5H2O = 4H3BO3.$$

Для приготування 50 мл 0,1 н. розчину бури необхідно розрахувати наважку за такою формулою:

$$m = (M_{екв} C_{екв} V_{колби}) / 1000.$$

Розраховану наважку солі зважують у бюксі на технохімічних терезах, а потім точно, на аналітичних терезах. Наважка може не точно відповідати обчисленому значенню, але достатньо до нього наближеною (+– 0,1 г).Масу солі визначають як різницю мас бюксу з наважкою та пустого висушеного бюксу.

$m_{бюксу\ з\ наважкою}$

$m_{пустогобюксу}$

$m_{Na2B4O7 \cdot 10\ H2O.}$

Результати зважувань та обчислень записують у журнал. Наважку солі кількісно переносять, користуючись лійкою, у чисту мірну колбу на 50 мл. Для розчинення солі в мірну колбу наливають приблизно ½ об'єму дистильованої води, нагрівають на водяній бані до повного розчинення солі, потім охолоджують до кімнатної температури та доводять водою до мітки. Одержаний розчин ретельно перемішують.

Значення титру та молярної концентрації одержаного розчину обчислюють за такими формулами:

$$T = m / V;$$

$$C_{екв} = 1000 \cdot T / M_E;$$

$$M_{E(Na_2B_4O_7)}.$$

3. Встановлення титру та молярної концентрації HCl за стандартним розчином бури (методом піпетування)

Розчин бури приготовлений за наважкою використовують для встановлення точної концентрації робочого розчину HCl.

Ретельно вимиту бюретку двічі сполоскують робочим розчином HCl (невеликими порціями розчину) та заповнюють її, слідкуючи, щоб капіляр був без повітряної бульбашки. Після цього меніск рідини в бюретці доводять до нульової мітки. Піпеткою на 10 мл, яку заздалегідь сполоснули розчином бури, відбирають аліквоту розчину солі та переносять (дотримуючись правил роботи з аналітичними піпетками) в колбу для титрування.

Сюди ж добавляють 2–3 краплі індикатора метилового оранжевого та виконують титрування розчину до чіткого переходу забарвлення від жовтого до червоного (рожевого). Титрування виконують 3–4 рази, беручи результат першого за орієнтир:

1-ше титрування – *V1*; 3-тє титрування – *V3;*

2-ге титрування –*V2*; 4-те титрування – *V4* .

Остаточний результат титрування знаходять як середнє арифметичнетрьох найбільш близьких значень

V_{HCl}.

Обчислюють концентрацію і титр хлоридної кислоти:

$$\textit{секв(HCl)} \cdot \textit{V(HCl)} = \textit{Секв(солі)} \cdot \textit{V(солі)},$$

$$\textit{T(HCl)} = \textit{секв.(HCl)} \cdot \textit{ME (HCl)} / 1000.$$

4. Контрольне визначення

0,5 г (точну наважку) суміші препаратів розчиняють у воді в мірній колбі місткістю 100 мл. У конічну колбу для титрування відбирають 10 мл приготовленого розчину, додають 2 краплі розчину фенолфталеїну та титрують стандартним розчином кислоти хлоридною до знебарвлення індикатора. Фіксують об'єм титранту, який витрачено на титрування до першої точки еквівалентності (V_1).

У знебарвлений розчин додають 2–3 краплі метилового оранжевого (розчин забарвлюється в жовтий колір і титрують розчином HCl до моменту переходу кольору в червоно-оранжевий. Водночас необхідно мати на увазі, що титрування за наявності метилоранжу виконується без попереднього заповнення бюретки до нульової позначки. Фіксують об'єм титранту, витраченого на титрування суміші до другої точки еквівалентності (V_2).

Титрування виконують 3–4 рази. Результат вимірювання знаходять як середнє арифметичне трьох найбільш близьких значень.

1) Результати титрування з фенолфталеїном:

1-ше

2-ге

3-тє

4-те

V_1(HCl).

2) Результати титрування з метилоранжем:

1-ше

2-ге

3-тє

4-те

V_2 (HCl).

Отже, на титрування всього NaOH і половини кількості Na_2CO_3витрачається **V_1**млHCl, а на половину кількості Na_2CO_3 витрачається V_3= **$V_2 - V_1$** млHCl.

На всю кількість Na_2CO_3 витрачається 2· V_3.

На всю кількість NaOH витрачається $V_1 - V_3$.

V_3(HCl) – об'єм використаного титранту за метиловим оранжевимHCl***(між першим і другим стрибком титрування).***

Розрахунок масової частки ω (NaOH),% проводять за такою формулою:

ω(NaOH),% =

$$= \frac{(V1(HCl) - V3(HCl)) \cdot Cекв(HCl) \cdot Mекв(NaOH) \cdot Vколби \cdot 100\%}{m(наважки) \cdot V(піпетки) \cdot 1\,000}.$$

Питання для самоперевірки

1. Загальна характеристика індикаторів методу кислотно-основного титрування. Вибір індикатора для кожного конкретного визначення.
2. Константи іонізації індикаторів.
3. Показник індикатора та інтервал переходу індикатора.
4. Похибки кислотно-основного титрування.

Лабораторна робота 6

Визначення хлоридної та борної кислот під час їх сумісної наявності

Під час титрування суміші сильної та слабкої кислот важлива величина константи дисоціації слабкої кислоти. За значення $K_a<10^{-7}$ до початку титрування концентрація іонів гідрогену практично дорівнює концентрації сильної кислоти, так як за її наявності дисоціація слабкої кислоти буде повністю пригнічена. Тому спочатку буде відтитрована вся сильна кислота, а потім і слабка кислота. Ортоборатна кислота є дуже слабкою кислотою ($K_a = 5,8 \cdot 10^{-10}$), безпосередньо їївідтитрувати не можна. Але якщо в розчин додати деякі органічні речовини (маніт, гліцерол та ін.), то вони утворюють із борною кислотою сильніші комплексні кислоти (гліцероборатну кислоту), які можна титрувати прямим методом із фенолфталеїном як індикатор.

Мета та завдання

1.Ознайомлення з методикою титриметричного аналізу суміші кислот.

2. Визначити вміст сильної та слабкої кислот за участігліцеролу.

Обладнання та реактиви

Бюретка, 25 мл; піпетка Мора, 10 мл; мірні колби, 50, 100 мл; колби для титрування; градуйована піпетка; розчин натрій гідроксиду, Секв (NaOH) = 0,1 моль екв/л; розчин оксалатної кислоти Секв ($H_2C_2O_4$)= 0,1 моль екв/л; гліцерол; індикатори – метиловий оранжевий, 0,1%-й водний розчин, фенолфталеїн, 0,1%-й спиртовий розчин; розчин-аналіт суміші HCl - НЗВОЗ.

Виконання роботи

1.Стандартизація розчину натрію гідроксиду за розчином оксалатної кислоти

Стандартизацію розчину натрію гідроксиду за розчином оксалатної кислоти проводять, як було описано раніше. Розраховують поправковий коефіцієнт для розчину натрію гідроксиду $К_п(NaOH)$.

2. Контрольне визначення

**Гліцерол перед початком роботи повинен бути нейтралізований лугом за наявності фенолфталеїну.*

Бюретку заповнюють розчином натрій гідроксиду і, бажано, закривають трубкою, заповненою поглиначем CO2.

Отримують у викладача мірну колбу з досліджуваним розчином. Піпеткою відбирають аліквотну частину розчину-аналіту, переносять уколбу для титрування. До цього розчину прибавляють 1–2 краплі метилоранжу та титрують 0,1 н. розчином натрій гідроксиду до моменту зміни забарвлення від червоно-рожевого до жовтого. Результат цього титрування відповідає вмісту хлоридної кислоти. В титрований розчин добавляють 10 млгліцеролу та ретельно перемішують.

В одержаний розчин додають 3–4 краплі фенолфталеїну тапродовжують титрування до моменту зміни забарвлення від жовтого до оранжево-червоного. Якщо оранжево-червоне забарвлення зникає, то добавляютьще 3–5 мл гліцеролу та продовжують титрування до його появи. Об'єм титранту, витраченого на титрування розчину за наявностігліцеролу і фенолфталеїну відповідає вмісту боратної кислоти.

Результати щонайменше трьох титрувань заносять до таблиці.

1) Результати титрування з фенолфталеїном:

1-ше;

2-ге;

3-тє;

4-те;

V_1(NaOH) .

2) Результати титрування з метилоранжем:

1-ше;

2-ге;

3-тє;

4-те;

V_2 (NaOH).

За результатами визначення обчислюють концентрацію кислот:

$$\text{m(HCl)} = = \frac{(V1(NaOH))\cdot Ce\text{кв}(NaOH)\cdot \text{Кп}(NaOH)Me\text{кв}\,(HCl)\cdot V\text{колби}}{V(\text{піпетки})\cdot 1\ 000};$$

$$\text{m}\,(H_3BO_3) = = \frac{(V2(NaOH)-V1(NaOH))\cdot Ce\text{кв}(NaOH)\cdot \text{Кп}(NaOH)Me\text{кв}(H3BO3)\cdot V\text{колби}}{V(\text{піпетки})\cdot 1\ 000}.$$

Питання для самоперевірки

1. Які розрахункові формули використовують під час побудови кривої титрування поліпротонних кислот сильними основами?

2. Криві титрування слабких кислот сильними основами, приклади. Обчислення pH у точці еквівалентності. Вибір індикатору.

Лабораторна робота 7

Визначення твердості води методом комплексонометрії

Комплексонометрія – метод аналізу, що ґрунтується на взаємодії йонів-металів із сполуками комплексонами. Внаслідок взаємодії утворюються стійкі, малодисоційовані, добре розчинні комплексні сполуки. В аналітичній практиці найчастішевикористовують комплексон ІІІ (трилон Б), який є натрієвою сіллю етилендиамінтетраацетатної кислоти (умовна формула Na_2H_2X).

Взаємодія йонів металів із трилоном Б відбувається за схемою

$$Me^{2+} + H_2X^{2-} = MeX^{2-} + 2H^+,$$

де H2X2- – аніон солі Na2H2X.

Взаємодія йонів металу з трилоном Б перебуває в еквівалентному співвідношенні 1:1, незалежно від заряду катіона. Це зручно в обчисленнях.

Точку еквівалентності в комплексонометрії визначають за допомогою металоіндикаторів, які являють собою органічні барвники, що утворюють сполуки менш стійкі порівняно з комплексами, що утворюють іони металів із трилоном Б. Томутрилон Б хімічно зв'язуючи йони металів, руйнує їх комплексні сполуки з металоіндикаторами. Металоіндикатор, звільняючись, забарвлює розчин у колір характерний для нього. Поширеними індикаторами є еріохром чорний Т, мурексид, хромоген темно-синій. Аніони цих індикаторів у лужному середовищі мають синій або синьо-фіолетовий колір, а з йонами металів утворюють комплекси червоного або фіолетово-червоного кольору:

$$Me^{2+} + HInd^{2-} = MeInd^- + H^+.$$

синій червоний

Під час титрування комплексна сполука з металоіндикатором руйнується, вточці еквівалентності спостерігається зміна забарвлення розчину:

$MeIнд^{-} + H_2X^{2-} = MeX^{2-} + HIнд^{2-} + H^{+}$

червоний безбарвний безбарвний синій

Метод комплексонометричного титрування застосовують для визначенняу водних розчинах вмісту йонів Ca2+, Mg2+, Zn2+, Al3+ тощо.

Мета і завдання

1. Ознайомлення з теорією та практикою методу комплексонометрії.

2. Визначити загальну твердість води (вміст іонів Ca^{2+}, Mg^{2+}).

Обладнання та реактиви

Обладнання для титриметричного аналізу; колби конічні, 250,500 мл; циліндр мірний, 100 мл; шпатель; комплексон ІІІ, крист.; цинк металічний; кислота сульфатна, розчин; амоніачний буферний розчин, pH = 9 – 10 (водний розчин 20 г NH_4Cl, 100 мл 25% -го NH_3 у мірній колбі на 1 л); металоіндикатореріохром чорний Т (суха суміш із натрій хлоридом, у співвідношенні 1 : 100).

Виконання роботи

1. Приготування та стандартизація титрованого розчину комплексону ІІІ

1.1. Приготування стандартного розчину цинку.

M (Тр.Б) = 372,24 г/моль; $f_{екв}$ = 1;

$M(Zn^{2+})$ = 65,38 г/моль; $f_{екв}$ = 1.

Точну наважку цинку, розраховану за формулою

$m_{Zn} = (M_{екв Zn} C_{екв Zn} V_{колби}) / 1\,000$, вносять у мірну колбу місткістю 500мл, розчиняють у 30 мл кислоти сульфатної розведеної, і об'єм рідини в колбі доводять водою до позначки.

Розраховують ***титр заданої нормальності :***

$$T_{зн} = m_0/V,$$

де m_0 – маса розрахованої наважки,г;

V – об'єм розчину, в якому є наважка, мл.

Титр робочий:

$$T_р = m /V,$$

де m =маса взятої наважки, г;

Коефіцієнт поправки:

$$K_п = T_р / T_{зн}.$$

1.2. Приготування розчину комплексону ІІІ

Розраховують масу наважки комплексону ІІІ, $m_{ТрБ}$, яка необхідна для приготування певного об'єму розчину комплексону ІІІ, $C_{екв ТрБ} = 0{,}05$ М.

Точну наважку комплексону ІІІ зважують на аналітичних вагах, вносять у мірну колбу, розчиняють у дистильованій воді та об'єм доводять до позначки.

1.3. Стандартизація розчину комплексону ІІІ за розчином цинку

Приготовленим розчином комплексону ІІІ заповнюють бюретку, вставонлюючи рівень «нуля» за нижнім меніском. У колбу для титрування вносять піпеткою 25 мл приготовленого розчину цинку, додають 5 мл аміачного буферного розчину, декілька мг індикатору еріохром чорного

Т і 70 мл дистильованої води. Рідину перемішують і титрують розчином трилону Б до переходу забарвлення від червоного до синього. Розраховують коефіцієнт поправки для розчину трилону Б:

V_1

V_2

$V_{сер}$ =

$$C_{екв Zn} \cdot K_{n Zn} \cdot V_{Zn} = C_{екв ТрБ} \cdot K_{n ТрБ} \cdot V_{ТрБ.}$$

2. Визначення загальної твердості води

Мірним циліндром відбирають 100 мл природної (водогінної) води, переносять у колбу для титрування, добавляють 5–6 мламоніачного буферного розчину та декілька сухої суміші еріохрому з натрій хлоридом, у співвідношенні 1:100. Одержаний розчин фіолетово-червоного кольору титрують робочим розчином трилону Б до моменту зміни забарвлення від червоно-фіолетового в синій колір.

Достатня точність вимірювання досягається за два титрування.

V_1

V_2

$V_{сер.}$

Загальну твердість води обчислюють за формулою

$$Тз(H2O) = Секв\ (Тр\ Б) \cdot V(Тр\ Б) \cdot 1\ 000 / V(H2O), ммоль\text{-}екв/л.$$

Питання для самоперевірки

1. Що таке твердість води? Чим зумовлені постійна та тимчасова твердість води?

2. Як можна визначити постійну та тимчасову твердість води?

Лабораторна робота 8

Визначення вмісту Ферум (II) у солі Мора методом перманганатометрії

Перманганатометрія – це один із методів окисно-відновного титрування, який має широке застосування. Назва методу походить від назви речовини-титранта, калій перманганату, який у кислому середовищі виявляє властивості окисника:

$$MnO_4^- + 8H^+ + 5e = Mn^{2+} + 4H_2O.$$

У точці еквівалентності розчин забарвлюється в рожевий колір, що зумовлюється мінімальним надлишком KMnO4 (однією краплею титранту). Отже, відпадає необхідність у застосуванні індикатора. Вперманганатометрії зазвичай використовують розбавлений розчин титранту(0,05 н.), який готують за наважкою. Враховуючи хімічну нестійкість KMnO4 у водному розчині, існує необхідність у систематичній перевірці його концентрації. Встановлення титру KMnO4 здійснюють зазвичай за допомогою оксалатної кислоти H2C2O4**,** 2H2O або її солі. Під час титрування стандартного розчину оксалатної кислоти розчином KMnO4 відбувається реакція:

$$5C_2O_4^{2-} + 2MnO_4^- + 16H^+ = 2Mn^{2+} + 10CO_2 + 8H_2O.$$

Метод перманганатометрії використовують для визначення відновників, наприклад, сполук Феруму(II). Визначення ґрунтується на реакції:

$$10Fe^{2+} + 2MnO^4- + 16H^+ = 10Fe^{3+} + 2Mn^{2+} + 8H2O.$$

Титрування виконують без індикатора.

Мета і завдання

1. Ознайомлення з методами окисно-відновного титрування.

2. Визначити вміст Ферум (II) у солі Мора.

Обладнання та реактиви

Обладнання для титриметричного аналізу; колби мірні, 50 мл, 100мл; плитка електрична (водяна баня); розчин KMnO4, $C_{екв}(KMnO_4)$ = 0,05 моль/л; $H_2C_2O4 \cdot 2H_2O$, кристалічна; сульфатна кислота, $C_{екв}(H_2SO_4)$ = 2 моль/л; розчин-аналіт солі Мора, $(NH_4)_2SO_4 \cdot FeSO_4 \cdot 6H_2O$.

Виконання роботи

1. Приготування стандартного розчину оксалатної кислоти

Для приготування вихідного розчину використовують не вивітрену оксалатну кислоту високої чистоти (ч.д.а., х.ч.). Готують 50 мл 0,05н. розчину за наважкою:

$$m_{H2C2O4 \cdot 2H2O} = (M_{екв H2C2O4 \cdot 2H2O} C_{екв H2C2O4 \cdot 2H2O} V_{колби}) / 1000.$$

Вихідний розчин кислоти може бути приготовлений за фіксаналом і доведений до необхідного розбавлення.

Значення титру та молярної концентрації еквівалентів одержаного розчину обчислюють за формулами:

$$T_{H2C2O4} = m_{H2C2O4 \cdot 2H2O} / V_{колби};$$

$$C_{екв H2C2O4} = (T_{H2C2O4} \cdot 1000) / M_{Э H2C2O4}.$$

2. Встановлення титру $KMnO_4$

Бюретку заповнюють робочим розчином калій перманганату. Зважаючи на темне забарвлення розчину, відлік за шкалою бюретки потрібно здійснювати за верхнім краєм меніска.

У колбу для титрування вносять аліквоту (10 мл) вихідного розчину оксалатноїкислоти, добавляють 10 мл 2н. розчину сульфатної кислоти та нагрівають наелектроплитці або у водяній бані десь до 80 ^{0}C .

Гарячий розчин кислоти титрують повільно. Кожна наступна порція титранту добавляється після знебарвлення попередньої. Ця окисно-відновна реакція є автокаталітичною, тому швидкість її з часом збільшується. За кінець титрування вважати появу стійкого блідо-рожевого забарвлення розчину від однієї краплі титранту. Титрування виконують декілька разів. За результат визначення беруть середнє арифметичне трьох найбільш близьких результатів титрування. Обчислення Т і $C_{екв}$(KMnO4) виконують за відомими співвідношеннями.

$$M_{Екв.(KMnO4)} = 1/5\ M_{(KMnO4)}.$$

3. Визначення вмісту Ферум (II) у солі Мора

У мірній колбі одержують зразок розчину солі Мора, доводять водою домітки та ретельно перемішують. Сполоснувши піпетку цим розчином, відбирають аліквоту, переносять у колбу для титрування, добавляють 10 мл 2 н. розчину сульфатної кислоти та титрують робочим розчином $KMnO_4$ до появи блідорожевого забарвлення. Титрування розчину солі Мора виконується без нагрівання, бо це прискорює реакцію окиснення Fe^{2+} киснем повітря, що порушує стехіометрію основного рівняння.

Титрування виконують 3–4 рази. За результатами титрування обчислюють концентрацію Fe^{2+} у розчині та вміст Ферум(II) у солі Мора за відомою наважкою солі:

$$T(KMnO_4/Fe^{2+}) = C_{екв.}(KMnO_4) \cdot M_E(Fe^{2+}) /1000,\ г/мл;$$

$$m(Fe^{2+}) = T(KMnO_4) / Fe^{2+} \cdot V(KMnO_4)\ .\ V_{колби} /V_{пип}\ ,\ г.$$

Питання для самоперевірки

1. Розрахунок молярної маси еквівалентів у методах окисно-відновного титрування.

2. Класифікація методів редоксиметрії.

3. Способи фіксування точки еквівалентності в методах окисно-відновного титрування.

4. За яких умов застосування перманганатометрії є оптимальним?

5. Які речовини і чому можуть бути визначені методом перманганатометрії? Наведіть приклади.

6. Чому перманганатометричне визначення оксалат-іонів передбачає нагрівання розчину?

Лабораторна робота 9

Визначення іона Cu^{2+} у розчині мідного купоросу

В основі всіх йодометричних визначень лежать окисно-відновні процеси, що пов'язані з перетворенням елементарного йоду в іони I^- або назад $I_2 + 2e = 2I^-$. Стандартний окисно-відновний потенціал системи $E_{0\ I2/2I^-} = +0{,}54$в, і займає проміжне положення між значеннями для сильних окисників і сильних відновників. Отже, методом йодометрії можуть бути визначені як відновники, так і окисники. Під час визначення йонів Cu^{2+} використовують розчини з приготовленим титром і з встановленим титром.

Мета і завдання

1.Вивчити теоретичні основи методу редоксиметрії.

2. Визначити вміст іонів Cu2+ у розчині мідного купоросу.

Обладнання та реактиви

Обладнання для титриметричного аналізу; колби мірні, 50 мл, 100мл; колби конічні; годинникове скло; розчин сульфатної кислоти, $C_{екв}(H_2SO_4) = 2$ моль/л; розчин KI, 10%-й; розчин крохмалю, 1%-й; $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ крист.; $K_2Cr_2O_7$крист.; розчин-аналіт $CuSO_4 \cdot 5H_2O$.

Виконання роботи

1. Приготування розчину натрію тіосульфату

Приготувати титрований розчин натрії тіосульфату шляхом взяття точного навішування неможливо, так як сіль на повітрі легко вивітрюється. У водних розчинах тіосульфат може розкладатися вугільною кислотою та киснем повітря:

$$Na_2S_2O_3 + CO_2 + H_2O \rightarrow NaHCO_3 + NaHSO_3 + S$$

$$2Na_2S_2O_3 + O_2 \rightarrow 2Na_2SO_4 + 2S$$

Тому розчин тіосульфату спочатку готують приблизно необхідної концентрації, дають йому постояти близько 10 днів і лише після цього встановлюють його титр за приготовленим стандартним розчином $K_2Cr_2O_7$.

Розраховують наважку $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ для приготування 500 мл приблизно 0,1 н. розчину.

$m_{екв Na2S2O3 \cdot 5H2O} =$.

Для приготування 500 мл 0,1 н. розчину $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ необхідно взяти наважку:

$$m_{Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O} = \frac{m_{э Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O} \cdot N_{Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O} \cdot V_{колбы}}{1000};$$

Наважку беруть на технохімічних вагах, розчиняють у 500 мл дистильованої води в плоскодонній колбі. Колбу закривають і зберігають у темряві.

2. Приготування стандартного розчину $K_2Cr_2O_7$

Біхромат калію є гарною вихідною речовиною для встановлення титру розчину тіосульфату натрію. Його легко можна отримати в хімічно чистому вигляді шляхом перекристалізації води. Розчини одержаного розчину дуже стійкі. Молярна маса еквівалента $K_2Cr_2O_7$ дорівнює

$$m_{э K_2Cr_2O_7} = \frac{m_{K_2Cr_2O_7}}{6} = \frac{294,22}{6} = 49,03 \text{ г/моль}$$

Титр одержаного розчину

$$T_{K_2Cr_2O_7} = \frac{m_{K_2Cr_2O_7}}{V_{колбы}}$$

Молярна концентрація еквівалентів

$$N_{K_2Cr_2O_7} = \frac{m_{K_2Cr_2O_7} 1000}{V_{колбы} m_{эK_2Cr_2O_7}} = \frac{T_{K_2Cr_2O_7} 1000}{m_{эK_2Cr_2O_7}}$$

3. Встановлення титру розчину тіосульфату

Встановлення титру тіосульфату натрію може бути проведено по йоду, виділеного в кислому середовищі певною кількістю стандартного розчину ***$K_2Cr_2O_7$*** за реакціями:

$$K_2Cr_2O_7 + 7H_2SO_4 + 6KI = Cr_2(SO_4)_3 + 4K_2SO_4 + 7H_2O + 3I_2$$

$$I_2 + 2Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O = 2NaI + Na_2S_4O_6 + 5H_2O$$

У триконічні колби ємністю 200–250 мл вливають 10 мл 10%-го розчину KI і 20 мл 2 н. розчину H_2SO_4. Якщо з'явилося жовте забарвлення, його знищують добавкою однієї краплі розчину тіосульфату. Після цього в кожну колбу додають по 10 мл стандартного розчину ***$K_2Cr_2O_7$***, закривають їх склом і на 5 хвилин ставлять у затемнене місце, після цього вливають у колби приблизно по 50 мл дистильованої води та відразу ж титрують із бюретки робочим розчином тіосульфату, титр якого потрібно визначити. Титрування ведеться до ослаблення концентрації йоду, який виділився (до солом'яно-жовтого забарвлення розчину), після чого в розчин додають 10 крапель розчиненого крохмалю та титрують знову тіосульфатом до зникнення синього забарвлення тарізкого переходу її в трав'яно-зелену. За результатами

трьох титрування визначають середній об'єм тіосульфату та розпочинають розрахунок титртаі нормальності робочого розчину

V_1 V_3

V_2 V_4

$V_{сер}$.

Розрахунок молярної концентрації еквіваленту та титру розчину тіосульфату натрію здійснюють за формулами:

$$N_{Na_2S_2O_3\cdot 5H_2O} = \frac{V_{K_2Cr_2O_7} \cdot N_{K_2Cr_2O_7}}{V_{ср Na_2S_2O_6\cdot 5H_2O}}$$

$$T_{Na_2S_2O_3\cdot 5H_2O} = \frac{N_{Na_2S_2O_3\cdot 5H_2O} \cdot m_{э Na_2S_2O_6\cdot 5H_2O}}{1000}$$

3. Контрольне визначення

Визначення купруму в розчині засноване на реакціях:

$$2CuSO_4 + 4KI = Cu_2I_2 + I_2 + 2K_2SO_4 \ (1)$$

$$I_2 + 2Na_2S_2O_3\cdot 5H_2O = 2NaI + Na_2S_4O_6\cdot 5H_2O \ (2).$$

Реакція (1) є оборотною, тому необхідний незначний надлишок KI, щоб змістити рівновагу вправо. Невелика добавка розчину H_2SO_4 прискорює реакцію. Отриманий розчин у мірній колбі (на 50, 100, 200, 250 мл) розбавляють дистильованою водою до мітки та перемішують, закривши пробкою. Відбирають піпеткою 10 мл розчину, який аналізують у конічну колбу ємністю 150–200 мл, туди ж додають 20–25 крапель 2 н. розчину H_2SO_4, 10 мл 10%-го розчину KI і відразу ж титрують робочим розчином тіосульфату натрію, обережно, до значного ослаблення бурого забарвлення. Потім додають 20 крапель розчину крохмалю та титрують до зникнення синього та появи блідо-рожевого забарвлення. Виконують 4 титрування. Відлік по бюретці записують у робочий журнал. Із вихідних відліків беруть середній і розраховують вміст іонів у об'ємі колби.

$V_1 V_3$

$V_2 V_4$

$V_{сер}$

$$N_{CuSO_4 \cdot 5H_2O} = \frac{N_{Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O} \cdot V_{ср Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O}}{V_{CuSO_4 \cdot 5H_2O}}$$

$$m_{Cu^{2+}} = \frac{m_{э Cu^{2+}} N_{CuSO_4 \cdot 5H_2O} \cdot V_{колбы}}{1000};$$

Питання для самоперевірки

1. Застосування йодометрії в аналізі.
2. Титранти та індикатори йодометрії.
3. Приготування та стандартизація розчинів натрій тіосульфату.
4. Визначення окисників і відновників йодометричнимметодом. Навести приклади.

Лабораторна робота 10

Визначення фторидів методом потенціометрії

Електрохімічні методи аналізу засновані на використанні окисно-відновних процесів, які відбуваються на поверхні електродів та вміжелектродному просторі. Теоретичну основу електрохімічних методів становить функціональна залежність електричного параметра від концентрації (активності) йонів у розчині або розплаві електролітів. Необхідним та основним елементом електрохімічних вимірювань є електрохімічна комірка – система, що складається з пари електродів, занурених у розчин електроліту. Один із електродів – індикаторний або робочий, другий – електрод порівняння. Також може бути третій електрод – допоміжний. Аналітичне вимірювання за допомогою електрохімічних методів ґрунтується на використанні залежності електричних параметрів від концентрації та природи речовини, що бере участь в електродній реакції чи електрохімічному процесі перенесення зарядів між електродами. Електричні параметри (сила струму, напруга, потенціал електроду), якщо вони можуть бути виміряні з достатньою точністю, будуть аналітичними сигналами. Електрохімічні методи аналізу використовують як для прямих вимірювань, які засновані на функціональній залежності «аналітичний сигнал – склад речовини», так і длявстановлення точки еквівалентності реакцій інструментального титрування.

Потенціометричні методи аналізу засновані на залежності електрорушійної сили E електрохімічної (потенціометричної) комірки від концентрації (активності) речовини в досліджуваному розчині. В ідеальному випадку така залежність має вигляд рівняння Нернста:

$$E = E0 + (R\,T / nF) \ln a.$$

У найпростішому випадку потенціометрична комірка – це гальванічний елемент, який складається з двох електродів, що занурені в один і той самий досліджуваний розчин або в два різних за складом розчини.

Електрод, потенціал якого залежить від активності (концентрації) досліджуваного йону, називається індикаторним. Інший електрод, щодо якого вимірюють потенціал індикаторного електродата власний потенціал якого не залежить від активності досліджуваного йону, називається електродом порівняння. Як індикаторні електроди використовують металеві електроди першого роду або йонселективні мембранні електроди. Електрохімічні характеристики та властивості йонселективних електродів детально описані в технічних інструкціях до них та в спеціальній літературі. Як електрод порівняння найчастіше використовують електрод другого роду – хлорид срібний.

Потенціометричний аналіз поділяють на пряму потенціометрію (йонометрію) та потенціометричне титрування. В йонометрії безпосередньо визначають активність(концентрацію йонів у розчині. Для цього за стандартними розчинами будують градуювальний графік або градуюють (калібрують) вимірювальний прилад. У потенціометричному титруванні здійснюється індикація точки еквівалентності хімічної реакції, поблизу точки еквівалентності відбувається стрибок потенціалу індикаторного електрода, який графічно реєструється. Для виконання потенціометричного титрування використовують хімічні реакції кислотно-основної взаємодії, окисно-відновні, комплексоутворення, осадження.

В основі методу лежить пряме потенціометричне визначення масової частки фтору за допомогою фторидного селективного електрода. Методика використовується для визначення масової частки фтору в межах від 0,05 % до 4 %.Фторидселективний електрод має кристалічну мембрану, виготовлену з фториду лантану з домішками

фторидуєвропію. Електропровідність мембрани обумовлена здатністю йонів F-кристалічної ґратки рухатися в межах її вакансій. Корпус електрода заповнений розчином натрій фториду та натрій хлориду. Для електродів із кристалічною мембраною характерна висока специфічність,завдяки тому, що форма, розміри та розподіл заряду вакансії ґраткидозволяють зайняти це місце лишейону певного типу.

Дуже низька розчинність матеріалу мембрани (LaF3) дозволяє досягати достатньо низьких значень межі визначення. У хлорсрібному електроді насичений розчин хлористого калію повільно витікає в розчин, що аналізується, крізь пористу перетинку та створює чітку межу між розчином хлористого калію і тим, який аналізується. В цьому разі дифузійний потенціал між розчинами має дуже слабку стабільну величину, що дозволяє проводити вимірювання з високою точністю. В основі потенціометричного визначення лежить вимірювання е.д.с., що виникає в ланцюжку – допоміжний електрод (хлорсрібний) із постійним потенціалом – вимірювальний (фторселективний), потенціал якого змінюється залежно від концентрації йона в розчині, що аналізується. Під час зміни потенціалу фторселективний електрод разом із хлорсрібним занурюють у розчин, що аналізується. Електродна пара, таким чином, становить гальванічний елемент, напруга якого вимірюється в мілівольтах.

Оскільки в основному в промислових середовищах одночасно наявні йониFта SiF_6^{2} , а мембранний електрод селективний лише до F- , комплексний іон SiF_6^{2-} , попередньо порушують зарН = 8,4 – 10. H2SiF6 + 6MOH = 6MF + SiO_2 + + 4H_2O. За цих значеньрН в осад випадають оксиди алюмінію та заліза, які можуть утворювати фторидні комплекси і тим самим заважають визначенню фтору. Вплив іонів заліза та алюмінію, що заважає, усувають введенням комплексоутворювального агента – цитратного буферного розчину (рН= 6). Вміст у пробах фосфат-іона не заважає

визначенню масової частки фтору за допомогою фторселективного електрода. Нижня межа виявлення фтору – 10–5 моль/дм^3, або 0,002 %. Лінійність градуювального графіка спостерігається до 2 · 10–5 моль/дм^3. Тривалість аналізу – 25–30 хвилин.

Мета і завдання роботи

1. Опанувати принцип і методику прямої потенціометрії.
2. Визначити вміст фторид-іонів у природній воді, водних розчинах тощометодом йонселективної потенціометрії.

Обладнання та реактиви

Іонометр; фторселективний електрод; хлорсрібний електрод; сушильна шафа; аналітичні терези; технічні терези; мірні циліндри об'ємом 25 мл; мірні колби об'ємом 1000, 500, 250, 50мл ; піпетки об'ємом 50, 10 мл; оцтова кислота (льодяна); натрій гідроксид (крист.); аміак водний (25%-й розчин); натрій фторид (крист.); натрій хлористий (крист.); натрій лимонно-кислий (крист.); кислота хлоридна, розведена 1:1; кислота нітратна, розведена 1:1; фенолфталеїн (індикатор) – спиртовий розчин із масовою часткою 1 %, спирт етиловий технічний.

Виконання роботи

1. Побудоваградуювального графіка

Визначення виконують методом градуювання електродної комірки та побудови градуювальної прямої E =f (pF). Для цього розбавленням вихідного розчину NaF готують у мірних колбах на 50 мл розчини з концентрацією (моль/л): 0,01; 0,001; 0,0001; 0,00001. Для стабілізації йонної сили в кожну колбу добавляють піпеткою по 5 мл буферного розчину. Далі в кожному розчині вимірюють E за показниками шкали mV- метра.

Результати вимірювань заносять у таблицю:

№ розчину	*c*(NaF), моль/л	pF	*E*, mV

За результатами вимірювань будують графік прямолінійної залежності E від pF, який надалі використовують для визначення pF у досліджуваних розчинах. Досліджувані розчини готують враховуючи умову ідентичності методики.

2. Розкладення проб пилу та шихти

Наважку проби пилу або шихти масою 1 г, взяту з похибкою не більше ніж 0,02 г, помістити в мірну колбу місткістю 250 мл, приливати циліндром 10 мл, суміші хлоридної та нітратної кислот, розведених 1:1, та нагрівати на електроплитці, періодично помішуючи майже до кипіння, але не кип'ятити. Після розчинення наважки колбу охолодити, довести вміст колби до мітки та перемішати.

3. Виконання вимірювань

10 мл отриманого розчину піпеткою перенести в мірну колбу місткістю 50 мл , додати 3–5 крапель фенолфталеїну та по краплях доливати розчин аміаку з масовою часткою аміаку 25 % до появи рожевого кольору, потім додати циліндром 25 мл буферного розчину, довести вміст колби до мітки та перемішати. Вимірюють е.р.с. отриманого розчину на іонометрі, як під час зняттяградуювального графіка, після

кожного вимірювання ретельно миючи електроди дистильованою водою.

4. Оброблення результатів аналізу

Масову частку флуору (X) у відсотках розраховують за формулою

$$X = \frac{a \cdot 19 \cdot 50 \cdot 250 \cdot 100}{1000 \cdot 10 \cdot H} = \frac{a \cdot 2375}{H},$$

де а – молярна концентрація фтору, отримана за градуювальним графіком, моль/л ; 19 – атомна маса фтору; Н – маса наважки проби, що аналізується, г.

Питання для самоперевірки

1. РівнянняНернста та його застосування в методі потенціометрії.
2. Класифікація електродів.

Лабораторна робота 11
Фотометричне визначення Fe(III)

Широке поширення в практиці хімічного аналізу одержав фотометричний метод молекулярної спектроскопії, в якому поглинання здійснюється у видимій області спектра, в інтервалі 400–780 нм. Фотометричний метод дає можливість визначення у видимій області спектра великої кількості забарвлених неорганічних та органічних сполук із застосуванням немонохроматичного випромінювання.

Хімічні реакції, які використовуються у фотометрії, повинні мати властивість виникнення або зміни світлопоглинання середовища (розчину). Забарвлення аналітичної форми речовини повинно бути відтворюваним і стійким у часі.

Теоретичну основу оптичних методів аналізу становить основний закон світлопоглинання – закон Бугера – Ламберта – Бера, математичний вираз якого має такий вигляд:

$$\lg(I0 / I) = A = \varepsilon \cdot l \cdot c,$$

де *I0* – інтенсивність світлового потоку, що падає на зразок речовини;

I – інтенсивність світлового потоку, що проходить речовину наскрізь;

A – оптична густина речовини (світлопоглинання), аналітичний сигнал, що вимірюють;

c – концентрація речовини в аналітичній формі (моль/л, г/л);

l – товщина шару поглинання світла (см);

ε – молярний коефіцієнт поглинання, залежить від природи речовини.

Фотометричне визначення виконують за такою загальною схемою:

1. Підготовка проби та переведення досліджуваної речовини в розчин.

2. Одержання забарвленої аналітичної форми досліджуваної речовини внаслідок хімічної реакції з фотореагентом за певних умов.

3. Вимірювання світлопоглинання (оптичної густини) розчину аналітичної форми речовини, тобто реєстрація аналітичного сигналу.

4. Розрахунки за результатами вимірювань. Метрологічне оцінювання відтворюваності результатів аналізу.

У фотометричних вимірюваннях використовують декілька основних методичних прийомів.

Градуювальний графік A= f (C) відповідно до закону Бугера – Ламберта – Бера повинен бути прямолінійним і проходити через початок координат. Для побудови графіка вимірюють оптичну густину кількох, щонайменше трьох еталонних розчинів, приготовлених за стандартом. У разі відхилення від закону Бугера – Ламберта – Бера, тобто коли залежність А від С не є лінійною, кількість вимірювань для побудови градуювального графіка повинна бути збільшена. На практиці досягають того, щоб концентрація еталонних розчинів була наближена до концентрації досліджуваного розчину.

Визначення заліза (III) в питній воді базується на утворенні інтенсивно забарвленого розчину під час взаємодії заліза (III) із сульфосаліциловою кислотою, інтенсивність забарвлення якого пропорційна вмісту заліза (III) в розчині.

Мета і завдання

1. Практично ознайомитися з методом фотометрії.
2.Визначити концентрацію йонів Fe^{3+} у досліджуваному розчині.

Обладнання та реактиви

Сульфосаліцилова кислота, 10%-й розчин; залізо-амонійний галун (стандартний розчин містить 0,1 мг заліза (III) в 1 мл); сульфатна кислота, 0,5 М розчин; аміак, 10%-й розчин; аналітичні терези; КФК-2М, мірні колби місткістю 50 $см^3$; піпетки.

Виконання роботи

1. Побудоваградуювальногографіка

Послідовно в 6 мірних колб вливають 0, 2, 4, 6, 8, 10 мл стандартного розчину залізоамонійного галуна (стандартний розчин готують у мірній колбі місткістю 1 000 мл: розчиняють 0,8636 г галуна в дистильованій воді, підкислюють сульфатною кислотою до pH 2, об'єм розчину доводять дистильованою водою до позначки). Додають у кожну колбу по 3 мл розчину сульфосаліцилової кислоти, 1 мл сульфатної кислоти та доводять до позначки дистильованою водою, перемішують. Одержують серію розчинів червоно-фіолетового кольору, які містять 0; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 мг заліза (III) у 50 мл розчину.

Оптичну густину вимірюють, як це описано вище, за 540 нм. Вимірювання проводять 3 рази. Результат вимірювання оптичноїгустини одного розчину знаходять як середнє арифметичне трьох вимірювань.

Одержані результати заносять до таблиці

Вміст Fe3+ , мг/50 $см^3$					
A					

За одержаними результатами будують графік у координатах $A - c(Fe^{3+})$.

2. Визначення концентрації йонів Fe^{3+}

У мірну колбу місткістю 50 мл вливають 25 мл дослідної води (видається викладачем), додають 3 мл розчину сульфосаліцилової кислоти, 1 мл сульфатної кислоти та об'єм доводять до позначки дистильованою водою, перемішують. Вимірюють оптичну густину (як зазначено вище) не менше 3 разів, кожний раз наливають новий розчин у кювету. Розраховують середню величину густини та визначають вміст заліза (III) за градуювальним графіком у 50 $см^3$ розчину, що відповідає 25 $см^3$ дослідної води. Для цього відміряють величину А на осі ординат і проводять до неї перпендикуляр до перетину прямої, опускають перпендикуляр на вісь абсцис і визначають концентрацію. Вміст заліза (III) в 1 л дослідної води, мг/л, розраховують за рівнянням

$$Q = \frac{g \cdot 1000}{25},$$

де g – вміст заліза (III) в 25 $см^3$ дослідної води за градуювальним графіком.

Питання для самоперевірки

1. Закони поглинання світла розчинами.
2. Градуювальнийграфік фотометричних методів.

Список використаної літератури

1. Габ А. І. Аналітична хімія. Кількісний аналіз / А. І. Габ, Д. Б. Шахнін, В. В. Малишев. – Київ :Університет «Україна», 2017. – 87 с.

2. Федущак Н. К. Аналітична хімія: підручник / Н. К. Федущак та ін. – Вінниця : Нова книга, 2012. – 640 с.

3. Малишев В. Аналітична хімія. Якісний та кількісний аналіз :навч. посіб./ В. В. Малишев, А.І. Габ, Д.Б. Шахнін. – Київ : Університет «Україна», 2018. – 212 с.

ДОДАТОК А

Таблиця А1 – Коефіцієнти Стьюдента$t_{p,n}$

n	*P*				
	0.75	0,90	0,95	0,98	0,99
2	2,41	6,31	12,71	31,82	63,66
3	1,60	2,92	4,30	6,97	9,92
4	1,42	2,35	3,18	4,54	5,84
5	1,34	2,13	2,78	3,75	4,60
6	1,30	2,01	2,57	3,37	4,03
7	1,27	1,94	2,45	3,14	3,71
8	1,25	1,89	2,36	3,00	3,50
9	1,24	1,86	2,31	2,90	3,36
10	1,23	1,83	2,26	2,82	3,25
11	1,22	1,81	2,23	2,76	3,17
12	1,21	1,80	2,20	2,72	3,11
13	1,21	1,78	2,18	2,68	3,05
14	1,20	1,77	2,16	2,65	3,01
15	1,20	1,76	2,14	2,62	2,98
20	1,18	1,73	2,09	2,53	2,85
30	1,17	1,70	2,04	2,46	2,75

Таблиця А 2 – Значення Q -критерію

n	*P*			*n*	*P*		
	0,90	0,95	0,99		0,90	0,95	0,99
3	0,89	0,94	0,99	7	0,43	0,51	0,64
4	0,68	0,77	0,89	8	0,40	0,48	0,58
5	0,56	0,64	0,76	9	0,37	0,46	0,53
6	0,48	0,56	0,70	10	0,34	0,44	0,48

Таблиця А3 – Густина розчинів кислот і основ, t =20 ^{0}C

Масова частка речовини, %	Густина розчинів, г/см^3				
	H_2SO_4	HNO_3	HCl	NaOH	NH_3
2	1,012	1,009	1,008	1,021	0,990
4	1,025	1,020	1,018	1,043	0,981
6	1,038	1,031	1,023	1,065	0,973
8	1,052	1,043	1,038	1,087	0,965
10	1,066	1,054	1,047	1,109	0,958
12	1,080	1,066	1,057	1,131	0,950
14	1,095	1,078	1,069	1,153	0,943
16	1,109	1,090	1,078	1,175	0,936
18	1,124	1,103	1,088	1,197	0,930
20	1,139	1,115	1,098	1,219	0,923
22	1,155	1,128	1,108	1,241	0,916
24	1,170	1,140	1,119	1,263	0,910
26	1,186	1,153	1,129	1,285	0,904
28	1,202	1,167	1,139	1,306	0,898
30	1,219	1,180	1,149	1,328	0,892
32	1,235	1,193	1,159	1,349	0,886
34	1,252	1,207	1,169	1,370	
36	1,268	1,221	1,179	1,390	
38	1,286	1,234	1,189	1,410	
40	1,303	1,246	1,198	1,430	
42	1,321	1,259		1,449	
44	1,337	1,272		1,469	
46	1,357	1,285		1,487	
48	1,376	1,298		1,507	
50	1,395	1,310		1,525	
54	1,435	1,334		1,543	
58	1,477	1,356			
62	1,520	1,377			
66	1,565	1,396			
70	1,611	1,413			
74	1,657	1,430			
78	1,704	1,445			
82	1,749	1,459			
90	1,814	1,483			
94	1,831	1,491			
98	1,836	1,501			
100	1,841	1,513			

Таблиця А4 – Характеристики кислотно-основних індикаторів

Індикатор	pT	Інтервал pH переходу забарвлення	Масова частка у розчині, %	Розчинник
Метиловий зелений		0,1 - 2,0 жовте – зеленее	0,05	Вода
Метиловий оранжевий (метилоранж)	4	3,1 – 4,4 червоне – жовте	0,1	Вода
Метиловий червоний (метилрот)	5	4,4 – 6,2 червоне – жовте	0,1	60% етанол
Лакмоїд				
Феноловий Червоний (фенол рот)	7	6,4 – 8,0 жовте – червоне	0,1	20% етанол
Фенолфталеїн	9	8,2 – 10,0 безбарвне - малинове	0,1	60% етанол

Електронне навчальне видання

Методичні вказівки
до виконання лабораторних робіт
із дисципліни
«АНАЛІТИЧНА ХІМІЯ. КІЛЬКІСНИЙ АНАЛІЗ»
для студентів спеціальності 102 *«Хімія»*
всіх форм навчання

Відповідальний за випуск І. Л. Лебединський
Редактор Н. М. Мажуга
Комп'ютерне верстання Т. М. Загородньої

Формат 60х84/16. Ум. друк. арк. 3,95.Обл.-вид. арк. 3,87.

Видавець і виготовлювач
Сумський державний університет,
вул. Римського-Корсакова, 2, Суми, 40007
Свідоцтво суб'єкта видавничої справи ДК № 3062 від 17.12.2007.