

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
МИКОЛАЇВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ АГРАРНИЙ
УНІВЕРСИТЕТ

Факультет агротехнологій

Кафедра ґрунтознавства та агрохімії

АНАЛІТИЧНА ХІМІЯ

Кількісний аналіз

методичні рекомендації

для виконання лабораторних робіт здобувачами першого
(бакалаврського) рівня вищої освіти ОПП «Харчові технології»
спеціальності 181 «Харчові технології» денної форми здобуття
вищої освіти

МИКОЛАЇВ
2025

УДК 543.061

A64

Друкується за рішенням науково-методичної комісії факультету агротехнологій Миколаївського національного аграрного університету від 15 травня 2025 р., протокол № 10.

Укладач:

С. Ф. Присташ – канд. тех. наук, старший викладач кафедри ґрунтознавства та агрохімії, Миколаївський національний аграрний університет

Рецензенти:

Т.М. Манушкіна – канд. с.-г. наук, доцент, доцент кафедри землеробства, геодезії та землеустрою, Миколаївський національний аграрний університет.

М.О. Троїцький – дослідник з агрохімії та ґрунтознавства, Агролабораторія ТОВ «НДЦ АФІНА АЛЛАДА».

ЗМІСТ

ВСТУП.....	4
Лабораторна робота №1. Розрахунки в титриметричному аналізі.....	6
Лабораторна робота №2. Приготування розчину $\text{HCl} \sim 0,1 \text{ н.}$ Стандартизація розчину кислоти.....	13
Лабораторна робота №3. Перманганатометрія. Визначення вмісту Феруму в солі Мора.....	15
Лабораторна робота №4. Дихроматометрія. Визначення вмісту Феруму в розчині ферум сульфату.....	20
Лабораторна робота №5. Визначення вмісту аскорбінової кислоти методом йодометрії.....	23
Лабораторна робота №6. Комплексонометрія. Визначення твердості води.....	27
Лабораторна робота №7. Аргентометрія. Визначення вмісту хлорид- іонів у воді.....	29
Лабораторна робота №8. Гравіметрія. Визначення масової частки сульфат-іонів у магній сульфаті.....	33
Лабораторна робота №9. Фотометричне визначення вмісту іонів заліза в природних водах.....	36
Лабораторна робота №10. Фотометричне визначення вмісту фосфору в природних водах.....	43
Лабораторна робота №11. Потенціометричне визначення рН розчинів..	48
Список рекомендованої літератури.....	52

ВСТУП

Методичні рекомендації для опанування теоретичного курсу «Аналітична хімія. Кількісний аналіз» складений згідно ОПП «Харчові технології» спеціальності 181 «Харчові технології».

Рекомендації містять два модулі «Титриметричні методи хімічного аналізу» та «Фізико-хімічні методи аналізу».

У першому модулі викладені основні відомості про титриметричні методи хімічного аналізу – поняття аналітичного сигналу, проби, метрологічні характеристики, способи титрування, хімічний посуд, що використовується в аналізі. Розглянуті методи нейтралізації, редоксметрії, осадження, комплексоутворення. Окремо розглянуто метод гравіметрії. Вказані недоліки і переваги класичних методів аналізу, наведені приклади їх використання в практиці роботи хімічних лабораторій харчових виробництв.

У другому модулі наведені відомості про основні види інструментальних методів аналізу, а саме викладені відомості про оптичні методи аналізу (атомна і молекулярна спектроскопія, спектрофотометрія), електрохімічні методи – потенціометрію (визначення рН і концентрацій окремих йонів), хроматографічні (газова і рідинна хроматографії). Наведені приклади практичних використань при аналізі продуктів харчування і об'єктів навколишнього середовища.

Ці методичні рекомендації дозволяють сформувати повноцінне уявлення про класичні і фізико-хімічні методи аналізу, що застосовуються у практиці сучасних лабораторій харчової промисловості.

Об'єм дисципліни складає 90 годин, в тому числі 38 – лекційних, 52 – лабораторних занять. Розподіл навчального часу за темами лабораторних занять та форму контролю знань здобувачів вищої освіти наведено в табл. 1.

Таблиця 1

Розподіл навчального часу та форма контролю знань здобувачів
вищої освіти на лабораторних заняттях з дисципліни «Аналітична
хімія»

№ п/п	Назва змістового модуля/тема	Обсяг годин	Форма контролю
Змістовий модуль 3. Кількісний аналіз		18	
12	Л.р. 1 (10). Розрахунки в титриметричному аналізі	2	Виконання та захист лабораторної роботи
13	Л.р.2. Приготування розчину HCl ~ 0,1 н. Стандартизація розчину кислоти	2	Виконання та захист лабораторної роботи
14	Л.р.3.Перманганатометрія. Визначення вмісту Феруму в солі Мора	2	Виконання та захист лабораторної роботи

15	Л.р.4 Дихроматометрія. Визначення вмісту Феруму в розчині ферум сульфату.	2	Виконання та захист лабораторної роботи
16	Л.р. 5. Комплексонометрія. Визначення твердості води	2	Виконання та захист лабораторної роботи
17	Л.р.6. Аргентометрія. Визначення вмісту хлорид-іонів у воді	2	Виконання та захист лабораторної роботи
18	<i>К.Р.3. Титриметричні методи аналізу</i>		
Змістовий модуль 4. Фізико-хімічні методи аналізу		12	
19, 20	Л.Р. 7,8. Фотометричне визначення вмісту Феруму з сульфосаліциловою кислотою методом градувального графіка.	2	Виконання та захист лабораторної роботи
21	Л.р. 10. Фотометричне визначення Фосфору з амоній молібдатом методом добавок і диференційним методом.	2	Виконання та захист лабораторної роботи
22, 23	Л.р. 11, 12. Калібрування рН-метру. Потенціометричне визначення рН розчинів.	2	Виконання та захист лабораторної роботи
24	Л.р. 13. Методи розділення і концентрування.	2	Виконання та захист лабораторної роботи
25	Л.р. 14. Планарна хроматографія.	2	Виконання та захист лабораторної роботи
24	К.р. 4. Фізико-хімічні методи аналізу.	2	Виконання та захист лабораторної роботи
Разом за 3 семестр		30	
Разом по дисципліні		52	

Лабораторна робота № 1

РОЗРАХУНКИ В ТИТРИМЕТРИЧНОМУ АНАЛІЗІ

Мета роботи: придбання навичок розрахунків складу розчинів та результатів аналізів в титриметричному аналізі

Теоретичні відомості

Обчислення в об'ємному аналізі необхідні як для встановлення концентрації титрованих розчинів, так і для визначення результатів аналізу. Розрахунки в титриметрії ґрунтуються на законі еквівалентності. Незалежно від методу титриметричного аналізу в точці еквівалентності кількість еквівалентів титранту дорівнює кількості еквівалентів аналізованої речовини.

1. Способи виразу вмісту речовин у розчинах

1. *Молярна концентрація еквівалента* (нормальна концентрація, нормальність) – $C_n(X)$ – відношення кількості еквівалентів $v_{\text{екв}}(X)$ розчиненої речовини X до об'єму розчину V , розмірність – моль екв/дм³:

$$C_n(X) = v_{\text{екв}}(X) / V.$$

Ця концентрація найчастіше використовується в титриметричному аналізі.

Фактором еквівалентності речовини X – $f_{\text{екв}}(X)$ називається число, що показує, яка частка реальної частини речовини еквівалентна одному йону Гідрогену в кислотно-основній реакції або одному електрону в окисно-відновній реакції.

Еквівалентом називають реальну або умовну частину речовини X , яка в даній кислотно-основній реакції еквівалентна одному молю йонів Гідрогену, або в даній окисно-відновній реакції – одному молю електронів.

Молярною масою еквівалента речовини X називають масу одного моля еквівалентів цієї речовини. Вона дорівнює добутку фактора еквівалентності речовини та її молярної маси:

$$M_{\text{екв}}(X) = f_{\text{екв}}(X) \cdot M(X).$$

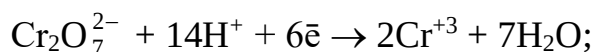
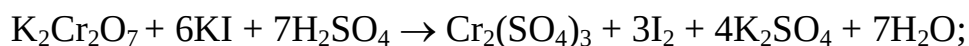
Наприклад, в реакції $\text{H}_2\text{SO}_4 + 2\text{NaOH} \rightarrow \text{Na}_2\text{SO}_4 + 2\text{H}_2\text{O}$ фактори еквівалентності та еквіваленти кислоти та основи дорівнюють:

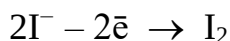
$$f_{\text{екв}}(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1/2; E(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ моль} \cdot f_{\text{екв}}(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1/2 \text{ моль};$$

$$M_{\text{екв}}(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1/2 \cdot 98 = 49 \text{ г/моль}.$$

$$f_{\text{екв}}(\text{NaOH}) = 1; E(\text{NaOH}) = 1 \text{ моль} \cdot f_{\text{екв}}(\text{NaOH}) = 1 \text{ моль}; M_{\text{екв}}(\text{NaOH}) = 1 \cdot 40 = 40 \text{ г/моль}.$$

в окисно-відновній реакції





маємо: $f_{\text{екв}}(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 1/6$; $E(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 1 \text{ моль} \cdot f_{\text{екв}}(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 1/6 \text{ моль}$;
 $f_{\text{екв}}(\text{KI}) = 1$; $E(\text{KI}) = 1 \text{ моль} \cdot f_{\text{екв}}(\text{KI}) = 1 \text{ моль}$.

Готують, наприклад, однонормальні (1 н), децинормальні (0,1 н), сантинормальні (0,01 н) розчини тощо.

Титр розчиненої речовини – $T(X)$ – маса речовини в 1 см^3 розчину. Одиниці вимірювання титру – г/см^3 . Наприклад, $T(\text{HCl}) = 0,012 \text{ г/мл}$, означає, що в 1 мл розчину міститься 0,012 г кислоти (або 12 г/л). Назва методу та основні його терміни – титрування, титровані розчини, титранти – походять від цієї концентрації.

Молярна концентрація – $C_M(X)$ – відношення кількості молей розчиненої речовини $\nu(X)$ до об'єму розчину V , (моль/дм³):

$$C_M = \nu(X) / V.$$

Масова частка розчиненої речовини $\omega(X)$ – відношення маси розчиненої речовини до сумарної маси розчину. Масову частку звичайно виражають у частках одиниці або у відсотках.

$$\omega(X) = m(X) / m_{p-\text{ну}}.$$

2. Розрахунки при приготуванні розчинів

Для приготування *стандартного* розчину речовини X необхідно наважку речовини розчинити в певному об'ємі розчину. Титр такого розчину обчислюють за формулою:

$$T(X) = \frac{m(X)}{V}.$$

Масу наважки для приготування робочого розчину з відомим титром визначають на основі рівняння

$$m(X) = T(X) \cdot V.$$

Приклад 1. Для приготування стандартного розчину оксалатної кислоти наважку $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ масою 5,1752 г розчинили в мірній колбі об'ємом 250 см^3 . Обчислити титр і молярну концентрацію еквівалента $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ у розчині.

Розв'язання:

$$1. T(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) - ?$$

$$T(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = \frac{m(X)}{V} = \frac{m(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})}{V} = \frac{5,1752}{250} = 0,0207 \text{ г/см}^3.$$

$$2) C_n(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) - ?$$

$$C_{\text{H}}(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = \frac{T(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) \cdot 1000}{M(1/2 \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})} = \frac{0,0207 \cdot 1000}{63,03} = 0,3284 \text{ н.}$$

$$C_{\text{M}}(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = f_{\text{екв}} \cdot M(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 1/2 \cdot 126,06 = 63,03 \text{ г/моль.}$$

Відповідь: титр розчину становить 0,02070 г/см³; $C_{\text{H}}(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0,3284 \text{ М.}$

Для приготування *стандартизованих* розчинів спочатку готують розчин приблизної концентрації, який далі титрують розчинами, концентрація яких точно встановлена. Для цього обчислюють наважку речовини X з урахуванням молярної маси еквівалента речовини $M_{\text{екв}}(\text{X})$, об'єму розчину $V(\text{X})$ та заданої молярної концентрації еквівалента речовини $C_{\text{H}}(\text{X})$ в розчині:

$$m(\text{X}) = M_{\text{екв}}(\text{X}) \times C_{\text{H}}(\text{X}) \times V(\text{X}) \cdot 10^{-3},$$

де 10^{-3} – коефіцієнт перерахунку см³ в дм³.

Розрахунок точної концентрації стандартизованого розчину за даними титрування проводять, виходячи з принципу еквівалентності $C_{\text{H}}(\text{X}) \cdot V(\text{X}) = C_{\text{H}}(\text{Y}) \cdot V(\text{Y})$. На основі цієї рівності обчислюють точну молярну концентрацію еквівалента стандартизованого розчину:

$$C_{\text{H}}(\text{X}) = C_{\text{H}}(\text{Y}) \cdot V(\text{Y}) / V(\text{X})$$

Приклад 2. Для приготування приблизно 0,2 н розчину $\text{Ba}(\text{OH})_2$ наважку розчинили в мірній колбі об'ємом 500 см³ і довели об'єм колби дистильованою водою до мітки. Для визначення точної молярної концентрації еквівалента 30,25 см³ цього розчину відтитрували 46,25 см³ 0,1280 н. робочого розчину HCl . Визначити масу наважки основи та точну $C_{\text{H}}(\text{Ba}(\text{OH})_2)$ у розчині.

Розв'язання:

1. m (наважки $\text{Ba}(\text{OH})_2$) –?

$$m(\text{Ba}(\text{OH})_2) = M_{\text{екв}}(\text{Ba}(\text{OH})_2) \cdot C_{\text{H}}(\text{Ba}(\text{OH})_2) \cdot V(\text{Ba}(\text{OH})_2) \cdot 10^{-3} = 1/2 \cdot 171,34 \cdot 0,2 \cdot 500 \cdot 10^{-3} = 8,5663 \text{ г.}$$

2. $C_{\text{H}}(\text{Ba}(\text{OH})_2)$ – точна –?

$$C_{\text{H}}(\text{Ba}(\text{OH})_2) = C_{\text{H}}(\text{HCl}) \cdot V(\text{HCl}) / V(\text{Ba}(\text{OH})_2) = \frac{0,1280 \cdot 46,25}{30,250} = 0,1957 \text{ М.}$$

Відповідь: маса наважки $\text{Ba}(\text{OH})_2$ дорівнює 8,5663 г; точна молярна концентрація еквівалента $\text{Ba}(\text{OH})_2$ у розчині становить 0,1957 моль екв/л.

Розрахунки результатів аналізу

Результати аналізу подають у вигляді маси досліджуваної речовини або масової частки досліджуваного компонента в аналізованій пробі. Розрізняють декілька способів обчислення результатів аналізу, що залежить як від підготовки речовини до титрування (метод піпетування або метод наважок),

так і прийомів титрування (метод прямого титрування, метод заміщення, метод зворотного титрування).

Обчислення результатів аналізу залежно від підготовки речовини до титрування.

1. У методі піпетування наважку аналізованої речовини розчиняють у мірній колбі певного об'єму і для титрування піпеткою відбирають точно виміряні об'єми (аліквоти) досліджуваного розчину, титрування проводять декілька разів і визначають середнє значення робочого розчину, що витратили на титрування.

Молярну концентрацію еквівалента досліджуваного розчину визначають на основі принципу еквівалентності.

2. При аналізі методом окремих наважок в колбі для титрування розчиняють наважку в невеликому об'ємі розчинника і титрують робочим розчином з точно відомою концентрацією. Для отримання середніх результатів беруть n окремих наважок близьких за масою, розчиняють і кожну відтитровують окремо. На відміну від методу піпетування визначити молярну концентрацію еквівалента досліджуваного розчину на основі закону еквівалентів не можна, тому що об'єм аналізованого розчину вибирається довільним і не має значення для результатів аналізу.

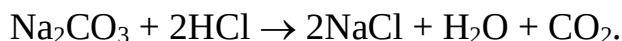
Масу аналізованої речовини обчислюють як добуток її молярної маси еквівалента та кількості еквівалентів, що дорівнює кількості еквівалентів речовини титранту.

Приклад 3. Обчислити масову частку Na_2CO_3 в технічній соді, якщо її наважку масою 0,2840 г розчинили в мірній колбі місткістю 100 cm^3 , а середнє значення об'ємів 0,10 н розчину HCl , що витратили на титрування аліквот об'ємом 10,00 cm^3 , становило 4,85 cm^3 . Титрування проводили з індикатором метилоранжем.

Розв'язання:

$$1. f_{\text{екв}}(\text{Na}_2\text{CO}_3) - ? \quad M_{\text{екв}}(\text{Na}_2\text{CO}_3) - ?$$

Рівняння реакції взаємодії натрій карбонату з хлоридною кислотою:



$$E(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 1/2 \text{ моль і } f_{\text{екв}}(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 1/2.$$

$$M_{\text{екв}}(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 1/2 \cdot M(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 52,995 \text{ г/моль.}$$

$$2. C_{\text{н}}(\text{Na}_2\text{CO}_3) - ?$$

$$C_{\text{н}}(\text{Na}_2\text{CO}_3) = C_{\text{н}}(\text{HCl}) \cdot V(\text{HCl})/V(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0,1 \cdot 4,85 : 10 = 0,0485 \text{ н.}$$

$$3. m(\text{Na}_2\text{CO}_3) \text{ за результатами аналізу} - ?$$

$$m(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0,0485 \cdot 52,995 \cdot 100 : 1000 = 0,2570 \text{ г.}$$

$$4. \omega(\text{Na}_2\text{CO}_3) \text{ в технічній соді} - ?$$

$$\omega(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0,2570:0,2840 = 0,905 \text{ або } 90,5 \, \%.$$

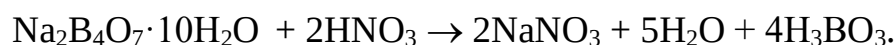
Відповідь: масова частка Na_2CO_3 в технічній соді становить 90,5 %.

Приклад 4. Обчислити масову частку основного компоненту $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ в зразку бури, якщо на титрування наважки бури масою 0,8530 г витратили $19,83 \text{ см}^3$ 0,2100 М розчину HNO_3 .

Розв'язання:

$$1. f_{\text{екв}}(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) - ? \quad M_E(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) - ?$$

Запишемо рівняння реакції взаємодії натрій тетраборату з нітратною кислотою:



Еквівалент бури дорівнює $1/2$ моль, оскільки за рівнянням реакції 2 моль HNO_3 реагують з 1 моль $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ і відповідно один іон гідрогену взаємодіє з $1/2$ частиною молекули $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, $f_{\text{екв}}(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O})$ дорівнює $1/2$.

$$M_E(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = 1/2 M(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = 190,71 \text{ г/моль}.$$

$$2. v_{\text{екв}}(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}), \text{ що вступили в реакцію } - ?$$

$$v_{\text{екв}}(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = v_{\text{екв}}(\text{HNO}_3) = c(\text{HNO}_3) \cdot V(\text{HNO}_3) \cdot 10^{-3} = 0,2100 \cdot 19,83 \cdot 10^{-3} = 0,004164 \text{ моль}.$$

$$3. m(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}), \text{ що вступила в реакцію } - ?$$

$$m(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = v_{\text{екв}}(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) \cdot M(1/2 \text{ Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = 0,004164 \cdot 190,71 = 0,7942 \text{ г}.$$

$$4. \omega(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) - ?$$

$$\omega(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = \frac{0,7942}{0,8530} \cdot 100 \, \% = 93,11 \, \%.$$

Відповідь: масова частка $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ в зразку бури становить 93,11 %.

Обчислення результатів аналізу залежно від прийомів титрування

1. У методі прямого титрування, коли аналізована речовина безпосередньо реагує з титрантом, розрахунки результатів аналізу ґрунтуються на рівності кількості їх еквівалентів. Наведені вище приклади 3 і 4 є розрахунками за методом прямого титрування.

2 У методі заміщення розрахунки результатів аналізу проводять на основі рівності кількості еквівалентів аналізованої речовини X, замісника Z і титранту Y, тобто $v_{\text{екв}}(X) = v_{\text{екв}}(Z) = v_{\text{екв}}(Y)$.

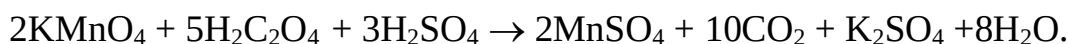
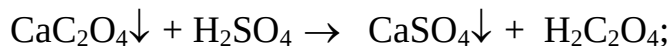
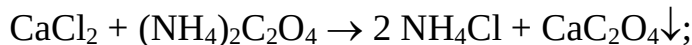
Приклад 5. Наважку технічного кальцій хлориду масою 12 гр обробили розчином амоній оксалату, утворений осад відфільтрували, промили й розчинили в розведеній сульфатній кислоті. На титрування виділеної

оксалатної кислоти витратили $1,85 \text{ см}^3$ $0,1 \text{ М}$ розчину калій перманганту. Обчислити масову частку CaCl_2 у технічному препараті.

Розв'язання:

$$1. f_{\text{екв}}(\text{CaCl}_2) - ? \quad M_E(\text{CaCl}_2) - ?$$

1. Запишемо рівняння реакцій, що відбуваються при визначенні CaCl_2 :



Титрантом є KMnO_4 , аналізованою речовиною – CaCl_2 , замісником – $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$. При титруванні оксалатної кислоти розчином калій перманганату $v_{\text{екв}}(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) = v_{\text{екв}}(\text{KMnO}_4) = v_{\text{екв}}(\text{CaCl}_2)$. Еквівалент CaCl_2 дорівнює $1/2$ моль, оскільки за рівнянням реакції моль CaCl_2 витиснює моль $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ і, відповідно один іон гідрогену взаємодіє з $1/2$ частиною молекули CaCl_2 . Фактор еквівалентності $f_{\text{екв}}(\text{CaCl}_2)$ дорівнює $1/2$.

$$M_E(\text{CaCl}_2) = 1/2 M(\text{CaCl}_2) = 55,492 \text{ г/моль}.$$

$$2. m(\text{CaCl}_2) - ?$$

$$m(\text{CaCl}_2) = M(1/2 \text{ CaCl}_2) \cdot c(1/5 \text{ KMnO}_4) \cdot V(\text{KMnO}_4) \cdot 10^{-3} = \\ 55,492 \cdot 0,1 \cdot 1,85 = 10,266 \text{ г}.$$

$$3. \omega(\text{CaCl}_2) - ? \quad \omega(\text{CaCl}_2) = \frac{10,266}{12} \cdot 100 \% = 85,55 \%$$

Відповідь: масова частка CaCl_2 у технічному препараті становить $85,55 \%$.

У методі зворотного титрування використовують два титранти А (додається в надлишку) і В. Кількість еквівалентів аналізованої речовини Х дорівнює різниці кількості еквівалентів титрантів, тобто $v_{\text{екв}}(\text{X}) = v_{\text{екв}}(\text{A}) - v_{\text{екв}}(\text{B})$. Масу аналізованої речовини визначають за формулою:

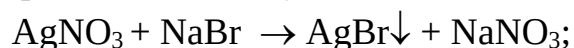
$$m(\text{X}) = [C_{\text{н}}(\text{A}) \cdot V(\text{A}) - C_{\text{н}}(\text{B}) \cdot V(\text{B})] \cdot M_E(\text{X}).$$

Приклад 6. У мірній колбі місткістю 250 см^3 розчинили $3,5453 \text{ г}$ технічного натрій броміду. До 25 см^3 розчину додали 50 см^3 $0,1045 \text{ М}$ AgNO_3 . На титрування розчину, що містить надлишок катіонів Ag^+ , витратили $19,84 \text{ см}^3$ $0,1082 \text{ М}$ розчину NH_4NCS . Обчислити масову частку NaBr у технічному натрій броміді.

Розв'язання:

$$1. f_{\text{екв}}(\text{NaBr}) - ? \quad M_E(\text{NaBr}) - ?$$

Складемо рівняння реакцій, що відбуваються під час аналізу:



$$f_{\text{екв}}(\text{NaBr}) = 1; \quad M_E(\text{NaBr}) = M(\text{NaBr}) = 102,894 \text{ г/моль}.$$

2. $\omega(\text{NaBr}) - ?$

$$\omega(\text{NaBr}) = \frac{[c(\text{AgNO}_3) \cdot V(\text{AgNO}_3) - c(\text{NH}_4\text{NCS}) \cdot V(\text{NH}_4\text{NCS})] \cdot M(\text{NaBr}) \cdot V(\text{NaBr})}{1000 \cdot V_x \cdot m} \cdot 100 \%$$

$$= \frac{(50 \cdot 0,1045 - 19,84 \cdot 0,1082) \cdot 102,894 \cdot 250}{1000 \cdot 3,5453 \cdot 25} \cdot 100 \% = 89,34 \%$$

Відповідь: масова частка NaBr у технічному натрій броміді складає 89,34 %.

Контрольні запитання та завдання

Варіант 1

1. У чому полягає сутність об'ємного аналізу?
2. Визначити масу соди Na_2CO_3 , розчиненої у воді, якщо при титруванні цього розчину з фенолфталеїном витратили $37,35 \text{ см}^3$ $0,0983 \text{ н.}$ розчину HCl ($0,3672 \text{ г Na}_2\text{CO}_3$).
3. Обчислити масу наважки KCl для приготування 250 см^3 розчину за умови, що на титрування 20 см^3 цього розчину буде витрачено $13,75 \text{ см}^3$ $0,1008 \text{ М}$ розчину AgNO_3 . ($1,2916 \text{ г}$).

Варіант 2

1. Яку аналітичну операцію називають титруванням?
2. Визначити титр та молярну концентрацію еквівалента розчину HNO_3 , якщо на титрування 20 см^3 цього розчину витратили 15 см^3 $0,1200 \text{ М}$ розчину NaOH . ($T = 0,005672 \text{ г/см}^3$, $c(\text{HNO}_3) = 0,0900 \text{ М}$).
3. З наважки вапняку масою $0,1053 \text{ г}$, розчиненого в хлоридній кислоті, осадили катіони кальцію у вигляді CaC_2O_4 . Промитий осад розчинили в розведеній сульфатній кислоті і відтитрували $15,38 \text{ см}^3$ $0,1 \text{ н}$ розчином KMnO_4 . Обчислити масову частку CaCO_3 у вапняку. ($73,09 \%$).

Варіант 3

1. Що називають точкою еквівалентності? Якому моменту титрування вона відповідає?
2. Наважку соди масою $0,1352 \text{ г}$ розчинили в воді і обробили 25 см^3 $0,1983 \text{ М}$ розчину HCl , надлишок кислоти відтитрували $22,47 \text{ см}^3$ $0,1208 \text{ М}$ розчину KOH . Обчислити масову частку домішок у соді. ($12,08 \%$).
3. Для визначення вмісту вільних жирних кислот в олії наважку олії масою $1,2537 \text{ г}$ розчинили в спирті й відтитрували $5,74 \text{ см}^3$ $0,1048 \text{ н.}$ розчином KOH в присутності фенолфталеїну. Середня молярна маса еквівалента кислот олії складає 296 г/моль . Визначити масову частку вільних жирних кислот в олії. ($14,2 \%$).

Варіант 4

1. Чим відрізняються приготовлені й встановлені розчини?
2. До хлоридвмісної речовини масою 0,1457 г додали 25 см³ 0,1032 М розчину AgNO₃, надлишок якого відтитрували 12,5 см³ 0,1247 М розчином KNCS. Обчислити масову частку Хлору в речовині. (24,85 %).
3. До солі амоній сульфату додали 25 см³ 0,1007 М розчину NaOH, суміш нагріли до повного вилучення амоніаку. Надлишок лугу відтитрували 18,30 см³ 0,9848 н. розчином хлоридної кислоти. Обчислити масу солі амоній сульфату. (0,4966 г).

Варіант 5

1. Дати визначення поняттям: молярна концентрація еквівалента речовини, титр.
2. На титрування оксалатної кислоти масою 0,9805 г витратили 23,75 см³ розчину натрій гідроксиду. Обчислити: а) $C_n(\text{NaOH})$ у розчині; б) титр розчину натрій гідроксиду.
3. Визначити масу йоду в 250 см³ розчину, якщо на титрування 25 см³ цього розчину витратили 19,38 см³ розчину натрій тіосульфату з молярною концентрацією еквівалента Na₂S₂O₃ 0,0243 моль/дм³. (0,5976 г).

Лабораторна робота № 2 ВСТАНОВЛЕННЯ ТОЧНОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ ХЛОРИДНОЇ КИСЛОТИ

Мета роботи: придбати навички роботи з мірним хімічним посудом, навчитись готувати робочі титровані розчини і визначати їх нормальну концентрацію, виконувати процедуру титрування, проводити обчислення у титриметричному аналізі.

Практична частина

Дослід 1. Визначення молярної концентрації і масової частки продажного розчину хлоридної кислоти.

Порядок роботи

1. З ємності для зберігання кислоти перелити в хімічний стакан ~ 50 мл кислоти. За допомогою мірної піпетки перенести 10 мл кислоти в мірну колбу на 250 мл, долити порціями дистильовану воду до мітки. Перемішати.
2. Мірною піпеткою (10 мл) перенести в 3...5 конічних колб для титрування по 10 мл розбавленого розчину кислоти і додати ~ 50 мл дистильованої води. Потім в кожен колбу додати 2-3 краплі розчину метилоранжу. Розчин в колбах забарвлюється в червоний колір.
3. Заповнити бюретку титрованим розчином NaOH 0,1 н.

4. Провести титрування розчину кислоти. При титруванні кислоти від надлишкової краплі лугу забарвлення розчину змінюється на жовте. Операцію проводити до тих пір, поки результати титрування будуть відрізнятися не більше, ніж 0,1 мл.

5. Розрахувати середнє значення результату титрування – $\bar{x}$

6. Розрахувати нормальну концентрацію розбавленого розчину кислоти за законом еквівалентів:

$$C_n(\text{HCl})V(\text{HCl}) = C_n(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH}).$$

7. Розрахувати нормальну концентрацію продажного розчину кислоти, з урахуванням того, що розчин було розбавлено в 25 разів, тобто концентрація продажного розчину в 25 разів більше.

8. Розрахувати масову частку кислоти в продажному розчині.

9. Зробити загальні висновки по роботі.

Контрольні запитання та завдання

Варіант 1

1. Пояснити метод нейтралізації.

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

3. Розрахувати вміст аміаку в колбі об'ємом 500 мл, якщо на титрування 10,00 мл цього розчину витрачено 11,20 мл HCl з $C_n = 0,09438$ н.

Варіант 2

1. Перелічити і охарактеризувати основні індикатори в методі нейтралізації.

2. До якого об'єму потрібно розбавити розчин, в якому міститься 1,53 г NaOH, щоб на титрування 20,00 мл одержаного розчину витрачали 14,70 мл HCl з титром $T = 0,003800$ г/мл.

3. Визначити нормальність і титр розчину HCl, якщо на титрування 0,1907 г натрій тетраборату витрачено 10,00 мл розчину HCl.

Варіант 3

1. Пояснити, чому неможливо приготувати титрований розчин лугу. Як його стандартизують?

2. Яку наважку NaOH треба взяти, щоб на її титрування витратили 20,00 см³ 0,1 н розчину HCl?

3. Який об'єм розчину HCl ($\rho = 1,179$ г/см³) потрібно взяти для приготування 2 л розчину HCl з титром $T = 0,003646$ г/см³.

Варіант 4

1. Перелічити і охарактеризувати речовини, які використовуються для стандартизації розчинів.

2. Розрахувати нормальність розчину HCl , якщо $T(\text{HCl}) = 0,003646 \text{ г/см}^3$
3. Яка маса H_2SO_4 міститься в 5л розчину, якщо на титрування 20,00 мл її витратили 15мл 0,120 н розчину NaOH ?

Варіант 5

1. Дати визначення поняттю титрований розчин, титр ант.
2. В 250,0 мл розчину NaOH міститься 10,0 г цієї речовини. Визначити титр та нормальність цього розчину.
3. Визначити T і C_n розчину HCl , якщо на титрування 20 мл розчину бури ($T_{\text{бури}} = 0,09721 \text{ г/мл}$) витратили 18,2 мл HCl .

Лабораторна робота № 3 ПЕРМАНГНАТОМЕТРІЯ.

ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ФЕРУМУ В ЗРАЗКУ СОЛІ МОРА

Мета роботи: удосконалення навичок виконання процедури титрування, освоєння методів перманганатометрії, проведення обчислень у титриметричному аналізі.

Теоретичні основи

Робочим розчином в перманганатометрії є розчин KMnO_4 .

В кількісному аналізі найчастіше використовують реакцію в кислому середовищі. В цих умовах при відновленні MnO_4^- утворюються безбарвні катіони Mn^{+2} , які, на відміну від бурого осаду MnO_2 (нейтральне середовище) або зелених аніонів MnO_4^{2-} (лужне середовище), дозволяють чітко визначити точку еквівалентності.

Для створення кислого середовища використовують сульфатну кислоту. Методом перманганатометрії кількісно визначають як відновники, так і окисники. Відновники визначають прямим титруванням, окисники – зворотним, для цього до аналізованого розчину додають точно відмірений надлишковий об'єм титрованого розчину відновника. Після завершення реакції відновник, що не прореагував з аналізованою речовиною відтитровують розчином KMnO_4 .

Продажний препарат калій перманганат завжди містить невелику кількість MnO_2 . Крім того, в розчині KMnO_4 реагує з органічними домішками води й поступово змінює свою концентрацію, тому стандартний розчин KMnO_4 готують не з точної наважки, а з наближеної. Маса наважки солі розраховується за формулою:

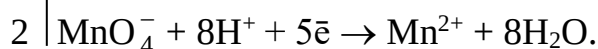
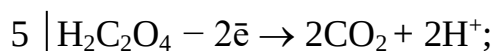
$$m(\text{KMnO}_4) = c_n(\text{KMnO}_4) \cdot M_E(\text{KMnO}_4) \cdot V.$$

Наприклад, для приготування 500 см³ розчину KMnO₄ з C_н(KMnO₄) ≈ 0,05 н необхідно взяти $m(\text{KMnO}_4) = \frac{0,05 \cdot 31,606 \cdot 500}{1000} = 0,7902 \text{ г солі.}$

Для отримання достатньо стійких розчинів KMnO₄ приготовленому розчину дають відстоятися 5-7 діб для повного окиснення домішок у воді. Далі манган (IV) оксид відфільтровують через скляні фільтри (реагент окиснює паперові фільтри з утворенням MnO₂). Приготовлені розчини KMnO₄ зберігають у склянках з темного скла, тому що під дією світла може відбуватися руйнування препарату:



Стандартизацію отриманого розчину калій перманганату проводять за стандартним розчином оксалатної кислоти:



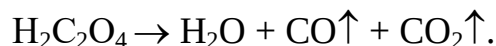
Оксалатна кислота виступає відновником, а калій перманганат – окисником. За кількістю електронів, що беруть участь у хімічному процесі, визначають фактори еквівалентності та молярні маси еквівалентів речовин у реакції.

$$M_E(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 1/2 M(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = \\ = 1/2 \cdot 126,064 = 63,032 \text{ г/моль.}$$

Для калій перманганату $f_{\text{екв}}(\text{KMnO}_4)$ дорівнює 1/5,

$$M_E(\text{KMnO}_4) = 1/5 \cdot M(\text{KMnO}_4) = 158,032/5 = 31,606 \text{ г/моль.}$$

Для прискорення титрування розчин кислоти нагрівають до 70 – 80 °С, але уникають перегрівання, яке може привести до розкладання реагенту:



Реакція взаємодії калій перманганату з оксалатною кислотою є автокаталітичною, продукти реакції катіони Mn²⁺ виступають в якості каталізатора. В початковий момент титрування розчин KMnO₄ знебарвлюється поступово, а в міру утворення MnSO₄ реакція прискорюється.

Метод перманганатометрії дає можливість швидко і точно визначити вміст H₂O₂, феруму, натрій нітриту, карбонових кислот, сполук з гідрозгрупами R–NH–NH–R тощо. Ще однією суттєвою перевагою є можливість встановлення точки еквівалентності без індикаторів. Серед недоліків – неможливість виготовлення стандартного розчину титранта за точною наважкою KMnO₄.

Практична частина

1. Приготування робочого розчину калій перманганата (пункт 1 виконується заздалегідь лаборантом)

1а. В конічній колбі готують $\approx 0,1$ н розчин KMnO_4 . Маса наважки розраховується за формулою

$$m(\text{KMnO}_4) = \frac{0,1 \cdot 31,606 \cdot 100}{1000} = 0,316 \text{ г солі.}$$

Сіль зважують у скляному бюксі на аналітичних терезах і переносять у колбу. Додають $\approx 80 \text{ см}^3$ води і перемішують до повного розчинення. Закривають щільно пробкою і зберігають в темному місці один тиждень.

Через тиждень фільтрують через скляний фільтр у мірну колбу на 100 см^3 і доливають водою до мітки. Перемішують. Розчин переносять у склянку з темного скла.

1б. Виготовлення 100 см^3 $0,1$ н титрованого розчину оксалатної кислоти. Розчин готують або з фіксааналу або з точної наважки.

$$m(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) = \frac{0,1 \cdot 63,032 \cdot 100}{1000} = 0,631 \text{ г солі.}$$

Наважку розчиняють в мірній колбі на 100 см^3 .

1в. Визначення точної концентрації розчину

В конічні колби наливають по 5 см^3 2 н розчину сульфатної кислоти (кисле середовище) і нагрівають до $70 - 80^\circ\text{C}$. Потім вносять до них по $5,00 \text{ см}^3$ розчину оксалатної кислоти, відміряні піпеткою Мора.

Поки розчин гарячий, починають його титрувати. Спочатку титрування ведуть повільно – кожен наступну краплину розчину перманганату додають після того, як зникло забарвлення від попередньої, потім титрування прискорюють. Якщо треба – розчин підігрівають. Перед закінченням титрування, розчин перманганату знов додають по краплинах, доки від однієї краплини розчин не набуде блідо-рожевого забарвлення, що не зникає протягом 30 секунд.

Титрування повторюють декілька разів. За середнім об'ємом робочого розчину калій перманганату, витраченого на титрування, знаючи точну концентрацію розчину оксалатної кислоти обчислюють точну концентрацію робочого розчину KMnO_4 .

1г. Приготування $\approx 0,05$ н розчину KMnO_4

50 см^3 отриманого $\approx 0,1$ н розчину KMnO_4 (відмірюють мірною колбою на 50 см^3) переносять у колбу на 100 см^3 і розбавляють водою до мітки. Розчин перемішують і переносять у склянку темного скла.

2. Визначення вмісту Феруму в зразку солі Мора

2а. Наважку солі Мора $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $M_E(\text{солі}) = M(\text{солі}) = 392,1406$ г/моль масою близько 2 г зважують на аналітичних терезах і переносять у мірну колбу об'ємом 100,0 см³. Додають у мірну колбу теплої дистильованої води, 10-15 см³ 2 н розчину H_2SO_4 (для запобігання гідролізу) і перемішують до розчинення солі Мора, а потім доводять дистильованою водою до мітки. Всі операції бажано проводити, закривши колбу корком.

2б. В конічні колби вносять по 5 см³ 2 н розчину сульфатної кислоти (кисле середовище) і точно по 5,00 см³ розчину солі Мора.

2в. Титрують розчин солі Мора стандартизованим розчином калій перманганату. Перед закінченням титрування, розчин перманганату додають повільно, по краплинах доти, доки від однієї краплини розчин не набуде рожевого забарвлення, незникаючого протягом 30 секунд.

Титрування повторюють до одержання відтворюваних результатів, за якими обчислюють вміст Феруму в солі Мора.

2г. Оформлення результатів роботи і розрахунки

– середнє значення результатів аналізу

$$V_{\text{сер}} = (V_1 + V_2 + \dots + V_n)/n \text{ (см}^3\text{)},$$

де n – кількість титрувань без явних промахів (що відрізняються не більше, як на 0,2 см³);

– нормальна концентрація солі Мору (за законом еквівалентів)

$$C_{\text{н}}(\text{с. М.}) = \frac{V(\text{KMnO}_4) \cdot C_{\text{н}}(\text{KMnO}_4)}{V(\text{с. М.})},$$

– концентрація Феруму в г/дм³

$$C_{\text{н}}(\text{Fe}^{2+}) = C_{\text{н}}(\text{с. М.}); \quad C(\text{Fe}^{2+}) = C_{\text{н}}(\text{Fe}^{2+}) \cdot \frac{55,85}{2} \text{ г/дм}^3.$$

Зробити загальні висновки по роботі.

Контрольні запитання та завдання

Варіант 1

1. Записати реакцію відновлення перманганат-іону в кислому середовищі і розрахувати $M_E(\text{KMnO}_4)$.

2. Перелічити реактиви, які є установочними для встановлення точної концентрації розчину калій перманганату.

3. Навести приклади чотирьох речовин, вміст яких можна визначити перманганатометрією.

4. Визначити наважку солі KMnO_4 , необхідну для приготування 1 л 0,005 н розчину.

Варіант 2

1. Записати реакцію відновлення перманганат-іону в лужному середовищі і розрахувати $M_E(\text{KMnO}_4)$.
2. Пояснити, чому оксалатна кислота та її солі є установочними для встановлення точної концентрації розчину калій перманганату.
3. Перелічити переваги перманганатометрії.
4. Визначити наважку солі KMnO_4 , необхідну для приготування 200 см³ 0,05 н розчину.

Варіант 3

1. Записати реакцію відновлення перманганат-іону в нейтральному середовищі і розрахувати $M_E(\text{KMnO}_4)$.
2. Перелічити особливості титрування розчину калій перманганату при його стандартизації розчином оксалатної кислоти.
3. Коротко описати визначення вмісту Fe (III) в FeCl_3 методом перманганатометрії, враховуючи те, що як відновник використовується оксалатна кислота.
4. Розрахувати вміст NaNO_2 в зразку масою 1,5830 г, якщо на титрування цієї наважки пішло 35,80 см³ розчину калій перманганату з концентрацією $C_H(\text{KMnO}_4) = 0,095$ моль/дм³.

Варіант 4

1. Записати реакцію перетворення калій перманганату при взаємодії з водою при наявності світла. Пояснити метод запобігання цього процесу..
2. Перелічити переваги стандартизації розчину калій перманганату розчином амоній оксалату.
3. Перелічити недоліки методу перманганатометрії.
4. Розрахувати вміст Na_2SO_3 в зразку масою 1,830 г, якщо на титрування цієї наважки пішло 30,50 см³ розчину калій перманганату з концентрацією $C_H(\text{KMnO}_4) = 0,1$ моль/дм³; Скласти рівняння цього процесу, Na_2SO_3 окиснюється до Na_2SO_4 .

Варіант 5

1. Записати реакцію окиснення оксалат-іону в кислому середовищі і розрахувати $M_E(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4)$.
2. Розрахувати масу наважки амоній оксалату при приготуванні 200 мл 0,05 н розчину.
3. Коротко пояснити метод перманганатометрії.
4. Розрахувати вміст Na_2S в зразку масою 2,830 г, якщо на титрування цієї наважки пішло 21,50 см³ розчину калій перманганату з концентрацією $C_H(\text{KMnO}_4) = 0,05$ моль/дм³; Скласти рівняння цього процесу, Na_2S окиснюється до S^0 .

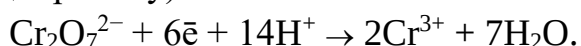
Лабораторна робота № 4 ДИХРОМАТОМЕТРІЯ.

ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ КАТІОНІВ Fe^{2+} У РОЗЧИНІ

Мета роботи: удосконалення навичок виконання процедури титрування, освоєння методів дихроматометрії, проведення обчислень у титриметричному аналізі.

Теоретичні основи

В основі методу лежить реакція відновлення $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ -іонів оранжевого кольору до катіонів Cr^{3+} зеленого кольору в кислому середовищі (робочий розчин – розчин калій дихромату):



Калій дихромат – окисник, приймає шість електронів, $f_{\text{екв}}(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 1/6$, $M_{\text{Е}}(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 1/6 \cdot 294,18 = 49,030$ г/моль.

$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ належить до достатньо сильних окисників і може бути використаний для кількісного визначення відновників прямим титруванням. Окисники за дихроматометрією визначають методом зворотного титрування. Перевагою дихроматометрії є можливість титрування в розчинах хлоридів.

Калій дихромат задовольняє всім вимогам до первинної стандартної речовини, тому робочий розчин $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ готують з точної наважки. Ці розчини стійкі, не розкладаються навіть при кип'ятінні в кислому середовищі. За звичайних умов калій дихромат практично не взаємодіє з органічними домішками у воді, концентрація розчину $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ тривалий час залишається сталою. Продуктом відновлення дихромат-аніонів в кислому середовищі є катіони Cr^{3+} зеленого кольору, що заважає чітко визначити точку еквівалентності, тому в якості індикаторів використовують речовини, що реагують на зміну окисно-відновного потенціалу системи – дифеніламін, дифеніламін сульфокислоту, фенілантранілову кислоту.

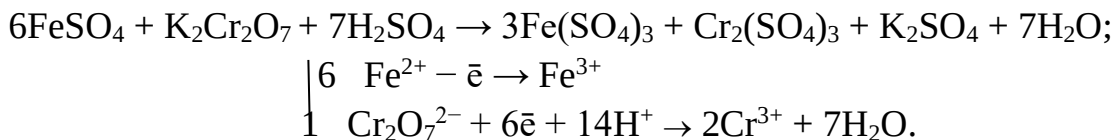
Коло аналітичних визначень за дихроматометрією досить широке. За цим методом стандартизують робочі розчини в титриметрії ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$); визначають неорганічні катіони – відновники (Fe^{2+} , Sn^{2+} , Mn^{2+} , Ti^{3+}); катіони-окисники (Fe^{3+} , V^{5+} , NO_3^-); деякі легкоокиснювані органічні сполуки (метиловий, етиловий спирти, гліцерин, феноли та ін).

Переваги методу: $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ – первинний стійкий стандартний розчин; можливість титрувати в присутності Cl^- ; $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ майже не реагує з органічними речовинами, присутніх у воді дистильованій за звичайних умов; є достатньо сильним окисником і може окиснювати багато

органічних речовин (тим відрізняється від I_2); використовується для визначення окисників та відновників.

Недоліки методу: менш сильний окисник, ніж $KMnO_4$; повільне протікання реакцій окиснення, тому часто використовують зворотне титрування; необхідність використовувати індикатори.

Визначення вмісту катіонів Fe^{2+} у розчині ґрунтується на реакції взаємодії солі Феруму (II) з калій дихроматом у кислому середовищі



Катіони Fe^{2+} виступають в реакції відновниками, втрачають один електрон, $f(FeSO_4) = 1$, $M_E(FeSO_4) = 151,909$ г/моль, $M_E(Fe^{2+}) = 55,847$ г/моль.

Для встановлення точки еквівалентності можна використовувати індикатор фенілантранілову кислоту, інтервал переходу якого знаходиться в межах стрибка потенціалу на кривій титрування. В точці еквівалентності колір індикатора змінюється від безбарвного на червоно-фіолетовий, що в присутності зелених катіонів хром (III) виявляється як брудно-вишневий.

При титруванні катіонів ферум (II) в присутності дифеніламіну в точці еквівалентності дифеніламін забарвлюється в синій колір. При використанні цього індикатору в розчин додають фосфатну кислоту для зв'язування катіонів Fe^{3+} , що накопичуються в системі та окиснюють дифеніламін. (виникає синє забарвлення розчину) раніше, ніж це відповідає точці еквівалентності. Фосфатна кислота утворює міцний комплекс $FeH_2PO_4^+$, що сприяє правильному встановленню точки еквівалентності.

Практична частина

Порядок роботи

Для приготування $100 \text{ см}^3 \sim 0,1 \text{ н}$ розчину $FeSO_4$ на аналітичних терезах в бюксі зважують $1,5191 \text{ г}$ солі ($m(FeSO_4) = 0,1 \cdot 151,99 \cdot 0,1 = 1,519 \text{ г}$). Наважку переносять в мірну колбу місткістю 100 см^3 , залишки солі на лійці та в бюксі змивають невеликою кількістю води і додають в мірну колбу, доводять дистильованою водою до риски і ретельно перемішують.

Готують бюретку до роботи, заливають у бюретку стандартний розчин $K_2Cr_2O_7$, $0,1 \text{ н}$. Піпеткою відбирають 10 см^3 приготовленого розчину солі і $FeSO_4$ переносять в колбу для титрування. Туди ж додають 5 см^3 розбавленої сульфатної кислоти (1:4), 2 мл 1%-го розчину фосфатної кислоти та 10-15 крапель дифеніламіну. Суміш титрують стандартним розчином $K_2Cr_2O_7$ до виникнення блакитного забарвлення розчину, що не зникає протягом хвилини. Титрування повторюють декілька разів до отримання відтворюваних

результатів. Розраховують середній об'єм розчину $K_2Cr_2O_7$, що витратили на титрування однієї аліквоти розчину $FeSO_4$.

Розрахунок результатів аналізу

Масову частку йонів Fe^{2+} у розчині $FeSO_4$ визначають за формулою:

$$\omega(Fe^{2+}), \% = \frac{M_E(Fe^{2+}) \cdot C_H(K_2Cr_2O_7) \cdot V(K_2Cr_2O_7) \cdot V_1 \cdot 100}{1000 V_2 \cdot m}$$

де $\omega(Fe^{2+}), \%$ – масова частка Fe^{2+} - йонів у розчині;

$C_H(K_2Cr_2O_7)$ – нормальна концентрація $K_2Cr_2O_7$ у розчині;

$V(K_2Cr_2O_7)$ – середній об'єм розчину $K_2Cr_2O_7$, витрачений на титрування однієї аліквоти розчину $FeSO_4$;

V_1 – вихідний об'єм досліджуваного розчину $FeSO_4$, місткість мірної колби;

V_2 – об'єм розчину $FeSO_4$, взятий для одного титрування, об'єм піпетки;

m – маса наважки солі $FeSO_4$;

100 – коефіцієнт перерахунку результатів аналізу на відсотки;

1000 – коефіцієнт перерахунку кубічних сантиметрів в кубічні дециметри.

Зробити загальний висновок по роботі.

Контрольні запитання та завдання

Варіант 1.

1. На титрування $25,00 \text{ см}^3$ розчину солі Мора у кислому середовищі витратилось $15,20 \text{ см}^3$ стандартного розчину $K_2Cr_2O_7$, виготовленого розчиненням $5,2200 \text{ г}$ хімічно чистого препарату у мірній колбі місткістю 1000 см^3 . Розрахувати масу феруму у $500,00 \text{ см}^3$ розчину солі Мора.

2. Навести основні принципи дихроматометрії.

3. Навести рівняння реакції визначення вмісту тіосульфату методом дихроматометрії. Розставити коефіцієнти методом електронного балансу.

Варіант 2.

1. Розрахувати концентрацію розчину $K_2Cr_2O_7$, якщо на титрування $0,3082 \text{ г}$ солі заліза (II) витрачено $27,70 \text{ см}^3$ цього розчину?

2. Описати сутність дихроматометрії.

3. Навести рівняння реакції визначення вмісту калій йодиду методом дихроматометрії. Розставити коефіцієнти методом електронного балансу.

Варіант 3.

1. Розрахувати масу наважки солі Мора $(NH_4)_2Fe(SO_4)_2$, щоб на її титрування її було витрачено $18,00 \text{ см}^3$ $0,1500 \text{ н}$ розчину $K_2Cr_2O_7$, ($\omega(Fe^{2+}) = 8,5 \%$).

2. Способи визначення точки еквівалентності у дихроматометрії.

3. Навести рівняння реакції визначення вмісту натрій сульфїту методом дихроматометрії. Розставити коефіцієнти методом електронного балансу.

Варіант 4.

1. Який об'єм розчину калій дихромату з концентрацією $C_n = 0,2000$ н необхідний для титрування наважки, що містить 0,2525 г Fe^{2+} .

2. Основні характеристики титранту в методі дихроматометрії.

3. Навести рівняння реакції визначення вмісту натрій нітриту методом дихроматометрії. Розставити коефіцієнти методом електронного балансу.

Варіант 5.

1. Обчислити об'єм 0,0500 н розчину $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, що витратиться на титрування 0,1100 г солі Мора з вмістом заліза 9,5 %.

2. Приготування 0,05 н розчину титранту у дихроматометрії. Навести розрахунки.

3. Навести рівняння реакції визначення вмісту натрій сульфїду методом дихроматометрії. Розставити коефіцієнти методом електронного балансу.

Лабораторна робота № 5

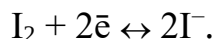
ЙОДОМЕТРІЯ.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ ВІТАМІНУ С В СОЦІ ЛИМОНУ

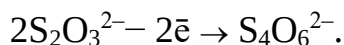
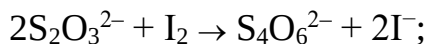
Мета роботи: удосконалення навичок виконання процедури титрування, освоєння методів йодометрії, проведення обчислень у титриметричному аналізі.

Теоретичні основи

В основі йодометричного методу аналізу лежить реакція відновлення елементного йоду до йодид-аніонів і навпаки, окиснення йодид-аніонів до вільного йоду ($M_E(\text{I}_2) = M(\text{I}_2)/2 = 116,98$ г/моль):



Йод – окисник середньої сили. Йодометричним методом визначають відновники та окисники. Відновники, що легко реагують з йодом, визначають прямим титруванням робочим розчином йоду, наприклад, окиснення тіосульфат-іону ($M_E(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = M(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)/1 = 158$ (г/моль):



тіосульфат-іон тетратіонат-йон

При додаванні до розчину відновника йоду останній відновлюється до йодид-аніонів. Індикатором є розчин крохмалю. В точці еквівалентності

надлишкова крапля розчину йоду змінює забарвлення індикатора в синій колір.

Відновники, які повільно реагують з йодом, визначають методом зворотного титрування: до аналізованої речовини додають надлишок стандартного розчину йоду. Після закінчення реакції, йод, що не прореагував з аналізованою речовиною, відтитровують розчином натрій тіосульфату.

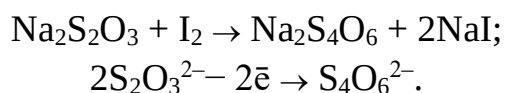
Пряме йодометричне титрування дістало широкого використання при кількісному визначенні кислот з відновними властивостями: органічних сполук, H_2S , H_3AsO_3 , H_2SO_3 , H_3SbO_3 , а також солей на їх основі.

Прямим титруванням $2\text{I}^- - 2\text{e}^- \rightarrow \text{I}_2$ окисники в йодометрії не визначають, тому їх визначають методом заміщення. Для цього при визначенні окисників до їх розчину додають надлишок KI, з якого окисник виділяє точно еквівалентну кількість йоду. Виділений йод відтитровують розчином відновника в присутності крохмалю. Індикатор в аналізований розчин вводять, коли основна маса йоду буде відтитрована і буре забарвлення розчину зміниться на солом'яно-жовте. Після цього додають індикатор, що надає розчину синього кольору і титрують до знебарвлення аналізованої суміші.

Леткість йоду та нестійкість йодид-аніонів є причинами помилок при йодометричних визначеннях. Для отримання задовільних результатів аналізу в йодометрії дотримуються певних правил. Так, роботи, пов'язані з виділенням йоду, виконують в закритих склянках. При визначенні окисників із збільшенням температури леткість йоду зростає, тому йодометричні визначення проводять на холоді.

Робочими розчинами в йодометрії є розчин йоду (використовують при визначенні відновників) та розчин натрій тіосульфату (використовують при визначенні окисників).

Стандартний розчин тіосульфату готують з фіксаналу. Для приготування *стандартизованого розчину* готують розчин $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ наближеної концентрації і стандартизують його за іншим розчином, наприклад, титрованим розчином I_2 . Рівняння цього процесу наступне:



Сполука $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ розкладається на світлі та тіобактеріями, тому розчин $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ готують на воді, вільній від CO_2 і зберігають в темних склянках.

Для приготування *стандартизованого розчину йоду* спочатку готують розчин наближеної концентрації і потім стандартизують його за титрованим розчином натрій тіосульфату.

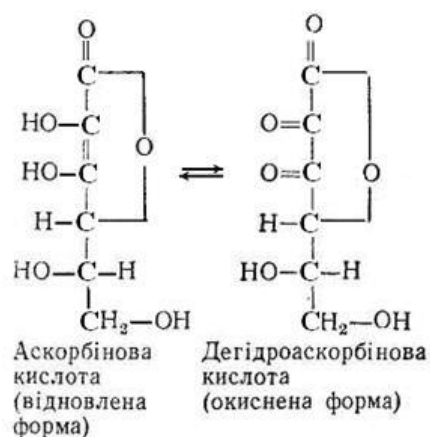
Йод погано розчиняється у воді (0,28 г/л). Значно краще він розчиняється у водних розчинах KI внаслідок утворення $\text{I}_2 \cdot \text{KI}$ (калій трийодид, KI_3). Для

розчинення кристалічного йоду в розчині КІ масу калій йодиду беруть в два-три рази більшу за масу йоду. Зберігають приготівлені розчини йоду в склянках з темного скла. В якості індикатора використовують розчин крохмалю.

Аскорбінову кислоту (АК) застосовують у медицині для лікування і профілактики авітамінозів, застуд, психічних захворювань. Потреба дорослих людей у вітаміні С залежить від віку, статі та інтенсивності праці і коливається від 70 до 108 мг / добу. При занятті спортом необхідно приймати щодня 150-200 мг цього вітаміну, при простудних захворюваннях 500-2000 мг. Соки – важливе джерело вітамінів, насамперед аскорбінової кислоти або вітаміну С.

Практична частина

Аскорбінова кислота ($f_{\text{екв}}(\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6) = \frac{1}{2}$, $M_E(\text{АК}) = 88$ г/моль) є сильним відновником і може бути виявлена йодометрично. У разі титрування йодом аскорбінова кислота окиснюється, утворюючи дегідроаскорбінову кислоту.



1. Визначення вмісту аскорбінової кислоти в соці лимону

В мірну колбу на 100 мл внести 10 мл соку лимону і долити водою до мітки і ретельно перемішати.

В конічну колбу внести 10 мл розчину лимонного соку, додати 5 мл 2%-ної сульфатної кислоти і 5 мл розчину йоду ($C_{\text{H}}(\text{I}_2)$ 0,005 моль-екв/л). Залишити в темному місці на 3-5 хв.

Титрувати розчином натрій тіосульфату ($C_{\text{H}}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,01$ моль-екв/л). Коли розчин стане солом'яно-жовтим, додати 2 мл 0,1%-го розчину крохмалю і продовжити титрування до знебарвлення розчину.

Зробити не менше трьох титрувань, розрахувати середнє значення доданого об'єму натрій тіосульфату – $V_{\text{сер}}$.

Розрахувати вміст аскорбінової кислоти в г/100 мл соку та у %.

$$m(\text{АК}) = \frac{[C_{\text{H}}(\text{I}_2) \cdot V(\text{I}_2) - C_{\text{H}}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)] \cdot M_E(\text{АК}) \cdot 100}{10}$$

Контрольні запитання та завдання

Варіант 1.

1. До 25,00 мл сульфідної кислот додали 50,00 мл 0,02 н розчину йоду, надлишок його від титрували 11,00 мл 0,02 н розчином натрій тіосульфату. Визначити $C_M(\text{H}_2\text{S})$ у вихідному розчині.

2. Які стандартні та допоміжні розчини застосовуються в йодометрії? Які причини зумовлюють нестійкість розчинів йоду та тіосульфату?

3. Навести рівняння реакції визначення вмісту тіосульфату методом йодометрії. Розставити коефіцієнти методом електронного балансу.

Варіант 2.

1. Розрахувати масу еквіваленту Na_2SO_3 при йодометричному визначенні.

2. В чому полягає сутність йодометрії? Напишіть рівняння основних реакцій

3. Пояснити, які прийоми титрування використовують у йодометрії.

Варіант 3.

1. Наважка натрій сульфід масою 1,7520 г розчинена в мірній колбі на 250 мл. На титрування 20 мл цього розчину витрачається 14,6 мл 0,05 н розчину йоду. Визначити вміст солі у зразку.

2. Як готують та зберігають розчини тіосульфату та йоду?

3. Навести рівняння реакції визначення вмісту натрій нітриту методом йодометрії. Розставити коефіцієнти методом електронного балансу.

Варіант 4.

1. Визначити концентрацію розчину йоду, якщо на титрування 40 см³, витрачено 24,68 см³ розчину $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ з титром 0,02475.

2. В яких випадках методу йодометрії має значення зміна рН? Як діють луки та сода на розчин йоду?

3. Навести характеристику індикаторів, що використовуються у йодометрії.

Варіант 5.

1. На титрування розчиненої наважки (0,1065 г) йоду витрачено 42,07 см³ розчину натрій тіосульфату. Визначити титр цього розчину.

2. Як йодометрично визначають відновники – сульфід натрію, гідрогенсульфід?

3. Чому при стандартизації розчину тіосульфату натрію по біхромату калію беруть у надлишку KI? Визначте масу еквіваленту тіосульфату натрію в його реакції з йодом?

Лабораторна робота № 6

КОМПЛЕКСОНОМЕТРІЯ. ВИЗНАЧЕННЯ ТВЕРДОСТІ ВОДИ

Мета роботи: удосконалення навичок виконання процедури титрування, освоєння методів комплексонометрії, проведення обчислень у титриметричному аналізі.

Теоретичні основи

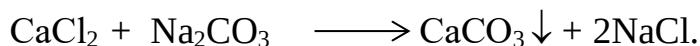
Твердістю води називають вміст у воді іонів Ca^{+2} та Mg^{+2} . В Україні твердість вимірюється у ммоль/л еквівалентів іонів кальцію і магнію. $M_E(\text{Ca}) = 20,04$ мг/ммоль, $M_E(\text{Mg}) = 12,16$ мг/ммоль.

Тверда вода має ряд негативних властивостей – утворює осади в вигляді накипу на стінках котлів, знижує миючу здатність мил, погіршує смак виготовленої їжі.

Розрізняють тимчасову, постійну і загальну твердість. Тимчасова (карбонатна) твердість зумовлена наявністю у воді розчинних бікарбонатів кальцію і магнію. Її можна усунути або кип'ятінням (утворюються нерозчинні карбонати):

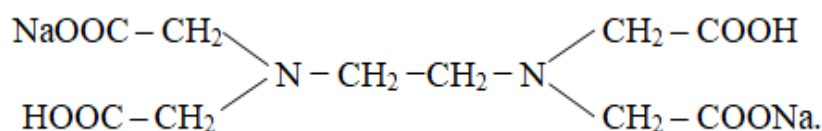


Постійна твердість зумовлена наявністю хлоридів і сульфатів кальцію та магнію. Для її зменшення воду обробляють хімічними реагентами, наприклад, розчином соди, внаслідок чого теж утворюються нерозчинні карбонати:



Загальна твердість дорівнює сумі тимчасової і постійної твердості.

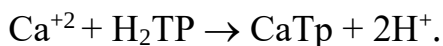
Для визначення загальної твердості зручно використовувати метод комплексонометрії. В основі цього метода лежить реакція утворення комплексної сполуки при взаємодії катіонів з комплексонами. Комплекси – органічні речовини, похідні амінокислот, які утворюють з катіонами багатьох металів розчинні у воді, стійкі і безбарвні комплекси сполуки. Одним з комплексонів є комплексон III або трилон Б – двунатрієва сіль етилендіамінтетраацетатної кислоти



У якості індикатора в методі комплексонометрії використовують речовини, які теж утворюють з металами комплексні сполуки, але вони менш міцні, ніж сполуки з комплексонами і мають характерне забарвлення. Вони

називаються металоіндикаторами. До них відносяться, наприклад, еріохром черний Т або хромовий темно-синій. Ці індикатори утворюють з іонами кальцію і магнію червоно-фіолетові комплексні сполуки. Власний колір індикаторів у слабколужному середовищі (в якому відбувається реакція) блакитно-синій. В точці еквівалентності відбувається чіткий перехід забарвлення з червоно-фіолетового кольору у блакитний.

Під час утворення внутрішньокмплесної сполуки Трилону Б з металом виділяються йони водню і середовище підкислюється:



Оскільки реакція комплексоутворення відбувається у лужному середовищі, для його підтримання в реакційну суміш додається аміачно-ацетатний буферний розчин з рН 9 – 10.

Практична частина

Дослід 1. Визначення твердості вод господарсько-побутового призначення.

1. Заповнення бюретки титрованим розчином.

Бюретку заповнюють розчином 0,1 н. або 0,05 н. розчином Трилону Б.

2. Титрування води.

У конічну колбу об'ємом 150–250 мл вміщують 20 мл природної води, виміряною мірною піпеткою, далі – ≈ 30 мл дистильованої води, 5мл аміачно-ацетатного буферного розчину і 3–4 краплі індикатору еріохром черного Т. Розчин забарвлюється у червоно-фіолетовий колір. Титрують зі свідком до утворення блакитного кольору розчину.

Відзначають об'єм витраченого на титрування розчину Трилона Б, мл.

Проводять не менш, ніж три титрування, результат обчислюють, як середнє арифметичне. Різниця між результатами окремих титрувань не повинна перевищувати 0,1 мл.

3. Розрахунок загальної твердості води. $T(\text{H}_2\text{O})$, ммоль екв/л

$$T(\text{H}_2\text{O}) = (c_{\text{н}}(\text{Тр Б}) \cdot \bar{V}(\text{Тр Б}) \cdot 1000) / V(\text{H}_2\text{O}) \text{ ммоль екв/л}$$

4. Зробити висновок про твердість природної води.

Контрольні запитання та завдання

Варіант 1

1. Записати реакції, що лежать в основі методу комплексонометрії.

2. Розрахувати титр і молярність розчину трилону Б, якщо на титрування 25 мл розчину, отриманого розчиненням 3,2813 г цинку в сульфатній кислоті та доведеного до 1000 мл пішло 24,1 мл розчину трилону Б.

3. Некарбонатна твердість води складає 3,18 ммоль/л. Визначити масу натрій фосфату, яку треба взяти для того, щоб усунути твердість 5 л води.

Варіант 2

1. Записати реакцію взаємодії магнію з комплексомом III.
2. Визначити вміст CaCl_2 у відсотках у розчині, на титрування 5 мл якого пішло 24,8 мл розчину 0,05 н. комплексона III.
3. Твердість зразка води зумовлена $\text{Fe}(\text{HCO}_3)_3$. При кип'ятінні 0,25 л води в осад випадає 4 мг ферум карбонату. Визначити твердість води.

Варіант 3

1. Записати реакцію взаємодії кальцію з комплексомом III.
2. 800 мл зразка води містить 48,6 мг кальцію гідрогенкарбонату. Визначити кількість іонів кальцію у води та її твердість.
3. Концентрація робочого розчину Трилону Б була встановлена за розчином $\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4) \cdot 12\text{H}_2\text{O}$. На 100 мл цього розчину пішло 10,30 мл розчину трилону Б. Визначити нормальність та титр робочого розчину.

Варіант 4

1. Перелічити індикатори, що використовують в комплексометрії.
2. 900 мл зразка води містить 29,6 мг магній сульфату. Визначити кількість іонів кальцію у води та її твердість.
3. Розрахувати твердість води, зумовлену йонами магнію, якщо на титрування її зразка об'ємом 20,00 мл пішло 18,15 мл 0,112 н. розчину ЕДТА.

Варіант 5

1. Коротко пояснити механізм дії індикаторів в комплексометрії.
2. 1000 мл зразка води містить 48,6 мг кальцію гідрогенкарбонату та 29,6 мг магнію гідрогенкарбонату. Визначити нормальну концентрацію йонів кальцію у воді та її твердість.
3. Розрахувати твердість води, зумовлену йонами кальцію, якщо на титрування її зразка об'ємом 19,00 мл пішло 18,15 мл 0,112 н. розчину трилону Б.

Лабораторна робота № 7

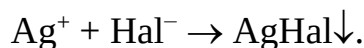
МЕТОДИ ОСАДЖЕННЯ.

ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ХЛОРИД-ІОНІВ У ВОДІ

Мета роботи: удосконалення навичок виконання процедури титрування, освоєння методів осадження, проведення обчислень у титриметричному аналізі

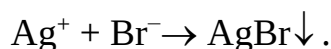
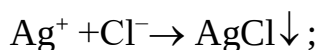
Теоретичні основи

Суть методів осадження полягає в тому, що речовина, яка визначається кількісно переводиться в осад. Кількість речовини визначають за витраченим об'ємом робочого розчину. Найчастіше використовують аргентометрію (робочий розчин – аргентум нітрат AgNO_3), за якою визначають вміст галогенів в різних об'єктах. Точка еквівалентності в цих методах може бути визначена без індикатора, або з індикатором. Метод ґрунтується на реакції взаємодії галогенід-іонів з розчином AgNO_3 :

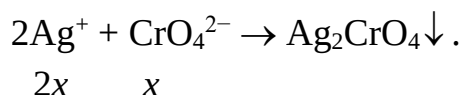


Серед аргентометричних методів найбільшого використання дістав метод Мора.

При взаємодії аналізованої речовини з робочим розчином утворюються нерозчинні осад аргентум хлориду та аргентум броміду:



Як індикатор використовують калій хромат K_2CrO_4 , що утворює з Ag^+ осад червоно-цегляного кольору:

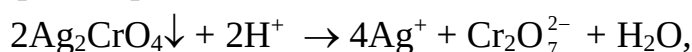


Якщо позначити за x концентрацію CrO_4^{2-} , а концентрацію йонів Ag^+ – за $2x$, то добуток розчинності K_S , виражений через ці концентрації буде дорівнювати:

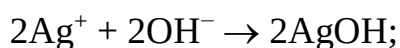
$$K_S = [\text{Ag}^+]^2 \cdot [\text{CrO}_4^{2-}] = (2x)^2 \cdot x = 4x^3$$

Розчинність (концентрація) речовини Ag_2CrO_4 буде дорівнювати $S(\text{Ag}_2\text{CrO}_4) = \sqrt[3]{\frac{K_S^0}{4}} = 6,5 \cdot 10^{-5} \text{ M}$. Вона є більшою у порівнянні з розчинністю речовин AgCl та AgBr ($S(\text{AgCl}) = 1,3 \cdot 10^{-5} \text{ M}$; $S(\text{AgBr}) = 7,2 \cdot 10^{-7} \text{ M}$), тому Ag_2CrO_4 не утворюється до тих пір, поки не будуть повністю осаджені хлорид- та бромід-іони.

Метод Мора використовують для визначення йонів галогенів тільки в нейтральних або слабко лужних середовищах (pH 7 – 10), тому що в кислих розчинах аргентум хромат розчиняється:



а в сильно лужних розчинах (pH > 10) солі аргентуму перетворюються на оксид:



При $pH > 7,2$ солі амонію заважають визначенню, внаслідок утворення комплексного йону $[Ag(NH_3)_2]^+$. Також визначенню заважають сполуки барію, бісмуту (III), плумбуму (II), які утворюють кольорові осадки з хромат-іонами; сульфіти, сульфіді та тіосульфати. Аніони звичайно розкладають пероксидом водню у лужному середовищі. Фосфат-іони заважають при концентрації понад 25 мг/л. Іони Fe (III) при концентрації понад 10 мг/л заважають точному встановленню точки еквівалентності внаслідок власного забарвлення.

Хлориди є неодмінною складовою більшості природних вод. Значні концентрації хлоридів є показником забруднення води побутовими та деякими промисловими стічними водами. Вміст хлоридів визначають виражають у ммоль еквівалентів або в мг хлоридів в 1 л води. Для визначення вмісту хлорид-іонів в природних водах використовується метод Мора.

Цей метод також широко застосовується при аналізі харчових продуктів. Ним визначають кількість повареної солі у ковбасі, солоній рибі, маслі та інших продуктах. Його використовують також, при аналізі деяких фармпрепаратів, наприклад, хлоридів та бромідів натрію і калію.

Метод Мора застосовують для визначення хлоридів у розчинах при концентрації понад 2 мг/л. Без додаткового розбавлення можна титрувати проби води з концентрацією хлоридів до 400 мг/л. Залежно від концентрації хлоридів пробу титрують 0,1; 0,05 або 0,02 моль/л робочими розчинами нітрату срібла. Титруванням розчином нітрату срібла визначають також броміди, йодиди та ціаніди; останні розкладають пероксидом водню в лужному середовищі.

За методикою визначення для аналізу відбирають певний об'єм природної води, додають розчин калій хромату і титрують розчином нітрату срібла з відповідною концентрацією (0,1; 0,05 або 0,02 моль/л) до зміни кольору від лимонно-жовтого до цегляного.

Практична частина

Порядок роботи

1. Природну воду з концентрацією хлорид-іонів 10-20 мг/л об'ємом 25 мл ($V_{\text{проби}}$, виміряти піпеткою) помістити у конічну колбу на 250 мл й додати 100 мл дистильованої води (виміряти циліндром). Далі додати п'ять крапель розчину калій хромату K_2CrO_4 .

2. Бюретку заповнити 0,05 н розчином аргентум нітрату $AgNO_3$.

3. Провести титрування зразка води до появи осаду цегляного кольору. Виконати не менше трьох титрувань, знайти середній результат – $V_{\text{сеп}}(AgNO_3)$.

4. Розрахувати вміст хлорид-іонів – $C(Cl^-)$ мг/дм³ за формулою:

$$C(\text{Cl}^-) = \frac{V_{\text{сер}}(\text{AgNO}_3) \cdot C_{\text{н}}(\text{AgNO}_3) \cdot M_{\text{Е}}(\text{Cl}^-) \cdot 1000}{V_{\text{проби}}},$$

де $V_{\text{сер}}(\text{AgNO}_3)$ – середнє значення об'єму AgNO_3 , що витратився на титрування; $C_{\text{н}}(\text{AgNO}_3)$ – нормальність розчину солі аргентуму; $M_{\text{Е}}(\text{Cl}^-)$ – молярна маса еквівалента хлорид-іона; 1000 – коефіцієнт перерахунку г в мг; $V_{\text{проби}}$ – об'єм проби води, що взята на аналіз.

Зробити загальні висновки по роботі.

Контрольні запитання та завдання

Варіант 1

1. Навести приклади катіонів і аніонів, що заважають при визначенні хлорид-іонів методом Мора. Відповідь пояснити.

2. Перелічити вимоги до реакцій осадження в титриметрії.

3. Визначити об'єм води, який потрібно додати води до 100 мл 0,1 М розчину нітрату аргентуму, щоб отримати точно 0,05 н розчин.

Варіант 2

1. В чому полягає сутність методу Мора? Зазначте умови його виконання.

2. Дайте обґрунтування застосування безіндикаторного способу визначення точки еквівалентності в аргентометрії.

3. Скільки відсотків калій хлориду містить зразок, якщо наважка в 2,586 г розчинена у воді. Розчин розведений в мірній колбі до 250 см³. На титрування 20,0 см³ даного розчину витрачається 18,5 см³ 0,1 М розчину аргентум нітрату.

Варіант 3

1. Який індикатор використовують в методі Мора і на чому заснована його дія?

2. Пояснити, на чому ґрунтується метод Фольгарда.

3. Для аналізу видана наважка речовини, що містить броміди. Наважку масою 0,40 г розчинили у дистильованій воді і додали 25,1 см³ 0,11 М розчину AgNO_3 . На титрування надлишку AgNO_3 витратили 3,73 см³ 0,121 М розчину NH_4SCN . Обчисліть масову частку Броду в наважці речовини.

Варіант 4

1. Пояснити дію індикатору у методі Фольгарда.

2. Для аналізу видана речовини, що містить броміди. Наважку масою 0,40 г розчинили у дистильованій воді й додали 25,08 см³ 0,11 М розчину AgNO_3 . На титрування надлишку AgNO_3 витратили 3,73 см³ 0,12 М розчину NH_4SCN . Обчислити масову частку Броду в наважці речовини.

3. Обчислити добуток розчинності аргентум сульфату, розчинність якого при 20° дорівнює 0,79 г на 100 г води.

Варіант 5

1. Пояснити механізм дії адсорбційних індикаторів.
2. Навести класифікацію методів осадження.
3. Наважку технічного BaCl_2 масою 1,7378 г розчинили у мірній колбі місткістю 250 см^3 . На титрування 25 см^3 приготовленого розчину витратили $30,05 \text{ см}^3$ $0,047 \text{ M}$ розчину AgNO_3 . Обчислити масову частку барій хлориду в технічному зразку.

Лабораторна робота № 8

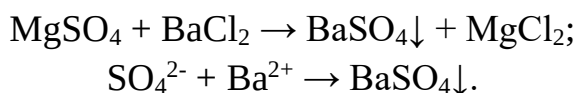
ГРАВІМЕТРИЯ.

ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ СУЛЬФАТ-ІОНІВ У МАГНІЙ СУЛЬФАТІ

Мета роботи: визначити масову частку сульфат-іонів у препараті, розрахувати абсолютну і відносну помилки експерименту.

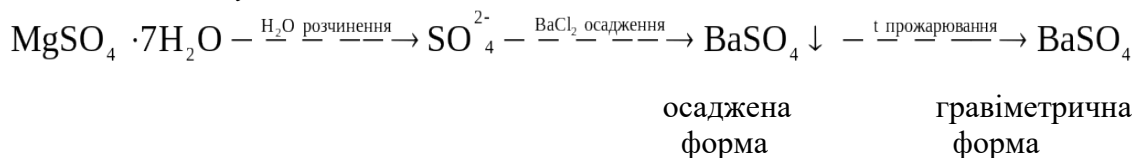
Теоретичні основи

Суть методу: визначення сульфат-іонів в препараті магній сульфату відноситься до методу осадження та засновано на практично незворотній хімічній реакції:



Наважку препарату магній сульфату розчиняють у дистильованій воді, SO_4^{2-} -іони осаджують розчином барій хлориду у вигляді малорозчинного осаду барій сульфату; одержаний осад фільтрують, промивають, висушують, прожарюють до постійної маси та зважують. Через масу зваженого осаду барій сульфату розраховують вміст сульфат-іонів.

Схема аналізу:



Практична частина

Порядок роботи

1. Розрахунок маси наважки кристалогідрату магній сульфату

$$m_{\text{н}}(\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = \frac{0,4 \cdot F_{\text{SO}_4^{2-} / \text{BaSO}_4}}{W_{\text{теор.}}(\text{SO}_4^{2-})} \cdot 100, \text{ г}$$

де: 0,4 г – маса кристалічного осаду, яку треба отримати; $W_{\text{теор.}}(\text{SO}_4^{2-})$ – приблизна теоретична масова частка сульфат-іонів в кристалогідраті, %:

$$W_{\text{теор.}}(\text{SO}_4^{2-}) = \frac{M(\text{SO}_4^{2-})}{M(\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O})} \cdot 100, \%$$

$$W_{\text{теор.}}(\text{SO}_4^{2-}) = \frac{96}{246} \cdot 100 \approx 39 (\%)$$

$F_{\text{SO}_4^{2-}/\text{BaSO}_4}$ – гравіметричний фактор:

$$F_{\text{SO}_4^{2-}/\text{BaSO}_4} = \frac{M(\text{SO}_4^{2-})}{M(\text{BaSO}_4)} = 0,4116$$

$$m_{\text{н}}(\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = \frac{0,4 \cdot 0,4116}{39} \cdot 100 \approx 0,4 (\text{г})$$

2. *Взяття наважки препарату на аналітичних терезах у межах $m_{\text{н}} \pm 0,1$ г. Результати зважування занести в лабораторний журнал.*

$m_{\text{бюксу з наважкою}}$	24,6545
$m_{\text{бюксу}}$	24,2445
$m_{\text{наважки}}$	



3. *Приготування розчину MgSO_4 в термостійкому хімічному стакані об'ємом 150 см^3*

Наважку $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ кількісно перенести у хімічний стакан, розчинити в 30 см^3 дистильованої води, додати 2 см^3 10 % розчину хлоридної кислоти.

4. *Розрахунок об'єму розчину осаджувача*

$$V(\text{BaCl}_2) = \frac{1,5 m_{\text{н}}(\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) \cdot 1000}{M_E(\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) \cdot C_{\text{н}}(\text{BaCl}_2)},$$

де: 1,5 – коефіцієнт надлишку осаджувача (розчин барій хлориду не леткий, тому розрахований об'єм осаджувача збільшують на 50 %);

$C_{\text{н}}(\text{BaCl}_2)$ – молярна концентрація еквіваленту 1 моль/дм³.

$$V(\text{BaCl}_2) = \frac{1,5 \cdot 0,4 \cdot 1000}{123 \cdot 1} = 5 \text{ см}^3.$$

5. *Приготування розчину осаджувача в термостійкому хімічному стакані об'ємом 100 см^3*

У хімічний стакан за допомогою мірного циліндру відмірити 5 см^3 розчину барій хлориду з $C_{\text{м}}(\text{BaCl}_2) = 1 \text{ моль/дм}^3$ та додати 50 см^3 дистильованої води.

6. *Осадження іонів SO_4^{2-} згідно до умов одержання кристалічних осадів*
Обидва стакани з розчинами одночасно нагріти на водяній бані до 60°C .

Потім до розчину MgSO_4 повільно, по краплях, при безперервному перемішуванні скляною паличкою, додати розчин барій хлориду.

7. *Перевірка на повноту осаження*

Коли рідина над осадом посвітлішає, перевірити повноту осаження.

8. *Дозрівання осаду* – це процес збільшення кристалів осаду за розрахунок розчинення дрібних кристалів та осадження їх на більш великих кристалах. Це пасивний процес, тому зводиться до перебування осаду у теплі на протязі доби.

Стакан з осадом і скляною паличкою накрити папером, щоб виключити попадання пилу, і залишити для дозрівання осаду до наступного заняття.

9. Декантація, фільтрування та промивання осаду

Зібрати установку для фільтрування. Використовувати беззольний фільтр «синя стрічка». Спочатку відділення осаду від розчину вести *декантацією* – зливати по скляній паличці на фільтр розчин до тих пір, доки осад не почне змучуватися. Коли майже увесь розчин злитий і осад починає змучуватися, у стакан з осадом додати 50 см³ промивної рідини (суміш дистильованої води та декількох крапель розчину осаджувача) і перемішати осад скляною паличкою, дати відстоятися та знов декантувати. Цю операцію повторити тричі.

Далі осад перенести на фільтр, при цьому направляти струмінь з промивалки на стінки стакану. Потім осад на фільтрі ще раз промити дистильованою водою.

10. Висушування осаду на фільтрі

Фільтр з осадом разом із лійкою підсушити в сушильній шафі при температурі 105°C так, щоб папір не був пересушений.

11. Озолення фільтру – це процес спалювання фільтру

Фільтр зняти з лійки, згорнути його та перенести у тигель доведений до постійної маси. Тигель помістити у муфельну піч і провести озолення фільтру.

12. Прожарювання осаду у муфельній печі при температурі 800°C протягом 1 години

13. Охолодження тиглю з осадом в ексікаторі та зважування на аналітичних терезах

Результат зважування:

$m_{\text{тиглю з гравіметричною формою (гр.ф.)}}$, Г	37,8700
--	---------

14. Прожарювання осаду до постійної маси.

Результати зважування:

$m'_{\text{т з гр.ф.}}$, Г	37,8666
$m_{\text{т}}$, Г	37,4555
$m_{\text{гр.ф.}}$, Г	=

15. Розрахунок результатів аналізу.

15.1. Розрахунок практичної масової частки сульфат-іонів у препараті магній сульфату:

$$W_{\text{пр.}}(\text{SO}_4^{2-}) = \frac{m_{\text{гр.ф.}}(\text{BaSO}_4) \cdot F_{\text{SO}_4^{2-}/\text{BaSO}_4}}{m_{\text{нав.}}(\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O})} \cdot 100, \%$$

15.2. Розрахунок абсолютної похибки аналізу. $\Delta = |W_{\text{теор.}} - W_{\text{пр.}}|, \%$

15.3. Розрахунок відносної похибки аналізу. $\delta = \frac{\Delta}{W_{\text{теор.}}} \cdot 100, \%$

16. Висновки.

Лабораторна робота № 9 ФОТОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ІОНІВ ЗАЛІЗА В ПРИРОДНИХ ВОДАХ

Мета роботи: ознайомлення з принципом роботи спектрофотометра та концентраційного фотоколориметра, придбання навичок роботи на них, побудови градувального графіка та визначення невідомої концентрації певної речовини

Теоретичні основи

Фотометрія відноситься до методів молекулярної абсорбційної спектроскопії й заснована на поглинанні речовинами електромагнітного випромінювання. У залежності від енергії фотонів, що поглинаються, розрізняють абсорбційну спектроскопію у видимій, ультрафіолетовій, інфрачервоній та ін. областях.

Енергія фотонів у УФ- і видимій областях спектра достатня для переходів валентних електронів у молекулі з одного енергетичного рівня на інший. Цей перехід завжди супроводжується зміною коливальної й обертальної енергій. Тому молекулярний спектр складається з багатьох спектральних ліній, що зливаються в одну смугу поглинання.

Закони світлопоглинання

Закон Бугера–Ламберта–Бера. Математичний вираз закону такий:

$$\lg \frac{I_0}{I} = \varepsilon l c \quad \text{або} \quad A = \varepsilon l C_M,$$

де: l – товщина шару (см) світлопоглинаючої речовини з молярною концентрацією C_M , I_0 – інтенсивність потоку падаючого світла, I – інтенсивність світла на виході із шару світлопоглинаючої речовини, $I < I_0$ (потік послаблюється); ε – молярний коефіцієнт поглинання (погашення), A – оптична густина дослідженого розчину.

Значення ε характеризує здатність речовини поглинати світло, що визначається будовою молекули. Квантово-механічними розрахунками показано, що для молекул у розчинах максимальна величина ε складає порядку 10^5 (на практиці звичайно 10^3 – 10^4).

Величину I/I_0 називають *пропущенням* і позначають T ($0 < T < 1$). Оптична густина $A = \lg \frac{I_0}{I} = -\lg T$ (при $T = 1$ A дорівнює 0, а при $T = 0$ – нескінченності).

Основний закон світлопоглинання не враховує природу поглинаючого середовища й характер випромінювання, що поглинається. Тому він є універсальним і справедливим для всіх абсорбційних спектроскопічних методів.

Відхилення від основного закону світлопоглинання

У дійсності лінійний характер залежності $A = f(C)$ часто порушується, особливо в області високих концентрацій чи значень оптичних густин. Основні причини цього явища складаються в *немонохроматичності світла, його розсіянні та відбитті* й приводять до негативних відхилень від основного закону світлопоглинання. Ці ефекти компенсують, використовуючи прозорі розчини (для зменшення світлорозсіювання) та розчин порівняння (у найпростішому випадку їм є чистий розчинник або розчин контрольного досліджу, що містить усі компоненти, крім визначаємого).

На стан систем також впливають *хімічні процеси* в них. Там можуть спостерігатися процеси протонування, депротонування, дисоціації, взаємодія з розчинником, іншими компонентами розчину. Відхилення від основного закону внаслідок хімічних причин можуть бути як негативними, так і позитивними.

Крім того, порушення можуть бути пов'язаними зі зміною коефіцієнта переломлення середовища. При малих концентраціях речовини цією характеристикою нехтують.

Всі відхилення приводять до зміни величини молярного коефіцієнта світлопоглинання.

2. *Закон аддитивності оптичних густин.* Якщо в розчині присутній кілька поглинаючих речовин, то оптична густина розчину дорівнює сумі внесків кожного з компонентів:

$$A = \varepsilon_1 l C_1 + \varepsilon_2 l C_2 + \varepsilon_3 l C_3 + \dots$$

Метрологічні характеристики спектрофотометричних методів

Нижня границя визначування концентрацій. Мінімальне значення $A_{\min}$, яке можна виміряти з необхідною точністю складає 0,01, а величини l , які найчастіше використовуються в аналітичній практиці, дорівнюють 1 см.

Звідси C_{min} складають $10^{-7} M$ (практично вимірюють концентрації 10^{-6} – $10^{-4} M$, чи $0,1 \div 10$ мкг/мл). Спектрофотометричні методи відносяться до середньо чутливих.

Відтворюваність. Випадкові погрішності, що зумовлюють відтворюваність результатів аналізу, викликані погрішностями при готуванні аналізованих розчинів; повнотою переведення визначуваних компонентів у сполуки, що підлягають фотометруванню, впливом сторонніх компонентів і ін.

Не всі значення A и T можна вимірити з однаковою точністю. Існує оптимальний діапазон виміру світлопоглинання. Для визначення концентрації з погрішністю, що не перевищує подвоєної мінімальної, треба вимірювати оптичну густину в діапазоні 0,1–1,0 на спектрофотометрах і 0,1–0,7 – на фотоелектроколориметрах. При вимірі дуже низьких чи дуже високих значень A погрішність різко зростає.

Селективність. Найважливішим фактором, що обмежує селективність у спектрофотометрії, є спектральна ширина молекулярних смуг поглинання в розчинах (вона складає десятки нанометрів) і зв'язана з цим висока імовірність перекривання спектрів компонентів. Крім того, спектр поглинання комплексу часто зумовлений поглинанням реагенту. Тому спектрофотометричні методи є неселективними. Селективність забезпечують головним чином на стадії пробопідготовки – вибором реагенту, селективно взаємодіючого з обумовленою речовиною з утворенням забарвленого продукту, а також умов визначення (варіювання рН, маскування, розділення компонентів екстракцією та ін).

Характеристики спектрів поглинання

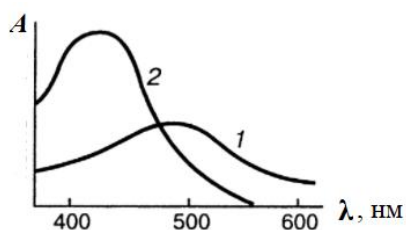


Рис.1. Спектри поглинання водних розчинів ферум саліцилату при рН 2(1) рН 9 (2) при $l = 1$ см.

Електронні спектри поглинання представляють собою залежність оптичної густини, пропущення або молярного коефіцієнта поглинання від довжини хвилі світла чи хвильового числа. Довжина хвилі, при якій спостерігається максимальне поглинання позначається λ_{max} , а відповідний цьому значенню є ϵ_{max} (див. рис.1.). Положення максимуму поглинання є важливою оптичною характеристикою речовини, а характер і вид спектра характеризують його якісну індивідуальність. Спектри поглинання знімають спектрофотометрах, наприклад, Specord UV VIS (Німеччина), СФ-16 (Росія). У забарвлених речовинах максимум поглинання знаходиться переважно у видимій області

спектру (340–700 нм), зустрічаються додаткові смуги в інших областях спектру. Зміна складу, будови та концентрації поглинаючих речовин приводить до зміни спектральних властивостей поглинаючих систем.

Виходячи із спектрів поглинання, вибирають оптимальну довжину світла, при якій у фотоколориметрі визначають оптичну густину. Для сульфосаліцилатного комплексу феруму $\lambda_{\text{опт}} = 430 - 450$ нм.

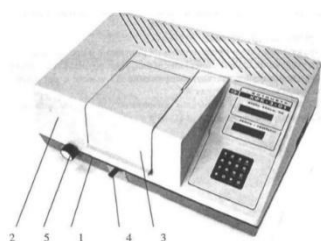
Будова і принцип роботи фотоколориметра КФК 3

Прилад включає джерело випромінювання, монохроматор чи світлофільтр для виділення смуги визначеної ширини, кюветне відділення, детектор, перетворювач і індикатор сигналу.

Джерелом випромінювання видимого світла є галогенна лампа КГМ12-10-2, в УФ-області – водневі та дейтерієві лампи.

Монохроматор призначений для виділення випромінювання заданого спектрального складу та складається з корпусу, вузла вхідної щілини, сферичного дзеркала, дифракційної ґратки, вузла вихідної щілини.

Об'єктом спектрофотометричних вимірів є розчини. Досліджений розчин поміщають у кювету – посуд з плоскими рівнобіжними прозорими гранями. Розчин порівняння і досліджений розчин поміщають у кювети однакової товщини.



Для прийому сигналу застосовують фотомножники або фотоелементи.

Рис.2. Зовнішній вигляд КФК -03-01.

Зовнішній вигляд фотометра представлений рис. 2. Фотометр виконаний одним блоком. На металевій основі 1 закріплені окремі вузли, які закриваються кожухом 2.

Кюветне відділення закривається кришкою, що знімається 3. Введення в світловий пучок однієї або іншої кювети здійснюється переміщенням ручки 4 до упору вліво або право. При встановленні ручки до упору вліво у світловий пучок вводиться кювета з «холостим пробою» (розчинником або контрольним розчином), при встановленні ручки до упору вправо – у світловий пучок вводиться кювета з досліджуванним розчином. При відкритій кришці кюветного відділення шторка автоматично перекриває світловий потік.

Ручка 5 служить для повороту дифракційної решітки та встановлення необхідної довжини хвилі. Спектральний інтервал, що виділяється складає не більше 5 нм.

Однопроменевий фотоколориметр КФК-3 призначений для виміру пропущення, оптичної густини й концентрації забарвлених розчинів,

суспензій, емульсій і колоїдних розчинів в області спектра 315–990 нм. Межі виміру пропускання 100 – 5% ($A = 0 - 1,3$).

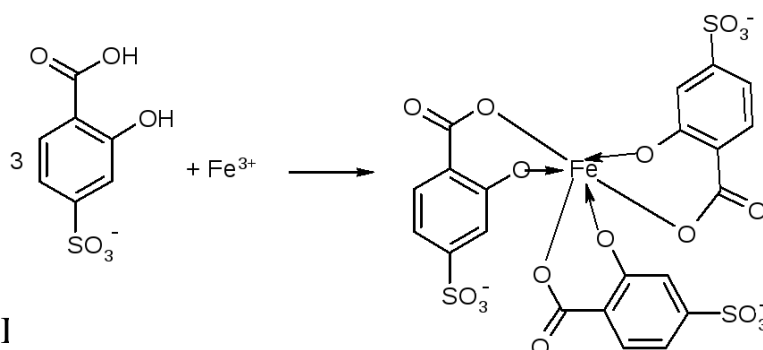
Послідовність операцій при визначенні концентрації речовини в розчині (вибір світлофільтра, кювет, способу вимірів) на приладі КФК-3 такий.

1. Підключити пристрій до джерела струму, почекати 15 хвилин для стабілізації режиму роботи;
2. Виставити необхідний інтервал довжини хвиль рукояткою 5;
3. Встановити “електричний нуль” за допомогою ручки 6 (грубо та точно);
4. В кюветне відділення встановити розчин порівняння і настроїти положення стрілки на 0;
5. В кюветне відділення встановити досліджений розчин і виміряти його оптичну густину.

Для визначення концентрації відомої речовини найчастіше використовується метод градуйованого графіка, який полягає у приготуванні серії розчинів з відомою концентрацією, отриманні значень оптичної густини цих розчинів при оптимальній довжині хвилі, будівництві графіка. Потім готується розчин з невідомою концентрацією, вимірюється його оптична густина і по графіку визначається концентрація.

Визначення вмісту заліза методом градуйовального графіка з сульфосаліциловою кислотою

В основі методу лежить реакція комплексоутворення між іонами Феруму та 5-моносальфосаліцилової кислоти з утворенням $\text{Fe}(\text{SSal})_n$, де $n = 1, 2$ чи 3 .



$\text{Fe}(\text{I})$ різні за складом комплекси в залежності від кислотності середовища. При $\text{pH } 1,8 \div 2,5$ утворюється комплекс $\text{Fe}(\text{SSal})$ червоного-фіолетового кольору ($\lambda_{\text{max}} = 510 \text{ нм}$, $\epsilon = 1,8 \cdot 10^3$); при $\text{pH } 8,0 \div 11,5$ утворюється комплекс $\text{Fe}(\text{SSal})_3^{3-}$ жовтого кольору ($\lambda_{\text{max}} = 416 \text{ нм}$ (див. рис.1), $\epsilon = 5,8 \cdot 10^4$). Перший комплекс використовується для визначення $\text{Fe}(\text{II})$, другий – для спільного визначення $\text{Fe}(\text{II})$ та $\text{Fe}(\text{III})$. При

$\text{pH} > 12$ сульфосаліцилати Феруму розкладаються з утворенням осаду основних солей та гідроксидів.

Сульфосаліцилатний метод можна застосовувати для визначення Феруму в присутності фосфат-, хлорид-, фторид-аніонів, які заважають визначенню його роданідним методом. Катіони, що утворюють комплексні сполуки з сульфосаліциловою кислотою (Al^{3+} , Cu^{2+} , Pb^{2+}), ускладнюють визначення заліза. Присутність у розчині окисників та відновників небажано. Межа виявлення – 0,1 мг Fe/л.

Методика визначення

Для приготування стандартних розчинів заліза в мірні колби на 50 мл вносять 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 мл стандартного розчину, який містить 0,06 мг Fe в 1мл (він готується заздалегідь розчиненням 0,5190 г солі $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_4 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$ в 1 л дистильованої води з додаванням 5 мл H_2SO_4 конц.). Далі в ці колби додається 5,0 мл 10%-го розчину сульфосаліцилової кислоти (вимірюється піпеткою) та 5,0 мл 10%-го розчину амоніаку, все ретельно перемішується й додається вода до мітки. Через 5 хвилин отриманий розчин фотометрується в кюветі товщиною 1 см при $\lambda = 413$ нм. Розчином порівняння є розчин реагенту той же концентрації з такими ж компонентами розчину. За поданими точками будується градувальний графік і по ньому знаходиться невідома концентрація заліза в зразку.

Порядок роботи

1. Розглянути отриманий заздалегідь спектр поглинання сполуки, концентрація якої визначається. Виходячи з спектра, визначити приблизну довжину хвилі при максимальному поглинанні.

2. Вислухати пояснення викладача щодо порядку роботи з концентраційним фотоколориметром КФК-2. Коротко записати методику підбору та встановлення світлофільтра, користування кюветами, визначення оптичної густини по шкалі.

3. Приготувати розчини для побудови градувального графіку.

4. Приготувати розчин порівняння, що містить всі компоненти, крім іону заліза.

5. На фотоколориметрі визначити оптичні густини розчинів.

6. Скласти таблицю за поданим зразком

№ п/п	Кількість мл розчину Fe	Концентрація Fe в г/мл	A
1	0,5		0,095

2	1,0		0,146
3	1,5		0,16
4	2,0		0,23
5	2,5		0,3

7. Побудувати градувальний графік залежності $A = f(C)$.

8. Отримати у викладача розчин солі заліза (природна вода або її імітат) з невідомою концентрацією і визначити її. Приготування зразку для фотометрування аналогічно приготуванню стандартних розчинів. Об'єм взятої для аналізу води 1 – 3 мл.

9. Зробити загальний висновок по роботі.

Контрольні запитання та завдання

Варіант 1

1. Класифікація спектроскопічних методів аналізу за природою електромагнітного випромінювання.
2. Загальні умови колориметричних визначень.
3. Визначити оптичну густину речовини з концентрацією C , яка при товщині шару 1 см поглинає 50 % світла.

Варіант 2

1. Охарактеризувати молекулярні та атомні спектри.
2. Пояснити суть колориметричних визначень.
3. Визначити концентрацію забарвленої речовини за таких умов: товщина поглинаючого шару 2 см, оптична густина дорівнює 0,7, молярний коефіцієнт світло поглинання $3 \cdot 10^4$.

Варіант 3

1. Принципи і методи атомно-емісійної спектроскопії.
2. Головні переваги спектрофотометричних методів.
3. Визначити оптичну густину забарвленої речовини, якщо $l = 2$ см, $\varepsilon = 5 \cdot 10^3$, $C = 10^{-4}$ моль/л.

Варіант 4

1. Закони світлопоглинання.
2. Охарактеризувати типи реакцій, що використовуються у фотометричному аналізі.
3. Забарвлена сполука заліза при товщині кювети 1 см і концентрації $1 \cdot 10^5$ моль/л має оптичну густину 0,9. знайти молярний коефіцієнт світлопоглинання.

Варіант 5

1. Причини відхилення від основного закону світлопоглинання.

2. Пояснити визначення невідомої величини методом побудови градууювального графіка.

3. Для визначення міді в об'єкті з наважки масою 0,325 г після розчинення та обробки амоніаком було отримано 250 мл забарвленого розчину, оптична густина якого в кюветі товщиною 2 см дорівнює 0,254. Визначити вміст міді, якщо $\varepsilon = 423$.

Лабораторна робота № 10 ФОТОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ФОСФОРУ В ПРИРОДНИХ ВОДАХ

Мета роботи: ознайомлення з принципом роботи спектрофотометра та концентраційного фотоколориметра КФК-3-01, придбання навичок роботи на них, визначення невідомої концентрації певної речовини методом додатків і методом диференціальної спектрофотометрії

Теоретичні основи

Метод додатків використовується при аналізі невеликої кількості зразків, коли побудова градууювального графіка недоцільна. Цей метод дозволяє більш повно виключити вплив складу розчину, що аналізується. Спочатку вимірюють оптичну гуστину розчину з невідомою концентрацією C_x визначаємої речовини – A_x . Далі в досліджений розчин вводять відому кількість розчину з відомою концентрацією цієї речовини C_a та знов вимірюють оптичну гуστину розчину A_{x+a} . Невідому концентрацію знаходять розрахунком або графічним шляхом.

Оптична густина дослідженого розчину $A_x = \varepsilon C_x l$, розчину з додатком $A_{x+a} = \varepsilon C_{x+a} l$.

Виходячи з цих рівнянь

$$C_x = \frac{C_a A_x}{A_{x+a} - A_x}.$$

При графічному способі знаходження невідомої концентрації розчину проводять наступне. В три однакові мірні колби вносять однакові кількості дослідженого розчину, в другу та третю колби додають певні кількості розчину з відомою концентрацією – a_1 та a_2 . Вимірюють оптичні густини цих розчинів – $A_x, A_{x+a_1}, A_{x+a_2}$

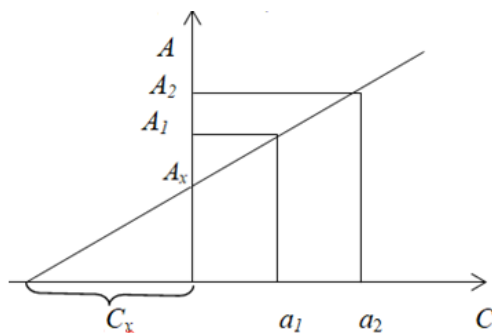


Рис. Залежність оптичної густини від концентрації

На осі абсцис відкладають додаткові кількості стандартного розчину, на осі ординат – відповідні їм оптичні густини розчинів. Через отримані три точки проводять пряму лінію до перетинання її з віссю концентрації. Абсолютне значення відрізка OC_x відповідає невідомій концентрації розчину.

Диференційна фотометрія використовується для визначення порівняльно високих концентрацій речовин, коли звичайні методи не використовуються з-за високих значень оптичної густини. Для зменшення цих показників досліджуваній розчин можна розбавляти (при цьому можливі побічні процеси, наприклад, посилення гідролізу та ін.), або використовувати у якості розчину порівняння розчин з достатньо великою концентрацією визначуваної речовини. Важливо те, щоб розчин порівняння мав менше значення оптичної густини, ніж досліджуваний.

При використанні цього метода готують два розчини, що містять всі компоненти аналізованої системи. Один з них, з відомою невеликою концентрацією, виконує роль розчину порівняння. Кювету з ним поміщають на шляху світлового пучка і встановлюють стрілку індикаторного пристрою на нулі. Другий розчин з невідомою концентрацією поміщають у другу кювету та вимірюють його оптичну густину $A_{\text{від}}$ відносно першого розчину. Розрахунок проводять за формулою $A_{\text{від}} = \varepsilon l(C_x - C_0)$.

Визначення фосфат-іонів

Визначення фосфат-іонів у природних водах і очищених стічних водах на рівні ГДК є актуальною задачею, оскільки саме зміст фосфатів дозволяє контролювати процес евтрофікації – надмірного зростання біологічної рослинності водойм (особливо водоростей і планктону), що призводить до інтенсивного “цвітіння” у весняно-осінній період. До прискорення евтрофікації приводить забруднення біогенними елементами (С, Р, N, S), що попадають у водойми зі стічними та дощовими водами, стоками з полів, з донних відкладень тощо. Відомо, що при концентрації фосфору у воді нижче 0,5 мг/л зростання водоростей обмежується, а при концентрації нижче 0,05 мг/л майже цілком припиняється.

Фосфор у природній і міській стічній водах знаходиться у виді ортофосфатів, поліфосфатів і органофосфатів у розчинні і нерозчинні

формах. Основним джерелом ортофосфатів є миючі засоби, поліфосфати застосовуються в промисловості та побуті в якості пом'якшувачів води. Органофосфати представлені фосфоліпідами, фосфорними ефірами цукрів і нуклеозід-фосфатами. Середні ортофосфати, поліфосфати й орґанофосфати у воді піддаються ступінчатому гідролізу, переходячи в кислі ортофосфати. Присутність бактерій прискорює процес гідролізу.

Зміст фосфоровмісних сполук регламентується в залежності від природи і призначення вод. Так, ГДК фосфат-іонів для деяких типів вод наступні: вода питна – 3,5 мг/л, вода водопровідна – 0,4 мг/л, водойми проточні – 0,1 мг/л, озера, ставки – 0,05 мг/л, вода в системах теплопостачання – 0,030 мг/л у перерахуванні на фосфор.

Оскільки далеко не для всіх фосфоровмісних речовин розроблені індивідуальні методи аналізу, нерідко їх приходиться знаходити груповим методом по загальному вмісту фосфат-іона.

Зараз найбільш часто для визначення малих кількостей фосфат-іона у водах використовують фотометричні методи і серед них більшість методик зв'язана з переведенням його в жовту фосфоромолібденову гетерополікислоту (ФМК) чи в її відновлену форму синього кольору.

Жовта гетерополікислота утворюється при додаванні надлишку розчину молибдата амонію $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ до кислого розчину, що містить ортофосфат-іон і має формулу $\text{H}_3[\text{P}(\text{Mo}_3\text{O}_{10})_4] \cdot x\text{H}_2\text{O}$. Під дією відновників (аскорбінова кислота, хлорид олова(II), ін.) у сильнокислому середовищі ($\text{pH} = 0$) ФМК перетворюється в інтенсивно забарвлену синю сполуку з максимумом поглинання при 820–830 нм.

З метою концентрування фосфат-іона, відділення його від іонів, що заважають, і надлишку молібдат-іону, а також підвищення чутливості визначення використовують екстракцію ФМК органічними реагентами у виді жовтого чи синього комплексу. У якості екстрагентів використовують спирти, кетони, ефіри, петролейний ефір, CCl_4 і CHCl_3 (хлороформ).

Практична частина

1. Визначення вмісту фосфат-іонів в природній воді методом додатків

Піпеткою відмірюють по 2,00 мл досліджуваного розчину фосфат-іонів і поміщають у три мірні колби на 50 мл. У другу колбу приливають 5,00 мл стандартного розчину фосфат-іонів з концентрацією 0,01 мг Р в 1 мл (0,0439 г KH_2PO_4 на 1 л розчину), в третю – 10,00 мл цього ж розчину. Далі в кожную колбу додають по 3 мл 1 М HNO_3 , 2 мл 0,25%-го розчину амоній молібдату, 0,5 мл 10%-го розчину аскорбінової кислоти. Доводять загальний об'єм

розчину до 50 мл, перемішують та вимірюють оптичну густину розчинів через одну хвилину після зливання у кюветі товщиною 1 см при $\lambda = 670-690$ нм відносно стандартного розчину, що містить всі компоненти, крім дослідженої води. Складають таблицю отриманих значень.

№ проби	Склад проби	A (оптична густина)	C_a (додаткова концентрація фосфат-іонів, мг/л)
1		0,15	
2		0,28	
3			

Вміст фосфат-іонів в воді визначають розрахунковим та графічним способами.

2. Визначення вмісту фосфат-іонів у природній воді методом диференційної спектрофотометрії

Досліджуваний зразок води об'ємом 1,5 мл поміщають у мірну колбу на 50 мл, додають 3 мл 1 М HNO_3 , 2 мл 0,25%-го розчину амоній молібдату, 0,5 мл 10%-го розчину аскорбінової кислоти, доводять об'єм розчину до мітки та перемішують. Вимірюють оптичну густину отриманого розчину відносно стандартного розчину у кюветі товщиною 1 см при $\lambda = 670-690$ нм відносно стандартного розчину, що містить всі компоненти, крім дослідженої води. Переконаються в тому, що значення оптичної густини розчину лежить за межами оптимального інтервалу значень (0,2 – 0,8).

Готують розчин порівняння з відомою концентрацією фосфат-іонів. Для цього в мірну колбу на 50 мл вносять 10,00 мл стандартного розчину фосфат-іонів з концентрацією 0,01 мг Р в 1 мл, додають 3,0 мл 1 М HNO_3 , 2,0 мл 0,25%-го розчину амоній молібдату, 0,5 мл 10%-го розчину аскорбінової кислоти. Доводять загальний об'єм розчину до 50 мл, перемішують і використовують його як розчин порівняння – проводять настроювання пристрою КФК-2 на нуль. В другу кювету на 1 мл вносять розчин з досліджуваним зразком води та вимірюють його оптичну густину при $\lambda = 670-690$ нм відносно нового розчину порівняння. Розраховують шукану концентрацію фосфат-іонів за формулою

$$C_x = C_0 + \frac{A}{l\varepsilon}, \quad \varepsilon = 6,2 \cdot 10^4.$$

Записати загальний висновок по роботі.

Контрольні запитання та завдання

Варіант 1

1. Пояснити визначення невідомої величини методом диференційної спектроскопії.

2. Молярний коефіцієнт світло поглинання комплексу берилію з ацетил ацетоном у хлороформі для довжини хвилі 300 нм дорівнює 31600. Визначити мінімальну концентрацію берилію, що можна визначити при розчиненні 1,00 г наважки в 50 мл в кюветі товщиною 5 см, якщо мінімальна достовірна оптична густина, що показує фотоколориметр дорівнює 0,025. В сполуці відношення Be : ацетилацетон дорівнює 1:1.

Варіант 2

1. Молярний коефіцієнт поглинання, його фізичний зміст і основні характеристики.

2. Для визначення заліза в промисловій воді в мг/л, із 100 мл води після випаровування та обробці реагентом фенатроліном було отримано 25 мл забарвленого розчину. Оптична густина його при товщині кювети 1 см дорівнює 0,46. Визначити вміст заліза, якщо $\epsilon = 1,1 \cdot 10^3$.

Варіант 3

1. Оптична густина та пропускання. Їх характеристики та співвідношення.

2. Для побудови градуувального графіка при визначення фосфору у вигляді фосфорномолібденового комплексу приготували розчин розчиненням 0,25 г Na_2HPO_4 в 100 мл води. Вказані нижче об'єми цього розчину після відповідної обробки розбавили водою до 25 мл. При фотометруванні цих розчинів були отримані наступні дані:

об'єм станд. розчину, мл	0,1	0,25	0,50	1,0	1,5
A	0,06	0,10	0,13	0,22	0,31

Наважку добрива масою 0,50 г розчинили і після обробки добули 100 мл забарвленого розчину с оптичною густиною A рівною 0,16. Визначити вміст фосфору в пробі.

Варіант 4

1. Загальні поняття про молекулярні спектри поглинання. Їх будування та характеристики.

2. Виготовлено чотири стандартних розчина солі заліза (II), що містять 1,00; 1,05; 1,10; 1,15 мг заліза. Оптична густина забарвлених розчинів з о-фенант-роліном, виміряна відносно першого розчина, була, відповідно 0,24, 0,51, 0,75. Оптична густина дослідженого забарвленого розчина, виміряна в тих же умовах, дорівнює 1,20. Визначити вміст заліза в цьому розчині, якщо для приготування забарвленого розчину використали 1/5 частину розчину.

Варіант 5

1. Основні недоліки фотометричного методу аналізу.
2. Для визначення молібдену по реакції з дитіолом градувальник графік повинен охоплювати оптичні густини в інтервалі 0,15 – 1,5. Визначити, яку наважку MoO_3 необхідно розчинити в 25 мл лугу, щоб оптичні густини взятих проб об'ємом 1–10 мл та розбавлених до 50 мл склали 0,15 – 1,5 при товщині кювети 1 см и молярном коефіцієнті поглинання забарвленої сполуки $1,3 \cdot 10^4$.

Лабораторна робота № 11

ПОТЕНЦІОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ pH РОЗЧИНІВ

Мета роботи: ознайомлення з принципом роботи pH-метра, придбання навичок роботи на ньому, визначення pH розчинів

Теоретичні основи

В електрохімічних методах використовуються електрохімічні процеси, що відбуваються в електролітичній комірці, яка складається з електродів і електролітів, що контактують між собою. На границях поділу фаз відбуваються електродні реакції між компонентами фаз, в результаті яких електричний заряд переходить з однієї фази в другу, а на міжфазній границі встановлюється потенціал.

Потенціометричний метод, заснований на вимірі електрорушійних сил (ЕРС) оборотних гальванічних елементів, які складаються з оборотних електродів, та джерела струму в зовнішньому колі з протилежно напрямленою ЕРС. Струми обміну на електродах досягають декількох десятків і сотень мА/см^2 . Їх потенціал залежить від концентрацій компонентів електродних реакцій (рівняння Нернста).

До складу електролітичної комірки входять два електроди – індикаторний електрод та електрод порівняння.

Найчастіше потенціометрія застосовується для виміру pH водних середовищ. Схема потенціометру, який в даному випадку називається pH-метром, показана на рис. 3. Шкала цих пристроїв калібрується у мВ і в одиницях pH.

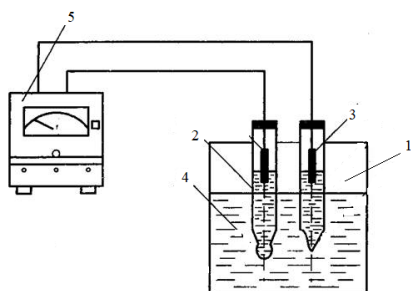


Рис. 1. Схема pH-метра: 1 – потенціометрична комірка; 2 – скляний електрод; 3 – хлоросрібний електрод; 4 – досліджувані розчини; 5 – гальванометр зі шкалою в одиницях pH

В роботі використовується рН-метр – рН-301, Результати вимірювання виносяться на дисплей.

В якості індикаторного електрода використовують скляний електрод.

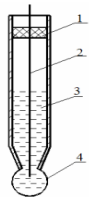
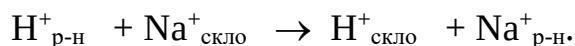


Рис.2. Скляний електрод: 1 – скляний корпус, 2 – допоміжний електрод, 3 – розчин відомої концентрації, 4 – скляна мембрана

Електрод складається (рис.2) з скляного корпусу, до якого припаяна куляста мембрана з електродного скла. У середину корпусу заливають 0,1 М розчин HCl, звичайно з добавками хлориду натрію або калію. У розчин занурюють допоміжний хлорсрібний електрод (срібний дріт, покритий хлоридом срібла). Електродне скло мембрани є сплавом силікатів лужних та лужноземельних металів. Силікати, як солі слабкої кислоти у розчині гідролізуються, при цьому йони металів заміщуються на йони Гідрогену й на поверхні скла утворюється тонкий шар гелю кремнієвої кислоти товщиною 1–100 нм. В цьому шарі й відбуваються йонообмінні реакції з розчином, наприклад,



Потенціал скляного електрода зумовлений обміном іонів лужних металів в склі з іонами Гідрогену з розчину. Енергетичний стан їх різний, тому йони Гідрогену так розподіляються між склом і розчином, що поверхні цих фаз здобувають протилежні заряди, тобто між склом і розчином виникає різниця потенціалів, значення якої залежить від рН розчину.

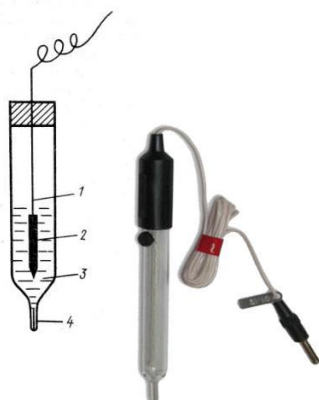
$$\varphi = \varphi^0 - 0,059 \text{ рН}.$$

Таким чином, за допомогою цих електродів вимірюють рН розчинів. Стандартний потенціал скляних електродів залежить від сорту електродного скла й змінюється з часом, тому перед застосуванням їх калібрують за стандартними розчинами відповідних електролітів. Калібровку проводять з використанням наборів фіксаналів речовин з певним значенням рН або буферних розчинів.

Буферні розчини – це розчини суміші слабких основ чи кислот і їх солей.

При додаванні до них невеликих кількостей кислот або основ, або при невеликому розбавленні рН їх залишаються сталими. Прикладом таких розчинів є ацетатно-амонійний буфер – суміш ацетатної кислоти та амоній ацетату.

Рис. 3. Хлоросрібний електрод: 1 – срібний дріт; 2 – шар AgCl; 3 – розчин KCl; 4 – мікрощілина, заповнена азбестом або целюлозою



Скляний електрод перед застосуванням вимочують протягом доби у дистильованій воді або слабкому розчині хлоридної кислоти.

При роботі з рН-метром не можна витирати скляну кульку, тому що при цьому руйнується гелева поверхня електрода. Не можна, також, торкатися поверхні скляного електрода гострими предметами, тому що товщина скляної кульки становить десяті частки міліметра й це виведе з ладу чутливий елемент. Електрод порівняння – хлорсрібний електрод, який складається з срібного дротика, покритого шаром нерозчинної солі AgCl зануреного у розчин з KCl. Схема його (Ag,AgCl|KCl).

Електролітичний контакт з зовнішнім розчином відбувається крізь гніт з азбесту.

Хлорсрібний електрод оборотний відносно катіону Ag^+ і аніону Cl^- згідно з реакціями:

$\text{Ag}^+ + \bar{e} \rightarrow \text{Ag}^0$ та $\text{AgCl} + \bar{e} \rightarrow \text{Ag}^0 + \text{Cl}^-$. Його потенціал залежить від концентрації KCl: $\varphi(1 \text{ н. KCl}) = +0,237 \text{ В}$; $\varphi(0,1 \text{ н. KCl}) = +0,29 \text{ В}$.

У рН-метрах скляні електроди звичайно використовують у парі з хлорсрібним електродом порівняння. Схема утвореного електрохімічного ланцюга:

Ag, AgCl | HCl (0,1 M) скло || досліджуваний р-н || KCl | AgCl, Ag.
скляний електрод хлорсрібний електрод

При роботі із хлорсрібним електродом необхідно стежити за тим, щоб внутрішня посудина була заповнена насиченим розчином KCl.

Практична частина

Дослід 1. Виготовлення буферного розчину для калібрування рН-метра

Ознайомитись з набором стандартних буферних розчинів, які використовуються для калібрування рН-метра, скласти таблицю, в якій вказати речовину буферу й рН розчину.

Отримати у лаборанта фіксанал стандартного буферного розчину та приготувати вказаний на етикетці об'єм розчину. Для цього слід використати мірну колбу вказанного об'єму, скляну лійку, бойок, промивну склянку. Після кількісного перенесення речовини буферного розчину, у мірну колбу до мітки додають дистильовану воду. Розчин перемішують, декілька разів перевертаючи колбу, закрити пробкою, до повного розчинення речовин. Отриманий розчин наливають у стаканчик об'ємом 50 мл і занурюють в нього електроди рН метра. Попередньо їх треба промити дистильованою водою та промокнути з боків фільтровальним папером.

Дослід 2. Калібрування рН-метру

Калібрування рН-метру проводиться викладачем з використанням виготовлених буферних розчинів. Студент записує у робочий зошит таблицю буферних розчинів, де записані речовини, що їх утворюють і значення рН, які вони мають.

Дослід 3. Вимірювання рН рідких зразків – води з під крана, розчину солі, здатної до гідролізу, розчину лугу і кислоти.

Досліджені розчини по черзі помістити у стаканчик об'ємом 50 мл та виміряти їх рН. Записати порядок вимірювання та значення водневого показника зразків у лабораторний журнал.

Зробити загальні висновки по роботі.

Контрольні запитання та завдання

Варіант 1.

1. До яких типів електродів відноситься скляний електрод? Описати його будову.
2. Як зміниться концентрація водневих іонів при зменшенні потенціалу водневого електрода від 0 до 100 мВ?

Варіант 2.

1. Описати процеси, що відбуваються на мембрані скляного електрода. Якими параметрами визначається його потенціал?
2. Обчислити концентрацію іонів H^+ у розчині, в якому потенціал водневого електрода дорівнює 236 мВ.

Варіант 3.

1. До яких типів електродів відноситься хлорсрібний електрод? Описати його будову.
2. Розрахувати потенціал водневого електрода в розведених розчинах кислот: а) 0,01 М $HClO$; б) 0,05 М HCl ; в) 0,01%-й $HClO_4$.

Варіант 4.

1. Описати процеси, що відбуваються у хлорсрібному електроді. Якими параметрами визначається його потенціал?
2. ЕРС гальванічного елемента, складеного з двох водневих електродів, дорівнює 0,272 В. Чому дорівнює рН розчину, в який занурено анод, якщо катод занурено в розчин з рН = 1?

Варіант 5.

1. Навести класифікацію електрохімічних методів аналізу.
2. ЕРС гальванічного елемента, складеного з двох водневих електродів, дорівнює 0,272 В. Чому дорівнює рН розчину, в який занурено анод, якщо катод занурено в розчин з рН = 3?

СПИСОК РЕКОМЕНДОВАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

Базова література

1. Габ П. І., Шахнін Д. Б., Малишев В. В. Аналітична хімія. Якісний та кількісний аналіз: навчальний посібник. Київ: Університет «Україна», 2018. 212 с.

2. Аналітична хімія. Якісний аналіз : методичні рекомендації для опанування теоретичного курсу здобувачами першого (бакалаврського) рівня вищої освіти ОПП «Харчові технології» спеціальності 181 «Харчові технології» денної форми здобуття вищої освіти / уклад. С. Ю. Кельїна. Миколаїв: МНАУ, 2024. 88 с. URL: <https://dspace.mnau.edu.ua/jspui/handle/123456789/18283>

3. Кельїна С. Ю., Гирля Л. М. Неорганічна та аналітична хімія. Частина 1: навч. посіб. для здобувачів вищої освіти ступеня «бакалавр» спеціальності 201 «Агрономія». Миколаїв: МНАУ, 2021. 111 с. URL: <https://dspace.mnau.edu.ua/jspui/handle/123456789/10071>

4. Сухан В. В., Трохименко О. М., Трохименко А. Ю. Аналітичні реактиви й техніка приготування їхніх розчинів / за редакцією О. Ю. Тананайко. Київ: ВПЦ «Київський університет», 2022. 592 с.

7. Зуй М. Ф. Аналітична хімія еко- та біотоксикантів: навчальний посібник. Київ, 2022. 97 с.

8. Хімія. Частина – аналітична хімія: якісний аналіз. Практикум лабораторний: навч. посіб. для здобувачів вищої освіти нехімічних спеціальностей РВО «Бакалавр» / ЛНУП; уклад.: О. Т. Мазурак, Р. С. Шкумбатюк, Ю. Т. Лень. Дубляни: Львівський національний університет природокористування, 2024. 71 с. URL: <https://surl.li/tkdkqw>

Допоміжна література

1. Аналітична хімія. Якісний аналіз: практикум для студентів фту хімії та фармації першого (бакалаврського) рівня освіти / О. М. Чеботарьов, С. В. Топоров, О. М. Гузенко, Р. Є. Хома. Одеса: Одес. нац. ун-т ім. І. І. Мечникова, 2020. 118 с. URL: <https://dspace.onu.edu.ua/server/api/core/bitstreams/614eb2a2-85fe-447d-bdaf-8f3d373aaf6c/content>

2. Аналітична хімія (якісний аналіз): навчальний посібник / Г.О. Сирова та ін. Харків, 2019. 131 с.

3. Аналітична хімія. Хімічні методи аналізу: навчальний посібник / Л. П. Циганок, Т. О. Бубель, А. Б. Вишнікін, О. Ю. Вашкевич. Дніпропетровськ : ДНУ ім. О. Гончара, 2014. 252 с.

4. Цветкова Л. Б. Хімія в таблицях, схемах, визначеннях, питаннях та відповідях: навчальний посібник. Львів: Новий Світ-2000, 2023. 114 с.

Законодавчо-нормативні акти

1. Про Стратегію сталого розвитку "Україна - 2020": Указ Президента України від 12.01.2015 № 5/2015. URL: <https://zakon.rada.gov.ua/laws/show/5/2015#Text>

Навчальне видання

Аналітична хімія. Кількісний аналіз

Методичні рекомендації

Укладач: **Присташ** Світлана Федорівна

Формат 60x84 1/16. Ум. друк. арк. 6,4
Тираж 20 прим. Зам. №____

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 р.