

**Міністерство освіти і науки України
НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
«ДНІПРОВСЬКА ПОЛІТЕХНІКА»**

КІЛЬКІСНИЙ АНАЛІЗ

МЕТОДИЧНІ РЕКОМЕНДАЦІЇ

**до виконання лабораторних робіт з дисципліни
„Аналітична хімія”
студентами спеціальності 161
Хімічні технології та інженерія**

Дніпро
НТУ «ДП»
2020

Светкіна О.Ю.

Кількісний аналіз. Методичні рекомендації до виконання лабораторних робіт з дисципліни „Аналітична хімія” студентами спеціальності 161 Хімічні технології та інженерія. / О.Ю. Светкіна, О.Б. Нетяга, Г.В. Тарасова; М-во освіти і науки України, Нац. техн ун-т «Дніпровська політехніка» –Дніпро: НТУ «ДП», 2020. – 32 с.

Автори

О.Ю. Светкіна, д-р техн. наук. проф. (передмова, правила техніки безпеки в хімічних лабораторіях, розділ 1);

О.Б. Нетяга, ст. викл. (розділ 2, лабораторні роботи № 7, 8);

Г.В. Тарасова, асист. (лабораторні роботи № 1 – 6).

Затверджено до видання методичною комісією спеціальності 161 Хімічні технології та інженерія (протокол № 2 від 10.02 2020) за поданням кафедри хімії (протокол № 7 від 03.02 2020).

Розглянуто основні положення та охарактеризовано деякі методи кількісного аналізу. Зокрема описано порядок виконання лабораторних робіт гравіметричним і титриметричним методами за програмою дисципліни „Аналітична хімія” студентами спеціальності 161 Хімічні технології та інженерія

Відповідальний за випуск завідувач кафедри хімії, д-р техн. наук проф.
О.Ю. Светкіна

ПЕРЕДМОВА

Майже кожне хімічне виробництво має потребу у виконанні кількісних хімічних аналізів сировини, напівфабрикатів і готової продукції.

Для спеціаліста хімічної галузі набуває значення оволодіння теоретичними знаннями та практичними навичками виконання хімічних і фізико-хімічних методів аналізу. Також важливим є засвоєння сучасної української термінології з аналітичної хімії.

Завдання кількісного аналізу полягає в точному визначенні кількісних співвідношень між складовими частинами в речовині, наприклад, встановлення кількості кожного компонента речовини у відсотках, концентрації розчинів і под. Часто виникає потреба встановити вміст усіх елементів, іонів або хімічних сполук, що входять до складу досліджуваної речовини. Іноді необхідно визначити вміст тільки деяких елементів, іонів або хімічних сполук в аналізованій речовині. Для цього використовують хімічні, хіміко-фізичні та фізичні методи кількісного аналізу.

ПОРЯДОК РОБОТИ І ПРАВИЛА ТЕХНІКИ БЕЗПЕКИ В ХІМІЧНИХ ЛАБОРАТОРІЯХ

Під час дослідження хімічних речовин потрібно знати й неухильно дотримуватися таких правил техніки безпеки:

1. Працюючи в хімічній лабораторії, необхідно бути обережним, пам'ятати, що неохайність, неуважність, недостатнє ознайомлення з приладами та властивостями хімічних речовин можуть призвести до нещасного випадку.

2. Перед виконанням лабораторної роботи необхідно визначити її мету, умови та порядок проведення дослідів, ознайомитися з відповідним теоретичним матеріалом, правилами безпечного використання речовин та обладнання.

3. У ході виконання лабораторних дослідів дотримуватися інструкції та правил техніки безпеки.

4. Під час проведення дослідів уважно спостерігати за всіма змінами, що відбуваються з речовинами в процесі реакції.

5. Необхідні для роботи хімічні реактиви розташовувати на столах, а реактиви загального користування – у витяжній шафі. Відкриваючи склянку або пробірку, пробку кладуть на стіл нижньою частиною вгору.

6. Наливати реактиви потрібно повільно, тримаючи склянку та пробірку під кутом. Етикетка на склянці повинна бути спрямована у бік долоні.

7. Не можна зазирати в посуд.

8. Після використання розчину потрібно знімати краплю з краю склянки. Склянку із залишком реактиву закривають і ставлять на місце.

9. Заборонено зливати невикористаний реактив у ту саму склянку.

10. Заборонено виставляти з витяжної шафи на робочі місця реактиви загального користування.

11. Досліди з отруйними речовинами, а також тими, що мають різкий запах, проводять у витяжній шафі.

12. При нагріванні рідини пробірку тримають отвором убік від себе й присутніх. Не можна схилитися над рідиною, яку нагрівають.

13. Під час виконання дослідів стежать, щоб хімічні реактиви не потрапили на обличчя, руки, одяг.

14. При визначенні газу за запахом його струмінь спрямовують рухом руки від пробірки до себе.

15. Кислоти розводять, додаючи їх малими порціями у воду (а не навпаки!), постійно перемішуючи.

16. Заборонено використовувати реактиви, які віднесено до групи прекурсорів.

17. До роботи в лабораторії допускаються студенти, що пройшли інструктаж з техніки безпеки.

18. Засоби, виготовлені за ТУ У 20.1–20948362 – 007:2015 і ТУ У 24.5 20948362– 001–97, використовують як кислоти.

Оскільки виконання лабораторних робіт пов'язане з певними ризиками, то крім вступного інструктажу щодо правил техніки безпеки, студенти мають проходити додатковий інструктаж перед виконанням кожної лабораторної роботи. Для реєстрації інструктажу призначено спеціальний журнал, у якому кожен студент має підтвердити власним підписом ознайомлення з правилами поведінки в лабораторії і проведення експериментальних досліджень.

1. ГРАВИМЕТРИЧНИЙ (ВАГОВИЙ) АНАЛІЗ

1.1. Сутність гравіметричного аналізу

Гравіметричний метод базується на виділенні з розчину аналізованої речовини досліджуваного компонента у вигляді важкорозчинної сполуки з подальшим визначенням маси цієї сполуки. У гравіметричному методі використовується ряд послідовних хімічних операцій:

1. Розчинення наважки* аналізованої речовини. При аналізі розчину ця операція замінюється відбором певного об'єму розчину.

2. Осадження досліджуваного компонента у вигляді важкорозчинної сполуки.

3. Відфільтровування осаду.

4. Промивання осаду.

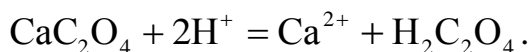
5. Висушування осаду

6. Прожарювання осаду.

7. Зважування осаду на аналітичних вагах.

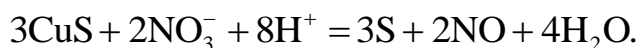
1.2. Розчинення наважки аналізованої речовини

Розчинність твердої речовини у воді залежить переважно від співвідношення двох величин: енергії кристалічної ґратки та енергії гідратації іонів. Якщо енергія кристалічної ґратки менша від енергії гідратації, то тверді речовини розчиняться у воді. У тих випадках, коли величина енергії гідратації недостатня, щоб здійснити розчинення речовини, то необхідно скористатися яким-небудь хімічним реагентом, котрий зв'язує один з іонів малорозчинної речовини. Наприклад, важкорозчинні у воді солі слабких кислот розчиняються в сильних кислотах унаслідок зв'язування іонами водню аніона з утворенням слабкої кислоти, а саме:



Для розчинення таких солей звичайно застосовують хлоридну й розбавлену сульфатну кислоти.

У солях, що мають малий добуток розчинності (CuS , Bi_2S_3), зв'язування аніона катіонами водню не приводить до помітного розчинення, тому доводиться окиснювати аніон нітратною кислотою за таким рівнянням:



При розчиненні металів теж, як правило, застосовують кислоти, а іноді, щоб розчинити благородний метал, – суміші кислот, наприклад,

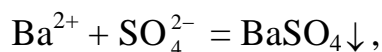


* наважкою називають певну кількість речовини, зважену на аналітичних вагах.

Речовини, нерозчинні в кислотах і лугах, найчастіше розкладають шляхом сплавлення з певним хімічним реагентом, а потім на утворений плав діють кислотою або лугом. Наприклад, для переведення в розчинний стан силікатів їх сплавляють з содою Na_2CO_3 або з сумішшю соди й поташу K_2CO_3 . Потім діють на плав хлоридною кислотою, при цьому в розчин переходять метали, а в осаді залишається силікатна кислота.

1.3. Осаджувана форма

Осаджуваною формою називають важкорозчинну сполуку, що утворюється при виділенні досліджуваного компонента з розчину. Наприклад, при визначенні іонів сульфату гравіметричним методом їх виділяють з розчину у вигляді BaSO_4 , а саме:



де BaSO_4 – осаджувана форма.

Осаджувана форма має відповідати описаним нижче вимогам.

1. Достатньо мала розчинність осаду. Для визначення розчинності важкорозчинних електролітів використовують величину добутку розчинності (ДР). Практично повне осадження бінарних електролітів досягається, коли $\text{ДР} \leq 1 \cdot 10^{-8}$. Сполуки, у яких $\text{ДР} > 1 \cdot 10^{-8}$, не рекомендується застосовувати в ролі осаджуваної форми.

Для прикладу розглянемо вибір осаджувача іонів SO_4^{2-} . До важкорозчинних сульфатів належать BaSO_4 , CaSO_4 , PbSO_4 , SrSO_4 , яким відповідають такі значення добутку розчинності:

$$\begin{array}{ll} \text{ДР}(\text{BaSO}_4) = 1,1 \cdot 10^{-10}; & \text{ДР}(\text{CaSO}_4) = 6,1 \cdot 10^{-5}; \\ \text{ДР}(\text{PbSO}_4) = 2,2 \cdot 10^{-8}; & \text{ДР}(\text{SrSO}_4) = 2,8 \cdot 10^{-7}. \end{array}$$

Найменше значення ДР має BaSO_4 , тому саме його треба вибрати. Осаджувачем може слугувати будь-яка розчинна сіль барію, зазвичай використовують BaCl_2 .

2. Осад повинен легко фільтруватися. Найбільш зручними при цьому вважаються великокристалічні осади, оскільки вони не забивають пори фільтрів і досить слабо адсорбують сторонні речовини з розчину, легко відмиваються від них. Іноді доводиться використовувати аморфні осади через брак придатних важкорозчинних сполук з кристалічною структурою. У цих

відносної похибки аналізу в разі можливих втрат гравіметричної форми або помилок зважування. Наприклад, при визначенні вмісту Нікелю гравіметричними формами можуть бути нікель (II) диметилгліоксимат $\text{NiC}_8\text{N}_4\text{O}_4\text{H}_{14}$ або нікель (II) оксид NiO .

Співвідношення молярних мас цих сполук має таке значення:

$$\frac{M(\text{NiC}_8\text{N}_4\text{O}_4\text{H}_{14})}{M(\text{NiO})} = \frac{288,85}{74} = 4.$$

При однаковій втраті обох сполук кількості Нікелю буде втрачено в чотири рази менше у вигляді диметилгліоксимау, ніж у вигляді оксиду.

1.5. Вплив надлишку осаджувача на повноту осадження

Відомо, що будь-який іон неможливо повністю осадити з розчину, оскільки там завжди залишається деяка кількість цього іона, що пояснюється показником ДР важкорозчинного електроліту. Наприклад, при осадженні іонів SO_4^{2-} еквівалентною кількістю іонів Ba^{2+} в розчині після осадження BaSO_4 залишаються іони SO_4^{2-} , концентрацію яких можна обчислити, скориставшись добутком розчинності BaSO_4 , а саме:

$$[\text{Ba}^{2+}] [\text{SO}_4^{2-}] = \text{ДР}(\text{BaSO}_4) = 1,1 \cdot 10^{-10};$$

$$[\text{Ba}^{2+}] = [\text{SO}_4^{2-}] = \sqrt{1,1 \cdot 10^{-10}} = 1 \cdot 10^{-5} \text{ моль/л.}$$

Концентрація з таким значенням: $[\text{SO}_4^{2-}] = 1 \cdot 10^{-5}$ моль/л, зумовлює певну похибку аналізу.

Можна зменшити концентрацію досліджуваних іонів, які залишаються в розчині після осадження, збільшивши кількість доданого осаджувача. Якщо, наприклад, додати до розчину, котрий містить іони SO_4^{2-} , надлишок іонів Ba^{2+} , який дорівнює 0,001 моль/л, то концентрація іонів SO_4^{2-} , що залишилися в розчині, зменшиться, тобто

$$[\text{SO}_4^{2-}] = \frac{\text{ДР}(\text{BaSO}_4)}{[\text{Ba}^{2+}]} = \frac{1,1 \cdot 10^{-10}}{1,1 \cdot 10^{-3}} \approx 10^{-7} \text{ моль/л.}$$

Похибка результату аналізу при цьому зменшилася в 100 разів. Зазвичай доречно скористатись полуторним надлишком осаджувача, оскільки занадто велика його кількість може зашкодити якості дослідження, бо підвищує розчинність осаду внаслідок утворення кислих солей або комплексних сполук.

1.6. Умови утворення крупнокристалічних осадів

Початкові стадії осадження супроводжуються утворенням дрібних зародкових кристалів. Якщо процес осадження вести швидко в умовах великого перенасичення розчину, то зародкових кристалів утворюється багато, а при додаванні нових порцій осаджувача їхня кількість збільшується з виникненням дрібнокристалічного осаду, який проходить через пори паперового фільтра. При повільному осадженні й мінімальному перенасиченні (що досягається підвищенням розчинності осаду) збільшення кожної порції осаджувача не відразу викликає утворення зародкових кристалів, тому осаджувана речовина певний час залишається в пересиченому розчині. У зв'язку з цим утворюється невелика кількість зародкових кристалів, і відбувається подальше виділення речовини з пересиченого розчину переважно на поверхні цих кристалів, унаслідок чого їх розмір збільшується. Отже, утворюється великокристалічний осад.

З урахуванням вищевикладеного існують оптимальні умови утворення великокристалічних осадів:

1. *Обов'язкове осадження з гарячого розчину досліджуваної речовини теж гарячим розчином осаджувача, що забезпечує підвищення розчинності.*

2. *Попереднє підкислення розчину (для підвищення розчинності).*

3. *Осадження з використанням розбавлених розчинів (для зменшення перенасичення).*

4. *Додавання розчину осаджувача краплями при безперервному перемішуванні (для зменшення місцевого перенасичення).*

5. *Відстоювання осаду під маточним розчином для його так званого „дозрівання”.*

Дозрівання осаду супроводжується збільшенням його частинок. Причина цього – велика розчинність дрібних частинок. При дозріванні осаду утворюється розчин, насичений по відношенню до великих кристалів, та ненасичений стосовно дрібних. Дрібні кристали в ньому розчиняються. Тепер розчин стає пересиченим по відношенню до крупних кристалів, а розчинена речовина відкладається на їхній поверхні. Унаслідок цього дрібні кристали розчиняються, а великі стають ще більшими.

1.7. Умови утворення аморфних легко фільтрованих осадів

Аморфні осадки утворюються внаслідок коагуляції колоїдних розчинів, але вони можуть знову переходити в колоїдний розчин унаслідок пептизації осаду, що може спричинити великі втрати досліджуваної речовини. Процес коагуляції колоїдного розчину можна прискорити, додаючи сильний електроліт і підвищивши температуру розчину.

З розбавлених розчинів зазвичай випадають пухкі колоїдні осадки, котрі повільно фільтруються і мають велику поверхню, на якій адсорбується багато сторонніх домішок. З концентрованих розчинів, навпаки, випадають щільні осадки меншої поверхні.

Оптимальні умови утворення аморфних осадків такі:

- 1. Використання гарячих розчинів осаджувача й досліджуваної речовини.*
- 2. Попереднє підкислення (кислота, як сильний електроліт, запобігає утворенню колоїдного розчину).*
- 3. Осаджувач додається в концентрований розчин.*
- 4. Фільтрування відразу ж після осадження, інакше на поверхні осаду адсорбується велика кількість домішок.*

1.8. Фільтрування осаду

Для фільтрування в гравіметричному аналізі найчастіше застосовують знезолені фільтри. Їх виготовляють з фільтрувального паперу, обробленого хлоридною і фторидною кислотами, що сприяє видаленню домішок. Після спалювання таких фільтрів залишається незначна кількість золи. У разі потреби в дослідженні можна враховувати її масу, зазначену на кожній пачці фільтрів. Знезолені фільтри скріплюються паперовою стрічкою певного кольору: чорного або червоного, білого, синього. Фільтри, відмічені чорною та червоною стрічкою, мають найбільший діаметр пор (вони найменш щільні) і застосовуються для фільтрування аморфних осадків. Фільтри з синьою стрічкою мають найбільшу щільність, вони застосовуються для фільтрування дрібних кристалічних осадків. Щільність фільтрів з білою стрічкою посідає проміжну позицію між тими, що скріплені синьою і червоною стрічками.

Інколи гравіметрична й осаджувана форми збігаються. Наприклад, при визначенні вмісту хлоридів в осад випадає AgCl (осаджувана форма), цю ж саму сполуку зважують на аналітичних вагах (гравіметрична форма). У цьому випадку осад фільтрують через скляний, заздалегідь висушений до сталої маси,

фільтр. Осад на скляному фільтрі також висушують до сталої маси та обчислюють її. Прожарювання в цьому випадку не проводиться.

1.9. Промивання осаду

Промивання осадів необхідне для видалення речовин, котрі при подальшому прожарюванні осаду не переходять у леткий стан. Осади можна промивати двома способами: шляхом *декантації* та *на фільтрі*.

При декантації до осаду, з якого попередньо якомога ретельніше злили маточний розчин на фільтр, доливають приблизно 10 – 20 мл промивної рідини. Перемішують рідину з осадом, дають суміші відстоятися і зливають з неї прозорий шар рідини на фільтр, слідкуючи аби, на нього перейшла мінімальна кількість осаду. Якість промивання осаду залежить від числа процедур та об'єму промивної рідини, проте перший чинник має суттєвіший вплив, тому рекомендується промивати осад багато разів, додаючи промивну рідину малими порціями.

Спосіб промивання осаду на фільтрі передбачає використання невеликих порцій рідини. Процес буде більш ефективним, коли щоразу давати стікати рідині до останньої краплі, перш ніж наливати нову порцію.

Для промивання осадів найкраще використовувати дистильовану воду. Але їхня розчинність у чистій воді часто перевищує допустиму (відбувається втрата осаду під час промивання). Якщо осади аморфні, то можлива їхня пептизація. Отже, досить часто для промивання використовують розчини електролітів, що знижують розчинність осаду, наприклад, однойменний з осадом іон. Ця речовина також сприяє витісненню з поверхні осаду адсорбованих домішок і крім того, додавання в промивну рідину електроліту перешкоджає пептизації осаду.

Речовини, які вводяться в промивну рідину, мають повністю зникати при прожарюванні осаду (тобто бути легколеткими) і не повинні утворювати з речовинами, що відмиваються від осаду, будь-яких нелетких сполук. Наприклад, для промивання осаду CaC_2O_4 при визначенні вмісту кальцію гравіметричним методом використовують розчин $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$. Одноіменний іон $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ знижує розчинність CaC_2O_4 , а під час прожарювання $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ повністю розкладається з утворенням летких речовин.

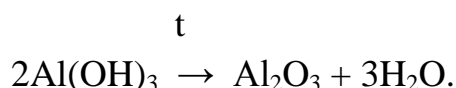
1.10. Висушування й прожарювання осадів

Висушування або прожарювання осаду необхідне для отримання речовини точно визначеного складу. Коли потрібно видалити з осаду тільки

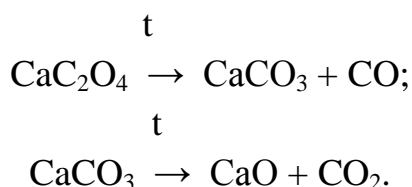
залишки промивної води, то осад, пропущений через скляний фільтр, висушують до сталої маси в сушильній шафі за певної температури, величина якої має забезпечити швидке й повне випаровування води, одночасно дозволяє уникнути термічного розкладання осаду. З огляду на цю вимогу, температура в сушильній шафі, як правило, підтримується нижче 200 °С.

Під час прожарювання осаду можуть відбуватися різні хімічні процеси, зокрема випаровування кристалізаційної або конституційної (що входить до складу хімічної сполуки) води, термічне розкладання, окиснення.

Наприклад, конституційна вода видаляється під час переходу гідроксиду в оксид унаслідок такої реакції:



Термічне розкладання відбувається під час прожарювання кальцій оксалату, а саме:



Інколи прожарювання проводять лише для того, щоб спалити фільтр. Усі ці процеси потребують підтримання різної оптимальної температури й часу. Зазвичай прожарювання проводять у муфельній печі, де максимальна температура становить 1200 – 1400 °С. Для цього фільтр з осадом поміщають у доведений до сталої маси тигель (за допомогою кількох послідовних прожарювань і зважувань на аналітичних вагах). Далі обережно обвуглюють фільтр на електричній плитці і тільки після цього прожарюють тигель з осадом у муфельній печі, найчастіше для цього застосовують фарфорові тиглі. Якщо осад за високої температури здатний взаємодіяти з фарфором, то використовують платинові, алундові або нікелеві тиглі.

1.11. Похибки у гравіметричному аналізі

При експериментальному визначенні будь-якої величини можуть мати місце систематичні, випадкові похибки й промахи.

Систематичні похибки виникають унаслідок недоліків методики експерименту або неточності приладів. При повторенні експерименту поява систематичних похибок не виключається і їхня величина суттєво не змінюється.

Випадкові похибки виникають під впливом змінних факторів, вони можуть як зменшити, так і збільшити отриманий результат. Багаторазове повторення вимірювань не впливає на його точність, оскільки підсумовування додатних і від'ємних похибок зумовлює їхнє нівелювання.

Промахи – це грубі помилки, що виникають при недбалій роботі або внаслідок несправності приладу.

Розглянемо похибки, які можуть виникати в процесі гравіметричного аналізу.

Після осадження в розчині має місце певна концентрація осаджуваного іона, що відповідає ДР важкорозчинного електроліту. При зважуванні осаду на аналітичних вагах можливо, що маса будь-якої з гирьок може не відповідати номінальній величині. Отже, виникають систематичні похибки.

Коли в процесі аналізу осад переносять на фільтр, то його частинки можуть залишатися на стінках склянки і на скляній паличці. Промивання осаду може спричинити його часткове розчинення. Прожарювання іноді зумовлює деяку втрату осаду внаслідок його леткості. Названі причини викликають появу випадкових похибок, що занижують кінцевий результат.

До того ж, незважаючи на ретельне промивання осаду (осаджуваної форми), на його поверхні залишається частина адсорбованих з розчину речовин. Результатом прожарювання може бути неповне виділення летких речовин. Ці явища спричиняють появу випадкових похибок, які завищують кінцевий результат аналізу..

Якщо осад частково розсипано, аналізований розчин розлито і т. д., то мають місце промахи, отже, аналіз необхідно повторити.

Лабораторна робота № 1

ГРАВІМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ СУЛЬФАТ-ІОНІВ У РОЗЧИНІ

Мета роботи: опанувати метод гравіметричного аналізу з отриманням великокристалічного осаду, оволодіти прийомами осадження, фільтрування, промивання осадів.

Постановка завдання

Дано: розчин сульфат-іонів, у якому міститься певна маса SO_4^{2-} .

Визначити: гравіметричним методом масу сульфат-іонів, які мають бути осаджені у вигляді BaSO_4 .

Прилади й реактиви: аналітичні ваги, сушильна шафа, електрична плитка, муфельна піч, ексікатор, тигель, склянки об'ємом 150 – 200 мл, 100 – 150 мл і 400 – 500 мл, скляна паличка, мірний циліндр на 30 – 50 мл, фільтри знезолені, позначені синьою стрічкою, скляна лійка, пробірка, нітратна кислота (10 %-ний розчин), аргентум нітрат (1 %-ний розчин), барій хлорид (10 %-ний розчин), хлоридна кислота (10 %-ний розчин).

Методика дослідження

Осадження

Весь розчин магній сульфату, призначений для аналізу, зливаємо ретельно без залишку в склянку об'ємом 150 – 200 мл, розбавляємо дистильованою водою до 100 мл, додаємо 5 мл 10 %-ного розчину хлоридної кислоти і нагріваємо на електроплитці майже до кипіння, не даючи кипіти. Паралельно з цим в іншій склянці (або колбі) нагріваємо до кипіння 10 мл 10 %-ного розчину барій хлориду, заздалегідь розбавивши його додаванням 30 мл дистильованої води.

У гарячий розчин магній сульфату додаємо краплями також гарячий розчин барій хлориду, перемішуючи його скляною паличкою. Коли майже весь розчин барій хлориду (за винятком декількох крапель) буде долитий, не виймаючи палички із склянки, даємо осаді осісти. Після цього випробовуємо повноту осаження іона сульфату: у прозорому верхньому шарі розчину не повинна з'являтися біла каламуть від додавання 2 – 3 крапель розчину барій хлориду. Накриваємо склянку аркушем паперу (з написаним прізвищем студента) і залишаємо в такому вигляді до наступного заняття для дозрівання осаду.

Фільтрування й промивання осаду

Пропускаємо розчин через щільний фільтр (позначений синьою стрічкою). Осад промиваємо гарячою водою: спочатку 3 – 4 рази способом декантації в склянці, а потім, після його повного перенесення на фільтр, продовжуємо промивати на фільтрі до видалення іонів хлору (5 мл фільтрату підкислюємо нітратною кислотою і додаємо 1 мл розчину AgNO_3).

Висушування й прожарювання осаду

Після підсушування фільтра із промитим осадом у сушильній шафі, обережно переносимо його в доведений до сталої маси тигель. Потім ставимо

тигель на електроплитку для обвуглювання фільтра, не дозволяючи йому горіти полум'ям. Потім розпочинаємо прожарювання осаду в муфельній печі за температури 900 °С. Прожарювання продовжуємо до тих пір, поки не досягнемо сталої маси тигля з осадом, повторюючи операцію і зважуючи його на аналітичних вагах за такою схемою:

1-ше прожарювання тривалістю 45 хв; 2-ге й наступні – 20 хв; охолодження в ексикаторі протягом 15 – 20 хв.

Обробка результатів

Вміст сульфат-іонів $m(\text{SO}_4^{2-})$ розраховуємо за такою формулою:

$$m(\text{SO}_4^{2-}) = \frac{a \cdot 96}{233,4}, \text{ г},$$

де a – маса осаду BaSO_4 , г; 96 – молярна маса SO_4^{2-} , г/моль; 233,4 – молярна маса BaSO_4 , г/моль.

Лабораторна робота № 2

ГРАВІМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ФЕРУМУ (III) В РОЗЧИНІ

Мета роботи: оволодіння методом гравіметричного аналізу з отриманням аморфного осаду.

Постановка завдання

Дано: розчин ферум (III) хлориду, у якому міститься певна маса іонів феруму (III).

Визначити: гравіметричним методом вміст феруму (III), який має бути осаджений у вигляді $\text{Fe}(\text{OH})_3$.

Прилади і реактиви: аналітичні ваги, сушильна шафа, електрична плитка, муфельна піч, ексикатор, тигель, склянки об'ємом 150 – 200 мл, 400 – 500 мл, скляна паличка, мірний циліндр на 10 – 30 мл, фільтри знезолені (помічені червоною стрічкою), скляна лійка, пробірка, нітратна кислота (10 %-ний розчин), аргентум нітрат (10 %-ний розчин), амоній гідроксид (10 %-ний розчин), хлоридна кислота (10 %-ний розчин).

Методика дослідження

Осадження

Весь розчин ферум (III) хлориду, призначений для аналізу, ретельно без залишку зливаємо в склянку об'ємом 150 – 200 мл, підкислюємо його, додавши 5 мл хлоридної кислоти, та обережно нагріваємо до кипіння. До гарячого розчину додаємо краплями розчин аміаку, поки не з'явиться слабкий, але явний запах. Потім вміст склянки ретельно перемішуємо скляною паличкою, розбавляємо гарячою дистильованою водою приблизно до 100 мл і ще раз перемішуємо рідину разом з осадом.

Фільтрування й промивання осаду

Після відстоювання осаду перевіряємо на повноту осадження обережним додаванням 1 – 2 крапель розчину аміаку (у прозорому верхньому шарі розчину не повинна з'являтися біла каламуть) і відразу ж пропускаємо гарячий розчин через нещільний фільтр, помічений червоною стрічкою. Після зливання на фільтр рідини з осаду, промиваємо його гарячою водою спочатку в склянці способом декантації, а потім на фільтрі до повного видалення іонів хлору, про що свідчить проба промивної води з розчином аргентум нітрату за наявності нітратної кислоти.

Примітка. Осадження, фільтрування й промивання осаду треба обов'язково закінчувати за одне заняття.

Висушування й прожарювання осаду

Промитий осад підсушуємо в сушильній шафі й ще вологим разом з фільтром переносимо в прожарений до сталої маси тигель. Потім ставимо тигель на електроплитку для обвуглювання фільтра, не дозволяючи йому горіти полум'ям. Прожарюємо осад у муфельній печі до сталої маси таким чином: 1-ше прожарювання протягом 45 хв; наступні – 15 хв.

Обробка результатів

Вміст феруму (III) розраховуємо за такою формулою:

$$m(\text{Fe}^{3+}) = \frac{2 \cdot a \cdot 55,85}{159,7}, \text{ г};$$

де $m(\text{Fe}^{3+})$ – вміст феруму (III), г; a – маса осаду Fe_2O_3 , г; 55,85 – молярна маса феруму, г/моль; 159,7 – молярна маса Fe_2O_3 , г/моль.

Питання для підготовки до захисту лабораторних робіт з гравіметричного методу аналізу

1. Сутність гравіметричного аналізу.
2. Послідовність операцій гравіметричного аналізу.
3. Осаджувана форма. Вимоги до неї.
4. Гравіметрична форма. Вимоги до неї.
5. Умови утворення великокристалічних осадів.
6. Умови утворення аморфних осадів.

2. ТИТРИМЕТРИЧНИЙ АНАЛІЗ

2.1. Сутність і значення титриметричного аналізу

Титриметричний (об'ємний) метод кількісного аналізу оснований на точному вимірюванні об'ємів реагентів, концентрація одного з яких точно відома.

Розчин, що має встановлену з достатньою точністю концентрацію, називають **робочим, стандартним або титрованим (титрантом)**. Під час аналізу титрант наливають у бюретку і з неї невеликими порціями додають до аналізованого розчину до тих пір, поки тим або іншим способом не буде зафіксовано точку еквівалентності.

Точкою еквівалентності називають такий стан розчину, коли кількість еквівалентів доданого титранта дорівнює кількості еквівалентів аналізованої речовини, тобто

$$N(A) \cdot V(A) = N(T) \cdot V(T),$$

де $N(T)$ і $V(T)$ – нормальність та об'єм титрованого розчину; $N(A)$ і $V(A)$ – нормальність та об'єм розчину аналізованої речовини.

Усі розрахунки в титриметричному аналізі базуються на цьому співвідношенні.

Процес додавання титрованого розчину невеликими порціями з бюретки в досліджуваний розчин називається **титруванням**.

Найточнішим методом аналізу вважається гравіметричний, але він досить трудомісткий і тривалий. Титриметричний метод за точністю практично не відрізняється від гравіметричного, але потребує набагато менше часу для

кожного окремого визначення. Інакше кажучи, замість декількох тривалих операцій гравіметричного аналізу, в титриметрії використовується одна швидка – титрування.

2.2. Вимоги до реакцій у титриметричному аналізі

Реакції, що застосовуються в титриметричному аналізі, мають відповідати таким вимогам:

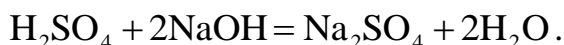
1. Бути стехіометричними, тобто коли вони відбуваються, наприклад, таким чином:



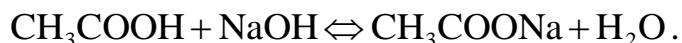
то між коефіцієнтами a і b має зберігатися певне співвідношення, а виникнення побічних реакцій неможливе. Якщо ж таке відбувається, то буде порушено закон еквівалентів, на основі якого ведуть розрахунки в титриметричному аналізі.

2. Кількісний перебіг, згідно з яким у титриметричному аналізі можна використовувати переважно незворотні реакції або ті оборотні, рівновагу яких достатньою мірою зміщено в бік продуктів реакції. Повнота перебігу реакції має дорівнювати не менше 99,9 % в момент додавання еквівалентної кількості титранту.

Прикладом незворотної є реакція нейтралізації сильної кислоти лугом, а саме:



Прикладом оборотної реакції, рівновага якої достатньою мірою зміщена праворуч, слугує нейтралізація ацетатної кислоти лугом, тобто



Чим слабкіша кислота, тим сильніший гідроліз утвореної солі, тому титрування дуже слабких кислот розчином луку – складний процес.

3. Можливість фіксації точки еквівалентності, тобто такого моменту титрування, коли кількість доданого титранту еквівалентна кількості досліджуваної речовини, яку титрують. Точку еквівалентності можна встановити різними способами: як візуальними, так і за допомогою приладів (фізико-хімічними методами аналізу). При титриметричному аналізі фіксують зміну забарвлення розчину або індикатора поблизу точки еквівалентності

візуально. Момент найбільш різкої зміни забарвлення розчину, коли завершують титрування, називають **точкою кінця титрування**.

Точка еквівалентності інколи відрізняється від точки кінця титрування, оскільки зміна забарвлення може відбуватися при деякому надлишку або реагента робочого розчину, або аналізованої речовини. Похибка титрування, зумовлена такою різницею, називається **індикаторною помилкою титрування**.

4. Досить висока швидкість, бо коли реакція відбувається повільно, то титрування потребує багато часу і важко встановити точку його кінця.

2.3. Способи титрування: пряме, зворотне й титрування замісника

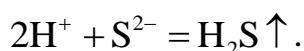
Прямим називають титрування, у процесі якого розчин аналізованої речовини безпосередньо титрують робочим розчином. При цьому відбувається реакція між реагентом робочого розчину й аналізованою речовиною. Обчислення результатів проводиться за таким співвідношенням:

$$N(A) \cdot V(A) = N(T) \cdot V(T)$$

Цей спосіб титрування досить поширений, але іноді його доводиться замінювати непрямим титруванням через недостатню швидкість реакції, можливість виникнення побічних процесів і т. д. Непряме титрування включає метод **заміщення** і метод **зворотного титрування** (метод залишків).

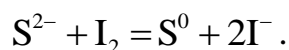
У **зворотному** титруванні використовують два робочих розчини, що легко реагують між собою. До аналізованого розчину додають точно вимірний (піпеткою або бюреткою) об'єм першого робочого розчину в надлишку. Цей надлишок відтитрують другим робочим розчином.

Для прикладу розглянемо визначення вмісту сульфідної сірки іодометричним методом у кислому середовищі. Пряме титрування використовувати неможливо, оскільки при додаванні кислоти в аналізованому розчині відбуватиметься реакція з виділенням сірководню, тобто

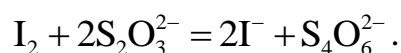


Унаслідок цього буде втрачено певну кількість аналізованої речовини – сірки. Зворотне титрування передбачає, що до аналізованого розчину додають надлишок робочого розчину I_2 і кислоти, а далі негайно закривають колбу

притертою пробкою. Залишають розчин на декілька хвилин, аби повністю закінчилася така реакція:



В аналізованому розчині залишається надлишок I_2 , його відтитровують робочим розчином натрій тіосульфату, тобто



Для обчислення результатів аналізу використовують описані нижче співвідношення еквівалентів речовин, що вступили в реакцію. До аналізованого розчину додають $N(\text{I}_2) \cdot V(\text{I}_2)$ еквівалентів I_2 . Відповідно до закону еквівалентів у реакцію вступило $N(\text{S}^{2-}) \cdot V(\text{S}^{2-})$ еквівалентів I_2 . Надлишок еквівалентів йоду $n_{\text{H}}(\text{I}_2)$ в аналізованому розчині після реакції з S^{2-} має таке значення:

$$n_{\text{H}}(\text{I}_2) = N(\text{I}_2) \cdot V(\text{I}_2) - N(\text{S}^{2-}) \cdot V(\text{S}^{2-}).$$

Цей надлишок $n_{\text{H}}(\text{I}_2)$ дорівнює кількості еквівалентів натрій тіосульфату, витраченого на титрування, тобто

$$n_{\text{H}}(\text{I}_2) = N(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3),$$

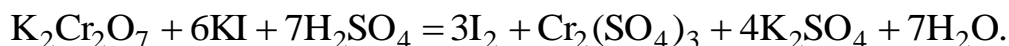
отже, $N(\text{I}_2) \cdot V(\text{I}_2) - N(\text{S}^{2-}) \cdot V(\text{S}^{2-}) = N(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$;

$$N(\text{S}^{2-}) = \frac{N(\text{I}_2) \cdot V(\text{I}_2) - N(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)}{V(\text{S}^{2-})}.$$

У способі **заміщення** (титрування замісника) до аналізованого розчину додають реагент, який взаємодіє з досліджуваною речовиною і викликає утворення еквівалентної кількості іншої речовини – замісника. Замісник відтитровують робочим розчином.

До прикладу розглянемо йодометричне визначення вмісту калій дихромату $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$. Пряме титрування окисника $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ робочим розчином відновника КІ неможливе через те, що при додаванні перших порцій розчину

калій йодиду аналізований розчин забарвлюється в бурий колір йодом, що виділився внаслідок такої реакції:



Забарвлення зберігається незмінним як до, так і після точки еквівалентності, тому неможливо встановити точку кінця титрування.

У цьому випадку доцільно застосувати спосіб заміщення. До аналізованого розчину $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ додають надлишок KI (твердого або у вигляді розчину). Відбувається реакція за наведеним вище рівнянням, тобто відновлення калій дихромату калій йодидом. Кількість еквівалентів I_2 (замісника), що виділився, відповідає кількості еквівалентів $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, а саме:

$$N(\text{I}_2) \cdot V(\text{I}_2) = N(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) \cdot V(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7).$$

Йод, що виділився, відтитровують робочим розчином натрій тіосульфату, тобто

$$N(\text{I}_2) \cdot V(\text{I}_2) = N(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3).$$

Звідси

$$N(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = \frac{N(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)}{V(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)}.$$

Отже, замісник із розрахунків буде вилучено.

2.4. Класифікація методів титриметричного аналізу

Усі титриметричні методи поділяють на дві великі групи: ті, що базуються на *іонних реакціях*, і ті що – на *окисно-відновних*. До першої групи відносяться методи нейтралізації, осадження, комплексоутворення. Кожний з них поділяється на ряд конкретних різновидів. Наприклад, метод осадження включає аргентометрію (використовується робочий розчин AgNO_3) і меркуріометрію, у якій робочим розчином слугує $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$. До другої групи методів належать перманганатометрія з використанням робочого розчину KMnO_4 ; йодометрія – робочого розчину I_2 ; броматометрія, що потребує робочого розчину KBrO_3 ; цериметрія – робочого розчину $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$ і т. д.

2.5. Приготування робочих розчинів для титриметрії

За способом приготування розрізняють розчини вихідні або первинні стандартні й стандартизовані

Найбільш зручним і простим вважається спосіб приготування розчину *за точною наважкою реагенту*.

Хімічні сполуки, придатні для приготування титрованих розчинів цим способом, називаються *вихідними речовинами* або *первинними стандартами*.

У розчині, приготованому цим способом, концентрацію обчислюють за масою первинного стандарту і це не потребує додаткового уточнення. Але для цього первинний стандарт має задовольняти такі вимоги:

- *хімічна чистота (не більше 0,05 – 0,1 % домішок);*
- *хімічна стійкість як у твердому стані, так і в розчині;*
- *негігроскопічність;*
- *точна відповідність складу формулі хімічної сполуки.*

Отже, аби приготувати робочий розчин, наважку первинного стандарту зважують на аналітичних вагах, розчиняють у дистильованій воді, отриману рідину повністю переносять в мірну колбу, доводять дистильованою водою до мітки на ній й ретельно перемішують. Концентрацію приготованого стандартного розчину обчислюють за такою формулою:

$$N = \frac{m \cdot 1000}{m_e \cdot V},$$

де N – нормальна концентрація стандартного розчину; моль/л; m – маса наважки первинного стандарту, г; V – об'єм мірної колби, мл; m_e – молярна маса еквівалента первинного стандарту, г/моль.

Але більшість речовин, які застосовують у титриметричному аналізі, не належать до стандартних. Отже, коли реагент не відповідає всім переліченим вище вимогам, точну концентрацію його розчину встановлюють, орієнтуючись на первинні стандарти (вихідні речовини) або на інші стандартизовані розчини.

Стандартизовані розчини готують наступним чином: зважену на технічних терезах певну кількість реагенту розчиняють в розрахованому об'ємі води (його не потрібно вимірювати з великою точністю).

Для визначення точної концентрації стандартизованого розчину існує два методи: метод піпетування і метод окремих наважок.

Метод піпетування. Розраховану наважку стандартної речовини зважують на аналітичних вагах, переносять її в мірну колбу, розчиняють у

дистилюваній воді і доводять об'єм водою до риски, що міститься на стінці посудини.

Концентрацію приготованого стандартного розчину обчислюють за такою формулою:

$$N_c = \frac{m \cdot 1000}{m_e \cdot V},$$

де N – нормальна концентрація стандартного розчину; моль/л; m – маса наважки первинного стандарту, г; V – об'єм мірної колби, мл; m_e – молярна маса еквівалента первинного стандарту, г/моль.

Декілька аліквотних проб (аліквотна проба – певна частина розчину) приготованого таким чином розчину піпеткою переносять у конічну колбу і титрують розчином, який стандартизують. На титрування витрачають робочий розчин об'ємом V_1, V_2, V_3 і т. д. Далі з цих величин обчислюють середній об'єм розчину, витраченого на титрування, $V_p^{сеп}$ і використовують його значення в обчисленні концентрації стандартизованого робочого розчину, а саме:

$$N_p = \frac{N_c \cdot V_c}{V_p^{сеп}},$$

де N_p – нормальність стандартизованого робочого розчину, моль/л; N_c – нормальність стандартного розчину, моль/л; V_c – об'єм піпетки для відбору аліквотної проби, мл.

Метод окремих наважок. На аналітичних вагах зважують декілька окремих, близьких за величиною, наважок стандартної речовини (на титрування кожної з них має витрачатись близько 20 см³ стандартизованого розчину). Кожну з цих наважок переносять в окрему колбу для титрування, розчиняють речовину в довільному об'ємі дистильованої води і титрують робочим розчином, концентрацію якого потрібно стандартизувати. Отримують декілька значень об'єму розчину, витраченого на титрування: V_1, V_2, V_3 і т. д. Скориставшись результатами кожного титрування, обчислюють нормальність стандартизованого робочого розчину за такою формулою:

$$N_1 = \frac{m_1 \cdot 1000}{m_e \cdot V_1},$$

де N_1 – нормальність стандартизованого робочого розчину, моль/л; m_1 – маса наважки первинного стандарту, г; m_e – еквівалентна маса первинного стандарту, г/моль; V_1 – об'єм стандартизованого робочого, витраченого на титрування окремої наважки, мл.

Після цього знаходять середнє значення нормальності стандартизованого робочого розчину

Окрім двох названих методів, концентрацію робочого розчину можна визначити шляхом „*титрування*” його з другим стандартним або стандартизованим робочим розчином, концентрація якого відома (N_2). Для цього піпеткою відбирають певний об'єм V_2 другого робочого розчину в колбу для титрування і титрують його робочим розчином, який треба стандартизувати. На титрування витрачається об'єм розчину V_p .

Тоді

$$N_p = \frac{N_2 \cdot V_2}{V_p}.$$

У приготуванні робочих розчинів для титрування часто використовують *фіксанали*, тобто наважки реагентів, запаяні в скляні ампули. Як правило, кожна з них містить 0,1 еквівалента реагенту. Для використання ампулу розбивають над скляною лійкою, вставленою в горло мірної колби певного об'єму. З ампули та з лійки реактив ретельно змивають дистильованою водою в мірну колбу, розбавляють розчин до мітки на ній і ретельно перемішують. Таким шляхом отримують робочий розчин певної концентрації.

Лабораторна робота № 3

ВИЗНАЧЕННЯ КОНЦЕНТРАЦІЇ РОБОЧОГО РОЗЧИНУ НАТРІЙ ГІДРОКСИДУ

Мета роботи: оволодіти експериментальним методом титриметричного аналізу і засвоїти специфіку практичних методів визначення концентрації стандартизованого робочого розчину методом піпетування.

Постановка завдання

Дано: робочий розчин натрій гідроксиду.

Визначити: титриметричним методом нормальність робочого розчину NaOH за допомогою первинного стандарту – оксалатної кислоти ($H_2C_2O_4$).

Прилади і реактиви: аналітичні ваги, склянка об'ємом 50 або 100 мл, мірна колба об'ємом 100 мл, конусна колба об'ємом 250 мл, мірна піпетка на

10 мл, бюретка на 25 мл, фенолфталеїн (спиртовий розчин), оксалатна кислота, двічі перекристалізована, натрій гідроксид (0,1 N розчин).

Методика дослідження

Приготування стандартного 0,1 N розчину $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$.

Відважуємо на технічних вагах 0,63 г двічі перекристалізованої оксалатної кислоти і поміщаємо її в суху, попередньо зважену склянку. Зважуємо на аналітичних вагах склянку з кислотою. Масу кислоти (a) визначаємо як різницю результатів двох зважувань.

У склянку додаємо 30 мл дистильованої води і розчиняємо кислоту. Одержаний розчин ретельно без залишку переносимо в мірну колбу (100 мл), доводимо до мітки водою, ретельно перемішуємо.

Обробка результатів

Розраховуємо нормальність стандартного розчину оксалатної кислоти за такою формулою:

$$N(H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O) = \frac{0,1 \cdot a}{0,63},$$

де a – маса наважки оксалатної кислоти, г.

Визначення нормальності й титру робочого розчину NaOH

Наповнюємо бюретку робочим розчином натрій гідроксиду. Відбираємо піпеткою і вливаємо в колбу для титрування 10 мл розчину оксалатної кислоти, додаємо 2 – 3 краплі індикатора фенолфталеїну і титруємо до появи рожевого забарвлення, що не зникає протягом 30 с.

У разі отримання збіжних результатів титрування повторюємо 3 рази, після чого знаходимо середнє значення об'єму лугу $V(NaOH)$.

Обробка результатів

Нормальність робочого розчину натрій гідроксид обчислюємо за такою формулою:

$$N(NaOH) = \frac{N(H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O) \cdot 10}{V(NaOH)},$$

де $N(\text{NaOH})$ – нормальність робочого розчину натрій гідроксиду, моль/л;
 $N(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$ – нормальність стандартного розчину оксалатної кислоти, моль/л;
 $V(\text{NaOH})$ – середнє значення результатів титрування, мл.

Титр робочого розчину обчислюємо за такою формулою:

$$T(\text{NaOH}) = \frac{N(\text{NaOH}) \cdot 40}{1000}, \text{ г/мл.}$$

Лабораторна робота № 4

ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ СУЛЬФАТНОЇ КИСЛОТИ В РОЗЧИНІ МЕТОДОМ НЕЙТРАЛІЗАЦІЇ

Мета роботи: оволодіти методом нейтралізації титриметричного аналізу з урахуванням особливостей його проведення.

Постановка завдання.

Дано: розчин сульфатної кислоти.

Визначити: вміст H_2SO_4 в розчині сульфатної кислоти титриметричним методом.

Прилади і реактиви: мірна колба об'ємом 100 мл, конусна колба об'ємом 250 мл, мірна піпетка на 10 мл, бюретка на 25 мл, фенолфталеїн (спиртовий розчин), натрій гідроксид (0,1 N розчин).

Методика дослідження

Призначений для аналізу розчин сульфатної кислоти ретельно без залишку зливаємо в мірну колбу (100 мл), доводимо розчин до мітки на ній і перемішуємо.

Потім відбираємо піпеткою 10 мл розчину сульфатної кислоти, вливаємо його в конічну колбу, додаємо 2 – 3 краплі фенолфталеїну і титруємо робочим розчином натрій гідроксиду до появи червоного забарвлення. У разі отримання збіжних результатів титрування повторюємо 3 рази. а потім знаходимо середнє значення параметра $V(\text{NaOH})$.

Обробка результатів

Масу сульфатної кислоти $m(\text{H}_2\text{SO}_4)$, що міститься в розчині, призначеному для експерименту, розраховуємо двома способами, а саме:

Обчислення за нормальністю:

$$m(\text{H}_2\text{SO}_4) = \frac{N(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH}) \cdot 49 \cdot 100}{10 \cdot 1000}, \text{ г},$$

де $N(\text{NaOH})$ – нормальність робочого розчину натрій гідроксиду, моль/л;
 $V(\text{NaOH})$ – середнє значення результатів титрування сульфатної кислоти, мл.

Визначення за титром:

$$T(\text{NaOH}/\text{H}_2\text{SO}_4) = \frac{T(\text{NaOH}) \cdot 49}{40}, \text{ г/мл};$$

$$m(\text{H}_2\text{SO}_4) = \frac{T(\text{NaOH}/\text{H}_2\text{SO}_4) \cdot V(\text{NaOH}) \cdot 100}{10}, \text{ г},$$

де $T(\text{NaOH}/\text{H}_2\text{SO}_4)$ – титр робочого розчину натрій гідроксиду за сульфатною кислотою, г/мл; $T(\text{NaOH})$ – титр робочого розчину натрій гідроксиду г/мл;
 $V(\text{NaOH})$ – середній результат титрування сульфатної кислоти, мл.

Лабораторна робота № 5

ВИЗНАЧЕННЯ ТВЕРДОСТІ ВОДИ

Мета роботи: оволодіти методикою титриметричного визначення карбонатної (тимчасової) твердості води методом нейтралізації, а також загальної твердості води комплексонометричним методом.

Постановка завдання

Дано: вода, що містить солі тимчасової і сталої твердості (CaHCO_3 , MgHCO_3 і MgSO_4).

Визначити: карбонатну твердість води методом нейтралізації та загальну твердість методом комплексонометрії.

Прилади і реактиви: конусна колба об'ємом 250 мл, мірна піпетка на 25 мл, бюретка на 25 мл, хлоридна кислота (0,1 N робочий розчин), метилоранж (0,03 %-ний водний розчин), аміачна суміш, хромоген чорний (спиртовий розчин), трилон Б (0,1 N робочий розчин).

Методика досліджень

Визначення карбонатної твердості води

У конічну колбу (150 – 200 мл) вливаємо піпеткою 50 мл досліджуваної води, додаємо 50 мл дистильованої води і 2 – 3 краплі метилоранжу. Титруємо робочим розчином хлоридної кислоти до появи зміни забарвлення від жовтого до оранжевого. Титрування повторюємо 3 рази, а зі збіжних результатів беремо середнє значення параметра $V(\text{HCl})$, мл.

Обробка результатів

Карбонатну твердість X знаходимо за такою формулою:

$$X = \frac{N(\text{HCl}) \cdot V(\text{HCl}) \cdot 1000}{50}, \text{ мекв/л,}$$

де $N(\text{HCl})$ – нормальність робочого розчину HCl , моль/л.

Визначення загальної твердості води

У конічну колбу вливаємо піпеткою 50 мл досліджуваної води. Додаємо 5 мл буферної суміші ($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O} + \text{NH}_4\text{Cl}$) і 10 крапель індикатора хромогену чорного. Титруємо робочим розчином трилону Б до переходу забарвлення із винно-червоного в синє.

Обробка результатів

Загальна твердість Y обчислюється за формулою:

$$Y = \frac{N_{\text{Тр}} \cdot V_{\text{Тр}} \cdot 1000}{50}, \text{ мекв/л,}$$

де $N_{\text{Тр}}$ – нормальність робочого розчину трилону Б, моль/л; $V_{\text{Тр}}$ – середній результат титрування, мл.

Визначення сталої твердості

Стала твердість води Z являє собою різницю між значеннями загальної та карбонатної твердості, тобто

$$Z = Y - X, \text{ мекв/л.}$$

Лабораторна робота № 6

ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ НАТРІЙ ХЛОРИДУ В РОЗЧИНІ МЕТОДОМ АРГЕНТОМЕТРІЇ

Мета роботи: оволодіти методами осадження в титриметричному аналізі, зокрема методом аргентометрії.

Постановка завдання

Дано: розчин натрій хлориду.

Визначити вміст NaCl у нейтральному середовищі методом Мора, тобто шляхом титруванням його розчином AgNO₃ за наявності індикатора калій хромату.

Прилади і реактиви: мірна колба об'ємом 100 мл, конусна колба об'ємом 250 мл, мірна піпетка на 10 мл, бюретка на 25 мл, AgNO₃ (0,05 N робочий розчин), 5 % -ний розчин K₂Cr O₄

Одержаний для дослідження розчин натрій хлориду ретельно без залишку вливаємо в мірну колбу (100 мл), доводимо додаванням води до мітки на ній і перемішуємо.

У колбу для титрування відбираємо піпеткою 10 мл досліджуваного розчину натрій хлориду $V(\text{NaCl})$, додаємо індикатор у вигляді 0,5 – 1 мл калій хромату і титруємо робочим 0,05 N розчином аргентум нітрату до появи осаду червоного кольору, який не зникає. Титрування повторюємо не менше 3 разів і беремо середнє значення $V(\text{AgNO}_3)$ з трьох збіжних результатів у мілілітрах.

Обробка результатів

Вміст натрій хлориду m (NaCl) розраховуємо за такою формулою:

$$m(\text{NaCl}) = \frac{N(\text{AgNO}_3) \cdot V(\text{AgNO}_3) \cdot 35,5 \cdot 100}{V(\text{NaCl}) \cdot 1000}, \text{ г;}$$

де $N(\text{AgNO}_3)$ – нормальність робочого розчину AgNO₃, моль/л.

Лабораторна робота № 7

ЙОДОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ Cr^{6+} У РОЗЧИНІ

Мета роботи: оволодіти способом титрування замісника в титриметричному аналізі.

Постановка завдання

Дано: розчин калій дихромату.

Визначити: вміст Cr^{6+} в цьому розчині йодометричним методом.

Прилади й реактиви: мірна колба об'ємом 100 мл, мірна піпетка на 10 мл, бюретка на 25 мл, 2 циліндри на 10 мл, конічна колба на 250 мл, калій йодид (10 %-ний водний розчин), натрій тіосульфат (0,1 N робочий розчин), розчин сульфатної кислоти (1:4), крохмаль (1 %-ний розчин), дистильована вода.

Методика дослідження

Розчин калій дихромату, призначений для дослідження, повністю переносимо в мірну колбу (100 мл), доводимо додаванням дистильованої води до мітки на ній і перемішуємо.

У конічну колбу (250 мл) для титрування додаємо мірною піпеткою 10 мл приготованого розчину калій дихромату, додаємо 5 мл сульфатної кислоти і 5 мл розчину калій йодиду.

Для повного завершення окисно-відновної реакції цю суміш витримують у темряві протягом 10 хв.

Потім в отриману суміш додають 100 мл дистильованої води і титрують робочим розчином натрій тіосульфату: спочатку до набуття солом'яно-жовтого кольору, потім після додавання 1 мл розчину крохмалю до зникнення синього забарвлення.

Обробка результатів

Вміст Cr^{6+} розраховують за такою формулою:

$$m(\text{Cr}^{6+}) = \frac{17,3 \cdot N(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot 100}{100 \cdot 1000}, \text{ г}$$

де $V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ – середній результат титрування, мл; $N(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ – нормальність розчину натрій тіосульфату, моль/л; 17,3 – молярна маса еквівалента Cr^{6+} , моль/л.

Питання для підготовки до захисту лабораторних робіт з титриметричного методу аналізу

1. Сутність і значення титриметричного аналізу.
2. Вимоги до реакції, які застосовуються в титриметричному аналізі.
3. Поняття про точку еквівалентності й точку кінця титрування. У чому полягає індикаторна помилка титрування?
4. Класифікація способів титриметричного аналізу
5. Визначення концентрації стандартизованого робочого розчину методом піпетування.
6. Визначення концентрації стандартизованого робочого розчину методом окремих наважок.

Рекомендована література

1. Аналітична хімія: Якісний та кількісний аналіз; Навч. консп. лекцій/ В.В. Болотов, О. М. Свечнікова, М. Ю. Голік та ін.; За ред. проф. В. В. Болотова. – Вінниця: Нова книга, 2011. – 424 с.
2. Аналітична хімія: підруч. для студ. напрямку «Біотехнологія» / Н.К. Федущак та ін. – Вінниця: Нова книга. 2012. – 640 с.
3. Циганок Л.П. Аналітична хімія. Хімічні методи аналізу: навч. посіб. / Л.П. Циганок, Т.О. Бубель, А.Б. Вишнікін, О.Ю. Вашкевич; За ред. проф. Л.П. Циганок; М-во освіти і науки України, Дніпр. нац. ун-т. – Дніпропетровськ: ДНУ, 2014. – 252 с.

Светкіна Олена Юріївна

Нетяга Ольга Борисівна

Тарасова Ганна Володимирівна

КІЛЬКІСНИЙ АНАЛІЗ

МЕТОДИЧНІ РЕКОМЕНДАЦІЇ

до виконання лабораторних робіт з дисципліни

„Аналітична хімія”

студентами спеціальності 161

Хімічні технології та інженерія

Редактор О.Н. Ільченко

Підписано до друку 03.08 2020. Формат 30x42/4.

Папір офсет. Ризографія. Ум. друк. арк. 1,9 .

Обл.-вид. арк. 2,3. Тираж 20 пр. Зам. №

НТУ «Дніпровська політехніка»

49005, м. Дніпро, просп. Д. Яворницького, 19.