Міністерство освіти і науки України
НАЦІОНАЛЬНИЙ ГІРНИЧИЙ УНІВЕРСИТЕТ

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ
до виконання лабораторних робіт з дисципліни „Хімія і фізико-хімічні методи аналізу”

для студентів напряму підготовки 6.050303
Переробка корисних копалин

Дніпропетровськ
2008

Методичні вказівки до виконання лабораторних робіт з дисципліни „Хімія і фізико-хімічні методи аналізу” для студентів напряму підготовки 6.050303 Переробка корисних копалин /Упоряд.: П.О. Єгоров, О.Б. Нетяга,
Г.В. Тарасова. – Д.: Національний гірничий університет, 2008. – 27 с.

Упорядники:

П.О. Єгоров, канд. хім. наук, проф. (передмова, гравіметричний аналіз);
О.Б. Нетяга, ст. викл. (титриметричний аналіз, лабораторна робота № 1);
Г.В. Тарасова, асистент (лабораторні роботи № 2 – 8).

Затверджено методичною комісією напряму підготовки 6.050303 Переробка корисних копалин (протокол № 1 від 14 лютого 2008 р.) за поданням кафедри хімії (протокол № 5 від 25 січня 2008 р.).

Розглянуто основні положення і характеристика деяких методів кількісного аналізу, що допоможе у проведенні гравіметричного й титриметричного аналізу з дисципліни „Хімія і фізико-хімічні методи аналізу” студентами напряму підготовки 6.050303 Переробка корисних копалин.

Відповідальний за випуск завідувач кафедри хімії, канд. хім. наук, проф. П.О. Єгоров.

ПЕРЕДМОВА

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

Для сучасного спеціаліста з переробки корисних копалин набуває важливого значення оволодіння теоретичними знаннями та практичними навичками хімічних і фізико-хімічних методів аналізу.

Завдання кількісного аналізу полягає в точному визначенні кількісних співвідношень складових частин у речовині: наприклад, встановлення відсоткового складу речовини, концентрації розчину і под. У ряді випадків потрібно встановити вміст усіх елементів, іонів або хімічних сполук, що входять до складу досліджуваної речовини. Іноді потрібно визначити вміст лише деяких елементів, іонів або хімічних сполук в аналізованій речовині. Для кількісного аналізу використовують хімічні, хіміко-фізичні та фізичні методи аналізу.

ПОРЯДОК РОБОТИ І ПРАВИЛА ТЕХНІКИ БЕЗПЕКИ У ХІМІЧНИХ ЛАБОРАТОРІЯХ

Під час роботи в хімічній лабораторії 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, ознайомитися з відповідним теоретичним матеріалом, правилами техніки безпеки.

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

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

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

6. Наливати реактиви треба 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 речовинами, що мають різкий запах та отруйними, проводять у витяжній шафі.

12. При нагріванні рідини пробірку тримають отвором убік від себе й присутніх. Не можна схилятися 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 направляють рухом руки від пробірки до себе.

15. Сульфатну кислоту розводять, додаючи її малими порціями у воду (а не навпаки !), постійно перемішуючи.

Оскільки виконання лабораторних робіт пов'язане з багатьма джерелами небезпеки, необхідно, крім вступного інструктажу щодо правил техніки безпеки, проводити додатковий інструктаж перед проведенням кожної лабораторної роботи. Для реєстрації інструктажів з техніки безпеки використовується спеціальний журнал, у якому кожен студент повинен розписуватися про ознайомлення з правилами поведінки в лабораторії і виконання експериментальних досліджень.

1. ГРАВІМЕТРИЧНИЙ (ВАГОВИЙ) АНАЛІЗ

1.1. Предмет і операції 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, в основному, від співвідношення двох величин: енергії кристалічної решітки і енергії гідратації іонів. Якщо енергія кристалічної решітки менша від енергії гідратації, то тверді речовини розчинятися у воді. У тих випадках, коли величина енергії гідратації недостатня, щоб спричинити розчинення речовини, необхідно скористатися яким-небудь хімічним реагентом, що зв'язує один з іонів малорозчинної речовини. Наприклад, важкорозчинні у воді солі слабких кислот розчиняються

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

в сильних кислотах внаслідок зв'язування іонами водню аніона в слабку кислоту:

$$CaC_2O_4 + 2H^{2+} = Ca^{2+} + H_2C_2O_4.$$

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

У солях з дуже незначним добутком розчинності (CuS Bi_2S_3) зв'язування аніона іонами водню не приводить до помітного розчинення, тому доводиться окислювати аніон нітратною кислотою:

$$3CuS + 2NO_3^- + 8H^+ = 3S + 2NO + 4H_2O.$$

При розчиненні металів також як правило застосовують кислоти, а іноді для розчинення благородних металів – суміші кислот, наприклад, царську водку:

$$Au + HNO_3 + 4HCl = H[AuCl_4] + NO + 2H_2O.$$

Речовини, нерозчинні в кислотах і лугах, найчастіше розкладають шляхом сплавлення з певним хімічним реагентом, а потім розплавляють плав у кислоті або лузі. 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

Вибір осаджувача й умови осадження визначаються передусім вимогами, що пред'являються до осаджуваної форми.

Осаджуваною формою називають важкорозчинну сполуку, що утворюється при виділенні визначуваного компонента з розчину. Наприклад, при гравіметричному визначенні іонів сульфату їх виділяють з розчину у вигляді $BaSO_4$:

$$Ba^{2+} + SO_4^{2-} = BaSO_4\downarrow,$$

де $BaSO_4$ – осаджувана форма.

Осаджувана форма повинна відповідати таким вимогам:

1. *Достатньо мала розчинність осаду.* Розчинність важкорозчинних електролітів може бути охарактеризована величиною добутку розчинності (ДР). Доведено, коли йдеться про бінарні електроліти практично повне осадження досягається при ДР $\leq 1\cdot10^{-8}$. Сполуки, що мають ДР $> 1\cdot10^{-8}$, не рекомендується застосовувати як осаджувану форму.

Для прикладу розглянемо вибір осаджувача для іонів SO_4^{2-}. Важкорозчинними сульфатами є $BaSO_4$, $CaSO_4$, $PbSO_4$, $SrSO_4$, яким відповідають такі значення ДР:

ДР($BaSO_4$) = $1{,}1 \cdot 10^{-10}$, ДР($CaSO_4$) = $6{,}1 \cdot 10^{-5}$, ДР($PbSO_4$) = $2{,}2 \cdot 10^{-8}$ і ДР($SrSO_4$) = $2{,}8 \cdot 10^{-7}$.

Найменше значення ДР має $BaSO_4$, тому слід вибрати цей сульфат. Осаджувачем може служити будь-яка розчинна сіль барію, звичайно використовують $BaCl_2$.

2. *Осад повинен легко фільтруватися*. Найбільш зручні в цьому відношенні крупнокристалічні осади, оскільки вони не забивають пори фільтрів і, маючи малорозвинену поверхню, досить слабко адсорбують сторонні речовини з розчину, легко відмиваються від них. Іноді доводиться використовувати аморфні осади через відсутність придатних важкорозчинних сполук з кристалічною структурою. У цих випадках правильно вибрані умови осадження дозволяють одержати осади, які досить легко фільтруються.

3. *Осаджувана форма повинна швидко і без втрат досліджуваного компонента перетворюватися у вагову форму.*

1.4. Вагова форма

Ваговою формою називається сполука, яку зважують на аналітичних вагах для отримання остаточного результату аналізу.

Наприклад, Fe^{3+} визначають шляхом осадження цих іонів:

$$Fe^{3+} + 3NH_4OH = Fe(OH)_3 + NH^{4+};$$

$$2Fe(OH)_3 \xrightarrow{t} Fe_2O_3 + 3H_2O,$$

де $Fe(OH)_3$ – осаджувана форма; Fe_2O_3 – вагова форма.

При прожарюванні досліджуваний компонент не повинен утворювати летких сполук, а осад не повинен розбризкуватися.

До вагової форми пред'являється низка вимог, а саме:

1. *Точна відповідність вагової форми формулі хімічної сполуки*. Вагову форму зважують на аналітичних вагах з точністю до 0,0002 г. Масу досліджуваного компонента обчислюють за масою вагової форми, використовуючи молярну масу досліджуваного компонента і молярну масу вагової форми. Наприклад, при гравіметричному визначенні Феруму

$$mFe = \frac{mFe_2O_3 \cdot 2MFe}{MFe_2O_3},$$

де mFe – маса Феруму; mFe_2O_3 – маса вагової форми (осаду), г.

Для обчислення молярної маси вагової форми необхідно знати хімічну формулу сполуки, яка має відповідати дійсному складу речовини.

2. *Достатня хімічна стійкість*. Ця вимога пов'язана з першою, оскільки, якщо вагова форма вступає в хімічну взаємодію з O_2, CO_2 або H_2O, що містяться в повітрі, склад її змінюється і відрізнятиметься від передбачуваної формули сполуки.

3. *Якомога менший відсотковий вміст досліджуваного компонента у ваговій формі*. Ця вимога зумовлена прагненням зменшити відносну похибку аналізу при можливих втратах вагової форми або помилках зважування. Наприклад, при визначенні Нікелю ваговими формами можуть бути нікель (II) диметилгліоксиматNi$C_8N_4O_4H_{14}$ або нікель (II) оксид NiO.

Співвідношення молярних мас цих сполук має таке значення:

$$\frac{M(NiC_8N_4O_4H_{14})}{M(NiO)} = \frac{288{,}85}{74} = 4.$$

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

1.5. Вплив надлишку осаджувача на повноту осадження

Неможливо повністю осадити будь-який іон з розчину, оскільки в ньому завжди залишається деяка кількість цього іону, що диктується ДР важкорозчинного електроліту. Наприклад, при осадженні іонів SO_4^{2-} еквівалентною кількістю іонів Ba^{2+} у розчині після осадження $BaSO_4$ залишаються іони SO_4^{2-}, концентрацію яких можна обчислити з добутку розчинності $BaSO_4$:

$$[Ba^{2+}]\,[SO_4^{2-}] = ДР(BaSO_4) = 1{,}1\cdot10^{-10};$$

$$[Ba^{2+}] = [SO_4^{2-}] = \sqrt{1{,}1\cdot10^{-10}} = 1\cdot10^{-5}\ \text{моль/л}.$$

Концентрація, що має значення $[SO_4^{2-}] = 1\cdot10^{-5}$ моль/л, створює певну похибку аналізу.

Можна зменшити концентрацію досліджуваних іонів, які залишаються в розчині після осадження, збільшивши кількість доданого осаджувача. Якщо, наприклад, додати до розчину, що 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

$$\left[SO_4^{2-}\right] = \frac{ДР(BaSO_4)}{\left[Ba^{2+}\right]} = \frac{1{,}1\cdot10^{-10}}{1{,}1\cdot10^{-3}} \approx 10^{-7}\ \text{моль/л}.$$

Похибка при цьому зменшилася в 100 разів. Зазвичай застосовують полуторний надлишок осаджувача, оскільки занадто великий його надлишок може виявитися шкідливим, бо підвищує розчинність осаду внаслідок утворення кислих солей або комплексних сполук.

1.6. Умови утворення крупнокристалічних осадів

На початкових стадіях осадження утворюються дуже дрібні зародкові кристали. Якщо процес осадження вести швидко при великому пересиченні розчину, то зародкових кристалів утворюється багато, а при додаванні нових порцій осаджувача їхня кількість збільшується, осад утворюється дрібнокристалічним і проходить через пори паперового фільтру. При повільному осадженні й мінімальному пересиченні (що досягається підвищенням розчинності осаду) збільшення кожної порції осаджувача не відразу викликає утворення зародкових кристалів, і осаджувана речовина якийсь час залишається в пересиченому розчині. При цьому утворюється невелика кількість зародкових кристалів, і подальше виділення речовини з пересиченого розчину відбувається переважно на поверхні цих кристалів, унаслідок чого їх розмір збільшується. Отже, утворюється крупнокристалічний осад.

Відповідно до викладеного обираються такі оптимальні умови утворення крупнокристалічних осадів:

1. *Осадження з гарячого розчину обов'язково гарячим розчином осаджувача (підвищення розчинності).*
2. *Попереднє підкислення розчину (підвищення розчинності).*
3. *Осадження з розбавлених розчинів (зменшення пересичення).*
4. *Додавання розчину осаджувача краплями при безперервному перемішуванні (зменшення місцевого пересичення).*
5. *Відстоювання осаду під маточним розчином для його „дозрівання”.*

Дозрівання осаду супроводжується укрупненням його частинок. Причиною укрупнення є велика розчинність дрібних частинок. При дозріванні осаду утворюється розчин, насичений по відношенню до крупних кристалів, не насичений по відношенню до дрібних. Дрібні кристали в ньому розчиняються. Розчин стає пересиченим по відношенню до крупних кристалів і розчинена речовина відкладається на їх поверхні. Унаслідок цього дрібні кристали розчиняються, а крупні зростають.

1.7. Умови утворення аморфних легко фільтрованих осадів

Аморфні осади утворюються внаслідок коагуляції колоїдних розчинів і можуть знову переходити в колоїдний розчин унаслідок пептизації осаду, що може призвести до великих втрат досліджуваної речовини. Прискорює процес коагуляції колоїдного розчину додавання сильного електроліту й підвищення температури розчину.

З розбавлених розчинів випадають пухкі колоїдні осади, що повільно фільтруються і мають велику поверхню, на якій адсорбується багато сторонніх домішок. З концентрованих розчинів, навпаки, випадають щільні осади з меншою поверхнею.

Оптимальні умови випадіння аморфних осадів:

1. *Гарячі розчини осаджувача і досліджуваної речовини.*

2. *Попереднє підкислення (кислота, як сильний електроліт, запобігає утворенню колоїдного розчину, потім при її нейтралізації в розчині утворюється сіль, що також запобігає утворенню колоїдного розчину).*

3. *Осадження з концентрованого розчину.*

4. *Фільтрування відразу ж після осадження, інакше на поверхні осаду адсорбується велика кількість домішок.*

1.8. Відфільтровування осаду

Для фільтрування в гравіметричному аналізі найчастіше застосовують беззольні фільтри. Беззольні фільтри виготовляють з фільтрувального паперу, обробленого для видалення домішок хлоридною і фторидою кислотами. Після спалювання такого фільтру залишається незначна кількість золи. У разі потреби можна врахувати масу золи, яка зазначена на кожній пачці фільтрів. Беззольні фільтри скріплюються паперовою стрічкою певного кольору: червоного, білого, синього. Фільтри з червоною стрічкою мають найбільший діаметр пор і застосовуються для відфільтровування аморфних осадів. Фільтри з синьою стрічкою найбільш щільні, застосовуються для відфільтровування дрібних кристалічних осадів. Щільність фільтрів з білою стрічкою посідає проміжну позицію між синьою і червоною стрічками.

Інколи вагова й осаджувана форми збігаються. Наприклад, при визначенні хлоридів в осад випадає AgCl (осаджувана форма), цю саму сполуку зважують на аналітичних вагах (вагова форма). У цьому випадку осад фільтрують через скляний, заздалегідь висушений до постійної маси, фільтр. Висушують осад на скляному фільтрі також до постійної маси і обчислюють його масу. Прожарювання в цьому випадку не проводиться.

1.9. Промивання осаду

Промивання осадів необхідне для видалення солей, які при подальшому прожарюванні осаду не переходять у леткий стан. Осади можна промивати двома способами**: *декантацією*** і ***на фільтрі***.

При декантації до осаду, з якого попередньо по можливості повністю злили маточний розчин на фільтр, доливають приблизно 10 – 20 мл промивної рідини. Перемішують рідину з осадом, дають осаду відстоятися і зливають з нього прозорий шар рідини через фільтр, стараючись, щоб на фільтр перейшла мінімальна кількість осаду. Результат промивання осаду залежить від числа процедур та об'єму промивної рідини, проте перший чинник має суттєвіший

вплив, тому рекомендується промивати осад багато разів малими порціями промивної рідини.

При промиванні осаду на фільтрі не слід наливати на нього багато рідини. Промивання буде ефективнішим, якщо кожного разу давати стікати рідині до останньої краплі, перш ніж наливати нову порцію.

Для промивання осадів найкраще використовувати дистильовану воду. Але розчинність осадів у чистій воді часто вища за допустиму (відбувається втрата осаду під час промивання) і, крім того, якщо осади аморфні, то можлива їх пептизація. Тому часто для промивання осаду використовують розчини речовин, що знижують його розчинність, наприклад, однойменний з осадом іон. Крім пониження розчинності, ця речовина сприяє витісненню з поверхні осаду адсорбованих домішок. Додавання в промивну рідину електроліту перешкоджає пептизації осаду. Речовини, які вводяться в промивну рідину, мають повністю зникати при прожарюванні осаду (легколеткі речовини) і не повинні утворювати з речовинами, що відмиваються від осаду, будь-яких нелетких сполук. Наприклад, для промивання осаду CaC_2O_4 при ваговому визначенні кальцію використовують розчин $(NH_4)_2C_2O_4$. Однойменний іон $C_2O_4^{2-}$ знижує розчинність CaC_2O_4, а при прожарюванні $(NH_4)_2C_2O_4$ повністю розкладається з утворенням летких речовин.

1.10. Висушування і прожарювання осадів

Висушування або прожарювання осаду необхідне для отримання речовини точно визначеного складу. Коли потрібно видалити з осаду лише залишки промивної води, осад, відфільтрований через скляний фільтр, висушують до постійної маси в сушильній шафі при певній температурі. Температура вибирається таким чином, щоб відбувалося швидке й повне випаровування води і в той же час повністю виключалося термічне розкладання осаду. Температура в сушильній шафі звичайно підтримується нижче 200 ^oC.

При прожарюванні осаду можуть відбуватися різні хімічні процеси: випаровування кристалізаційної або конституційної (що входить до складу хімічної сполуки) води, термічне розкладання, окиснення.

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

$$2Al(OH)_3 \xrightarrow{t} Al_2O_3 + 3H_2O.$$

Термічне розкладання відбувається при прожарюванні кальцій оксалату:

$$CaC_2O_4 \xrightarrow{t} CaCO_3 + CO;$$

$$CaCO_3 \xrightarrow{t} CaO + CO_2.$$

Інколи прожарювання проводять лише для того, щоб спалити фільтр. Усі ці процеси вимагають різної оптимальної температури і часу прожарювання. Звичайно прожарювання проводять у муфельній печі, максимальна температура якої 1200 – 1400 ^{o}C. Для прожарювання фільтр з осадом поміщають у доведений до постійної маси тигель (за допомогою кількох послідовних прожарювань і зважувань на аналітичних вагах). Обережно обвуглюють фільтр на електричній плитці і тільки після цього прожарюють тигель з осадом у муфельній печі. Для прожарювання осадів найчастіше застосовують фарфорові тиглі. Якщо осад може при високій температурі взаємодіяти з фарфором, застосовують платинові, алундові або нікелеві тиглі.

1.11. Похибки у гравіметричному аналізі

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

Систематичні похибки виникають внаслідок недоліків методики експерименту або неточності приладів. При повторенні експерименту систематичні похибки не виключаються і суттєво не змінюються.

Випадкові похибки виникають унаслідок впливу змінних факторів, вони можуть як зменшити, так і збільшити отриманий результат. Багаторазове повторення вимірювання не впливає на точність результату, оскільки підсумовування додатних і від'ємних похибок призводить до їх взаємного погашення.

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

Розглянемо похибки, які можуть виникати при гравіметричному аналізі.

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

При перенесенні осаду на фільтр на стінках склянки і на скляній паличці залишаються частинки осаду. Промивання осаду може спричинити його часткове розчинення. Прожарювання іноді призводить до деякої втрати осаду внаслідок його леткості. Названі причини викликають появу випадкових похибок, що занижують кінцевий результат.

Незважаючи на ретельне промивання осаду (осаджуваної форми), на його поверхні залишається частина адсорбованих з розчину речовин. При прожарюванні можуть неповністю виділитися леткі речовини. Ці причини спричиняють появу випадкових похибок, що завищують кінцевий результат.

Якщо осад частково розсипано, аналізований розчин розлито і под., то мають місце промахи, й аналіз необхідно повторити.

Лабораторна робота № 1

Гравіметричне визначення сульфат-іонів

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

Постановка завдання.

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

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

Прилади і реактиви: аналітичні ваги, сушильна шафа, електрична плитка, муфельна піч, ексикатор, тигель, склянки ємністю 150 – 200 мл, 100 – 150 мл і 400 – 500 мл, скляна паличка, мірний циліндр на 30 – 50 мл, фільтри беззольні (синя стрічка), скляна воронка, пробірка, нітратна кислота (10-відсотковий розчин), аргентум нітрат (1-відсотковий розчин), барій хлорид (10-відсотковий розчин), хлоридна кислота (10-відсотковий розчин).

Методика дослідження

Осадження

Весь розчин магній сульфату, одержаний для аналізу, кількісно зливаємо в склянку ємністю 150 – 200 мл, розбавляємо дистильованою водою до 100 мл, додаємо 5 мл 10-відсоткового 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-відсоткового розчину барій хлориду, заздалегідь розбавивши його 30 мл дистильованої води.

У гарячий розчин магній сульфату додаємо краплями нагрітий 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 осаду осісти. Після цього випробовуємо повноту осадження іона сульфату: у прозорому верхньому шарі розчину не повинна з'являтися біла каламутність від додавання $2-3$ крапель розчину барій хлориду. Накриваємо склянку аркушем паперу (з прізвищем студента) і залишаємо у такому вигляді до наступного заняття для дозрівання осаду.

Фільтрування і промивання осаду

Фільтруємо розчин через щільний фільтр (синя стрічка). Осад промиваємо гарячою водою: спочатку 3 – 4 рази декантацією в склянку, а потім, після кількісного перенесення його на фільтр, продовжуємо промивати на фільтрі до видалення іонів хлору (5 мл фільтрату підкислюємо нітратною кислотою і додаємо 1 мл розчину $AgNO_3$).

Висушування і прожарювання осаду

Після підсушування фільтру із промитим осадом у сушильній шафі, обережно переносимо його в доведений до постійної маси тигель. Потім ставимо тигель на електроплитку для обвуглювання фільтру, не дозволяючи йому горіти полум'ям. Потім розпочинаємо прожарювання осаду в муфельній печі при 900 ^{o}C. Прожарювання продовжуємо до тих пір, поки не досягнемо постійної маси тигля з осадом, повторюючи операцію і зважуючи його на аналітичних вагах за такою схемою:

1-ше прожарювання – 45 хв; 2-ге і наступні – 20 хв; охолоджування в ексикаторі – 15 – 20 хв.

Обробка результатів експерименту

Вміст сульфат-іонів (X) розраховуємо за формулою:

$$X = \frac{a \cdot 96}{233{,}4}, \text{ г},$$

де а – 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 Феруму (III)

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

Постановка завдання

Дано: розчин ферум (III) хлориду, в якому міститься певна маса іонів Феруму (III).

Визначити: гравіметричним методом масу Феруму (III), яка має бути осаджена у вигляді $Fe(OH)_3$.

Прилади і реактиви: аналітичні ваги, сушильна шафа, електрична плитка, муфельна піч, ексикатор, тигель, склянки ємністю 150 – 200 мл, 400 – 500 мл, скляна паличка, мірний циліндр на 10 – 30 мл, фільтри беззольні (червона стрічка), скляна воронка, пробірка, нітратна кислота (10-відсотковий розчин), аргентум нітрат (10-відсотковий розчин), амоній гідроксид (10-відсотковий розчин), хлоридна кислота (10-відсотковий розчин).

Методика дослідження

Осадження

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

Фільтрування і 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 каламутність) і відразу ж фільтруємо гарячий розчин через нещільний фільтр (червона стрічка). Після зливання на фільтр рідини з осаду, промиваємо його гарячою водою спочатку в склянці декантацією, а потім на фільтрі до повного видалення іонів хлору (проба з розчином аргентум нітрату в присутності нітратної кислоти).

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

Висушування і прожарювання осаду

Промитий осад підсушуємо в сушильній шафі й ще вологим разом з фільтром переносимо в прожарений до постійної маси тигель. Потім ставимо тигель на електроплитку для обвуглювання фільтру, не дозволяючи йому горіти полум'ям. Прожарюємо осад у муфельній печі до постійної маси таким чином:

1-ше прожарювання – 45 хв; наступні – 15 хв.

Обробка результатів експерименту

Вміст Феруму (III) розраховуємо за формулою:

$$X = \frac{2 \cdot a \cdot 55{,}85}{159{,}7}, \text{ г},$$

де X – 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. Вагова форма. Вимоги до неї.
5. Умови утворення крупнокристалічних 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 реагуючих речовин, концентрація одного з яких точно відома.

Розчин, що має встановлену з достатньою точністю концентрацію, називають ***робочим, стандартним або титрованим***. При аналізі робочий розчин наливають у бюретку і невеликими порціями додають його з бюретки до розчину, який аналізують до тих пір, поки тим або іншим способом не буде зафіксована точка еквівалентності.

Точкою еквівалентності називають такий стан розчину, при якому кількість еквівалентів доданого реагенту дорівнює кількості еквівалентів аналізованої речовини, тобто

$$Na \cdot Va = Np \cdot Vp,$$

де Np і Vp – нормальність та об'єм робочого розчину; Na і Va – нормальність і об'єм аналізованого розчину.

Усі розрахунки в титриметричному аналізі базуються на цьому співвідношенні.

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

Найточнішим методом аналізу вважається гравіметричний, але він відрізняється великою трудомісткістю й тривалістю. Об'ємний метод за точністю практично не відрізняється від гравіметричного, але вимагає набагато менше часу для кожного окремого визначення. Замість декількох тривалих операцій вагового аналізу в об'ємному використовується одна швидка – титрування.

2.2. Вимоги до реакції титриметричного аналізу

Реакції, що відбуваються між реагентом робочого розчину й аналізованою речовиною, мають відповідати таким вимогам:

1. *Кількісне протікання реакції.*

У зв'язку з цим при титруванні можна застосовувати лише незворотні реакції або такі оборотні, рівновага яких достатньою мірою зміщена у бік продуктів реакції. Прикладом незворотної реакції є реакція нейтралізації сильної кислоти лугом:

$$H_2SO_4 + 2NaOH = Na_2SO_4 + 2H_2O.$$

Прикладом оборотної реакції, рівновага якої достатньою мірою зміщена вправо, є нейтралізація оцтової кислоти лугом:

$$CH_3COOH + NaOH \Leftrightarrow CH_3COONa + H_2O.$$

Чим слабкіша кислота, тим сильніший гідроліз отриманої солі. Тому титрування дуже слабких кислот розчином лугу – важкий процес.

2. *Можливість фіксації точки еквівалентності.*

Точка еквівалентності може бути встановлена різними способами: як візуальними, так і за допомогою приладів. У останньому випадку вважається, що аналіз проводиться фізико-хімічним методом. При хімічному титриметричному аналізі візуально фіксують зміну забарвлення розчину або індикатора поблизу точки еквівалентності. Момент найбільш різкої зміни забарвлення розчину, при якому закінчують титрування, називають ***точкою кінця титрування.***

Точка еквівалентності може дещо відрізнятися від точки кінця титрування, оскільки зміна забарвлення може відбуватися при деякому надлишку, як реагенту робочого розчину, так і аналізованої речовини. Похибка титрування, що виникає через цей незбіг, називається ***індикаторною помилкою титрування***.

3. *Досить велика швидкість реакції.*

Якщо реакція відбувається повільно, то титрування вимагає багато часу і важко встановити точку кінця титрування.

4. *Відсутність побічних реакцій.*

Реакція не повинна супроводжуватися побічними процесами, в яких бере участь реагент робочого розчину або аналізована речовина. За наявності побічних процесів не виконується закон еквівалентів, на основі якого виконуються розрахунки в об'ємному аналізі.

2.3. Способи титрування: пряме, зворотне і титрування замісника

Прямим називають титрування, при якому аналізований розчин безпосередньо титрують робочим розчином. При цьому відбувається реакція між реагентом робочого розчину і аналізованою речовиною. Обчислення результатів проводиться за співвідношенням:

$$Na \cdot Va = Np \cdot Vp .$$

Цей спосіб титрування застосовується в більшості випадків, але іноді його доводиться замінювати іншими способами через недостатню швидкість реакції, можливість побічних процесів і т. д.

При ***зворотному*** титруванні використовують два робочих розчини, що легко реагують між собою. До аналізованого розчину додають точно виміряний (піпеткою або бюреткою) об'єм першого робочого розчину в надлишку. Надлишок цього розчину відтитровують другим робочим розчином. Як приклад розглянемо визначення сульфідної сірки йодометричним методом у кислому середовищі. Пряме титрування використовувати неможливо, оскільки при додаванні кислоти в аналізованому розчині відбуватиметься реакція:

$$2H^+ + S^{2-} = H_2S\uparrow .$$

Виникнуть втрати аналізованої речовини – сірки внаслідок виділення сірководню. При зворотному титруванні до аналізованого розчину додають надлишок робочого розчину I_2 і кислоти й швидко закривають колбу притертою пробкою. Залишають розчин на декілька хвилин, щоб повністю закінчилася реакція:

$$S^{2-} + I_2 = S^0 + 2I^- .$$

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

$$I_2 + 2S_2O_3^{2-} = 2I^- + S_4O_6^{2-} .$$

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

$$N(I_2) \cdot V(I_2) - N(S^{2-}) \cdot V(S^{2-}) = N(I_2).$$

Цей надлишок NI_2 дорівнює кількості еквівалентів натрій тіосульфату, витраченій на титрування, тобто

$$N(I_2) = N(Na_2S_2O_3) \cdot V(Na_2S_2O_3),$$

отже, $$N(I_2) \cdot V(I_2) - N(S^{2-}) \cdot V(S^{2-}) = N(Na_2S_2O_3) \cdot V(Na_2S_2O_3);$$

$$N(S^{2-}) = \frac{N(I_2) \cdot V(I_2) - N(Na_2S_2O_3) \cdot V(Na_2S_2O_3)}{V(S^{2-})}.$$

При ***титруванні замісника*** до аналізованого розчину додають реагент, який взаємодіє з визначуваною речовиною і викликає утворення еквівалентної кількості іншої речовини – замісника. Замісник відтитровують робочим розчином.

Як приклад розглянемо йодометричне визначення калій біхромату $K_2Cr_2O_7$. Пряме титрування окисника $K_2Cr_2O_7$ робочим розчином відновника KI неможливе через те, що при додаванні перших порцій розчину калій йодиду аналізований розчин забарвлюється в бурий колір йодом, що виділився внаслідок реакції:

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

Забарвлення зберігається до і після точки еквівалентності, а тому неможливо встановити точку кінця титрування.

В цьому випадку застосовують титрування замісника. До аналізованого розчину $K_2Cr_2O_7$ додають надлишок KI (твердого або у вигляді розчину). Відбувається записана вище реакція відновлення калій біхромату калій йодидом. Кількість еквівалентів I_2 (замісника), що виділився, відповідає кількості еквівалентів $K_2Cr_2O_7$, тобто

$$N(I_2) \cdot V(I_2) = N(K_2Cr_2O_7) \cdot V(K_2Cr_2O_7).$$

Йод, що виділився, відтитровують робочим розчином натрій тіосульфату:

$$N(I_2) \cdot V(I_2) = N(Na_2S_2O_3) \cdot V(Na_2S_2O_3).$$

Звідси

$$N(K_2Cr_2O_7) = \frac{N(Na_2S_2O_3) \cdot V(Na_2S_2O_3)}{V(K_2Cr_2O_7)}.$$

Таким чином, замісник із розрахунків вилучається.

2.4. Класифікація методів титриметричного аналізу

Титриметричні методи поділяють на дві великі групи: методи, основані на ***іонних реакціях***, і методи, основані на ***окисно-відновних реакціях***. До першої групи відносяться методи нейтралізації, осадження, комплексоутворення. Кожний з них поділяється на ряд конкретних методів. Наприклад, метод осадження включає аргентометрію (використовується робочий розчин $AgNO_3$) і меркуріометрію – робочий розчин $Hg_2(NO_3)_2$. До другої групи входять перманганатометрія, йодометрія, броматометрія, цериметрія і т. д.

2.5. Приготування робочих розчинів

Робочі розчини готуються різними способами. Найбільш зручним і простим вважається спосіб приготування розчину ***за точною наважкою реагенту***. У розчині, приготованому цим способом, концентрація обчислюється за масою реагенту і не вимагає додаткового уточнення. Але для того, щоб приготувати розчин даним способом, реагент повинен задовольняти такі вимоги:

– хімічна чистота (не більше 0,05 – 0,1% домішок);

– хімічна стійкість як в твердому стані, так і в розчині;

– негігроскопічність;

– точна відповідність складу формулі хімічної сполуки.

Для приготування робочого розчину цим способом реагент зважують на аналітичних вагах, розчиняють у дистильованій воді, кількісно переносять розчин у мірну колбу, доводять дистильованою водою до мітки і ретельно перемішують. Концентрацію одержаного розчину обчислюють за формулою:

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

де N – нормальна концентрація; моль/л; m – наважка реагенту, г; V – об'єм мірної колби, мл; m_e – еквівалентна маса реагенту, г/моль.

Другий спосіб приготування робочого розчину застосовують у тих випадках, коли реагент не відповідає вимогам, що пред'являються до нього. Розчиняють зважену на технічних вагах певну кількість реагенту в розрахованому об'ємі води (у даному випадку не потрібно вимірювати об'єм води з великою точністю). Таким шляхом одержують розчин, що має приблизно відому концентрацію. Точну концентрацію цього розчину визначають ***за установчою речовиною***.

Вимоги до установчої речовини такі:

– відповідність її складу хімічній формулі;

– хімічна чистота;

– стійкість на повітрі і в розчині;

– негігроскопічність.

Для визначення концентрації робочого розчину за установчою речовиною використовують два способи: **метод піпетування** і **метод окремих наважок.**

Працюючи за методом пікетування, спершу готують установчий розчин, для чого беруть наважку установчої речовини, кількісно переносять у мірну колбу, розчиняють у дистильованій воді, доводять об'єм розчину до мітки, ретельно перемішують. Концентрацію установчого розчину обчислюють за формулою:

$$N_y = \frac{m_y \cdot 1000}{m_{ey} \cdot V},$$

де N_y – нормальність установчого розчину, моль/л; m_y – наважка установчої речовини, г; m_{ey} – еквівалентна маса установчої речовини, г/моль; V – об'єм мірної колби, мл.

З установчого розчину відбирають піпеткою декілька ***аліквотних*** проб (аліквотна проба – певна частина загального розчину) в колби для титрування і кожну з них титрують розчином, концентрацію якого потрібно встановити. На титрування витрачаються об'єми робочого розчину V_1, V_2, V_3 і т. д. Обчислюють середній об'єм, витрачений на титрування, $V_p^{ср}$ і використовують його для обчислення концентрації робочого розчину, а саме:

$$N_p = \frac{N_y \cdot V_y}{V_p^{ср}},$$

де N_p – нормальність робочого розчину, моль/л; N_y – нормальність установчого розчину, моль/л; V_y – об'єм піпетки для відбору аліквотної проби, мл.

Застосовуючи метод окремих наважок, на аналітичних вагах зважують декілька порцій установчої речовини (m_1, m_2, m_3 і т. д.). Кожну з цих наважок кількісно переносять в окрему колбу для титрування, розчиняють у довільному об'ємі дистильованої води і титрують робочим розчином, концентрацію якого потрібно встановити. Отримують декілька значень об'ємів розчину, витраченого на титрування: V_1, V_2, V_3 і т. д. За результатами кожного титрування обчислюють нормальність робочого розчину за формулою:

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

а потім визначають її середнє значення.

Окрім двох названих способів, концентрацію робочого розчину можна визначити шляхом ***„ститровування”*** його з другим 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. На титрування витрачається об'єм розчину V_p.

Тоді

$$N_р = \frac{N_2 \cdot V_2}{V_р}.$$

Для приготування робочих розчинів часто використовують ***фіксанали***: наважки реагентів, запаяні в скляні ампули. Звичайно наважка містить 0,1 еквівалента реагенту. Ампулу розбивають над скляною воронкою, вставленою в горло мірної колби, що має ємність 1 л. З ампули і воронки реактив ретельно змивають дистильованою водою в мірну колбу, розбавляють розчин до мітки і ретельно перемішують. Таким шляхом одержують 0,1 н. робочий розчин.

Лабораторна робота № 3

Визначення концентрації робочого розчину натрій гідроксиду

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

Постановка завдання

Дано: робочий розчин натрій гідроксиду.

Визначити: титриметричним методом нормальність робочого розчину NaOH за допомогою установчої речовини – щавлевої кислоти ($H_2C_2O_4$).

Прилади і реактиви: аналітичні ваги, склянка ємністю 50 або 100 мл, мірна колба ємністю 100 мл, конусна колба ємністю 250 мл, мірна піпетка на 10 мл, бюретка на 25 мл, фенолфталеїн (спиртовий розчин), щавлева кислота, двічі перекристалізована, натрій гідроксид (0,1 н. розчин).

Методика дослідження

1. *Приготування установчого 0,1 н. розчину $H_2C_2O_4$.*

Відважуємо на технічних вагах 0,63 г двічі перекристалізованої щавлевої кислоти і поміщаємо її в суху зважену склянку. Зважуємо на аналітичних вагах склянку з кислотою. Наважку кислоти (а) одержуємо як різницю двох зважувань.

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

Обробка результатів експерименту

Розраховуємо нормальність установчого розчину щавлевої кислоти за формулою:

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

де а – наважка щавлевої кислоти, г.

2. *Визначення нормальності й титру робочого розчину NaOH*

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

При збіжних результатах повторюємо титрування 3 рази і знаходимо середнє значення V(NaOH).

Обробка результатів експерименту

Нормальність робочого розчину натрій гідроксид обчислюємо за формулою:

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

де N(NaOH) – нормальність робочого розчину натрій гідроксиду, моль/л; $N(H_2C_2O_4)$ – нормальність установчого розчину щавлевої кислоти, моль/л; V(NaOH) – усереднене значення результатів титрування, мл.

Титр робочого розчину обчислюємо за формулою:

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

Лабораторна робота № 4

Об'ємне визначення сульфатної кислоти

Мета роботи: оволодіти методом нейтралізації титриметричного аналізу і специфікою практичної роботи.

Постановка завдання.

Дано: розчин сульфатної кислоти.

Визначити: вміст сульфатної кислоти в розчині H_2SO_4 титриметричним методом.

Прилади і реактиви: мірна колба ємністю 100 мл, конусна колба ємністю 250 мл, піпетка Мору на 10 мл, бюретка на 25 мл, фенолфталеїн (спиртовий розчин), натрій гідроксид (0,1 н. розчин).

Методика дослідження

Одержаний для аналізу розчин сульфатної кислоти кількісно зливаємо в мірну колбу (100 мл), доводимо розчин до мітки і перемішуємо.

Потім відбираємо піпеткою 10 мл розчину сульфатної кислоти, вливаємо в конічну колбу, додаємо $2-3$ краплі фенолфталеїну і титруємо робочим розчином натрій гідроксиду до рожевого забарвлення. При збіжних результатах, повторюємо титрування 3 рази і знаходимо середнє значення V(NaOH).

Обробка результатів експерименту

Кількість сульфатної кислоти (X), що міститься в розчині, виданому для експерименту, розраховуємо таким чином:

Розрахунок за нормальністю:

$$X = \frac{N(NaOH) \cdot V(NaOH) \cdot 49 \cdot 100}{10 \cdot 1000}, \text{ г},$$

де N(NaOH) – нормальність робочого розчину натрій гідроксиду, моль/л; V(NaOH) – усереднене значення результатів титрування сульфатної кислоти, мл.

Розрахунок за титром:

$$T(NaOH/H_2SO_4) = \frac{T(NaOH) \cdot 49}{40}, \text{ г/мл};$$

$$X = \frac{T(NaOH/H_2SO_4) \cdot V(NaOH) \cdot 100}{10}, \text{ г},$$

де $T(NaOH/H_2SO_4)$ – титр робочого розчину натрій гідроксиду за сульфатною кислотою, г/мл; T(NaOH) – титр робочого розчину натрій гідроксиду г/мл; V(NaOH) – усереднений результат титрування, мл.

Лабораторна робота № 5

Визначення твердості води

Мета роботи: оволодіти методикою аналізу тимчасової (карбонатної) і загальної твердості води титриметричним методом.

Постановка завдання

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

Визначити: тимчасову твердість води методом нейтралізації та загальну твердість методом комплексонометрії

Прилади і реактиви: конусна колба ємністю 250 мл, мірна піпетка на 25 мл, бюретка на 25 мл, хлоридна кислота (0,1 н. робочий розчин), метилоранж (0,03-відсотковий водний розчин), аміачна суміш, хромоген чорний (спиртовий розчин), трилон Б (0,1 н. робочий розчин).

Методика досліджень

1. *Визначення карбонатної твердості*

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 переходу забарвлення із жовтого в оранжевий. Титрування повторюємо 3 рази та зі збіжних результатів беремо середній $V(HCl)$ в міліметрах.

Обробка результатів експерименту

Карбонатну твердість X знаходимо за формулою:

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

де $N(HCl)$ – нормальність робочого розчину HCl, моль/л.

2. *Визначення загальної твердості*

У конічну колбу вливаємо піпеткою 50 мл досліджуваної води. Додаємо 5 мл буферної суміші (NH_4OH + NH_4Cl) і 10 крапель індикатора хромогену чорного. Титруємо робочим розчином трилону Б до переходу забарвлення із рожевого в блакитне.

Обробка результатів експерименту

Загальна твердість Y обчислюється за формулою:

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

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

Визначення постійної твердості

Постійна твердість Z являє собою різницю між загальною і карбонатною твердістю:

$$Z = Y - X, \text{ мекв/л.}$$

Лабораторна робота № 6

Перманганатометричне визначення Ферум (П)

Мета роботи: оволодіти методом окисно-відновного титрування.

Постановка завдання

Дано: розчин ферум (II) сульфату.

Визначити: вміст Fe^{2+} у розчині $FeSO_4$ методом його титрування розчином $KMnO_4$.

Прилади і реактиви: мірна колба ємністю 100 мл, конусна колба ємністю 250 мл, піпетка Мору на 10 мл, бюретка на 25 мл, калій перманганат (0,1 н. робочий розчин), сульфатна кислота (1 : 4).

Одержаний для дослідження розчин ферум (II) сульфату кількісно вливаємо в мірну колбу (100 мл), доводимо водою до мітки і перемішуємо.

У колбу для титрування відбираємо піпеткою 10 мл досліджуваного розчину ферум (П) сульфату, додаємо 5 мл сульфатної кислоти (1 : 4) і титруємо робочим 0,1 н. розчином калій перманганату до появи стійкого рожевого забарвлення. Титрування повторюємо не менше 3 разів і беремо середній $V(KMnO_4)$ з трьох збіжних результатів у мілілітрах.

Обробка результатів експерименту

Вміст Феруму X розраховуємо за формулою:

$$X = \frac{N(KMnO_4) \cdot V(KMnO_4) \cdot 56 \cdot 100}{10 \cdot 1000}, \text{ г,}$$

де $N(KMnO_4)$ – нормальність робочого розчину $KMnO_4$, моль/л.

Лабораторна робота № 7

Перманганатометричне визначення Мангану (II)

Мета роботи: оволодіти окисно-відновним методом титриметричного аналізу

Постановка завдання

Дано: розчин манган (II хлориду.

Визначити: вміст Мангану (II) в даному розчині перманганатометричним титруванням.

Прилади і реактиви: мірна колба ємністю 250 мл, мірна піпетка на 50 мл, бюретка на 25 мл, циліндр на 25 мл, конічна колба на 500 мл, цинк сульфат (10-відсотковий водний розчин), калій перманганат (0,1 н. робочий розчин).

Методика дослідження.

Розчин манган (II хлориду, отриманий для дослідження, кількісно переносимо в мірну колбу (250 мл), доводимо водою до мітки і перемішуємо.

Піпеткою відбираємо 50 мл розчину, який приготували, вливаємо в конічну колбу (500 мл) для титрування, додаємо 20 мл 10-відсоткового розчину цинк сульфату, розбавляємо водою до 250 мл і нагріваємо до кипіння.

Гарячий розчин титруємо робочим 0,1 н. розчином калій перманганату. Титруємо спочатку швидко, ретельно перемішуючи, а потім повільно додаємо робочий розчин краплями. Титрування закінчуємо при появі у розчині над бурим осадом манган (IV) оксиду блідо-рожевого забарвлення. Титрування повторюємо тричі і з отриманих результатів беремо середній $V(KMnO_4)$ у мілілітрах.мл.

Обробка результатів експерименту

Вміст Мангану (II) розраховуємо за формулою:

$$X = \frac{27{,}46 \cdot 0{,}6 \cdot N(KMnO_4) \cdot V(KMnO_4) \cdot 250}{50 \cdot 1000}, \text{ г.}$$

де 0,6 – коефіцієнт перерахування нормальності робочого розчину калій перманганату (у зв’язку зі зміною молярної маси еквівалента з 31,61 г/моль на 52,68 г/моль); $N(KMnO_4)$ – нормальність робочого розчину калій перманганату (при молярній масі еквівалента 31,61 г/моль); 27,46 – молярна маса еквівалента Mn (II, г/моль.

Лабораторна робота № 8

Йодометричне визначення Хрому (VI)

Мета роботи: оволодіти методом титрування замісника в титриметричному аналізі.

Постановка завдання

Дано: розчин калій дихромату.

Визначити: вміст Хрому VI в даному розчині йодометричним методом.

Прилади і реактиви: мірна колба ємністю 100 мл, мірна піпетка на 10 мл, бюретка на 25 мл, 2 циліндри на 10 мл, конічна колба на 250 мл, калій йодид (10-відсотковий водний розчин), натрій тіосульфат (0,1 н. робочий розчин), розчин сульфатної кислоти (1:4), крохмаль (1-відсотковий розчин), дистильована вода.

Методика дослідження

Розчин калій дихромату, отриманий для дослідження, кількісно переносимо в мірну колбу (100 мл), доводимо дистильованою водою до мітки і перемішуємо.

У конічну колбу (250 мл) для титрування переносимо мірною піпеткою 10 мл отриманого 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 додаємо 100 мл дистильованої води і титруємо робочим розчином натрій тіосульфату: спочатку до солом'яно-жовтого кольору, потім після додавання 1 мл розчину крохмалю до зникнення синього забарвлення.

Обробка результатів експерименту

Вміст Хрому (VI) розраховуємо за формулою:

$$X = \frac{17{,}3 \cdot N(Na_2S_2O_3) \cdot V(Na_2S_2O_3) \cdot 100}{100 \cdot 1000}, \text{ г}$$

де $V(Na_2S_2O_3)$ – середній результат титрування, мл; $N(Na_2S_2O_3)$ – нормальність розчину натрій тіосульфату, моль/л; 17,3 – молярна маса еквівалента Хрому (VI), моль/л.

Упорядники:
Єгоров Павло Олексійович
Нетяга Ольга Борисівна
Тарасова Ганна Володимирівна

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ ДО ВИКОНАННЯ ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ З ДИСЦИПЛІНИ „ХІМІЯ І ФІЗИКО-ХІМІЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ”

ДЛЯ СТУДЕНТІВ НАПРЯМУ ПІДГОТОВКИ 6.050303
ПЕРЕРОБКА КОРИСНИХ КОПАЛИН

Редактор О.Н. Ільченко

Підписано до друку 26.03.2008. Формат 30х42/4.
Папір офсет. Ризографія. Ум. друк. арк. 1,6 .
Обл.-вид. арк. 2,0. Тираж 100 прим. Зам. №

Національний гірничий університет
49005, м. Дніпропетровськ, просп. К. Маркса, 19.