

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
МИКОЛАЇВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ АГРАРНИЙ УНІВЕРСИТЕТ

Факультет агротехнологій

Кафедра ґрунтознавства та агрохімії

АНАЛІТИЧНА ХІМІЯ

методичні рекомендації до виконання лабораторних робіт для здобувачів
вищої освіти ступеня «бакалавр» спеціальності 181 «Харчові технології»
денної форми навчання

Миколаїв

2018

УДК 543

A64

Друкується за рішенням науково-методичної комісії факультету агротехнологій Миколаївського національного аграрного університету від 12.04. 2018 р., протокол № 8

Укладач:

В.В. Ісаєва – асистент кафедри ґрунтознавства та агрохімії , Миколаївський національний аграрний університет

Рецензенти:

В. Г. Миколайчук – кандидат біологічних наук, доцент, доцент кафедри рослинництва та садово-паркового господарства, Миколаївський національний аграрний університет;

М. В. Пасічник – кандидат технічних наук, доцент кафедри хімії, Миколаївський національний університет ім. В.О. Сухомлинського.

©Миколаївський національний
аграрний університет, 2018

ЗМІСТ

Передмова.....	4
Правила роботи в хімічній лабораторії. Предмет, методи та завдання аналітичної хімії.	5
Хімічна рівновага в гомогенних та гетерогенних системах.....	7
Окисно-відновні процеси в хімічному аналізі.....	9
Комплексоутворення в аналітичній хімії.....	11
Типи класифікацій катіонів та аніонів.....	12
Перша та друга аналітичні групи катіонів.....	16
Третя аналітична група катіонів.....	20
Четверта аналітична група.....	24
Аніони. Класифікація аніонів за групами.....	28
Експериментальна задача. «Встановлення формули солі».....	32
Основи титрування.....	38
Ацидиметрія.....	40
Комплексонометрія.....	42
Йодометрія.....	45
Перманганатометрія.....	47
Дихроматометрія.....	48
Фізико-хімічні методи аналізу.....	51
Рекомендована література.....	53

ПЕРЕДМОВА

Розвиток аналітичної хімії сприяв створенню різноманітних методів аналізу та варіантів їх комбінування. Можливість використання цих методів аналізу базується на вивченні їх фізико-хімічної сутності, загальних хімічних і фізичних закономірностей. Таким чином, для розуміння всіх розділів аналітичної хімії необхідні фундаментальні теоретичні знання з дисципліни.

Мета курсу „Аналітична хімія” – ознайомити здобувачів вищої освіти з теоретичними основами сучасної аналітичної хімії, особливостями хімічних реакцій, методами визначення і розділення речовин, показати їх можливості й обмеження. При вивченні аналітичної хімії необхідно сформулювати у здобувачів вищої освіти чіткі уявлення про предмет і особливості цієї науки як області наукового пізнання, зв'язки з іншими науками і практичну значимість. Крім цього, необхідно підкреслити провідну роль вимірювань в аналітичній хімії.

Головним завданням здобувачів вищої освіти при вивченні аналітичної хімії є набуття не тільки навичок лабораторного експерименту, але й умінь робити теоретичні висновки на основі проведених досліджень. Програмою передбачено самостійне опрацювання значної частини навчального матеріалу, ознайомлення студентів із літературою з аналітичної хімії.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №1

ПРАВИЛА РОБОТИ В ХІМІЧНІЙ ЛАБОРАТОРІЇ.

ПРЕДМЕТ, МЕТОДИ ТА ЗАВДАННЯ АНАЛІТИЧНОЇ ХІМІЇ

ПРАВИЛА РОБОТИ В ХІМІЧНІЙ ЛАБОРАТОРІЇ

1. Забороняється працювати одному в лабораторії, оскільки в разі нещасного випадку нікому надати допомогу потерпілому і ліквідувати наслідки.

2. Під час роботи в лабораторії слід дотримуватися чистоти, тиші, порядку та правил техніки безпеки. Поспішність та неохайність призводять до тяжких наслідків.

3. Кожен повинен знати, де знаходяться в лабораторії засоби протипожежного захисту та аптечка, яка містить все необхідне для надання першої допомоги (калій перманганат, борна кислота, питна сода, спиртовий розчин йоду, вата, бинт, пластир, мазь від опіків).

4. Категорично забороняється в лабораторії їсти, пити воду, палити.

5. Не можна приступати до виконання лабораторної роботи, доки не засвоєна техніка її виконання.

6. Всі досліді виконують лише в чистому посуді. Після кожного експерименту посуд відразу ж необхідно помити.

7. Під час роботи необхідно слідкувати за тим, щоб речовини не потрапляли на руки та обличчя, тому що деякі з них (кислоти, луги тощо) викликають пошкодження шкіри та слизових оболонок.

8. Категорично забороняється брати речовини руками і пробувати їх на смак.

9. Нюхати речовини можна, лише обережно, направляючи на себе гази чи пару легкими рухами рук. Не нахилятися над посудом і не вдихати на повні груди!

10. Банки, склянки та інший посуд для зберігання реактивів повинен мати етикетки з назвою речовини.

11. Після закінчення роботи потрібно закрити крани з водою і вимкнути електроприлади. Відходи виливають у банки для зливання, або у спеціально призначений посуд.

12. Всі роботи з небезпечними і токсичними речовинами (наприклад, бромом, йодом, оксидами нітрогену тощо) необхідно проводити лише у витяжній шафі.

13. Досліди з вогнебезпечними речовинами (наприклад, ефіром, ацетоном, бенzenом тощо) виконувати якомога далі від вогню та увімкнених електроплиток, нагрівати легкозаймисті речовини можна лише у спеціальному посуді на попередньо нагрітій водяній бані.

ПРЕДМЕТ, МЕТОДИ ТА ЗАВДАННЯ АНАЛІТИЧНОЇ ХІМІЇ

Контрольні питання для перевірки знань.

1. Історія розвитку аналітичної хімії.

2. Предмет аналітичної хімії, її місце в системі наук, 3. Види аналізу: якісний і кількісний. Класифікація методів аналізу.

4. Сучасні системи якісного аналізу, взаємозв'язок між кислотно-лужною класифікацією катіонів у якісному аналізі та періодичною системою елементів Д.І. Менделєєва у світлі сучасних уявлень про будову атома і природу хімічного зв'язку.

5. Аналітичні реакції і вимоги до них.

6. Теоретичні основи та можливості практичного використання методів аналітичного контролю для оцінки екологічного стану об'єктів навколишнього середовища і якості продуктів харчування.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №2

ХІМІЧНА РІВНОВАГА В ГОМОГЕННИХ ТА ГЕТЕРОГЕННИХ СИСТЕМАХ

Контрольні питання для перевірки знань.

1. Що таке зворотні і практично незворотні реакції? Наведіть по 2-3 приклади. Чим зумовлена незворотність реакції?
2. Як змінити рівновагу хімічної реакції у ту чи іншу сторону? Підтвердіть сказане прикладами реакцій .
3. Що таке константа рівноваги хімічної реакції? Напишіть вираз для константи рівноваги реакції взаємодії гідроксиду натрію і сульфатної кислоти.
4. Що таке йонна сила розчину? Як змінюється коефіцієнт активності в розведених розчинах електролітів зі зміною йонної сили розчину?
5. Виведіть формулу добутку розчинності малорозчинних електролітів.
6. До яких електролітів і якого розчину застосовується вираз добутку розчинності ?
7. Який зв'язок між добутками розчинності та активності?
8. Як пов'язані добутки рівноважних концентрацій йонів та добутки розчинності в умовах ненасиченого та пересиченого розчинів.
9. Як впливають конкуруючі хімічні реакції на розчинність осаду? Наведіть кілька прикладів.
10. Як розрахувати константу рівноваги реакції розчинення малорозчинних сполук у кислоті?
11. Як впливають однойменні йони на розчинність осадів? Наведіть кілька прикладів.

12. Як розрахувати константу рівноваги реакції розчинення малорозчинних сполук за рахунок утворення комплексів?

ПРАКТИЧНА ЧАСТИНА

1. Напишіть математичний вираз добутку розчинності для наступних сполук: PbSO_4 , CaC_2O_4 , $\text{Fe}(\text{OH})_2$, Fe_2S_3 , $\text{Ba}_3(\text{PO})_4$. Знайдіть величину добутку розчинності вказаних сполук у довідниковій таблиці, вкажіть найменш розчинний осад.

2. Розчинність у воді BaSO_4 при кімнатній температурі дорівнює $1,05 \cdot 10^{-5}$ моль/дм³. Обчисліть D_{PbBaSO_4} і отримані дані порівняйте з табличними.

3. Визначте добуток розчинності Кальцій карбонату, якщо його розчинність дорівнює 0,00069 г/л при 25°C.

4. Розчинність Кальцій карбонату при 25°C дорівнює 0,00069 г/л. Визначте, у скільки разів зменшиться розчинність Кальцій карбонату, якщо до 0,5 л цього розчину додати 10,6 г Na_2CO_3 ? – $D_{\text{CaCO}_3} = 4,8 \cdot 10^{-9}$.

5. Обчисліть активність гідроксид-іону в розчині, що містить 0,2 М калію гідроксид і 0,3 М натрію карбонат.

6. Обчисліть коефіцієнт активності гідроген-іонів у розчині, що містить 0,1 М феруму(II) нітрат і 0,2 М хлоридну кислоту.

7. До 100 см³ 0,1 М розчину CH_3COOH додали 100 см³ 0,01 М розчину NaOH . Вирахуйте рН отриманого розчину.

8. Вирахуйте рН розчину, отриманого при змішуванні 19 см³ 6,2 М розчину CH_3COOH з 1 см³ 2,0 М розчину CH_3COONa .

9. До 15 см³ 0,05 М розчину CH_3COOH додали 20,00 см³ 0,02 М розчину KOH . Визначте рН отриманого розчину.

10. Якою повинна бути концентрація йонів S^{2-} для того, щоб концентрація йонів Cd^{2+} у розчині була не більшою, ніж 10^{-7} моль/дм³.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №3

ОКИСНО-ВІДНОВНІ ПРОЦЕСИ В ХІМІЧНОМУ АНАЛІЗІ

Контрольні питання для перевірки знань.

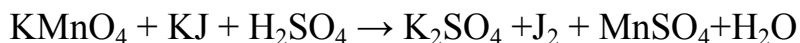
1. Які реакції відносять до окисно-відновних? Наведіть приклади.
2. Що називають окисно-відновним потенціалом? Як його визначають?
3. Запишіть рівняння Нернста і поясніть значення величин, що входять до нього.
4. Виведіть формулу для розрахунку константи рівноваги окисно-відновної реакції.
5. Перерахуйте важливіші речовини-окисники, що використовуються в аналітичній хімії.
6. Перерахуйте важливіші речовини-відновники, що використовуються в аналітичній хімії.
7. Напишіть приклади окисно-відновних реакцій, що пояснюють роль каталізаторів.
8. Запишіть формулу залежності потенціалу від рН для напівреакцій, що відбуваються за участю йонів гідрогену.
9. Запишіть формулу залежності потенціалу від рН для напівреакцій, що відбуваються за участю йонів гідроксиду.
10. Наведіть приклад спряжених окисно-відновних реакцій. Вкажіть речовини, що виконують функції актора, акцептора, індуктора.

ПРАКТИЧНА ЧАСТИНА

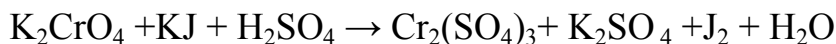
1. Методом електронного балансу урівняти рівняння і вказати загальну суму коефіцієнтів у ньому



2. Методом електронного балансу урівняти рівняння і вказати загальну суму коефіцієнтів у ньому



3. Методом електронного балансу урівняти рівняння і вказати загальну суму коефіцієнтів у ньому



4. Чому рівний потенціал системи $\text{NO}_3^- / \text{NO}_2^-$ при $\text{pH} = 1$, ($E_0 = 0,94 \text{ В}$), якщо концентрація NO_3^- рівна $0,02 \text{ М}$ і концентрація NO_2^- рівна $0,01 \text{ М}$?

5. Чому рівний потенціал системи $\text{MnO}_4^- / \text{Mn}^{2+}$ при $\text{pH} = 2$, ($E_0 = 1,51 \text{ В}$), якщо концентрація MnO_4^- рівна $0,2 \text{ М}$ і концентрація Mn^{2+} рівна $0,01 \text{ М}$?

6. Обрахуйте константу рівноваги окисно-відновної реакції: $\text{Sn}^{2+} + 2\text{Fe}^{3+} = \text{Sn}^{4+} + 2\text{Fe}^{2+}$, використавши величини відповідних стандартних окисно-відновних потенціалів пар.

7. Обрахуйте константу рівноваги окисно-відновної реакції: $\text{Ce}^{4+} + \text{Fe}^{2+} = \text{Ce}^{3+} + 2\text{Fe}^{2+}$, використавши величини відповідних стандартних окисно-відновних потенціалів пар.

8. Обрахуйте потенціал системи $\text{NO}_3^- / \text{NO}_2^-$ при $\text{pH} = 1$. 23. Обрахуйте потенціал системи $\text{MnO}_4^- / \text{Mn}^{2+}$ при $\text{pH} = 2$.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №4

КОМПЛЕКСОУТВОРЕННЯ В АНАЛІТИЧНІЙ ХІМІЇ

Контрольні питання для перевірки знань.

1. Що таке комплексна сполука? Приведіть приклади комплексів.
2. Сформулюйте відмінності комплексних сполук від подвійних солей. Приведіть приклади.
3. Як класифікують комплексні сполуки?
4. Наведіть приклади однорідно- та різнолігандних комплексів.
5. Наведіть приклади моно- та поліядерних комплексів.
6. Що таке координаційне число? Наведіть приклади комплексів із різним координаційним числом центрального йону.
7. Що таке внутрішньоконкомплексні сполуки? Наведіть приклади внутрішньоконкомплексних сполук.
8. Як за допомогою реакцій комплексоутворення можна провести маскування заважаючих йонів? Напишіть відповідні рівняння реакцій.
9. Наведіть приклади використання реакцій комплексоутворення для виявлення катіонів.
10. Наведіть приклади використання реакцій комплексоутворення для виявлення аніонів.

ПРАКТИЧНА ЧАСТИНА

1. Чому рівний заряд комплексоутворювача в комплексній сполуці $K[AgS_2O_3]$, $[Co(NH_3)_5Cl]Cl_2$
2. Чому рівний заряд комплексоутворювача в комплексній сполуці $[Cu(NH_3)_4](OH)_2$, $[Co(NH_3)_4Cl_2]Cl$?

3. Чому рівний заряд комплексоутворювача в комплексній сполуці $K_4[Fe(CN)_6]$, $K_3[Fe(CN)_6]$?

4. Чому рівний заряд комплексного іону в комплексній сполуці $K_3[Fe(CN)_6]$, $K_2[PtCl_6]$

5. Запишіть рівняння реакції взаємодії хлориду феруму (III) із тиоціанатом калію в молекулярній формі та вкажіть, чому рівна сума коефіцієнтів цієї реакції.

6. Чому рівний заряд комплексного іону в комплексній сполуці $[Cu(NH_3)_4](OH)_2$?

7. Розрахуйте умовну константу утворення комплексонату кальцію при рН 5

8. Розрахуйте ступінь утворення трихлориду ртуті, якщо відомо, що рівноважна концентрація хлорид-іона в розчині 0,01 М .

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №5

ТИПИ КЛАСИФІКАЦІЙ КАТІОНІВ ТА АНІОНІВ

1. Сульфідна система аналізу катіонів

За цією системою катіони поділяються на п'ять аналітичних груп у залежності від розчинності їх сульфідів, карбонатів і хлоридів. За сульфідною систематикою катіонів до *першої* аналітичної групи відносяться катіони Na^+ , K^+ , NH_4^+ і Mg^{2+} . Ця група катіонів не має групового реагенту. Кожен катіон цієї групи виявляється своїми характерними реакціями, які виконуються в певній послідовності. До *другої* аналітичної групи відносяться катіони Ba^{2+} , Sr^{2+} , Ca^{2+} . Вони осаджуються груповим реагентом – амоній карбонатом $(NH_4)_2CO_3$ в амоніачному буферному розчині у вигляді нерозчинних у воді карбонатів $MeCO_3$. Катіони цієї аналітичної групи не

осаджуються $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ і H_2S . До *третьої* аналітичної групи відносяться катіони Al^{3+} , Cr^{3+} , Fe^{3+} , Fe^{2+} , Ni^{2+} , Co^{2+} , Mn^{2+} , Zn^{2+} та інші. Вони осаджуються з нейтральних чи лужних розчинів ($\text{pH}=7 - 9$) груповим реагентом $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ у вигляді нерозчинних у воді сульфідів і гідроксидів. Катіони цієї групи не осаджуються в кислих розчинах H_2S . До *четвертої* аналітичної групи відносяться катіони Cu^{2+} , Cd^{2+} , Hg^{2+} , Bi^{3+} , AsIII , AsV , SbIII , SbV , SnII , SnIV і інші. Всі катіони четвертої групи осаджуються H_2S в кислому середовищі при $\text{pH}=0,5$ у вигляді сульфідів, які практично нерозчинні у воді і в розведених мінеральних кислотах. Груповим реагентом є H_2S у середовищі хлоридної кислоти. До *п'ятої* аналітичної групи катіонів відносяться йони Ag^+ , Hg^{2+} , Pb^{2+} та інші. Груповим реагентом є розчин хлоридної кислоти з молярною концентрацією еквівалента речовини HCl 2 моль/дм³. Відповідні хлориди малорозчинні у воді і в розведених кислотах. Сульфідна система аналізу катіонів є класичною, але, разом з тим, має суттєві недоліки. Розчинність сульфідів деяких катіонів третьої і четвертої аналітичних груп має близькі значення, тому розділення катіонів не повне. Осадження катіонів четвертої аналітичної групи у вигляді сульфідів часто супроводжується співосадженням катіонів третьої групи. Для аналізу застосовується дуже токсичний H_2S . Для роботи з ним треба спеціально обладнане приміщення.

2. Кисотно-лужна система аналізу катіонів

За цією системою катіони поділяються на шість аналітичних груп на основі їх відношення до хлоридної і сульфатної кислот, до розчинів лугів і амоніаку. До *першої* аналітичної групи відносяться катіони Na^+ , K^+ , NH_4^+ . Групового реагенту ця група катіонів не має. До *другої* аналітичної групи відносяться катіони Ag^+ , Hg^{2+} , Pb^{2+} . Груповим реагентом є розчин хлоридної кислоти ($c(1\ 1\ \text{HCl}) = 2$ моль/дм³). Під дією групового реагенту утворюються малорозчинні у воді і в розведених кислотах відповідні хлориди. $\text{DP}(\text{AgCl})=1,78 \cdot 10^{-10}$; $\text{DP}(\text{Hg}_2\text{Cl}_2)=1,3 \cdot 10^{-18}$; $\text{DP}(\text{PbCl}_2) = 1,6 \cdot 10^{-5}$. Найбільш розчинний плюмбум хлорид добре розчиняється в гарячій воді і в

такий спосіб може бути відділений від інших хлоридів цієї групи. До *третьої* аналітичної групи відносяться катіони Ba^{2+} , Sr^{2+} , Ca^{2+} , а також і Pb^{2+} . Груповим реагентом є розчин сульфатної кислоти ($c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 2$ моль/дм³). Катіони цієї групи осаджуються у вигляді малорозчинних у воді і кислотах сульфатів. $\text{DP}(\text{BaSO}_4)=1,1 \cdot 10^{-10}$; $\text{DP}(\text{SrSO}_4)=3,2 \cdot 10^{-7}$; $\text{DP}(\text{CaSO}_4)=2,5 \cdot 10^{-5}$; $\text{DP}(\text{PbSO}_4)=1,6 \cdot 10^{-8}$. До *четвертої* аналітичної групи відносяться катіони Al^{3+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} , Sn^{2+} , AsIII, AsV, SbIII. Груповим реагентом є надлишок розчину NaOH або KOH. Гідроксиди цих елементів амфотерні, розчиняються в надлишку лугу з утворенням аніонів: $[\text{Al}(\text{OH})_4]^-$, $[\text{Zn}(\text{OH})_4]^{2-}$, $[\text{Cr}(\text{OH})_4]^-$, $[\text{Sn}(\text{OH})_4]^{2-}$ та інші, які при нагріванні дегідратуються; в розчині йони AlO_2^- , CrO_2^- , ZnO_2^{2-} , SnO_2^{2-} та інші. До *п'ятої* аналітичної групи відносяться катіони Mg^{2+} , Mn^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Bi^{3+} , Sb^{3+} , Sb^{5+} . Груповим реагентом є надлишок водного розчину амоніаку з масовою часткою NH_3 у розчині 25%. Під дією групового реагенту утворюються відповідні гідроксиди, нерозчинні у надлишку лугу. В осад випадають $\text{Mg}(\text{OH})_2$, $\text{Mn}(\text{OH})_2$, $\text{Fe}(\text{OH})_2$, $\text{Fe}(\text{OH})_3$, $\text{Bi}(\text{OH})_3$, HSbO_2 , HSbO_3 . $\text{DP}(\text{Mg}(\text{OH})_2)=7,1 \cdot 10^{-12}$; $\text{DP}(\text{Fe}(\text{OH})_2)=7,2 \cdot 10^{-16}$; $\text{DP}(\text{Mn}(\text{OH})_2)=1,9 \cdot 10^{-13}$; $\text{DP}(\text{Fe}(\text{OH})_3)=3,2 \cdot 10^{-40}$; $\text{DP}(\text{Bi}(\text{OH})_3)=4,3 \cdot 10^{-31}$. До *шостої* аналітичної групи відносяться катіони Cu^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Cd^{2+} , Hg^{2+} . Груповим реагентом є водний розчин NH_3 з масовою часткою NH_3 25%. Під дією групового реагенту на розчин, що містить катіони цієї аналітичної групи, утворюються відповідні гідроксиди, малорозчинні у воді, але у надлишку амоніаку розчиняються з утворенням комплексних амоніакатів: $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$, $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$, $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$, $[\text{Cd}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$, $[\text{Hg}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$.

3. Класифікація аніонів

Найбільш часто застосовується класифікація, за якою всі аніони поділяються на три аналітичні групи у залежності від розчинності їх солей Барію і Аргентуму. До *першої* аналітичної групи відносяться аніони SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , CO_3^{2-} , PO_4^{3-} , SiO_3^{2-} , CrO_4^{2-} , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ та інші. Груповим реагентом

на аніони цієї групи є розчин барій хлориду в нейтральному чи слабколужному розчині. Під дією групового реагенту утворюються практично нерозчинні у воді відповідні солі Барію. $DP(\text{BaSO}_4)=1,1 \cdot 10^{-10}$; $DP(\text{BaCrO}_4)=2,3 \cdot 10^{-10}$; $DP(\text{BaCO}_3)=8,0 \cdot 10^{-9}$; $DP(\text{Ba}_3(\text{PO}_4)_2)=6,0 \cdot 10^{-39}$; $DP(\text{BaC}_2\text{O}_4)=1,7 \cdot 10^{-7}$; $DP(\text{BaSO}_3)=8,0 \cdot 10^{-7}$. До *другої* аналітичної групи аніонів відносяться Cl^- , Br^- , I^- , S^{2-} . Груповим реагентом на аніони цієї групи є розчин AgNO_3 у присутності HNO_3 . При дії групового реагенту утворюються практично нерозчинні у воді і розведених нітратній кислоті відповідні солі Аргентуму. $DP(\text{AgCl})=1,78 \cdot 10^{-10}$; $DP(\text{AgI})=8,3 \cdot 10^{-17}$; $DP(\text{AgBr})=5,3 \cdot 10^{-13}$; $DP(\text{Ag}_2\text{S})=6,3 \cdot 10^{-50}$. До *третьої* аналітичної групи відносяться аніони NO_3^- , NO_2^- , CH_3COO^- . На аніони цієї групи групового реагенту немає. Всі солі Барію і Аргентуму з цими аніонами розчинні у воді.

4. Умови проведення якісних реакцій

При проведенні реакцій виявлення і відділення йонів треба дотримуватись певних оптимальних умов, за яких реакція відбувається найкраще. Якщо умови проведення реакцій відрізняються від оптимальних, то відділення групи йонів чи виявлення окремого йона може не відбутися навіть за наявності їх у розчині. Особливо важливо підтримувати оптимальні умови при відділенні груп йонів у систематичному ході аналізу. Перш за все слід дотримуватись необхідного значення *pH* розчину. Треба мати на увазі, що під час проходження реакції кислотність середовища може змінюватися. Отже треба вміти підтримувати *кислотність* на певному рівні, оптимальному для даної реакції. У більшості випадків *нагрівання* сприяє протіканню реакцій, але деякі з них слід проводити на холоді. Для кожної реакції є деяка *мінімальна концентрація* йона, що визначається, у розчині, нижче якої він не може бути виявлений цією реакцією. Тому інколи перед виявленням певного йона доводиться підвищувати його концентрацію шляхом упарювання розчину. Майже завжди при додаванні реактивів до досліджуваного розчину

суміш треба ретельно перемішувати для *створення однорідних умов* у всьому об'ємі реакційної суміші.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №6

ПЕРША ТА ДРУГА АНАЛІТИЧНІ ГРУПИ КАТІОНІВ

Контрольні питання для перевірки знань.

1. Охарактеризуйте властивості елементів, які утворюють катіони I та II аналітичної групи згідно їх положення в періодичній системі Д.І.Менделєєва.
2. В двох пробірках є азотні добрива: калійна та амонійна селітра. Як виявити, де яке добриво. Запишіть рівняння відповідної реакції.
3. В чому полягає біологічна роль катіонів I аналітичної групи?
4. В чому полягає біологічна роль катіонів II аналітичної групи?
5. Чому іони амонію є заважаючими при відкритті катіонів калію?

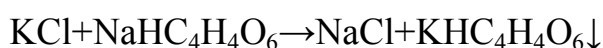
ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

I група катіонів

Якісні реакції калій-катіона

1. Реагент - натрій гідрогентартрат

В пробірку налейте 5-6 крапель розчину KCl та додайте таку ж кількість $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$. Прослідкуйте за утворенням білого кристалічного осаду калій гідрогентартрату.

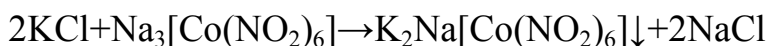


Для прискорення реакції вміст пробірки охолоджують шаром холодної води, вносять центри кристалізації шляхом потирання скляною паличкою внутрішніх стінок пробірки. Вивчіть властивості утвореного осаду. Для цього

реакційну суміш розділіть на п'ять пробірок: в одну пробірку додайте 2-3 краплі 2М розчину хлоридної кислоти, у другу - стільки ж 2М розчину ацетатної кислоти; у третю - 2М розчин натрій гідроксиду; у четверту - 1-2 см³ дистильованої води і нагрійте до кипіння. П'яту пробірку залиште для контролю. Запишіть спостереження. Зробіть висновок щодо умов проведення якісної реакції на іон калію з гідрогентартратом.

2. Реагент - натрій гексанітрокобальтат

До 2-3 крапель розчину KCl додайте 3 краплі розчину або сухого препарату натрій гексанітрокобальтату. Спостерігайте утворення жовтого осаду.



Вміст пробірки розділіть на 4 пробірки. В першу пробірку додайте 1-2 краплі розчину лугу. Спостерігайте утворення аморфного осаду внаслідок розкладу надлишку реактиву. В другу пробірку додайте декілька крапель розчину HCl. Відбувається окисно-відновна реакція, змінюється колір осаду і виділяються оксиди Нітрогену. В третю пробірку додайте 1-2 краплі CH₃COOH. Що спостерігаєте? Четверта пробірка залишається для порівняння. Зробіть висновок про умови відкриття калій-катіону за допомогою натрій гексанітрокобальтату.

Якісні реакції амоній (+) катіона

1. Реагент - сильні основи, луги (NaOH, KOH)

До 0,5 см³ водного розчину амоній хлориду додайте рівний об'єм розчину натрій гідроксиду, суміш перемішайте і обережно нагрійте. Амоніак виявляють за запахом або іншим способом. Для цього до отвору пробірки піднесіть:

а) червоний лакмусовий папірець, змочений дистильованою водою (не торкатися стінок пробірки) Забарвлення папірця в синій або малиновий колір вказує на виділення амоніаку.

б) скляну паличку, змочену концентрованою хлоридною кислотою, піднесіть до пробірки з вмістом NH_4Cl та NaOH , утворення білого диму дрібних кристаликів амоній хлориду свідчить про виділення амоніаку.

Реакція специфічна, тому можна виявляти NH_4^+ - катіон у присутності всіх катіонів.

2. Реагент - реактив Несслера

Дикалій тетраіодомеркурат $\text{K}_2[\text{HgI}_4]$ у суміші з калій гідроксидом з NH_4^+ - іоном утворює червоно-бурий осад $[\text{Hg}_2\text{ONH}_2]\text{I}$, так званий йодид основи Мілона. Реакція виконується на краплинній пластинці. На чисте вимите скло нанесіть краплю реактиву Несслера і додайте іншою паличкою краплю розчину NH_4Cl . Що спостерігаєте? Якщо на скло першим нанести NH_4Cl і додати реактив Несслера, то можна забруднити реактив Несслера і він буде непридатним для використання. Перевірте відношення утвореного червоно-бурого осаду до кислого середовища, надлишку реагенту Несслера. Зробіть висновок щодо умов виконання якісної реакції амоній - іона з реактивом Несслера.

3. Термічна дисоціація солей амонію.

Солі амонію за нагрівання, не плавлячись розкладаються з утворенням летких сполук Нітрогену.

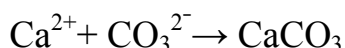
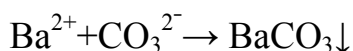


В фарфоровий тигель помістіть 5-6 крапель розчину амоній хлориду. Нагрійте розчин, амоніак виявляють за запахом або іншим способом.

II група катіонів

Дія групового реагенту

Груповим реагентом на II групу катіонів є амоній або натрій карбонат. Ці речовини переводять катіони барію та кальцію в осад білого кольору



До 2-3 крапель розчинів кальцій хлориду та барій хлориду додайте груповий реагент, перевірте розчинність утворених осадів в HCl, HNO₃, CH₃COOH. Складіть відповідні рівняння реакцій.

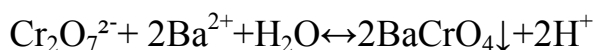
Якісні реакції барій-катіона

1. Реагенти - сульфатна кислота або розчинні сульфати.

Сульфат - іон утворює з катіонами барію білий дрібнокристалічний осад. Для виконання реакції внесіть в пробірку 1-2 краплі розчину BaCl₂, додайте 1-2 краплі H₂SO₄. Перевірте розчинність утвореного осаду в кислотах і лугах. Запишіть рівняння реакції в іонному та молекулярному вигляді.

2. Реагент - калій біхромат

K₂Cr₂O₇ виділяє з розчинів солей барію жовтий осад барій хромату BaCrO₄, а не дихромату BaCr₂O₇.

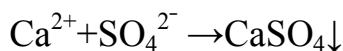


До 2-3 крапель розчину солі барію додайте 1-2 краплі розчину натрій ацетату та 2-3 краплі розчину K₂Cr₂O₇, перевірте розчинність осаду в хлоридній та оцтовій кислотах.

Якісні реакції кальцій-катіона

1. Реагент - сульфатна кислота або розчинні сульфати

Сульфат - іони осаджують солі кальцію з достатньо концентрованих розчинів.



Особливістю осаду CaSO_4 є його розчинність в $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$. Проведіть реакцію і перевірте розчинність утвореного осаду в кислотах.

2. Реагент - амоній оксалат

Іони Ca^{2+} утворюють з іонами амоній оксалату білий кристалічний осад, який розчиняється в сильних кислотах і не розчиняється в слабких кислотах. $\text{Ca}^{2+} + \text{C}_2\text{O}_4^{2-} \rightarrow \text{CaC}_2\text{O}_4 \downarrow$

До 1-2 крапель розчину CaCl_2 додайте 1-2 краплі розчину $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$. Отриманий осад розділіть на 2 частини і перевірте його розчинність в HCl та CH_3COOH .

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №7

ТРЕТЯ АНАЛІТИЧНА ГРУПА КАТІОНІВ

Контрольні питання для перевірки знань.

1. Яких умов потрібно дотримуватися при осадженні катіонів III аналітичної групи? Чому?

2. Який з утворених гідроксидів $\text{Fe}(\text{OH})_2$, $\text{Zn}(\text{OH})_2$, $\text{Mn}(\text{OH})_2$, $\text{Fe}(\text{OH})_3$ володіє амфотерними властивостями? Доведіть це за допомогою рівнянь реакцій.

3. Складіть рівняння реакцій взаємодії катіона Mn^{2+} з амоній персульфатом $(NH_4)_2S_2O_8$, підберіть коефіцієнти методом електронного балансу, вкажіть окисник і відновник.

4. Зазначте біологічну роль катіонів III аналітичної групи.

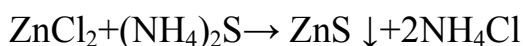
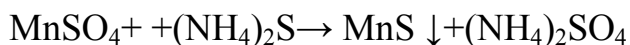
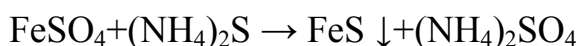
5. В чому полягає сільськогосподарське значення іонів

Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Zn^{2+} , Co^{2+} ?

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

Дія групового реагенту

Груповим реагентом на катіони III групи є амоній сульфід $(NH_4)_2S$, який осаджує Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Zn^{2+} , Ni^{2+} , Co^{2+} у вигляді сульфідів, а Cr^{3+} , Al^{3+} - у вигляді гідроксидів. Подійте на розчини солей катіонів III групи груповим реагентом до утворення осаду. Спостерігайте утворення осадів



Зверніть увагу на колір осадів, запишіть свої спостереження. Перевірте розчинність утворених осадів в розбавлених кислотах.

Якісні реакції ферум (III)- катіона

1. Реагент - їдкі луги.

До 5-7 крапель розчину $FeCl_3$ додайте KOH або NaOH до утворення осаду червоно-бурого кольору. $Fe^{3+} + 3OH^- = Fe(OH)_3 \downarrow$ Переконайтесь в розчинності осаду в кислотах і нерозчинності в лугах

2. Реагент - калій гексаціаноферат (II).

Калій гексаціаноферат - жовта кров'яна сіль - утворює з ферум (III) катіоном темно-синій осад "берлінської лазурі" $4Fe^{3+} + 3[Fe(CN)_6]^{4-} \rightarrow Fe_4[Fe(CN)_6]_3 \downarrow$

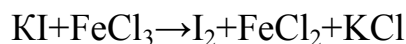
Виконайте аналітичну реакцію в пробірці, додавши 1 см³ FeCl₃ та 1,5 см³ K₄[Fe(CN)₆] Розділіть осад на дві частини, подійте на одну частину HCl, на іншу - NaOH. Переконайтесь, що осад не розчиняється в HCl і розкладається в лугах з утворенням Fe(OH)₃.

3. Реагент - калій тіоціанат KSCN.

До 1 см³ FeCl₃ додайте рівний об'єм солі KSCN(NH₄SCN), спостерігайте утворення криваво-червоного розчину ферум роданіду - комплексної солі змінного складу $Fe^{3+} + SCN^{-} \leftrightarrow [Fe(SCN)]^{2+}$

4. Реагент - калій йодид KI.

До 4-5 капель розчину KI додайте 2-3 краплі соляної кислоти і 3-4 краплі розчину солі Fe³⁺. Побуріння розчину засвідчує утворення вільного йоду. В присутності свіжоприготовленого крохмалю розчин синіє

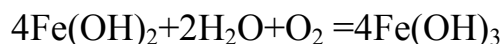
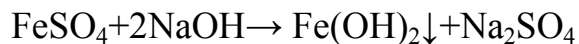


Доберіть коефіцієнти в рівнянні окисно-відновної реакції, визначте окисник та відновник.

Якісні реакції феруму (II)-катиона

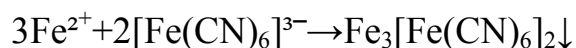
1. Реагент - їдкі луги

До 4-5 капель розчину FeSO₄ додайте NaOH або KOH до утворення осаду брудно-зеленого кольору. Під дією кисню та води осад змінює своє забарвлення на червоно-буре.



2. Реагент-калій гексаціаноферат(III) (K₃[Fe(CN)₆])

До 4-5 капель розчину FeSO₄ додайте 4-5 капель калій гексаціаноферату (III). Спостерігайте утворення темно-синього осаду "турнбульової сині".



Дослідіть відношення осаду до дії лугів та кислот. Запишіть рівняння відповідних реакцій .

3. Реагент - калій перманганат

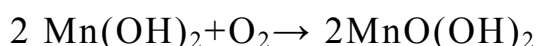
До 4-5 капель розчину FeSO_4 долейте 1-3 краплі H_2SO_4 , рівний об'єм розчину KMnO_4 , спостерігайте знебарвлення розчину KMnO_4 . Складіть рівняння реакції, доберіть коефіцієнти методом електронного балансу, визначте окисник і відновник.

Якісні реакції манган (II) – катіона

1. Реагент - їдкі луги.

Луги утворюють з катіонами Mn^{2+} білий осад $\text{Mn}^{2+} + 2\text{OH}^- \rightarrow \text{Mn}(\text{OH})_2 \downarrow$

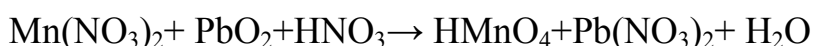
До 2-3 капель розчину MnSO_4 додайте NaOH до утворення білого осаду. Зверніть увагу на те, що осад поступово буріє внаслідок окиснення $\text{Mn}(\text{OH})_2$ до $\text{MnO}(\text{OH})_2$



Переконайтесь у розчинності $\text{Mn}(\text{OH})_2$ в HCl і нерозчинності в лугах.

2. Реагент - окислююча суміш $\text{PbO}_2 + \text{HNO}_3$

Пробірку сполосніть невеликою кількістю розчину MnSO_4 і вилийте розчин так, щоб на стінках пробірки залишилися тільки сліди розчину, потім додайте в пробірку 1-2 кристалики PbO_2 , долейте туди 2-3 мл (1:1) HNO_3 і обережно, весь час струшуючи вміст пробірки, нагрійте її до кипіння. Дайте осаду відстоятись. Розчин над осадом забарвлюється в малиновий колір внаслідок утворення кислоти HMnO_4 .



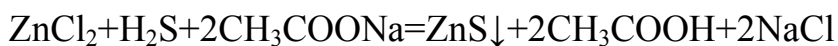
Доберіть коефіцієнти в рівнянні окисно-відновної реакції методом електронного балансу. Вкажіть окисник та відновник.

Якісні реакції цинк (II) – катіона

1. Реагент – H_2S сірководень.

У пробірку візьміть 1-2 краплі розчину солі Zn^{2+} катіона, додайте краплю водного розчину CH_3COONa і 1-2 краплі свіжо -приготовленого

розчину H_2S або $(\text{NH}_4)_2\text{S}$. Розчин виконуйте у витяжній шафі. Спостерігайте утворення білого пластівчастого осаду.



2. Реагент - їдкі луги

До 4-5 крапель солі Zn^{2+} по краплях додайте NaOH або KOH до утворення білого аморфного осаду. Розділіть осад на три частини: одну розчиніть в HCl , іншу в надлишку лугу, третю - збережіть для контролю. Що спостерігаєте? Складіть іонні рівняння утворення цинк гідроксиду, доведіть амфотерність $\text{Zn}(\text{OH})_2$ за допомогою хімічних рівнянь.

3. Реагент - кобальт динітрат $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$

На смужку фільтрувального паперу нанесіть 1-2 краплі водного розчину цинк сульфату і стільки ж крапель $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$, підсушіть і спаліть папір в тиглі або в фарфоровій чашці. Зола має темно-зелене забарвлення ("рінманова зелень"), обумовлене утворенням кобальт (II) диоксоцинкату зеленого кольору $2\text{ZnSO}_4 + 2\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \rightarrow 2\text{CoZnO}_2 + 2\text{SO}_3 + 4\text{NO}_2 + \text{O}_2$

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №8

ЧЕТВЕРТА АНАЛІТИЧНА ГРУПА КАТІОНІВ

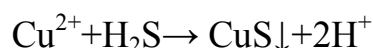
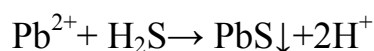
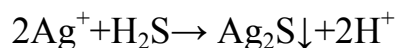
Контрольні питання для перевірки знань.

1. Чому при осадженні катіонів Pb^{2+} , Ag^+ , Hg^{2+} слід уникати надлишку хлороводневої кислоти?
2. Чому сульфід катіонів IV групи не розчиняються в кислотах HCl та H_2SO_4 на відміну від сульфідів катіонів III групи?
3. В чому полягає біологічна роль купрум (II)- іонів?
4. Назвіть солі купрум (II)-іонів, які використовуються в сільському господарстві.
5. Порівняйте розчинність AgCl і PbCl_2 у воді та покажіть, як це використовується в аналізі катіонів IV групи.

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

Дія групового реагенту

Груповим реагентом на катіони IV групи є сірководень в кислому середовищі. Сірководень виділяє з розчину солей Аргентуму, Плюмбуму та Купруму чорні осади



В пробірку з 1-2 краплями розчинів CuSO_4 , $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, AgNO_3 додайте по 5-6 крапель води, підкисліть розчином HCl і поступово пропустіть сірководень. Переконайтесь в нерозчинності утворених сульфідів в кислотах за винятком HNO_3 .

Якісні реакції купрум (II)-катіона

1. Реагент - їдкі луги

У пробірку візьміть 1-2 краплі водного розчину CuSO_4 , додайте стільки ж крапель розчину лугу, перемішайте і спостерігайте утворення блакитного осаду, кольору “морської хвилі”. $\text{CuSO}_4 + 2\text{NaOH} \rightarrow \text{Cu}(\text{OH})_2\downarrow + \text{Na}_2\text{SO}_4$

Перевірте розчинність осаду в сильних кислотах та лугах за звичайних умов та нагрівання.

2. Реагент - амоній гідроксид NH_4OH

До 2-3 крапель водного розчину CuSO_4 обережно краплями додайте розчин NH_4OH до утворення зеленкуватого осаду основної солі купруму $(\text{CuOH})_2\text{SO}_4$. Потім краплями додайте цей же розчин NH_4OH - до повного розчинення осаду і утворення темно-синього комплексу складу $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4$



3. Реагент - залізо

Активні метали (ферум, цинк, алюміній) відновлюють купрум (II) катіони до вільного металу, який має вигляд червоної губчастої маси. У пробірку помістіть $0,2 \text{ см}^3$ водного розчину CuSO_4 , додайте такий же об'єм

розчину сульфатної кислоти і внесіть шматочок відновленого заліза. Через деякий час спостерігайте утворення вільної міді. Складіть рівняння реакції.

4. Реагент - калій йодид

До водного розчину CuSO_4 додайте рівний об'єм розчину KI . Відбувається відновлення Cu^{2+} до Cu^+ і утворення вільного йоду, що надає суміші жовто-бурий колір. $\text{CuSO}_4 + \text{KI} \rightarrow \text{I}_2 + \text{CuI} \downarrow + \text{K}_2\text{SO}_4$

Методом електронного балансу доберіть коефіцієнти в рівнянні окисно-відновної реакції, вкажіть окисник і відновник.

Якісні реакції плюмбум (II)-катіона

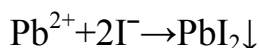
1. Реагент - їдкі луги.

До 4-5 крапель розчинної солі плюмбум (II)-катіона додайте NaOH (KOH) до утворення білого осаду. $\text{Pb}^{2+} + 2\text{OH}^- = \text{Pb}(\text{OH})_2 \downarrow$

Плюмбум (II) гідроксид володіє амфотерними властивостями, доведіть це експериментально, розділивши вміст пробірки на три частини: одну частину залиште для контролю, а в інші дві додайте необхідні реагенти до розчинення осаду. Запишіть відповідні рівняння реакцій.

2. Реагент - калій йодид.

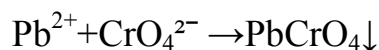
До 1-3 крапель розчину плюмбум (II) динітрату в пробірці додайте рівну кількість розчину калій йодиду. Утворюється жовтий кристалічний осад PbI_2



Проведіть перекристалізацію розчину. Для цього до утвореного осаду додайте близько 3cm^3 води, 2М розчин ацетатної кислоти і нагрійте до повного розчинення осаду. Безбарвний гарячий розчин PbI_2 різко охолодіть в струмені водопровідної води. При цьому виділяється осад PbI_2 у вигляді блискучих золотисто-жовтих кристалів (“золотистого дощу”).

3. Реагент – калій хромат K_2CrO_4 або калій дихромат $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$

До 1-3 крапель солі плюмбуму (II)-катіона додайте калій хромат для утворення жовтого дрібнокристалічного осаду

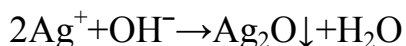


При використанні калій дихромату (VI) до аналізованого розчину додайте кілька крапель розчину натрій ацетату, який гідролізує і зв'язує гідроген (+1) катіони у слабку кислоту

Якісні реакції аргентум (I)-катіона

1. Реагент - їдкі луги

До 2-3 крапель водного розчину AgNO_3 додайте NaOH (KOH) до утворення чорного осаду



Перевірте розчинність утвореного осаду в амоніаку, нітратній, ацетатній кислоті та лугах. Складіть рівняння відповідних реакцій.

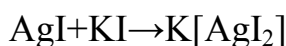
2. Реагент - амоній гідроксид

До 2-3 крапель розчину AgNO_3 додайте розчин амоніаку до утворення осаду. Надлишок реактива NH_4OH розчиняє утворений осад.



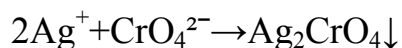
3. Реагент - калій йодид KI

Катіон Ag^+ утворює з калій йодидом жовтий осад аргентум йодиду $\text{Ag}^+ + \text{I}^- \rightarrow \text{AgI} \downarrow$. Виконайте реакцію і перевірте відношення осаду до амоніаку та надлишку KI .



4. Реагент - калій хромат K_2CrO_4

До 2-3 крапель водного розчину AgNO_3 додайте калій хромат до утворення цегляно-червоного осаду аргентум хромату



Осад розчиняється в нітратній кислоті, амоніаку і не розчиняється в ацетатній кислоті.

5. Реагент - формальдегід

До 3-4 крапель розчину AgNO_3 у пробірці додайте водний розчин амоніаку до розчинення утвореного осаду, 1-2 краплі розчину формальдегіду і нагрійте на водяній бані. На стінках пробірки виділяється відновлене металічне срібло

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №9

ЯКІНІ РЕАКЦІЇ НА АНІОНИ

Контрольні питання для перевірки знань.

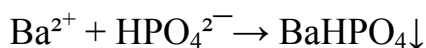
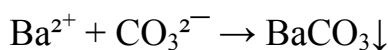
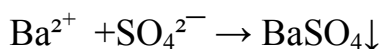
1. Як відрізнити осад BaSO_4 від осаду BaCO_3 ?
2. В чому полягає біологічна роль аніонів I-III груп?
3. Що представляють собою каломель, сулема та з якою метою їх використовують в сільському господарстві?
4. Як діють окислювачі на аніони Cl^- , Br^- , I^- , SCN^- ?
5. Які повинні бути міри безпеки з точки зору екології при виконанні аналізу невідомого об'єкта?

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

Перша аналітична група аніонів

1. Дія групового реагенту

Для дослідження вибирають розчинні солі сульфат-, карбонат-, гідрогенфосфат- аніонів. Приготуйте 3 пробірки і в кожну з них окремо додайте по 2-3 краплі сульфат-іонів, карбонат-аніонів та гідрогенфосфат-іонів. В кожну пробірку додайте розчин BaCl_2 до утворення осаду



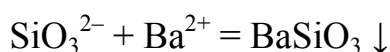
Перевірте розчинність утворених осадів в кислотах. Зверніть увагу, що барій карбонат розчиняється з утворенням бульбашок газу, барій гідрогенфосфат розчиняється без виділення газу, особливістю BaSO_4 є його нерозчинність ні в кислотах, ні в лугах.

2. Дія розчину нітрату срібла.

Іони срібла з фосфат-аніонами утворюють осад жовтого кольору Ag_3PO_4 : $3\text{Ag}^+ + \text{PO}_4^{3-} = \text{Ag}_3\text{PO}_4 \downarrow$ Осад розчинний в азотній кислоті і розчині аміаку:

3. Дія солей барію.

Силікат-аніони з солями барію утворюють білий осад BaSiO_3 :

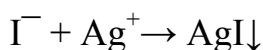
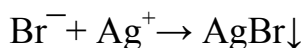


Осад розкладається під дією кислот і утворює осад змінного складу.

Друга аналітична група аніонів

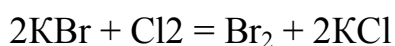
1. Дія групового реагенту

Груповим реагентом на аніони II аналітичної групи є AgNO_3 в присутності HNO_3 . В три пробірки налейте по 2-3 краплі відповідних солей аніонів: Cl^- , Br^- , I^- , додайте розчин AgNO_3 до утворення осадів. Зверніть увагу на колір осадів. $\text{Cl}^- + \text{Ag}^+ \rightarrow \text{AgCl} \downarrow$



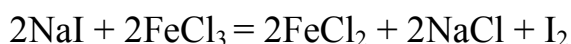
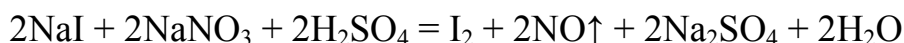
2. Дія окисників на іони бромиду та йоду.

а) При дії окисників у кислому середовищі бромід-аніони окислюються до вільного бромиду. Вільний бром забарвлює шар органічного розчинника у бурий колір:



б) До розчину, який містить йодид-аніони, додають розбавлену сірчану кислоту (для створення кислого середовища), розчин NaNO_2 або FeCl_3 і хлороформ або інший органічний розчинник, який не змішується з водою.

При збовтуванні такої суміші шар органічного розчинника забарвлюється у фіолетовий колір йодом, що утворився в результаті реакції:

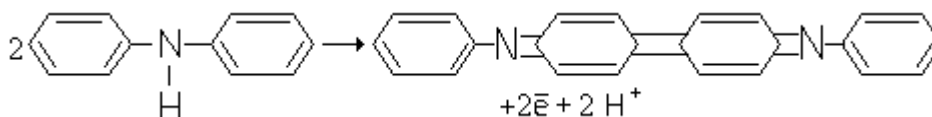


Третя аналітична група аніонів

Реакції нітрат-аніона

Майже всі солі нітратної кислоти розчинні у воді, тому їх не можна відкривати осадженням. Для вивчення властивостей нітрат-аніона користуються водними розчинами калій або натрій нітратів. Нітрати відкривають, ґрунтуючись на реакціях окиснення, тому при визначенні нітрат-аніонів недопустима наявність інших окисників, які дають ті ж самі реакції.

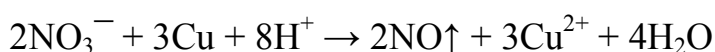
1. Реагент-дифеніламін утворює сполуку інтенсивно-синього забарвлення



Реакція виконується на предметному скельці

2. Реагент – металічна мідь

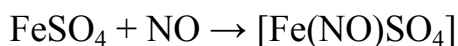
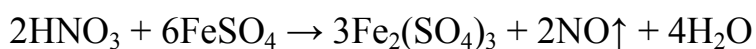
В пробірку візьміть трохи знежирених ошуків міді, додайте 0,5 см³ розчину калій нітрату та 1 см³ концентрованої нітратної кислоти. Вміст пробірки нагрійте і на білому фоні спостерігайте виділення безбарвного газу NO, який з часом буріє, окиснюючись до NO₂.



3. Реагент – ферум (II) сульфат

Ферум (II) сульфат з нітрат-аніоном у концентрованій сульфатній кислоті утворює координаційну сполуку бурого кольору [Fe(NO)SO₄]. На

краплинну пластинку помістіть краплю розчину NO_3^- -аніона, внесіть невеликий кристалик FeSO_4 і додайте краплю концентрованої H_2SO_4 . Спостерігайте утворення бурого кільця навколо кристалика FeSO_4 .



Реакції нітрит-аніона

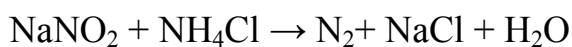
Практично всі солі нітритної кислоти добре розчинні у воді, AgNO_2 розчиняється за нагрівання. Аніон NO_2^- безбарвний.

1. Реагент – дифеніламін, розчинний у концентрованій сульфатній кислоті, утворює синє забарвлення розчину. На скляну пластинку візьміть 1-2 краплі розчину дифеніламіну і додайте краплю розчину солі нітриту.

Спостерігайте утворення синього забарвлення.

Аналогічно реагує на дифеніламін нітрат-іон, тому перед відкриттям нітрат-іона треба видалити нітрит-іон.

Для видалення нітрит-іона до 3-4 крапель розчину солі нітриту додайте твердий амоній хлорид до насиченого розчину, протягом 5-6 хвилин нагривайте суміш на водяній бані. Спостерігайте утворення вільного азоту. Повноту видалення NO_2^- перевірте реакцією з KMnO_4 .

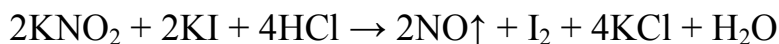


2. Реагент – металічний алюміній або цинк

Внесіть у пробірку 5 крапель розчину калій нітриту, 6 крапель розчину калій гідроксиду, шматочок алюмінію, закрийте пробірку вологим лакмусовим папірцем і нагривайте вміст пробірки на водяній бані. Спостерігайте посиніння індикатора.



3. Реагент – калій йодид. До 2 крапель розчину калій йодиду додайте 2-4 краплі розчинів KNO_2 та HCl , спостерігайте виділення вільного йоду та бурого газу нітроген (IV) оксиду, який утворюється при окисненні нітроген (II) оксиду киснем повітря.



Восновідкриттянітрит-аніонацієуреакцієюлежатьокиснівластивостінітрит-аніона.

4. Реагент – калій перманганат

До 2-3 крапель розчину калій перманганату додайте стільки ж 2н. H_2SO_4 і 5-6 крапель розчину калій нітриту. Знебарвлення розчину обумовлено відновними властивостями нітрит-іона.



Проведіть аналогічну реакцію з нітрат-аніоном. Що спостерігаєте?

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №10

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЗАДАЧА «ВСТАНОВЛЕННЯ ФОРМУЛИ СОЛІ»

I Відкриття катіонів.

Попередні дослідження

а) при виявленні окремих груп іонів користуються груповими реагентами $(\text{NH}_4)_2\text{S}$, $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ і неможливо визначити чи були іони NH_4^+ в досліджуваному розчині чи вони внесені із зазначеними груповими реагентами, тому в попередніх дослідженнях перед систематичним аналізом речовини проводять попередні дослідження, де встановлюють наявність іонів NH_4^+ за допомогою реактива Несслера або лугів. При наявності іонів NH_4^+ їх необхідно вилучити термічним розкладанням.

б) попереднє встановлення іонів Fe^{2+} та Fe^{3+} обумовлено тим, що під час аналізу проводяться реакції окиснення-відновлення і є можливість переводу Fe^{2+} в Fe^{3+} та Fe^{3+} в Fe^{2+} , тому в попередніх дослідженнях відкривають Fe^{2+} за допомогою $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ і Fe^{3+} за допомогою $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$

Систематичний хід аналізу

Під час відкриття катіонів за допомогою групових реагентів слід пам'ятати, що утворення осаду при дії групового реагенту на досліджуваний розчин, свідчить про те, що у розчині є катіони певної аналітичної групи. Якщо осад не випадає, то жоден з катіонів групи не присутній у розчині.

Дослідження катіонів III - IV груп

Відкриття катіонів починайте з останніх груп, додайте до досліджуваного розчину $(\text{NH}_4)_2\text{S}$. Якщо осад утворився, зверніть увагу на його колір, це може вказати на присутність тих чи інших катіонів III-IV груп. Для встановлення належності катіонів до конкретної групи подійте на розчин кислотою (HCl , H_2SO_4). Розчинення осаду в кислоті свідчить про наявність катіонів III групи у розчині; нерозчинність сульфідів у кислоті - про наявність катіонів IV групи. Якщо осад між досліджуваним розчином та $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ не утворився, то у розчині відсутні катіони III та IV аналітичних груп.

Дослідження катіонів II групи

До досліджуваного розчину додайте розчин $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$. Утворення осаду свідчить про наявність катіонів Ca^{2+} та Ba^{2+} або одного з цих іонів. Перевіряємо розчин на присутність катіонів Ba^{2+} . Якщо барій - іони виявлені у розчині, відокремлюємо їх на центрифугі за допомогою $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ в присутності CH_3COONa . Центрифугат перевіряємо на наявність кальцій-іонів амоній оксалатом.

Дослідження катіонів I групи.

Якщо жоден з групових реагентів не утворює осад, то в розчині можливі катіони I групи. Наявність NH_4^+ -іонів встановлюється в попередніх дослідженнях. Катіони калію відкривають за допомогою реагентів

$\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ та $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$. Після встановлення аналітичних груп відкривайте катіони певної групи специфічними реакціями (див. схему “Аналіз невідомої речовини”)

II Відкриття аніонів

За допомогою групових реагентів відкривають окремі групи аніонів. Групові реагенти: перша група - розчинні солі Барію; друга група - сіль AgNO_3 в присутності HNO_3 , якщо групові реагенти не утворюють осаді, можливо є аніони III групи.

Перша група аніонів.

Для виявлення конкретного іону першої аналітичної групи перевіряють відношення утвореного осаду до кислоти. Нерозчинність солей барію свідчить про наявність сульфат-аніонів. Якщо осад солей барію розчиняється, можливо в розчині є CO_3^{2-} , PO_4^{3-} іони, до того ж тільки при розчиненні BaCO_3 виділяється вуглекислий газ CO_2 .

Друга група аніонів.

Наявність хлорид-іонів доводять при розчиненні осаду AgCl в надлишку NH_4OH . Для визначення йодид-аніонів на розчин діють KNO_2 та H_2SO_4 в присутності крохмалю. Утворення синього забарвлення свідчить про наявність йодид-аніонів. Бромід-іон визначають за фуксінсульфітною кислотою.

Третя група аніонів

Наявність NO_3^- і NO_2^- підтверджують реакцією з дифеніламіном (синє забарвлення), реакцію проводять на краплинному скельці. Розділення NO_3^- і NO_2^- здійснюють KMnO_4 в кислому середовищі.

Після відкриття катіону та аніону проводять додаткові реакції (не менше двох на кожен з іонів), встановлюють формулу солі, складають звіт про виконану роботу, в якому докладно описують хід дослідження і складають рівняння реакцій.

СХЕМА АНАЛІЗУ НЕВІДОМОЇ РЕЧОВИНИ

ПОПЕРЕДНІ ДОСЛІДЖЕННЯ



<i>Виявлення NH_4^+</i>	<i>Виявлення Fe^{2+}</i>	<i>Виявлення Fe^{3+}</i>
Утворення червоно-бурого осаду з реактивом Несслера	Утворення осаду “турнбульової сині” з $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$	Утворення осаду “берлінської лазурі” з $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$
Вилучення NH_4		
Перевірка на повноту видалення NH_4^+		

СИСТЕМАТИЧНИЙ ХІД АНАЛІЗУ НЕВІДОМОЇ РЕЧОВИНИ

КАТІОНИ

<i>Операції</i>	<i>Реагент</i>	<i>Осад</i>	<i>Розчин</i>
Осадження катіонів III та IV аналітичних груп	$(\text{NH}_4)_2\text{S}$	Осад 1 Сульфід катіонів III та IV груп	Розчин 1 Катіони I, II груп
Розділення катіонів III та IV аналітичних груп (осад 1)	HCl , H_2SO_4	Осад 2 Сульфід катіонів IV групи PbS , CuS	Розчин 2 Катіони III групи HCl , H_2SO_4
Осадження катіонів III аналітичної групи (розчин 2)	$(\text{NH}_4)_2\text{S}$	Осад 3 Сульфід та гідроксид катіонів III групи	Розчин 3 HCl , H_2SO_4
Осадження катіонів II групи (розчин 1)	$(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$	Осад 4 Карбонати CaCO_3 , BaCO_3	Розчин 4 Катіони I групи
Розчинення карбонатів II групи (осад 4)	CH_3COOH	-	Розчин 5 Катіони Ca^{2+} , Ba^{2+}
Виявлення і відокремлення Ba^{2+} (розчин 5)	$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, K_2CrO_4	Осад 5 BaCrO_4	Розчин 6 Катіони Ca^{2+}
Виявлення катіонів Ca^{2+} (розчин 6)	$(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$	Осад 6 CaC_2O_4	Розчин 7 Катіони NH_4^+
Після встановлення груп катіонів відкривають конкретні іони за допомогою специфічних реакцій у відповідних розчинах.			

СИСТЕМАТИЧНИЙ ХІД АНАЛІЗУ НЕВІДОМОЇ РЕЧОВИНИ

АНІОНИ

<i>Операції</i>	<i>Реагент</i>	<i>Осад</i>	<i>Розчин</i>
Осадження аніонів I аналітичної групи	BaCl ₂	Осад 1 BaSO ₄ , BaCO ₃ , BaHPO ₄	Розчин 1: Аніони II, III аналітичних груп
Виявлення аніонів I аналітичної групи (осад 1)	HCl	Осад 2 BaSO ₄	Розчин 2: CO ₃ ²⁻ (виділення CO ₂) HPO ₄ ²⁻ (CO ₂ не виділяється)
Осадження аніонів II аналітичної групи (розчин 1)	AgNO ₃ в присутності HNO ₃	Осад 3 AgCl, AgBr, AgI	Розчин 3: AgNO ₃ , аніони III групи
Виявлення хлорид-іонів (осад 3)	NH ₄ OH	Осад 4 AgBr, AgI	Розчин 4: [Ag(NH ₃) ₂ Cl]
Виявлення аніонів III групи (розчин 1)	Дифеніламін	-	Розчин 5: NO ₃ ⁻ , NO ₂ ⁻ , темно-синє забарвлення
Виявлення нітрит-іону (розчин 1)	KMnO ₄ , H ₂ SO ₄	-	Розчин 6: Знебарвлення розчину

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №11

ОСНОВИ ТИТРУВАННЯ

Контрольні питання для перевірки знань.

1. Сутність титриметричного аналізу.
2. Вимоги до реакцій, які використовуються в титриметричному аналізі.
3. Класифікація методів титриметричного аналізу.
4. Вираження кількісного складу розчинів у титриметричному аналізі.
5. Залежність еквівалента речовини від характеру реакції.
6. Стандартні і стандартизовані розчини, вимоги, які висуваються до стандартних речовин.
7. Обчислення в титриметричному аналізі.
8. Мірний посуд та його призначення.

Теоретичні відомості

1. Основи титрування.

Титриметричний аналіз заснований на точному вимірі об'ємів розчинів 2-х речовин, що вступають між собою в реакцію. В основі методу лежить *закон еквівалентів* – речовини реагують між собою в еквівалентних кількостях: $C_1 \cdot V_1 = C_2 \cdot V_2$. В аналітичній хімії титр – один із способів виразу концентрації розчину. *Титр* – це число грамів розчиненої речовини в мілілітрі розчину. Позначається титр літерою *T*, наприклад, $T(\text{HCl})$, $T(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$, $T(\text{Na}_2\text{CO}_3)$. Використовують також титр однієї речовини за іншою (титр за визначуваною речовиною). Титр за визначуваною речовиною – це маса визначуваної речовини, з якою реагує 1 мл даного розчину. Наприклад, $T(\text{HCl}/\text{CaCO}_3) = 0,008000$ г/мл. Це означає, що 1 мл розчину HCl з таким титром реагує з 0,008000 г CaCO_3 . *Титрований або стандартний*

розчин – розчин, концентрація якого встановлена з високою точністю. Розчин, яким титрують (тобто додають його до аналізованого розчину для визначення еквівалентної кількості), називають *титрантом*. Момент титрування, коли кількість доданого титранта хімічно еквівалентна кількості речовини, яку титрують, називають *точкою еквівалентності*.

2. Вимоги до реакцій, які застосовують у титриметричному аналізі

1. Реакція повинна протікати кількісно, тобто її константа рівноваги повинна бути досить велика.
2. Реакція повинна протікати з великою швидкістю.
3. Реакція не повинна ускладнюватися протіканням побічних реакцій.
4. Повинен існувати спосіб визначення закінчення реакції, тобто точки еквівалентності.

3. Відповідно до цих вимог, а також за характером хімічних реакцій, що лежать в основі визначення, титриметричні методи ділять на:

1. Методи кислотно-основного титрування (методи нейтралізації). Сюди відносяться визначення, основані на взаємодії кислот і основ, тобто на реакції нейтралізації: $H^+ + OH^- = H_2O$ Якщо титрант – кислота, то метод називається ацидиметрія, а якщо основа – алкаліметрія.

2. Методи осадження. Наприклад, метод аргентометрії застосовується для визначення галогенід-іонів і срібла: $Ag^+ + X^- = AgX\downarrow$, де $X = Cl^-, Br^-, I^-$

3. Методи комплексоутворення. Методи меркуриметрії і комплексонометрії засновані на реакціях утворення координаційних сполук: $Hg^{2+} + 2Cl^- = HgCl_2$.

4. Методи окислювання-відновлення (редоксиметрія). Якщо титрантом є $KMnO_4$ – перманганатометрія, $K_2Cr_2O_7$ – дихроматометрія, бромат калію $KBrO_3$ – броматометрія, солі Ce^{4+} – цериметрія і т.д.

4. Прийоми титриметричного аналізу

1. Пряме титрування – визначувана речовина безпосередньо реагує з титрантом.

2. Зворотнє титрування. До аналізованого розчину спочатку додають відомий надлишок титрованого розчину. Наприклад, при осаджувальному аргентометричному титруванні до аналізованого розчину спочатку додають надлишок розчину AgNO_3 : $\text{Cl}^- + \text{Ag}^+ = \text{AgCl}\downarrow$ Залишок AgNO_3 титрують розчином роданіду амонію $\text{Ag}^+ + \text{SCN}^- = \text{AgSCN}\downarrow$

3. Титрування замісника (або титрування по заміщенню). До визначуваної речовини додають спеціальний реагент, що вступає з нею у реакцію. Один із продуктів взаємодії титрують робочим розчином титранта. Наприклад, при йодометричному визначення міді титрують йод, який утворюється в реакції: $2\text{Cu}^{2+} + 4\text{I}^- = 2\text{CuI}\downarrow + \text{I}_2$ Йод, що виділився, титрують розчином тіосульфату натрію: $\text{I}_2 + 2\text{S}_2\text{O}_3^{2-} = 2\text{I}^- + \text{S}_4\text{O}_6^{2-}$.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №12

АЦИДИМЕТРІЯ

Контрольні питання для перевірки знань.

1. Характеристика методу кислотно-основного титрування.
2. Робочі розчини в кислотно-основному титруванні, їх приготування та стандартизація.
3. Розрахунки в титриметрії. Закон еквівалентів, фактор еквівалентності, моль еквівалентів, молярна маса еквівалентів, молярна концентрація еквівалентів.

4. Індикатори кислотно-основного титрування. Природні та синтетичні індикатори.

5. Обчисліть похибку титрування 0,1 н розчину хлоридної кислоти 0,2 н розчином лугу з індикатором фенолфталеїн ($pT=9$).

6. Обчисліть похибку титрування 0,1 н розчину хлороводню 0,1 н розчином лугу з індикатором метилоранжевим ($pT=4$).

7. Обчислити титр і концентрацію розчину HCl , якщо на титрування 0,1907 г тетраборату натрію витрачається 10 см³ розчину HCl .

8. Як приготувати 600 см³ 0,1 М розчину HCl з концентрованої HCl (густина 1,35)?

9. На нейтралізацію 0,5 г суміші, що складається з карбонату натрію та карбонату калію при титруванні з метилоранжем затрачено 40,3 см³ 0,2 М розчину HCl . Розрахуйте, скільки карбонату натрію містить дана суміш ?

10. Обчисліть похибку титрування калію ацетату розчином сульфатної кислоти з індикатором фенолфталеїн ($pT=8$, $K_{HA} = 1,8 \cdot 10^{-5}$).

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

Ретельно вимиту бюретку двічі сполосніть стандартизованим розчином хлоридної кислоти, заповніть бюретку цим самим розчином вище нульової поділки, перевірте заповненість капіляра бюретки і встановіть розчин HCl на нульовій позначці. Для приготування досліджуваного розчину лугу в мірну колбу місткістю 100 см³ піпеткою перенесіть 10 см³ розчину натрій гідроксиду концентрацією 1 моль/дм³, долейте дистильовану воду до мітки, розчин ретельно перемішайте. Для титрування приготуйте три конічні колби місткістю 200-250 см³. В кожну колбу піпеткою перенесіть 10 см³ приготовленого досліджуваного розчину $NaOH$, додайте 20 см³ дистильованої води (відміряють циліндром), 1-2 краплі метилоранжу. В окремій колбі приготуйте «свідок» - до 20 см³ дистильованої води додайте 1-

2 краплі метилоранжу та 1-2 краплі хлоридної кислоти. Розчин набуває ледь помітного рожевого забарвлення. Розчин лугу титруйте розчином хлоридної кислоти, весь час перемішуючи вміст колби. Титрування припиніть, коли розчин змінить своє забарвлення від однієї надлишкової краплі HCl з жовтого на блідо-рожеве, що не зникає протягом хвилини. Аналізований розчин в кінці титрування і розчин «свідка» мають бути однакові за забарвленням. Титрування виконують декілька разів до отримання відтворюваних результатів. Визначте середнє значення об'єму кислоти, що витратили на титрування однієї аліквоти лугу.

Результати титрування внесіть до таблиці

№ досліду	Об'єм NaOH, см ³	Молярна концентрація еквівалента кислоти, моль/ дм ³	Об'єм розчину кислоти, см ³	
			V	V _{сер.}
1				
2				
3				

Обчисліть молярну концентрацію еквівалента лугу $C(\text{NaOH}) =$

Обчисліть масу лугу в 100 см³ розчину $m =$

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №13

КОМПЛЕКСОНОМЕТРІЯ

Контрольні питання для перевірки знань.

1. Які титранти використовують в комплексонометричному титруванні? Які органічні реактиви називають комплексонами?

2. Особливості протікання реакцій катіонів металів з комплексонами.
3. Криві титрування в методі комплексонометрії. Побудова кривих титрування.
4. Від чого залежить стрибок титрування в комплексонометричному методі?
5. Які індикатори використовують в комплексонометрії? На чому основана їх дія?
6. Практичне використання комплексонометрії. Визначення катіонів металів та загальної твердості води.
7. Розрахуйте наважку речовини, що містить біля 35 % кальцію, щоб при комплексонометричному визначенні кальцію витрачалось не більше 20 см^3 $0,1 \text{ М}$ розчину комплексону III.
8. Визначити твердість води, якщо до 50 мл води додано 25 см^3 $0,05 \text{ М}$ розчину комплексону III, надлишок якого відтитровано $20,5 \text{ см}^3$ $0,05 \text{ М}$ розчину сульфату магнію?

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

В колбу для титрування перенесіть точно відміряний піпеткою об'єм водопровідної води ($20\text{-}25 \text{ см}^3$), за допомогою мірного циліндра додайте 5 см^3 амоніачного буферного розчину, щіпку індикатора хромогену чорного до утворення винно-червоного забарвлення розчину. Підготуйте бюретку до роботи, заповніть її розчином трилону Б, перевірте заповнення розчином капіляра бюретки, встановіть меніск рідини на нульовій позначці. Пробу води титруйте розчином трилону Б до змінення забарвлення від винно-червоного до синього. Для зручності в роботі користуються «свідком» - перетитрованою пробую, при подальшому додаванні трилону Б до цієї проби забарвлення залишається незмінним. Титрування проведіть декілька разів до

отримання відтворюваних результатів аналізу. Експериментальні дані занесіть у таблицю

№ досліду	Об'єм води, см ³	Молярна концентрація речовини еквівалента трилону Б, моль/ дм ³	Об'єм розчину трилону Б, см ³	
			V	Vсер
1				
2				
3				

Результати аналізу. Загальну твердість води виражають кількістю мілімоль еквівалентів катіонів кальцію (2+) та магнію (2+), що містяться в 1 дм³ розчину. В точці еквівалентності кількість еквівалентів трилону Б дорівнює кількості еквівалентів катіонів кальцію (2+) та магнію (2+). Для переведення кількості еквівалентів трилону Б в мілімоль еквіваленти результати аналізу помножують на 1000. Загальну твердість обчислюють за формулою

$$T_{\text{заг}} = \frac{C(1/2\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}) \cdot V(\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}) \cdot 1000}{V(\text{H}_2\text{O})},$$

де $C(1/2\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y})$ - молярна концентрація речовини еквівалента $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$ у розчині;

$V(\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y})$ - середній об'єм розчину трилону Б, витрачений на титрування однієї проби води;

$V(\text{H}_2\text{O})$ - об'єм аналізованої води, взятий для одного титрування;

1000 – коефіцієнт перерахунку моль еквівалентів у мілімоль еквіваленти.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №14

ЙОДОМЕТРІЯ

Контрольні питання для перевірки знань.

1. В чому полягає сутність йодометрії? Напишіть рівняння основних реакцій
2. Які стандартні та допоміжні розчини застосовуються в йодометрії? Які причини зумовлюють нестійкість розчинів йоду та тіосульфату?
3. Як готують та зберігають розчини тіосульфату та йоду?
4. В яких випадках методу йодометрії має значення зміна рН? Як діють їдкі луки та сода на розчин йоду?
5. Запишіть рівняння реакції взаємодії йоду з натрію тіосульфатом.
6. Наважка 0,6813 г біхромату калію розчинена в 300 см³ води. Який об'єм цього розчину слід взяти, щоб після додавання до нього надлишку йодиду калію на титрування затратилося 23,16 см³ 0,1 М розчину тіосульфату?
7. Обрахуйте концентрацію розчину йоду, якщо на титрування 40 см³, затрачено 24,68 см³ розчину Na₂S₂O₃, що має титр 0,02475.
8. Розрахуйте масу еквіваленту КІО₃ при йодометричному визначенні.

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

В мірну колбу місткістю 100см³ візьміть для аналізу трохи розчину купрум (II) сульфату (VI) (близько 1/3 об'єму мірної колби). Для запобігання

гідролізу в колбу додайте 5 см^3 розчину сульфатної (VI) кислоти і долийте дистильованої води до риски в колбі. Приготовлений розчин ретельно перемішайте. Чистою піпеткою відберіть 10 см^3 аналізованого розчину і перенесіть його в колбу для титрування, туди ж додайте 10 см^3 розчину KI з масовою часткою калій йодиду 20%. Колбу накрийте годинниковим скельцем і залиште в темному місці для завершення реакції на 5-10 хвилин. Виділений йод бурого кольору титруйте розчином натрій тіосульфату до появи блідо-жовтого забарвлення. Після цього додайте 2 см^3 розчину крохмалю, блідо - жовте забарвлення розчину перейде в синє. Продовжуйте титрування до зникнення синього забарвлення розчину від однієї краплі натрій тіосульфату. Після завершення титрування осад купрум йодиду повинен мати колір слонової кістки. Точне титрування повторіть ще двічі. Результати роботи занесіть у таблицю

№ досліду	Об'єм розчину купрум (II) сульфату, см^3 (об'єм піпетки)	Молярна концентрація речовини еквівалента розчину натрій тіосульфату, моль/ дм^3	Об'єм розчину натрій тіосульфату, см^3	
			V	V сер
1				
2				
3				

Обчисліть: а) молярну концентрацію речовини еквівалента розчину купрум (II) сульфату; б) масу міді у розчині.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №15

ПЕРМАНГНАТОМЕТРІЯ

Контрольні питання для перевірки знань.

1. Перманганометрія. Характеристика методу. Способи фіксування точки еквівалентності.
2. Як залежить величина редокс-потенціалу від співвідношення концентрацій окисленої і відновленої форм та від температури?
3. Як впливають іони двохвалентного марганцю на швидкість реакції окислення оксалатів перманганатом калію?
4. Приклади практичного застосування перманганометрії.
5. Побудова кривої титрування в перманганометрії та дихроматометрії.
6. Що таке редокс-потенціал? Користуючись таблицею окисно-відновних потенціалів, визначити, в якому напрямку підуть такі реакції :
$$\text{SnCl}_2 + 2\text{FeCl}_3 \rightleftharpoons 3\text{FeCl}_2 + \text{SnCl}_4; 2\text{MnSO}_4 + 5\text{I}_2 + 8\text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons 2\text{KMnO}_4 + 10\text{HI} + 2\text{H}_2\text{SO}_4.$$
7. Визначте масу еквіваленту KMnO_4 в кислому, нейтральному та сильно лужному середовищах. Чому перманганометричне титрування краще проводити в кислому середовищі, ніж у лужному або нейтральному?
8. Яку наважку сплаву, що містить 10% марганцю треба взяти для виготовлення одного літру розчину, щоб при титруванні на кожні 20 мл цього розчину витрачалось 25 мл розчину перманганату калію з титром 0,00525?

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

В мірну колбу місткістю 100мл візьміть для аналізу трохи розчину солі Мора (близько 1/3 об'єму мірної колби), доведіть об'єм його водою до позначки та перемішайте. Отриманим розчином сполосніть піпетку, перенесіть аліквотну частину (10мл) розчину в конічну колбу, додайте 8-10мл 2н. H_2SO_4 , титруйте розчином калій перманганату до появи блідо-малинового забарвлення, що не зникає при струшуванні протягом 1-2 хвилини. Повторіть титрування декілька разів. Експериментальні дані занесіть у таблицю

№ досліду	Об'єм розчину солі Мора, cm^3	Молярна концентрація речовини еквівалента $KMnO_4$, моль/ dm^3	Об'єм розчину $KMnO_4$, cm^3	
			V	V сер.
1				
2				
3				

Обчисліть молярну концентрацію речовини еквівалента солі Мора у розчині, а також вміст Феруму в розчині.

Визначте відносну помилку досліду, довідавшись у викладача про дійсний вміст Феруму в аналізованому розчині.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №16

ДИХРОМАТОМЕТРІЯ

Контрольні питання для перевірки знань.

1. Дайте характеристику методів осаджувального титрування й реакцій, що застосовуються при цьому.

2. Яким умовам повинна відповідати реакція осадження, щоб її можна було використовувати для кількісного визначення?

3. На чому ґрунтуються застосування хромату калію як індикатора при титруванні хлоридів розчином нітрату аргентуму?

4. Як визначити хлориди та йодиди мекрурометричним методом ? Чи можна проводити титрування йодидів без індикатора ? Напишіть рівняння реакції.

5. Скільки потрібно додати води до 4 дм³ 0,1 М розчину нітрату аргентуму ($K=1,037$), щоб отримати точно 0,05 М розчин?

6. Розчинність гідроксиду стронцію $\text{Sr}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ 1,77 г на 100 г води. Обчисліть величину добутку розчинності цієї солі.

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

Зразок повітряно–сухого ґрунту масою близько 0,5г подрібніть у ступці і просійте через сито спочатку з отворами 1 мм, а потім через сито з отворами 0,25 мм. На аналітичних терезах в бюксі зважте просіяний ґрунт. Наважку ґрунту обережно перенесіть на дно конічної колби місткістю 100см³. У колбу піпеткою перенесіть 10 см³ хромової суміші і вміст колби перемішайте обережними коловими рухами. Колбу закрийте маленькою лійкою, яка є зворотним холодильником, поставте на попередньо нагріту електроплитку із закритою спіраллю. Вміст колби доведіть до кипіння і кип'ятіть протягом 5 хвилин з моменту появи бульбашок CO_2 . Кипіння повинно бути рівномірним. Бурхливе кипіння досліджуваного розчину приводить до неточності результатів аналізу внаслідок можливого розкладання хромової суміші. Колбу зніміть з електроплитки, охолодіть, лійку і шийку колби змийте невеликою кількістю води, доведіть об'єм води у колбі до 30-40 см³. У колбу додайте 4-5 крапель розчину фенілантранілової кислоти. Аналізований розчин титруйте розчином солі Мора аж поки забарвлення з фіолетового не стане зеленим. Експериментальні дані занесіть у таблицю.

№ досліду	Об'єм розчину ґрунтового витягу, см ³	Молярна концентрація речовини еквівалента солі Мора, моль/ дм ³	Об'єм розчину солі Мора, см ³	
			V	V сер
1				
2				
3				

Одночасно виконайте контрольне визначення, в якому всі операції проведіть так, як описано вище, але замість ґрунту додайте 0,1-0,3 г прожареної пемзи або піску.

Результати аналізу

Вміст Карбону обчисліть за формулою:

$$\omega(\text{C}), \% = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,0003 \cdot 100}{m},$$

де $\omega(\text{C}), \%$ – масова частка Карбону в гумусі;

V_1 – об'єм розчину солі Мора, витрачений на титрування у контрольному визначенні;

V_2 – об'єм розчину солі Мора, витрачений на титрування досліджуваного зразка;

m – наважка повітряно- сухого ґрунту;

100 – коефіцієнт перерахунку результатів аналізу на відсотки;

0,0003 – маса Карбону, що відповідає 1 см³ розчину солі Мора з молярною концентрацією речовини еквівалента $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ точно 0,1 моль/дм³. Зазначений коефіцієнт розраховують, виходячи з того, що в 1 см³ 0,1 М розчину солі Мора міститься 10^{-4} моль еквівалентів

речовини, молярна маса речовини еквівалента Карбону становить 3,0028г/моль; тому добуток $10^{-4} \cdot 3,0028 = 0,0003$ г .

Масову частку гумусу обчислюють, враховуючи, що в його складі в середньому міститься 58% органічного Карбону, 1 г Карбону відповідає 1,724 г гумусу.

$$\omega, \% = 1,724 \cdot \omega (C), \%$$

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №17

ФІЗИКО-ХІМІЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ

В основі фізико-хімічних методів аналізу лежить взаємозв'язок між складом хімічної системи і будь-яким фізичним параметром її, який змінюється в процесі хімічної реакції. Тобто у фізико-хімічних методах аналізу використовуються такі хімічні реакції, перебіг яких супроводжується зміною фізичних властивостей речовини. До таких параметрів відносяться, наприклад, величина електродного потенціалу в потенціометрії, електропровідність в кондуктометрії, світлопоглинання в спектрометрії, заломлення світла в рефрактометрії та інші. Існування певних залежностей між величиною вимірюваного фізичного параметру і концентрацією компонента, що визначається в аналізованому об'єкті і є базою фізико-хімічних методів.

ПРАКТИЧНА ЧАСТИНА

Розглянути та записати основні особливості фізико-хімічних методів аналітичної хімії.

1. Оптичні (спектральні) методи аналізу.
2. Молекулярно-абсорбційний спектральний аналіз.

3. Фотометрія розчинів
4. Спектрофотометрія
5. Потенціометрія
6. Полярографія
7. Електроваговий аналіз
8. Хроматографічні методи аналізу.

РЕКОМЕНДОВАНА ЛІТЕРАТУРА

1. Загальна хімія / О. І. Буря, М. Ф. Повхан, О. П. Чигвінцева, Н. М. Антрапцева. – Дніпропетровськ : Наука і освіта, 2002. – 307 с.
2. Гирля Л. М. Методичні вказівки для контролю з неорганічної та аналітичної хімії (модуль 1,2) студентам 1 курсу агрономічного та зооінженерного факультету / Л. М. Гирля, Н. М. Абрамова. – Миколаїв : МДАУ, 2002. – 42 с.
3. Глінка М. Л. Загальна хімія / М. Л. Глінка. – К. : Вища школа, 1988. – 622 с.
4. Більченко М. М. Лабораторний практикум з аналітичної хімії. Кількісний аналіз : навчальний посібник / М. М. Більченко. – Суми : ВТД Університетська книга, 2007. – 142 с.
5. Корчинський Г. А. Хімія / Г. А. Корчинський. – Вінниця, 2002. – 527 с.
6. Сегеда А. С. Лабораторний практикум з аналітичної хімії. Якісний і кількісний аналіз / А. С. Сегеда. – К. : ЦУЛ, Фітосоціоцентр, 2004. – 280 с.
7. Тулюпа Ф. М. Аналітична хімія : навчальний посібник / Ф. М. Тулюпа, І. С. Панченко. – Дніпропетровськ : УДХТУ, 2002. – 657 с.
8. Полумбрик О. М. Окисно – відновні процеси: навчальний посібник / О. М. Полумбрик, О. І. Карнаухов, П. В. Федоренко. – К. : НУХТ, 2002. – 344с.

Навчальне видання

Аналітична хімія

Методичні рекомендації

Укладач:

Ісаєва Віра Володимирівна

Формат 60*84/ 16. Ум. друк. арк. 2.0

Тираж 15 прим.

Надруковано у видавничому відділі

Миколаївського національного аграрного університету

54020, м. Миколаїв, вул.. Георгія Гонгадзе, 9

Свідоцтво суб'єкта видавничої справи ДК № 4490 від 20.02.2013