

Київський національний університет імені Тараса Шевченка

ОСНОВИ АНАЛІТИЧНОЇ ХІМІЇ

КІЛЬКІСНИЙ АНАЛІЗ

Частина 1. Хімічні методи аналізу

Робочий журнал для підготовки та виконання лабораторних робіт

Студента/ки _____ групи II курсу

_____ ПІБ

Київ 2022

УДК 543

Рекомендовано кафедрою аналітичної хімії
як навчальний посібник для студентів хімічних спеціальностей. Протокол № 7 від 19.01.2022

Рекомендовано методичною радою хімічного факультету
як навчальний посібник для студентів хімічних спеціальностей. Протокол № 5 від 03.02.2022

Рекомендовано Вченуою радою хімічного факультету
як навчальний посібник для студентів хімічних спеціальностей. Протокол № 7 від 17.02.2022

Смик Н.І., Бас Ю.П.

Рецензенти: : Кеда Т.С., к.х.н., доцент кафедри аналітичної хімії КНУ імені Тараса Шевченка,
Іщенко В.М., к.х.н., доцент, заступник завідувача кафедри харчової хімії НУХТ
Солод Н.В., к.х.н., доцент кафедри загальної, органічної та фізичної хімії, НУБіП
України

В робочому журналі наведено теоретичні та експериментальні завдання для вивчення хімічних методів кількісного аналізу; шаблони звітів про виконання лабораторних робіт; перелік питань для перевірки якості засвоєння експериментальних навичок. / Н.І. Смик, Ю.П. Бас – К.:ВПЦ «Київський університет», 2022. – 45 с

З великою повагою і щирою вдячністю нашому вчителю

Запорожець Ользі Антонівні.

Автори.

Вступ

Лабораторний журнал призначений для студентів другого курсу хімічного факультету ОС «Бакалавр», які вивчають кількісний аналіз в рамках курсу «Основи аналітичної хімії». Кожна лабораторна робота містить шаблон звіту про виконання лабораторних робіт; перелік питань для перевірки якості засвоєння теоретичних знань і практичних навичок. Використання запропонованого лабораторного журналу дасть змогу оптимізувати навчальний процес й забезпечити більш ґрунтовне вивчення теоретичного матеріалу за рахунок скорочення часу на оформлення результатів.

Завдання в «Робочому журналі..» подано в послідовності, яка необхідна для засвоєння вимог програми курсу «Основи аналітичної хімії» за розділами «Гравіметричний аналіз» та «Титриметрія».

Правила роботи та заходи безпеки у лабораторії

Перед початком лабораторного практикуму студенти повинні

- ознайомитися з правилами роботи в аналітичній лабораторії, інструкціями з техніки безпеки та охорони праці;
- показати достатню теоретичну підготовку до роботи.

Під час роботи в лабораторії студенти повинні

- працювати в захисному одязі;
- обов'язково підтримувати чистоту та порядок у лабораторії;
- перед проведенням дослідів необхідно ретельно оглянути обладнання та посуд, переконатися у тому, що установка або прилад зібрані правильно, хімічні речовини відповідають зазначенним у методиці вимогам;
- відпрацьовані водні розчини (окрім солей барій(ІІ), пллюмбум(ІІ), купрум(ІІ) та інших отруйних речовин) обережно виливають у раковину.
- концентровані кислоти, луги, органічні розчинники й отруйні речовини виливають у спеціальний посуд.

Після закінчення роботи необхідно ретельно вимити використаний посуд, привести до ладу робоче місце.

В лабораторії суверо заборонено:

- проводити додаткові досліди без узгодження з викладачем;
- вживати будь-яку іжу та напої;
- виносити реактиви.

При будь-яких ураженнях шкіри чи слизових оболонок негайно повідомити викладача!

При опіках шкіри, слизових оболонок або очей

- *кислотами* - необхідно спочатку добре промити уражене місце водою, а потім - 2%-ним розчином натрій гідрокарбонату;

- лугами - добре промити уражене місце водою, а потім 1%-ним розчином ацетатної або лимонної кислот.

При термічних опіках слід зробити тривалі примочки розчином калій перманганату або компрес зі спиртового розчину таніну;

При порізах рану обробити спиртовим розчином йоду і перев'язати;

У випадках отруєння хлором, бромом, оксидами нітрогену слід вдихнути амоніак, вийти на свіже повітря, випити молока;

При тяжких опіках, пораненнях та отруєннях, надавши першу допомогу, потерпілого треба негайно відправити до лікарні.

Тема 1. Гравіметрія

Гравіметрія – метод аналізу, що ґрунтуються на переведенні визначуваного компоненту в осад (у важкорозчинну сполуку), який відокремлюють від розчину фільтруванням, прожарюють для отримання гравіметричної форми, яку точно зважують на аналітичних терезах. Вміст визначуваного компонента обчислюють з урахуванням стехіометрії гравіметричної форми.

Посуд, що застосовують у гравіметрії



Техніка фільтрування осадів

Для фільтрування осадів в гравіметрії найчастіше застосовують беззольні фільтри, які виготовляють з фільтрувального паперу, обробленого для видалення мінеральних домішок хлоридною і плавиковою кислотами.



Рис. 1. Схема складання фільтру

Лійку вміщують у кільце, закріпле на штативі, так щоб кінчик лійки торкався стінки стакана і фільтрат стікає по стінці, не розбризкуючись (рис. 2).

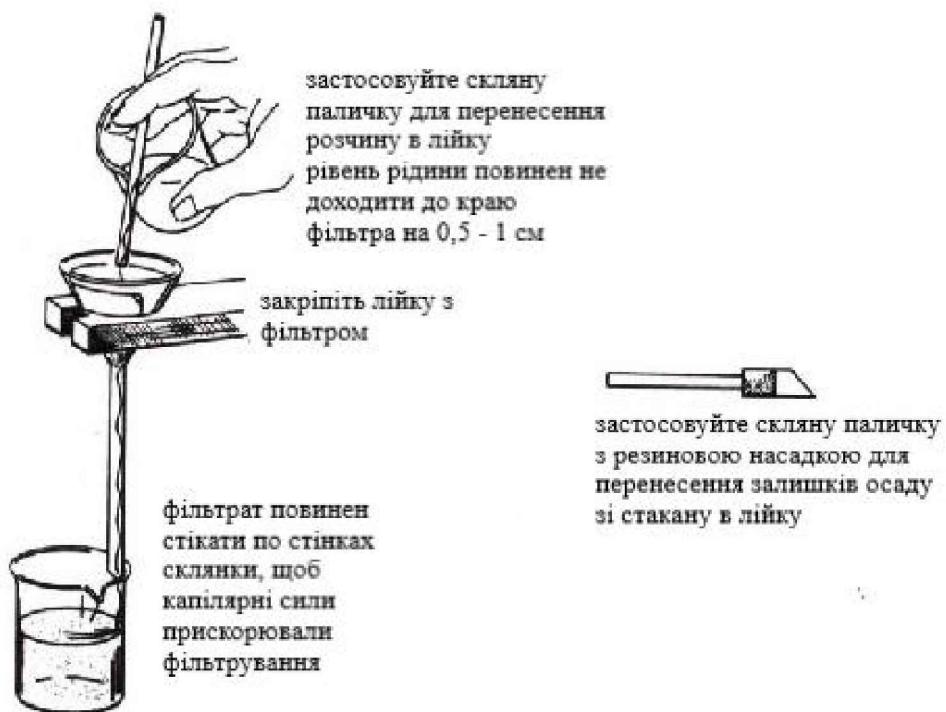
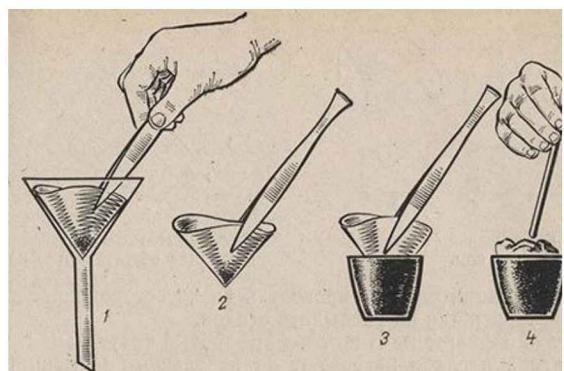


Рис. 2. Установка для фільтрування

Над стінкою лійки з потрійним шаром фільтру тримають у вертикальному положенні скляну паличку. До середньої частини палички доторкаються носиком стакана і, поволі нахиляючи стакан, декантують рідину над осадом по паличці на фільтр. Потім кількісно переносять осад на фільтр, промивають його та висушують не виймаючи з лійки на повітрі або в сушильній шафі за температури 60 – 70 °C. Висушений фільтр з осадом обережно згортают так, щоб осад опинився всередині, й переносять у попередньо прожарений й зважений тигель.



а



б

Рис. 3. Сушильна шафа (а), Перенесення фільтру з осадом в тигель (б)

Осад прожарюють в муфельній печі, охолоджують в ексикаторі і зважують на аналітичних терезах. Прожарення повторюють кілька разів доки різниця результатів послідовних зважувань буде не перевищувати точності зважування.

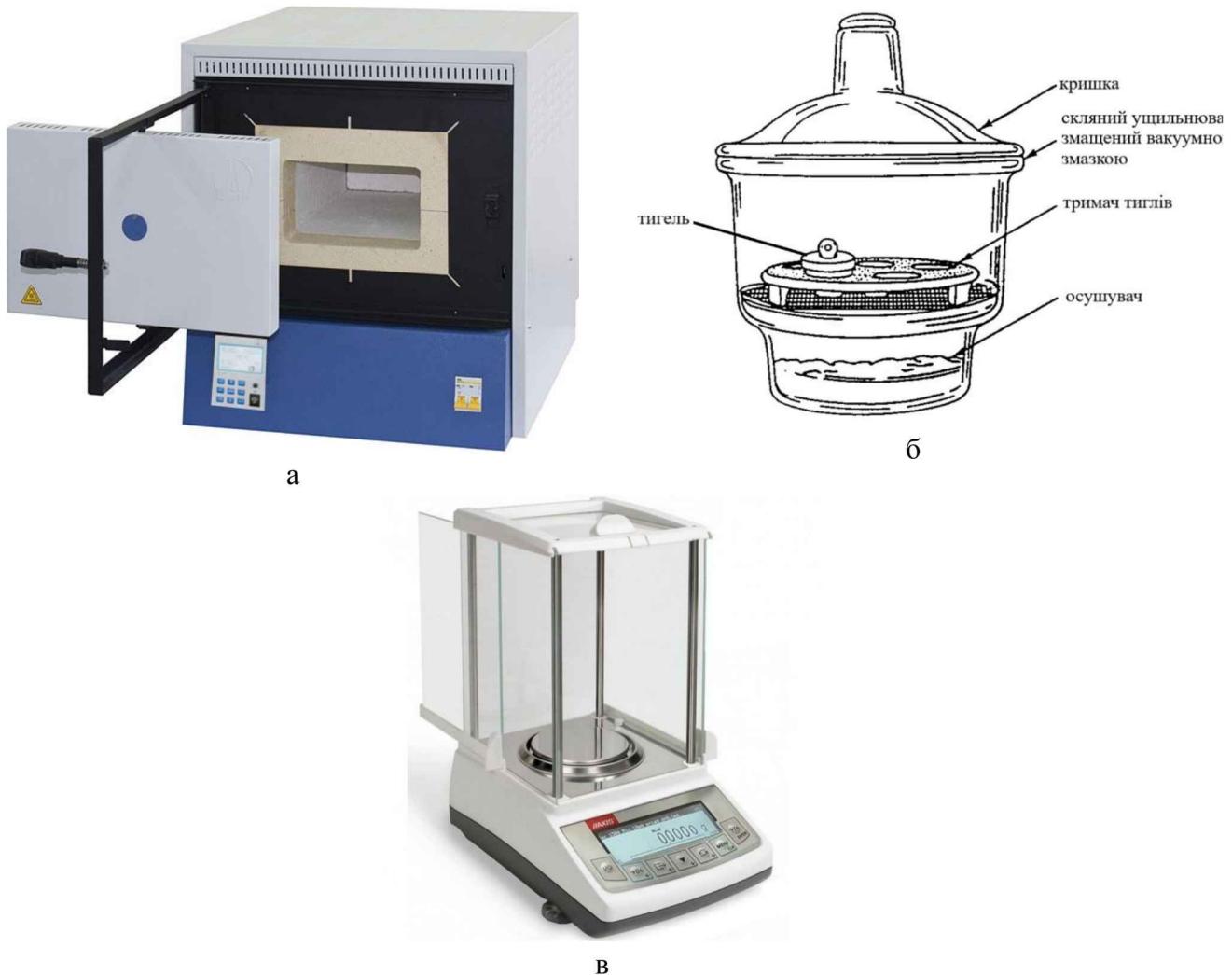


Рис. 4. Муфельна піч (а), ексикатор (б), аналітичні терези (в)

Лабораторна робота №1
ОТРИМАННЯ ОСАДЖУВАНИХ ФОРМ РІЗНИХ ТИПІВ

Мета: Дослідити оптимальні умови отримання осаджуваних форм різного типу на прикладі аморфного осаду Fe(OH)_3 , кристалічного - BaSO_4 і приховано-кристалічного - Ni(HDm)_2 для подальшого їхнього використання в гравіметричному аналізі.

Осадження ферум(ІІІ).

Принцип методу: кількісне осадження з розчину ферум-амонійного галуна феруму(ІІІ) розчином амоніаку з утворенням аморфного осаду Fe(OH)_3 .

Прилади, реактиви, посуд:

1. Розчин HNO_3 , конц
2. Розчин $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, конц
3. Розчин BaCl_2 , 1%
4. Беззольні паперові фільтри «червона стрічка»
5. Хімічні стакани скляні на 100–150 мл та 250 мл, лійка скляна
6. Піпетки мірні
7. Штатив
8. Кільце для фільтрування

Xід роботи:

1. Задачу, що містить розчин ферум-амонійного галуна, отримати в скляний стакан ємністю 100–150 мл, додати 0,5 – 1 мл нітратної кислоти й вдвічі розбавити водою.
2. Розчин нагріти до кипіння на піщаній бані, додати 2 мл амоніаку, перемішати та обережно перевірити наявність запаху.

Запах аміака *відчувається / не відчувається (потрібне підкреслити)*,
отже осадження *повне / не повне, тому слід додати ще 0,5 мл аміаку (потрібне підкреслити)*.

Осадження ферум(ІІІ) гідроксиду відбувається за реакцією:

(напишіть рівняння реакції, розставте коефіцієнти)

-
3. В разі кількісного осадження вміст стакану розбавити до 80 – 90 мл гарячою водою та перемішати. Через 5 хв осад коагулює на дні стакана.
 4. Відокремити осад фільтруванням қріз фільтр «червона стрічка», збираючи фільтрат і промивні води у чистий хімічний стакан об'ємом 250 мл. При цьому спочатку обережно злити по паличці на фільтр прозорий маточний розчин, потім 2-4 рази промити осад в стакані гарячою водою методом декантації. Далі кількісно перенести осад на фільтр. Промити осад на фільтр 5-7 разів порціями гарячої води об'ємом 5-10 мл. Перевірити повноту промивання осаду, контролюючи наявність сульфат-іонів в промивних водах за

реакцією з $\text{Ba}(\text{II})$ у окремих пробірках. Порції фільтрату з осадом BaSO_4 залишити окремо. **Фільтрат зберегти для подальшого визначення сульфат-іонів.**

5. Промитий осад Fe(OH)_3 залишити на фільтрі до повного висихання або просушити у сушильній шафі за температури _____ (вкажіть температуру висушування осаду)

Висновки:

1. Осад Fe(OH)_3 аморфний, має велику/маленьку (потрібне підкреслити) площа поверхні. Основне джерело забруднення таких осадів
(запишіть основні причини забруднення аморфних осадів)
-
-

Тому для отримання осаду чистого від домішок, у зручній для фільтрування формі, слід дотримуватися таких правил:

(запишіть особливості проведення осадження, які запобігають забрудненню аморфних осадів)

Питання для самоконтролю:

1. Поясніть, чому перед осадженням Fe(OH)_3 при гравіметричному визначенні феруму(ІІІ), до досліджуваного розчину потрібно додати нітратну кислоту?
2. Напишіть рівняння процесів, які відбуваються в нейтральному розчині залізоамонійного галуну.
3. Як і чому ці процеси (пит. 2) погіршують результати аналізу?
4. Як на практиці можна впевнитися, що додано необхідну кількість осаджувача?
5. Чому при кількісному визначенні Fe^{3+} у вигляді Fe(OH)_3 осадження проводять розчином $\text{NH}_3\text{H}_2\text{O}$ а не NaOH ?
6. Поясніть, чому при осадженні Fe(OH)_3 користуються концентрованим, а не розбавленим розчином $\text{NH}_3\text{H}_2\text{O}$?
7. Осадження ферум(ІІІ) гідроксиду проводять з гарячого розчину. Поясніть, які характеристики осаду при цьому покращуються і як це пов'язане із чистотою отриманого осаду?
8. Чи має значення порядок зливання реактивів (додавання $\text{NH}_3\text{H}_2\text{O}$ до розчину галуну чи навпаки)? Якщо так, вкажіть вірний порядок, поясніть причину.
9. Чи має значення швидкість додавання $\text{NH}_3\text{H}_2\text{O}$ до розчину галуну? Якщо так, вкажіть вірний варіант, поясніть причину.
10. Чому одразу після додавання осаджувача до суміші додають гарячу воду?

11. Поясніть, чому осад Fe(OH)_3 не можна надовго залишати в маточному розчині?
12. Які розчини краще за все підходять для промивання осаду Fe(OH)_3 ? Поясніть причину.
13. Як проконтролювати повноту промивання осаду Fe(OH)_3 ? Напишіть рівняння відповідних реакцій.

Осадження сульфату.

Принцип методу: кількісне осадження сульфат-іонів з розчину барій хлоридом з утворенням кристалічного осаду BaSO_4 .

Прилади, реактиви, посуд:

1. BaCl_2 , 10%-й розчин
2. Розчин HCl , 1:2
3. Метилоранж, 2%-й спиртовий розчин
4. Паличка скляна
5. Паперові фільтри („синя стрічка”)
6. Штатив
7. Кільце для фільтрування
8. Стакани скляні, ємністю 250 (300) мл

Xід роботи:

1. До фільтрату, отриманого після відокремлення ферум(III) гідроксиду, додати 2–3 краплинни індикатору фенолфталеїну/метилоранжу/лакмусу (потрібне підкреслити) і краплинами концентровану HCl до появи рожевого/червоного/синього (потрібне підкреслити) забарвлення. Після цього додати ще 1 мл кислоти.
2. Розчин нагріти на піщаній бані до $70^\circ\text{C}/80^\circ\text{C}/\text{кипіння}$ (потрібне підкреслити) і **краплинами**, при постійному перемішуванні додати 10/20/50 мл 10% (потрібне підкреслити) розчину BaCl_2 впродовж 10–15 хв. Особливо повільно слід додавати BaCl_2 напочатку осадження.

Осадження барій сульфату відбувається за реакцією:

(напишіть рівняння реакції, розставте коефіцієнти)

Стакан з осадом залишити на 2–3 год (бажано на холоді).

3. Після цього перевірити повноту осадження сульфату, додаючи до прозорого розчину над осадом 2–3 краплинни розчину $\text{H}_2\text{SO}_4/\text{BaCl}_2$ (потрібне підкреслити), при цьому з'являється/не з'являється каламуть, отже осадження сульфату є повним/не повним.
4. Якщо з'являється каламуть, розчин ще раз нагріти, долити надлишок BaCl_2 і дати відстоятись впродовж 2–3 год.

5. Відокремити осад фільтруванням крізь щільний фільтр "синя стрічка". Промити осад декантуванням 2-3 рази *холодною/гарячою* (*потрібне підкреслити*) водою і перенести на фільтр, ретельно змиваючи його залишки зі стінок та дна стакану водою з промивалки. Осад на фільтрі промити 6–8 разів, контролюючи повноту його промивання від іонів Ba^{2+} . Для цього зібрати в пробірку 1 мл фільтрату і додати 2–3 краплин розчину $H_2SO_4/BaCl_2$ (*потрібне підкреслити*). Якщо розчин у пробірці залишився прозорим, то промивання осаду припиняють, в іншому разі – операцію продовжують.

Промивні води відкидають.

Висновок: **Осад $BaSO_4$** має велику/маленьку (*потрібне підкреслити*) площину поверхні. Основне джерело забруднення цього осаду (*перерахувати основні причини забруднення кристалічних осадів*):

Тому, для отримання осаду чистого від домішок, у зручній для фільтрування формі, слід дотримуватися таких умов (процедур):

(*перерахувати особливості проведення осадження, які запобігають забрудненню кристалічних осадів*)

Питання для самоконтролю:

1. Які основні умови отримання кристалічних осадів?
2. Поясніть, чому перед осадженням $BaSO_4$ при гравіметричному визначенні сульфату, до досліджуваного розчину потрібно додати концентровану хлоридну кислоту?
3. Якою (+ чи -) буде помилка, якщо не додати до досліджуваного розчину кислоту перед осадженням $BaSO_4$?
4. За якої температури прожарюють осад барій сульфату?
5. Які побічні процеси будуть відбуватися із осадом барій сульфату, якщо температуру прожарювання збільшити на $200^{\circ}C$ (до $1000^{\circ}C$)? Напишіть рівняння реакції.
6. Що може відбутися під час прожарювання фільтру з осадом барій сульфату в щільно зачиненому муфелі (без доступу повітря)? Напишіть рівняння реакції.
7. Обчисліть, яку концентрацію катіонів барій(ІІ) необхідно створити у розчині, щоб осадження сульфату було кількісним.

Осадження нікель(ІІ).

Принцип методу: осадження іонів Ni(II) розчином диметилгліоксиму (H_2Dm) з утворенням приховано-кристалічного осаду нікель(II) диметилгліоксимату ($Ni(HDm)_2$).

Прилади, реактиви, посуд:

1. Диметилгліоксим, 1%-ний аміачний розчин
2. Стакан скляний, ємністю 100 (150) мл
3. Паличка скляна
4. Циліндр мірний, ємністю 25 мл

Xід роботи:

1. Задачу отримати в скляний стакан ємністю 100 – 150 мл, додати приблизно 50 мл гарячої дистильованої води.
2. Розчин нагріти до 80-90°C на піщаній бані, додати 25 мл амоніачного розчину диметилгліоксиму, перемішати та перевірити на наявність запаху амоніаку. Запах аміака *відчувається/не відчувається* (*потрібне підкреслити*), отже кількість доданого осаджувача *достатня/ недостатня, потрібно додати ще 5/10 мл осаджувача* (*потрібне підкреслити*).

Осадження нікелю диметилгліоксимату відбувається за реакцією:

(напишіть рівняння реакції з використанням структурної формули реагента, розставте коефіцієнти)

-
3. Вміст стакану нагріти до початку кипіння і залишити на 1/2/3 (*потрібне підкреслити*) год. у витяжній шафі.

Після цього перевірити повноту осадження нікелю, додаючи до розчину кілька краплин амоніаку/диметилгліоксиму (*потрібне підкреслити*).

Додатковий осад утворюється / не утворюється (*потрібне підкреслити*), отже осадження *повне / не повне, потрібно повторити процедуру осадження* (*потрібне підкреслити*).

Висновок:

Осад $Ni(HDm)_2$ має велику/маленьку (*потрібне підкреслити*) площину поверхні. Основне джерело забруднення цього осаду

(перераховуєте головні причини забруднення аморфних осадів)

Тому для отримання осаду чистого від домішок, у зручній для фільтрування формі, слід дотримуватися таких умов (процедур):

(перерахувати особливості проведення осадження, які запобігають забрудненню аморфних осадів)

Питання для самоконтролю:

1. Обчисліть оптимальне pH для кількісного осадження нікелю у вигляді $\text{Ni}(\text{HDm})_2$.
2. Назвіть іони металів, з якими диметилглюксим утворює
 - а) нерозчинні комплексні сполуки;
 - б) розчинні комплексні сполуки.
3. Поясніть як потрібно фільтрувати та за якої температури слід просушувати осад $\text{Ni}(\text{HDm})_2$, якщо планують, що гравіметричною формою буде $\text{Ni}(\text{HDm})_2$.
4. Наведіть формулу і розрахуйте гравіметричний фактор при визначенні нікелю, якщо осаджуваною формою є $\text{Ni}(\text{HDm})_2$, гравіметричною формою є
 - а) $\text{Ni}(\text{HDm})_2$; б) NiO .
5. За яких умов проводять осадження іонів нікель(ІІ) лугом? Напишіть рівняння відповідної реакції. Вкажіть недоліки отриманої осаджуваної форми.

Лабораторна робота №2

ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ФЕРУМУ У ФЕРУМ-АМОНІЙНОМУ ГАЛУНІ

Мета: Провести кількісне визначення вмісту феруму у ферум-амонійному галуні методом гравіметрії.

Принцип методу: визначення ґрунтуються на осадженні ферум(ІІ) розчином амоніаку з утворенням аморфного осаду $\text{Fe}(\text{OH})_3$ та зважуванні гравіметричної форми Fe_2O_3 .

Прилади, реактиви, посуд:

1. Висушена осаджувана форма - $\text{Fe}(\text{OH})_3$, отримана у лабораторній роботі №1.
2. Ексикатор, муфельна піч

Хід роботи:

1. Зважити заздалегідь прожарений тигель і записати його масу в Табл.1.
2. Згорнути фільтр з висушеним осадом ферум(ІІ) гідроксиду так, щоб осад опинився всередині та вкласти його у тигель.

3. Прожарити тигель з осадом у муфельній печі при температурі 900 - 1000 °C впродовж 30/40/50 хв (потрібне підкреслити) з доступом повітря.

При цьому утворюється гравіметрична форма за реакцією:
(напишіть рівняння реакції, розставте коефіцієнти)

-
4. Після прожарювання тигель з осадом охолодити в ексикаторі та зважити. Повторити операції прожарювання тигля з осадом (впродовж 10-15 хв) та його зважування після охолодження в ексикаторі до отримання постійної маси. Результати занести до Табл.1.

Таблиця 1.

Результати послідовного зважування прожареного тигля: порожнього (1) та з осадом (2-5)

N	1	2	3	4	5
m, г					

5. Вміст феруму (m , г) в задачі розрахувати за формулою:

$$m = gF = \underline{\hspace{5cm}}$$

Де $g = \underline{\hspace{2cm}}$ г – стала маса гравіметричної форми;

F – гравіметричний фактор, розрахований так (напишіть формулу та розрахуйте F):

-
6. Результат аналізу порівняти з опорним значенням вмісту феруму в задачі (дізнатися у викладача)

7.

$$m_{on} = \underline{\hspace{2cm}} \text{ г,}$$

та розрахувати відносну похибку аналізу (Δ) за формулою:

$$\Delta = \underline{\hspace{2cm}}$$

Висновки:

1. Відносна похибка експериментального визначення феруму в задачі $\underline{\hspace{2cm}}\%$, що перевищує / не перевищує (потрібне підкреслити) припустиму **випадкову** похибку гравіметрії, яка становить $\underline{\hspace{2cm}}\%$ і виникає внаслідок

(навести головну причину виникнення похибки в гравіметрії)

-
2. Причиною значної похибки (за її наявності) може бути:

(у разі, якщо експериментальна похибка перевищує припустиму для гравіметрії, перерахувати, які саме відхилення від методики були допущені вами під час виконання роботи)

Питання для самоконтролю:

1. Осад Fe(OH)_3 після фільтрування і висушування прожарюють за температури 900 – 1000 °C, забезпечивши доступ повітря. Напишіть рівняння процесів, які при цьому відбуваються. Напишіть рівняння процесів, що відбуваються при температурі вище 1000 °C. Який характер похиби (+ чи -) при кількісному визначенні феруму вони викликають?
2. Напишіть рівняння процесів, що відбуваються при прожарюванні осаду без доступу повітря. Який характер похиби (+ чи -) при кількісному визначенні феруму вони викликають?
3. Як обирають наповнювач ексикатора для охолодження осадів в гравіметрії? Назвіть речовини, які можна застосовувати у ексикаторі при охолодженні Fe_2O_3 .

Тема 2. Титриметрія

Титриметричні (об'ємні) методи кількісного аналізу базуються на точному вимірюванні об'єму розчину реагенту (титранту), який вступає в хімічну реакцію з еквівалентною кількістю досліджуваної речовини (аналіту). При цьому концентрація титранту повинна бути точно відомою.

Посуд, що використовується в титриметрії

Піпетки для відбору точного об'єму

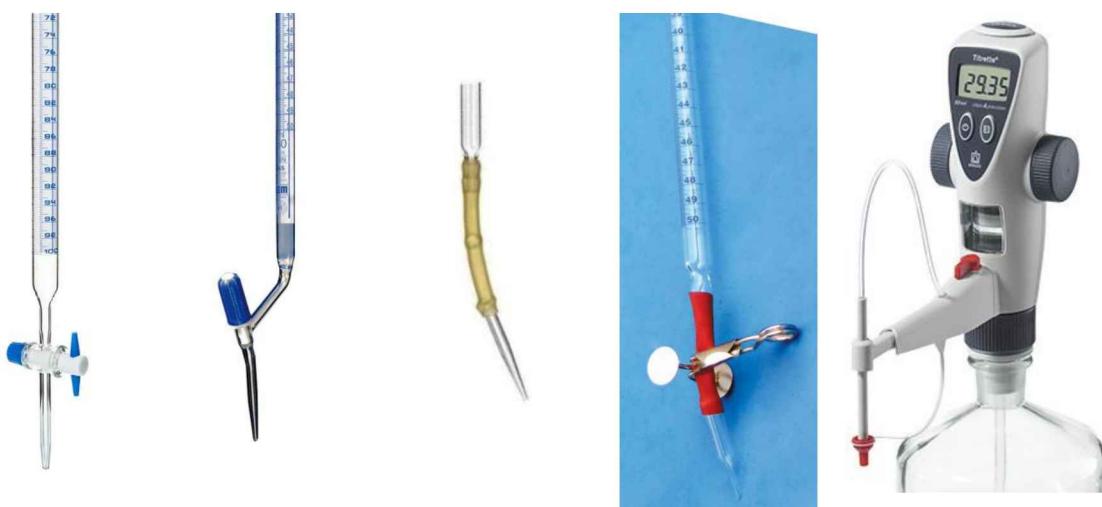


Для точного відбору певного об'єму
Піпетка Мора

градуйовані

автоматична

Бюретки для точного відмірювання порцій доданого розчину



Класичні з затворами різних типів

автоматична

Мірні колби для точного вимірювання об'ємів



Посуд для приблизного вимірювання об'ємів



Стакани

Конічні колби

Мірні
циліндри

Техніка проведення титриметричного аналізу

- Заповнюють бюретку розчином титранту та позбавляються від пухирця повітря в «носику» бюретки. Рівень титранту доводять до позначки «0» по нижньому меніску у випадку безбарвних розчинів (рис.1) та по верхньому меніску для забарвлених титрантів.

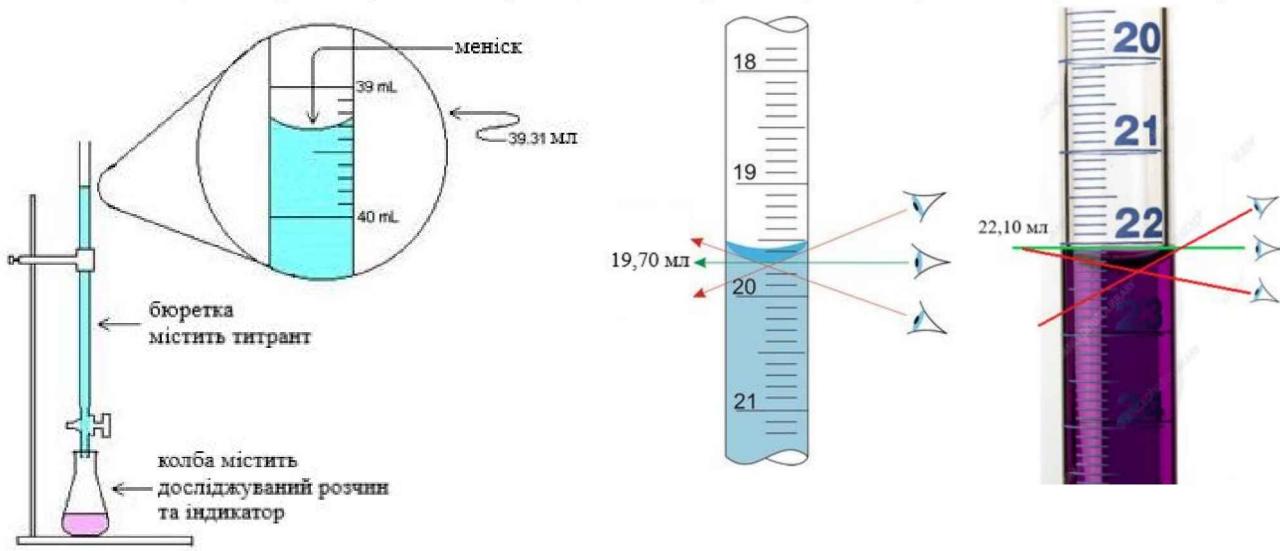


Рис. 1. Установка для титрування (а), відлік об'єму по бюретці (б)

2. Піпеткою Мора відбирають точний об'єм розчину аналіту – аліквоту. Розчин набирають в піпетку за допомогою груш звичайної (рис. 2 а), триходової (рис. 2 б) або автоматичної (рис 2 г). В першому випадку рівень розчину в піпетці встановлюють так, як показано на рис.2 в. Об'єм аліквоти найчастіше обирається в межах 10,0 -25,0 мл. В сучасних приладах для автоматичного титрування передбачені системи автоматичного відбору проб (рис. 2 д).

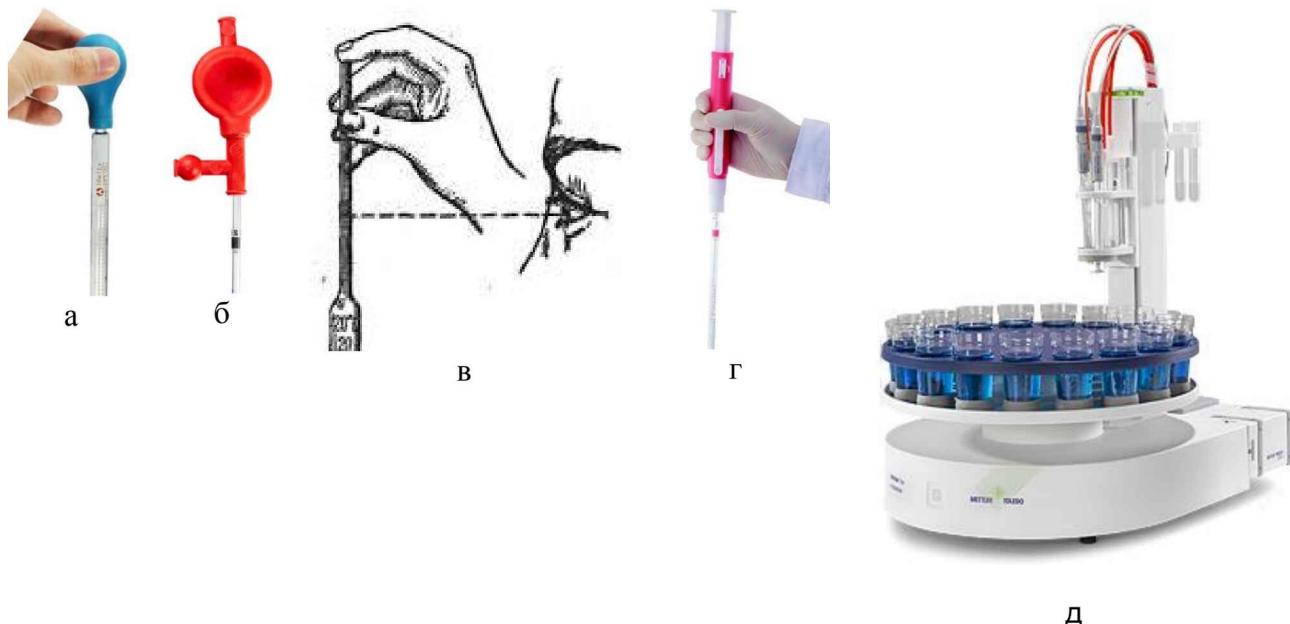


Рис. 2. Відбір аліквоти

3. Переносять аліквоту аналіту в конічну колбу для титрування (рис. 3). У випадку відбору аліквоти звичайним (не автоматичним) способом потрібно слідкувати щоб розчин з піпетки витікав вільно, в жодному разі не можна видувати залишки розчину з носика. Далі, за необхідності, в колбу для титрування додають допоміжні реактиви, розбавляють дистильованою водою і додають індикатор.

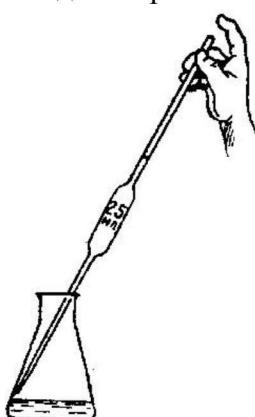


Рис. 3. Процес переносу аліквоти в конічну колбу для титрування

- Починають виконувати титрування, повільно, по краплинах, додаючи титрант до досліджуваного розчину. Після кожної доданої порції титранту, розчин в конічній колбі інтенсивно перемішують.
- Закінчують титрування в момент, коли індикатор змінить своє забарвлення. Цей момент називається *кінцевою точкою титрування*. Кінцева точка титрування повинна лежати в межах стрибка титрування і якомога ближче до *точки еквівалентності*, цього досягають правильним вибором індикатору.
- Вимірюють об'єм титранта, який було витрачено на титрування. Відлік по бюретці проводять так, як показано на рис. 1 б. За результатами розраховують концентрацію аналізу або масу аналізу в досліджуваному розчині.

Лабораторна робота № 3 ТИТРИМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ СОДИ

Мета: Провести визначення вмісту соди в задачі методом кислотно-основного титрування

Принцип методу: в основі визначення лежить реакція взаємодії Na_2CO_3 з еквівалентною кількістю HCl , що супроводжується зміною забавлення індикатора залежно від кислотності середовища. Вміст соди визначають, вимірюючи витрачений на титрування об'єм робочого розчину кислоти.

Частина 1.

Приготування та стандартизація робочого розчину хлоридної кислоти за бурою.

Хлоридна кислота не має властивостей першого стандарта, зокрема:

(перерахувати властивості, які перешкоджають приготуванню розчинів HCl точної концентрації за наважкою)

Точну концентрацію робочого розчину HCl визначають титриметрично за першим стандартом $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$. Рівняння реакції, що відбувається при стандартизації:

(напишіть рівняння реакції, розставте коефіцієнти)

Відповідно до реакції,

фактори еквівалентності f такі (напишіть формулу, зробіть розрахунок):

$$f_{\text{HCl}} = \text{_____} \quad f_{\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7} = \text{_____}$$

pH в точці еквівалентності (напишіть формулу, зробіть розрахунок):

$$pH_{me} = \text{_____}$$

Для фіксації точки еквівалентності обирають індикатор метиловий червоний з рТ=5, оскільки $|pT - pH_{te}| = \underline{\quad} < 1$.
В кінцевій точці титрування він змінює забарвлення від _____ до _____.

- Прилади, реактиви, посуд:*
1. Кислота хлоридна HCl, 28%
 2. Підготований препарат $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$
 3. Спиртовий розчин метилового червоного, конц.
 4. Аналітичні терези
 5. Мірні колби на 250,0 мл
 6. Бюретка
 7. Піпетки Мора
 8. Конічні колби

Xід роботи:

1. Готують розчин хлоридної кислоти з концентрацією $\approx 0,05$ моль-екв/л. Для цього в мірну колбу ємністю 250,0 мл наливають приблизно 50 мл дистильованої води та вміщують аліквоту (V_{HCl}) 28% розчину HCl, ретельно перемішують, розбавляють дистильованою водою до мітки й знову ретельно перемішують.

Об'єм аліквоти вихідного 28% розчину хлоридної кислоти (*напишіть формулу, зробіть розрахунок*):

$$V_{HCl} = \underline{\quad}$$

2. Приготованим розчином хлоридної кислоти наповнюють бюретку.

3. Готують 250,0 мл робочого розчину бури з концентрацією $C(Na_2B_4O_7) 0,0500$ моль-екв/л. Для цього зважують на аналітичних терезах з точністю $n \cdot 10^{-4}$ г наважку бури $m(Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O)$, кількісно переносять її у мірну колбу на 250,0 мл, додають 50 – 100 мл дистильованої води і після **повного розчинення** бури (!) доводять об'єм до риски й ретельно перемішують.

Наважку бури розраховують так (*наведіть формулу, зробіть розрахунок*):

$$m(Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O) = \underline{\quad}$$

4. Аліквоту робочого 0,0500 моль-екв/л розчину бури (V_a) переносять у конічну колбу для титрування, додають 3-4 краплині розчину *індикатора*, розбавляють водою до загального об'єму приблизно 50 мл, добре перемішують і титрують приготованим розчином кислоти. Результат титрування (об'єм розчину хлоридної кислоти, що пішов на нейтралізацію аліквотної частини розчину бури) заносять в Табл.1.

В суміші впродовж титрування відбувається реакція (*напишіть рівняння реакції, розставте коефіцієнти*):

5. Титрування повторюють ще 3-4 рази, результати заносять в Табл. 1.

Таблиця 1.

Результати визначення концентрації розчину HCl методом кислотно-основного титрування.

$V_a = \underline{\hspace{2cm}}$ мл, $C(Na_2B_4O_7) = 0,0500$ моль-екв/л.

№	$V_{Na_2B_4O_7}$, мл	C_{HCl} , моль-екв/л	$C_{HCl\text{cep}}$, моль-екв/л
1			
2			
3			
5			
6			

6. Точну концентрацію приготованого робочого розчину хлоридної кислоти (C_{HCl} , моль-екв/л) розраховують за формулою (наведіть формулу, розшифруйте всі позначення):

$$C_{HCl}, \text{моль-екв/л} = \underline{\hspace{2cm}}$$

Приготування робочого розчину хлоридної кислоти з фіксаналу.

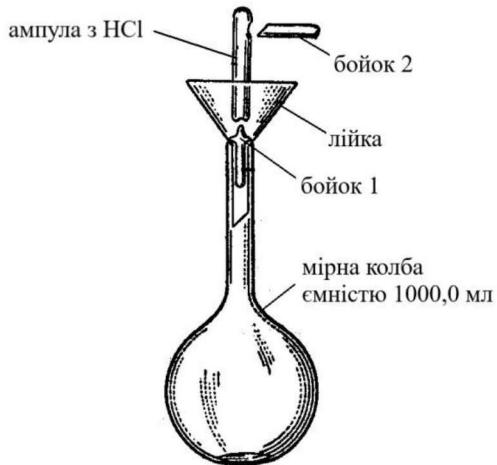
Фіксанали (стандарт-титри) це запаяні скляні ампули, що містять певну кількість (зазвичай 0,1 моль-екв) речовини у сухому вигляді чи як концентрований розчин. Виготовляють у промислових умовах. Фіксанали використовують для швидкого приготування робочих (стандартних) розчинів з речовин, які не мають властивостей первинного стандарту.

Прилади, реактиви, посуд: 1. Фіксанал кислоти хлоридної, 0,1 моль-екв.

2. Мірна колба на 1000,0 мл
3. Лійка
4. Скляні бойки

Хід роботи:

Ампулу фіксаналу ретельно миють. В мірну колбу ємністю 1000,0 мл вміщують лійку, вставляють скляний бойок (бойок 1), яким розбивають ампулу з одного боку. З протилежного боку ампулу розбивають іншим бойком (бойок 2).



Кількісно переносять розчин з ампули в колбу, кілька разів промиваючи дистильованою водою ампулу (всі промивні води збирають в колбу). Після цього ампулу виймають, ретельно промивають бойок й лійку (всі промивні води збирають в колбу), виймають їх. Заповнюють колбу дистильованою водою приблизно наполовину й ретельно перемішують, розбавляють дистильованою водою до мітки й знову ретельно перемішують.

Отримують робочий розчин HCl концентрацією 0,1 моль-екв/л.

Частина 2. Визначення вмісту соди в задачі

Сода (натрій карбонат), як сіль слабкої кислоти та сильної основи, здатна взаємодіяти з сильними кислотами. Зокрема, впродовж титрування хлоридною кислотою в суміші відбувається реакція:

(напишіть рівняння реакції, розставте коефіцієнти)

Згідно з реакції фактор еквівалентності соди становить:

$$f_{\text{Na}_2\text{CO}_3} = \underline{\hspace{10cm}}$$

В точці еквівалентності склад розчину, а отже і його pH , точно визначається стехіометрією взаємодії досліджуваної речовини з титрантом. В точці еквівалентності суміш містить такі компоненти:

Отже, pH_{me} можна розрахувати так (напишіть формулу, зробіть розрахунок):

$$\text{pH}_{me} = \underline{\hspace{10cm}}$$

Для реєстрації такого pH підходять індикатори, які змінюють забарвлення в інтервалі pH : від $\underline{\hspace{2cm}}$ до $\underline{\hspace{2cm}}$. Зокрема, метилоранж (МО, $\text{pT} = \underline{\hspace{2cm}}$), змінює забарвлення з жовтого у середовищі $\underline{\hspace{4cm}}$ на рожеве у $\underline{\hspace{4cm}}$ середовищі.

За об'ємом титранту, витраченого для досягнення кінцевої точки титрування, можна розрахувати кількість досліджуваної речовини

Прилади, реактиви, посуд:

1. Робочий розчин HCl, _____ моль-екв/л (*наведіте значення, що встановили в першій частині роботи*).
2. Спиртовий розчин метилооранжу, конц
3. Бюretка
4. Піpetки Мора
5. Конічні колби

Xід роботи:

1. Задачу отримують в мірну колбу ємністю 100,0 мл ($V_{заг}$) та розбавляють дистильованою водою до мітки.
2. Заповнюють бюretку робочим розчином хлоридної кислоти.
3. Аліквотну частину задачі ($V_{ал}$) переносять у конічну колбу для титрування, додають 3-4 краплини розчину індикатора, розбавляють дистильованою водою до загального об'єму приблизно 50 мл, добре перемішують і відтитровують робочим розчином кислоти до зміни забарвлення індикатора з _____ на _____.

По бюretці визначають об'єм титранту в кінцевій точці титрування (V_{me}). Отримане значення заносять в Табл.2.

4. Знову наповнюють бюretку й повторюють експеримент ще 2 - 3 рази. Результати заносять в Табл. 2.
5. Вміст соди в пробі розраховують за формулою (*наведіть формулу та зробіть розрахунок*):

$$m(Na_2CO_3) =$$

Таблиця 2.

Результати визначення соди методом кислотно-основного титрування та їх статистична обробка. $V_{ал} =$ _____ мл, $C_{HCl} =$ _____ моль-екв/л.

№	V_{me} , мл	m , г	$m_{ср}$, г
1			
2			
3			

Опорне значення, отримане у викладача $m_{оп} =$ _____ г.

Відносну похибку (Δ) результату розраховують за формулою (*наведіть формулу та зробіть розрахунок*) :

$$\Delta = \underline{\hspace{10cm}}$$

Висновки:

1. Хімічна взаємодія між хлоридною кислотою та содою належить до реакцій (*вказуєте тип реакції*) _____. В процесі перебігу таких реакцій змінюється (*напишіть, яка характеристика розчину змінюється впродовж титрування*) _____ системи.
(*пояснююте який підхід застосовують для вибору індикатору у випадку застосування такого типу реакцій в титриметрії. Чи вправдався такий підхід при визначенні соди?*)
-
-
-
-
-
-
-

2. Відносна похибка експериментального визначення *відповідає/не відповідає* (*потрібне підкреслити*) збіжності титриметричного методу, яка становить _____ %.

Причиною великої похибки (за її наявності) може бути:

(*перерахувати, які відхилення від методики були допущені вами під час виконання роботи*)

Питання для самоконтролю:

1. Вимоги до індикаторів в кислотно-основному титруванні.
2. Поясніть, чому в кислотно-основному титруванні не застосовують індикатори з $4 > pT > 10$?
3. Робочі розчини кислот та основ в титриметрії. Вимоги до первинних стандартів.
4. Опишіть приготування (розрахунок наважки для приготування розчину) розчину оксалатної кислоти, який використовують для стандартизації робочого розчину лугу та обґрунтуйте вибір індикатора.
5. Розрахуйте значення систематичної похибки визначення соди в $\sim 0,1$ моль-екв/л розчині, якщо титрували робочим 0,05 моль-екв/л розчином HCl з індикатором фенолфталейном ($pT = 9$)

Лабораторна робота № 4

ПЕРМАНГАНАТОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ГІДРОГЕН ПЕРОКСИДУ

Мета: Провести визначення гідроген пероксиду методом окисно-відновного титрування.

Принцип методу: визначення ґрунтуються на реакції окиснення гідроген пероксиду розчином $KMnO_4$ в кислому середовищі. Вміст гідроген пероксиду розраховують за об'ємом витраченого на титрування робочого розчину калій перманганату.

Приготування та стандартизація робочого розчину калій перманганату за оксалатною кислотою.

Калій перманганат не має властивостей первинного стандарта, зокрема:

(перерахувати властивості, які перешкоджають приготуванню розчинів $KMnO_4$ точної концентрації за наважкою)

Точну концентрацію робочого розчину $KMnO_4$ визначають титриметрично за первинним стандартом $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$. Рівняння реакції, що відбувається при стандартизації:

(напишіть рівняння реакції, розставте коефіцієнти)

Згідно реакції, фактори еквівалентності f такі (наведіть формулу та зробіть розрахунок) :

$$f_{KMnO_4} = \text{_____} \quad f_{H_2C_2O_4} = \text{_____}$$

Для фіксації точки еквівалентності використовують (наведіть формулу речовини, яку застовують як індикатор) _____ оскільки (наведіть властивості речовини, які дають можливість ії використовувати як індикатор) _____. В кінцевій точці титрування забарвлення змінюється від _____ до _____.

Прилади, реактиви, посуд: 1. Підготовлений препарат $KMnO_4$,
2. Підготовлений препарат $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$
3. Розчин H_2SO_4 (1:4)
4. Гаряча дистильована вода
5. Аналітичні терези
6. Мірні колби на 250,0 мл
7. Бюретка
8. Піпетки Мора
9. Конічні колби

Xід роботи:

1. Для приготування 250,0 мл розчину калій перманганату з концентрацією $C(KMnO_4) \approx 0,05$ моль-екв/л зважують на технічних терезах з точністю $n \cdot 10^{-2}$ г наважку калій перманганату $m(KMnO_4)$, кількісно переносять її у мірну колбу відповідної ємності, додають дистильованої води і після **повного** розчинення (!) препарату доводять об'єм до риски й ретельно перемішують.

Наважку калій перманганату розраховують так (*напишіть формулу, зробіть розрахунок*):

$$m(KMnO_4) = \underline{\hspace{10cm}}$$

2. Приготований розчин $KMnO_4$ переливають у склянку з темного скла, ретельно закривають корком і залишають в темному місці на 7 – 10 днів. Лише після цього встановлюють його точну концентрацію за оксалатною кислотою.

3. Для приготування 250,0 мл робочого розчину оксалатної кислоти з концентрацією $C(H_2C_2O_4) 0,0500$ моль-екв/л зважують на аналітичних терезах з точністю $n \cdot 10^{-4}$ г наважку щойно перекристалізованої оксалатної кислоти $m(H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O)$, кількісно переносять її у мірну колбу відповідної ємності, додають дистильованої води і після **повного** (!) розчинення доводять об'єм до риски й ретельно перемішують.

Наважку оксалатної кислоти розраховують так (*напишіть формулу, зробіть розрахунок*):

$$m(H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O) = \underline{\hspace{10cm}}$$

4. Аліквоту робочого 0,0500 моль-екв/л розчину оксалатної кислоти (V_a) переносять у конічну колбу для титрування, додають 10-15 мл розчину сульфатної кислоти, розбавляють гарячою водою до загального об'єму приблизно 50 мл, добре перемішують і титрують розчином калій перманганату до зміни забарвлення розчину з на . По бюретці визначають об'єм титранту в кінцевої точки титрування (V_{me}). Отримане значення заносять в Табл. 1.

5. Титрування повторюють ще 2-3 рази, результати заносять в Табл. 1. Таблиця 1.

Результати визначення концентрації розчину $KMnO_4$ методом окисно-відновного титрування. $V_a = \underline{\hspace{1cm}}$ мл, $C(H_2C_2O_4) = 0,0500$ моль-екв/л.

№	V_{KMnO_4} , мл	C_{KMnO_4} , моль-екв/л	C_{KMnO_4sep} , моль-екв/л
1			
2			
3			

6. Точну концентрацію розчину калій перманганату (C_{KMnO_4} , моль-екв/л) розраховують за формулою: (*наведіть формулу, розшифрувіть всі позначення*):

$$C_{KMnO_4}, \text{моль-екв/л} = \underline{\hspace{10cm}}$$

Визначення вмісту гідроген пероксиду в задачі

Молекула H_2O_2 містить окисиген у проміжному ступені окиснення, тому, залежно від умов, гідроген пероксид може проявляти властивості як окисника, так і відновника. Зокрема, при взаємодії із сильним окисником перманганат-іоном в кислому середовищі, H_2O_2 окиснюється до O_2 згідно рівняння: (*напишіть рівняння реакції, розставте коефіцієнти*)

Згідно стехіометрії реакції, для гідроген пероксиду (*напишіть формулу, зробіть розрахунок*):

фактор еквівалентності $f_{\text{H}_2\text{O}_2} = \underline{\hspace{10cm}}$

молярна маса еквівалента $M_{\text{екв H}_2\text{O}_2} = \underline{\hspace{10cm}}$

Оскільки власне забарвлення робочого розчину досить інтенсивне, додаткових індикаторів не застосовують. Поява блідо рожевого забарвлення суміші у конічній колбі після додавання однієї краплини розчину KMnO_4 сигналізує про досягнення точки еквівалентності.

За об'ємом титранту, витраченого для досягнення точки еквівалентності, можна розрахувати кількість досліджуваної речовини

Прилади, реагенти, посуд: 1. Робочий розчин KMnO_4 , моль-екв/л (*наводите значення, що встановили в першій частині роботи*).

2. Розчин H_2SO_4 (1:4)
3. Бюретка
4. Піпетки Мора
5. Конічні колби

Xід роботи:

1. Задачу отримують в мірну колбу ємністю 100,0 мл ($V_{\text{зад}}$) та розбавляють дистильованою водою до мітки, ретельно перемішують.
2. Заповнюють бюретку робочим розчином калій перманганату.
3. Аліквотну частину задачі ($V_{\text{ал}}$) переносять у конічну колбу для титрування, додають 10-15 мл розчину сульфатної кислоти, розбавляють водою до загального об'єму приблизно 50 мл, добре перемішують і титрують робочим розчином перманганату. По бюретці визначають об'єм титранту в кінцевій точці титрування ($V_{\text{ме}}$). Отримане значення заносять в Табл.2.
4. Знову наповнюють бюретку й повторюють експеримент ще 2 - 3 рази. Результати заносять в Табл. 2.

5. Вміст гідроген пероксиду в задачі розраховують за формулою: (*наведіть формулу та зробіть розрахунок*):

$$m(H_2O_2) = \underline{\hspace{10cm}}$$

Таблиця 2.

Результати визначення гідроген пероксиду методом окисно-відновного титрування та їх статистична обробка. $V_{ai} = \underline{\hspace{1cm}}$ мл, $C_{KMnO4} = \underline{\hspace{1cm}}$ моль-екв/л.

№	V_{KMnO4} , мл	$m_{H_2O_2}$, г	$m_{H_2O_2\text{сер}}$, г
1			
2			
3			

Опорне значення, отримане у викладача $m_{on} = \underline{\hspace{1cm}}$ г.

Відносну похибку результату (Δ) розраховують за формулою:

$$\Delta = \underline{\hspace{10cm}}$$

Висновки:

1. Хімічна взаємодія між калій перманганатом та гідроген пероксидом належить до реакцій (*вкажіть тип реакції*) _____ типу. В процесі перебігу таких реакцій змінюється (*напишіть, яка характеристика розчину змінюється впродовж титрування*) _____ системи. (*поясніть який підхід застосовують для вибору неспецифічного індикатору у випадку застосування такого типу реакції в титриметрії. Чи потрібний такий індикатор при визначенні пероксиду з використанням перманганату?*)
-
-
-
-
-
-
-
-
-
-
-
-
-

Це перевага / недолік (*потрібне підкреслити*) цього методу.

2. Відносна похибка експериментального визначення відповідає/не відповідає (*потрібне підкреслити*) збіжності класичного титриметричного методу.

Опорне значення *потрапляє/не потрапляє* (*потрібне підкреслити*) в довірчий інтервал. Це свідчить про задовільну/не задовільну (*потрібне підкреслити*) правильність визначення.

Причиною великої похибки (за її наявності) може бути:

(*перераховуєте, які відхилення від методики були допущені вами під час виконання роботи і спричинили появу похибки*)

Питання для самоконтролю:

1. Поясніть, чому для титрування перманганатом в більшості випадків необхідно створювати сильно кисле середовище?
2. Яку кислоту краще застосовувати для створення необхідної кислотності в перманганатометричному титруванні? Чому для створення середовища не використовують інші кислоти, зокрема нітратну, хлоридну чи ортофосфатну кислоти.
3. Що таке автокatalітичні реакції? Наведіть приклад.
4. Що таке окисно-відновний потенціал?
5. Наведіть формулі для розрахунку окисно-відновного потенціалу системи при титруванні Fe(II) розчином Ce(IV) в моменти
 - а) Fe(II) відтитровано на 10 %;
 - б) Fe(II) перетитровано на 20 %;
 - в) в точці еквівалентності.
6. Які з перерахованих нижче сполук можна було б використати як індикатор для перманганатометричного визначення гідроген пероксиду?
а) 2,2-дипіридил ($E_0 = 1,33$ В); б) нітроферроїн ($E_0 = 1,25$ В); в) 1,10-фенантролін ($E_0 = 1,06$ В)
Відповідь підтвердіть розрахунками.
7. Оцініть величину систематичної помилки визначення Ce(IV) методом редокс титрування робочим розчином SnCl_2 в середовищі 2н H_2SO_4 з індикатором 2,2-дипіридил ($E_0 = 1,33$, В).

Лабораторна робота №5

ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ АСКОРБІНОВОЇ КИСЛОТИ ЙОДОМЕТРИЧНИМ МЕТОДОМ

Мета: Провести кількісне визначення аскорбінової кислоти методом іодометрії.

Принцип методу: визначення ґрунтуються на реакції окиснення аскорбінової кислоти I_2 в кислому середовищі. Вміст $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ розраховують за об'ємом витраченого на титрування робочого розчину іоду.

Приготування стандартного розчину калій біхромату та стандартизація робочого розчину натрій тіосульфату.

Натрій тіосульфат не має властивостей первинного стандарта, зокрема:

(перерахувати властивості, які перешикоджують приготуванню розчинів $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ точної концентрації за наважкою)

Точну концентрацію робочого розчину $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ визначають титриметрично за первинним стандартом $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ в середовищі сульфатної кислоти. Визначення проводять шляхом «титрування замісника»: вільний іод, який утворюється при взаємодії $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ з надлишком KI , відтитровують розчином $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. Це обумовлене тим, що при безпосередній взаємодії $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ з $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ відбувається (*перераувати, які небажані для кількісного аналізу процеси відбуваються*):

Рівняння реакцій, що відбуваються при стандартизації: (*напишіть рівняння реакцій, розставте коефіцієнти*)

Згідно стехіометрії процесів, фактори еквівалентності f такі:

$$f_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} = \underline{\hspace{2cm}} \quad f_{\text{I}_2} = \underline{\hspace{2cm}} \quad f_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = \underline{\hspace{2cm}}$$

Для фіксації точки еквівалентності застосовують специфічний для I_2 індикатор крохмаль. В кінцевої точці титрування він змінює забарвлення від $\underline{\hspace{2cm}}$ до $\underline{\hspace{2cm}}$

Прилади, реактиви, посуд: 1. Підготовлений препарат $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$

2. Підготовлений препарат $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

3. Розчин H_2SO_4 , 1:4

4. Крохмаль свіжовиготовлений, 1%-й розчин

5. Розчин калій йодиду, 10%-й.

6. Мірні колби на 250,0 мл

7. Бюретка

8. Піpetки Мора

9. Конічні колби

Xід роботи:

1. Для приготування 250,0 мл стандартного розчину калій біхромату з концентрацією $C(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)$ 0,0500 моль-екв/л зважують на аналітичних терезах з точністю $n \cdot 10^{-4}$ г наважку $m(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)$, кількісно переносять її у мірну колбу відповідної ємності, додають дистильованої води і після **повного розчинення** (!) препарату доводять об'єм до риски й ретельно перемішують.

Наважку калій біхромату розраховують так (*напишіть формулу, зробіть розрахунок*):

$$m(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = \underline{\hspace{2cm}}$$

2. Для приготування 250,0 мл розчину натрій тіосульфату з концентрацією $C(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \approx 0,05$ моль-екв/л зважують на технічних терезах з точністю $n \cdot 10^{-2}$ г наважку $m(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$, кількісно переносять її у мірну колбу відповідної ємності, додають дистильованої води і після **повного розчинення** (!) натрій тіосульфату доводять об'єм до риски й ретельно перемішують.

Наважку натрій тіосульфату розраховують так (напишіть формулу, зробіть розрахунок):

$$m(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = \underline{\hspace{10cm}}$$

3. Аліквоту 15,0 мл 10%-го розчину калій йодиду (V_a) переносять у конічну колбу для титрування, додають 10-15 мл розчину сульфатної кислоти, 10,0 мл робочого розчину калій біхромату і залишають на кілька хвилин. Після цього суміш розбавляють водою до загального об'єму приблизно 50 мл, добре перемішують і відтитровують розчином натрій тіосульфату.

Впродовж титрування розчин змінює забарвлення від _____ до _____ кольору. В цей момент до суміші додають 2-3 мл крохмалю, її забарвлення змінюється на _____. Продовжують титрування, поки розчин не змінить забарвлення з темно-синього на блідо-зелене.

Результат титрування (об'єм розчину натрій тіосульфату, що пішов на взаємодію з йодом, який виділився внаслідок взаємодії калій йодиду з аліквотною частиною стандартного розчину калій біхромату) заносять в Табл.1.

7. Наповнюють бюретку розчином $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ і повторюють титрування ще 3-4 рази, результати заносять в Табл. 1. Точну концентрацію розчину тіосульфату ($C_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$, моль-екв/л) розраховують за формулою: (наведіть формулу, розшифрувіть всі позначення):

$$C_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}, \text{моль-екв/л} = \underline{\hspace{10cm}}$$

Таблиця 1.

Результати визначення концентрації розчину $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ методом окисно-відновного титрування та їх статистична обробка. $V_a(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = \text{мл}$, $C(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0,0500 \text{ моль-екв/л}$.

№	$V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$, мл	$C_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$, моль-екв/л	$C_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3\text{сер}}$, моль-екв/л
1			
2			
3			
4			
5			

Визначення вмісту аскорбінової кислоти в задачі

Аскорбінова кислота (гамма-лактон 2,3-дегидро-L-гулонової кислоти, $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$), зокрема її L-ізомер (вітамін С), завдяки відновними й антіоксидантним властивостям, є однією з незамінних речовин для правильного функціонування живих організмів.

При взаємодії з йодом в кислому середовищі, вона окиснюється до дегідраскорбінової кислоти. Взаємодія відбувається згідно рівняння: (напишіть рівняння реакції з використанням структурних формул аскорбінової й дегідраскорбінової кислот, розставте коефіцієнти)

Згідно стехіометрії реакції, для аскорбінової кислоти

фактор еквівалентності $f_{C_6H_8O_6} =$ молярна маса еквівалента $M_{екв\ C_6H_8O_6} =$

З рівняння видно, що кислотність істотно впливає на процес окиснення аскорбінової кислоти. Стандартний окисно-відновний потенціал $E_0 C_6H_8O_6/C_6H_6O_6 = 0,40$ В [2] істотно змінюється при зміні pH середовища: від 0,33 за pH 1,1 до -0,015 за pH 8,7. Тому титрування проводять в середовищі сульфатної кислоти.

Реакція взаємодії аскорбінової кислоти з йодом відбувається недостатньо швидко, тому часто застосовують зворотне титрування: до аліквоти дослідженого розчину додають відомий надлишок робочого розчину йоду і після повного окиснення аскорбінової кислоти, залишок йоду відтитровують іншим робочим розчином – натрій тіосульфатом. Рівняння реакції, що відбувається: (напишіть рівняння реакції, розставте коефіцієнти)

Згідно стехіометрії реакції,
фактори еквівалентності: $f_{I_2} =$ _____

$f_{Na_2S_2O_3} =$ _____

Для фіксації точки еквівалентності застосовують специфічний для I_2 індикатор крохмаль. В кінцевій точці титрування він змінює забарвлення від _____ до _____

Прилади, реагенти, посуд: 1. Робочий розчин J_2 , 0,05 моль-екв/л

2. Робочий розчин $Na_2S_2O_3$, _____ моль-екв/л (навести значення, що встановили в першій частині роботи)

3. Розчин H_2SO_4 , 1:4
4. Крохмаль свіжоприготовлений, 1%-й розчин
5. Бюретка
6. Піпетки Мора
7. Конічні колби

Хід роботи:

1. Задачу отримують в мірну колбу ємністю 100,0 мл ($V_{зад}$) та розбавляють дистильованою водою до мітки.
2. Заповнюють бюретку робочим розчином натрій тіосульфату.
3. Аліквотну частину задачі ($V_{ал}$) переносять у конічну колбу для титрування, додають 10 мл розчину сульфатної кислоти, 15,0 мл робочого розчину I_2 . Через 2-5 хвилин розбавляють водою до загального об'єму приблизно 50 мл, добре перемішують і титують робочим розчином натрій тіосульфату.

Впродовж титрування суміш змінює забарвлення з _____ на _____ колір. Коли суміш в конічній колбі набуде світло-солом'яного кольору, додають 2-3 краплинни

крохмалю, забарвлення суміші змінюється на _____. Продовжують титрування, поки розчин не знебарвиться при додаванні однієї краплини робочого розчину.

Результат титрування (об'єм розчину натрій тіосульфату, що пішов на взаємодію з іодом, який залишився після взаємодії робочого розчину I_2 з аліквотною частиною задачі) заносять в Табл. 2.

4. Наповнюють бюретку розчином $Na_2S_2O_3$ і повторюють титрування ще 2-3 рази, результати заносять в таблицю 2.

5. Вміст аскорбінової кислоти в задачі розраховують за формулою: (*наведіть формулу та проведіть розрахунки*):

$$m(C_6H_8O_6) = _____$$

Таблиця 2.

Результати визначення аскорбінової кислоти методом окисно-відновного титрування.

$$V_{ax} = \text{_____ мл}, C_{Na_2S_2O_3} = \text{_____ моль-екв/л}, C_{I_2} = \text{_____ моль-екв/л}.$$

№	$V C_{Na_2S_2O_3}$, мл	$m_{C_6H_8O_6}$, г	$m_{C_6H_8O_6 \text{ сер}}$, г
1			
2			
3			

Опорне значення, отримане у викладача $m_{on} = \text{_____}$ г.

Відносну похибку результату розраховують за формулою:

Відносну похибку результату (Δ) розраховують за формулою:

$$\Delta = \text{_____}$$

Висновки:

1. Хімічні взаємодії між аскорбіновою кислотою і йодом, калій біхроматом і калій іодидом та йодом і натрій тіосульфатом належать до (вказуєте тип взаємодії наприклад: *нейтралізації, окиснення-відновлення і тд*)

реакцій.

В процесі перебігу реакцій такого типу змінюється (напишіть, яка характеристика розчину змінюється впродовж титрування) _____ системи. (пояснюєте який підхід застосовують для вибору неспецифічного індикатору у випадку застосування такого типу реакцій в титриметрії. Чи потрібний такий індикатор при визначенні пероксиду з використанням йоду?)

Це перевага / недолік (потрібне підкреслити) цього методу.

2. Відносна похибка експериментального визначення відповідає/не відповідає (потрібне підкреслити) збіжності класичного титриметричного методу.

Причиною великої похибки (за її наявності) може бути:

(перераховуєте які відхилення від методики були допущені вами під час виконання роботи і призвели до появи помилки)

Питання для самоконтролю:

1. При встановленні нормальноті натрій тіосульфату йодометричним методом титрування проводять в сульфатнокислому середовищі. Поясніть, чому? Чи можливо замінити сульфатну кислоту на а) хлоридну або б) ацетатну? Обґрунтуйте свою думку.
2. Специфічні індикатори. Принцип дії, переваги та недоліки у порівнянні з неспецифічними індикаторами. Наведіть приклади.
3. Відомо, що Cu^{2+} легко визначається йодометричним методом, натомість, молібден(VI) можна відтитрувати лише за умови відгонки йоду при кип'ятінні сильнокислого розчину. Поясніть причину відмінностей. $E^0_{\text{Cu}^{2+}/\text{Cu}^+} = 0,16 \text{ В}$, $E^0(\text{MoO}_4^{2-}, \text{H}^+/\text{MoO}_2^+) = 0,4 \text{ В}$, $E^0_{\text{I}_2/\text{I}^-} = 0,53 \text{ В}$.
4. Розрахуйте значення окисно-відновного потенціалу системи $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}, 14\text{H}^+/2\text{Cr}^{3+}$ в умовах, коли $[\text{Ox}] = 0,05 \text{ моль/л}$, $[\text{Red}] = 0,5 \text{ моль/л}$, $[\text{H}^+] = 0,01 \text{ моль/л}$
5. Обчисліть окисно-відновний потенціал суміші в точці еквівалентності при прямому титруванні аскорбінової кислоти робочим розчином йоду. Вихідні концентрації обох розчинів $0,1 \text{ моль-екв/л}$, $\text{pH}=1,00$.
6. Розрахуйте величину стрибка титрування при іодометричному визначенні арсену. Вважайте, що вихідні концентрації усіх розчинів $0,1 \text{ моль-екв/л}$, $\text{pH } 5,5$.

Лабораторна робота № 6

ВИЗНАЧЕННЯ ЗАГАЛЬНОЇ ТВЕРДОСТІ ВОДИ МЕТОДОМ КОМПЛЕКСОНОМЕТРІЇ

Мета: Визначити загальну твердість води, обумовлену сумарним вмістом Ca^{2+} та Mg^{2+} , методом комплексонометричного титрування.

Принцип методу: визначення ґрунтуються на взаємодії метал-індикаторних комплексних сполук Ca^{2+} та Mg^2 з комплексоном III, що супроводжується зміною забарвлення розчину. Загальну твердість води (в ммоль-екв/l , або в мг/l у перерахунку на вміст CaCO_3) обчислюють за витраченим на титрування об'ємом робочого розчину комплексону III.

Комплексон III (трилон Б, динатрієва сіль етилендіамінотетраацетатної кислоти) утворює стійкі розчинні та безбарвні комплексні сполуки з іонами майже усіх металів за різного pH середовища. Зокрема, іони Ca^{2+} та Mg^{2+} взаємодіють з Трилоном Б за $\text{pH} > 9$ згідно рівняння: (напишіть рівняння реакції з використанням структурної формули титранта, розставте коефіцієнти)

1.

Точка еквівалентності характеризується певною концентрацією іона металу. Для її реєстрації в систему попередньо вводять певну кількість металохромного індикатора, який утворює з іоном металу комплексну стійку забарвлена комплексну сполуку. Для Ca^{2+} та Mg^{2+} індикатором є еріохромчорний Т, взаємодія відбувається за реакцією:

(напишіть рівняння реакції для Mg^{2+} з використанням структурної формули індикатора, розставте коефіцієнти)

В точці еквівалентності забарвлення змінюється внаслідок руйнування забарвленої комплексної метал-індикаторної сполуки згідно рівняння: (напишіть рівняння реакції з використанням структурних формул, розставте коефіцієнти, вкажіть забарвлення вихідних речовин і продуктів реакції)

2.

Отже, в кінцевій точці титрування суміш змінює забарвлення з _____ на _____

- Прилади, реактиви, посуд: 1. Робочий розчин трилону Б, 0,0500 моль/л
2. Суха суміш еріохромчорного Т (ЕХЧ) та NaCl
3. Аміачний буферний розчин з $\text{pH} 10$

4. Бюретка
5. Піпетки Мора
6. Конічні колби

Xід роботи:

1. Заповнюють бюретку робочим розчином трилону Б.

2. Відбирають пробу досліджуваної води -

_____ (вказуєте тип проби: природна/питна/ мінеральна та місце її відбору).

3. У конічну колбу для титрування піпеткою відбирають аліквоту (V_a) досліджуваної проби об'ємом _____ мл, додають 10 мл аміачного буферного розчину та 10 мг індикатора. Розчин набуває _____ забарвлення.

4. Титрують робочим розчином трилону Б за інтенсивного перемішування до зміни забарвлення суміші на _____ при додаванні однієї краплини титранта. Рівняння реакцій, які відбуваються при титруванні до зміни забарвлення (рівняння 1) та в процесі зміни забарвлення поблизу точки еквівалентності (рівняння 2).

5. Знову наповнюють бюретку робочим розчином й повторюють експеримент ще 2-3 рази. Результат (об'єм робочого розчину, який пішов на титрування аліквотної частини природної води) заносять в Табл. 1.

6. Твердість води (ммоль-екв/л) розраховують за формулою:

$$C_x = \frac{C_{mpB} \times V_{mpB} \times 1000}{V},$$

де C_{mpB} – концентрація стандартного розчину трилону Б, моль/л; V_{mpB} - об'єм стандартного робочого розчину, що пішов на титрування, мл; V – об'єм проби води, мл.
Результати розрахунків заносять в Табл.1.

Таблиця 1.

Результати визначення твердості води методом комплексонометричного титрування.

$$V_{al} = \text{_____ мл}, C_{mpB} = \text{_____ моль /л.}$$

№	V_{me} , мл	C_x , ммоль-екв/л	$C_{x\ sep}$, ммоль-екв/л
1			
2			
3			

Згідно [4] (у списку літератури вказуєте назив довідника чи іншого джерела інформації) твердість природної/питної (потрібне підкреслити) води коливається в межах від _____ до _____ ммоль-екв/л.

Порівняти

експериментально визначене значення твердості природної чи питної води з інтервалом твердості, яка характерна для того типу води, який аналізували.

Або Згідно інформації виробника на етикетці жорсткість *мінеральної* води ()
_____ (вказуєте назву) складає _____ (вказуєте значення)

Відносну похибку результату (Δ) розраховують за формулою:

$$\Delta = \text{_____}$$

Висновки:

1. Хімічна реакція між іонами металів (Ca^{2+} , Mg^{2+}) і Трилоном Б належить до реакцій (вказуєте тип хімічної взаємодії. Наприклад, нейтралізація, окиснення-відновлення та ін.)
_____. В результаті утворюються стійкі/малостійкі, яскраво забарвлени/безбарвні, розчинні/нерозчинні у воді (потрібне підкреслити) комплексні сполуки із співвідношенням компонентів _____ (вказуєте співвідношення метал : трилонБ).

Точка еквівалентності характеризується певною концентрацією іона металу (M), яка визначається (перераховуєте фактори, які визначають pM в т.е.)

Для реєстрації точки еквівалентності в систему попередньо вводять індикатор (наводите назву, описуєте принцип дії, підходи до вбору на прикладі визначення $\text{Ca}^{2+}/\text{Mg}^{2+}$)

3. Відносна похибка експериментального визначення відповідає/не відповідає (потрібне підкреслити) збіжності класичного титриметричного методу.

4. (залежно від типу аналізованого зразку)

Для природної/питної

Експериментально отримане значення *потрапляє/не потрапляє* (*потрібне підкреслити*) в інтервал твердості *природної/питьвої* (*потрібне підкреслити*) води. Це свідчить про *задовільну/не задовільну* (*потрібне підкреслити*) якість води.

Для мінеральної бутыльованої

Жорсткість мінеральної води _____ (вказуєте назву) згідно інформації виробника на етикетці *потрапляє/не потрапляє* (*потрібне підкреслити*) в довірчий інтервал експериментального значення. Це свідчить про *задовільну/не задовільну* (*потрібне підкреслити*) якість експерименту.
Можливі причини появи похибки (за наявності)

Питання для самоконтролю:

1. Металохромні індикатори. Принцип їх дії.
2. Вимоги до металохромних індикаторів.
3. Чим пояснюється широке застосування трилону Б для титриметричного визначення кальцію, магнію та інших металів?
4. Розрахуйте значення рівноважної концентрації металу в точці еквівалентності при титруванні розчину солі Ca^{2+} розчином трилону Б. Вихідні концентрації 0,05 моль/л, $\text{pH}=10$. Необхідні дані для розрахунків взяти із довідника.
5. Розрахуйте яку концентрацію ЕХЧ Т потрібно створити в розчині при визначенні вмісту Mg^{2+} в розчині методом комплексонометричного титрування для того, щоб забарвлення суміші змінилося саме в т.е.. Вихідні концентрації Mg^{2+} та Трилону Б 0,1 моль/л, $\text{pH}=9,5$. Необхідні дані для розрахунків взяти із довідника.

Лабораторна робота №7

ВИЗНАЧЕННЯ ХЛОРИДІВ У МОРСЬКІЙ СОЛІ АБО РОЗСОЛАХ МЕТОДОМ ФОЛЬГАРДА

Мета: Провести кількісне визначення вмісту хлоридів у морській солі методом аргентометричного титрування.

Принцип методу: визначення ґрунтуються на осадження хлоридів еквіалентною кількістю Ag^+ , й розрахунку вмісту Cl^- за об'ємом витраченого на взаємодію робочого розчину AgNO_3 .

Стандартизація робочих розчинів

В аргентометричному методі осадження застосовують робочі розчини натрій хлориду, аргентум нітрату та калій тіоціанату. Два останні не можуть бути первинними стандартами, оскільки (перераховуєте властивості, які переважають приготованню розчинів AgNO_3 точної концентрації за наважкою)

(перерахувати властивості, які перешкоджають приготуванню розчинів **KSCN** точної концентрації за наважкою)

Точну концентрацію робочого розчину **AgNO₃** визначають титриметрично за первинним стандартом **NaCl**. Рівняння реакції, що відбувається при стандартизації:

(напишіть рівняння реакції, розставте коефіцієнти)

В процесі титрування в суміші змінюється концентрація **Ag⁺** і точці еквівалентності вона набуває значення: (наведіть формулу, зробіть розрахунок)

$$[Ag^+]_{me} =$$

Для візуальної фіксації такої концентрації до суміші перед титруванням додають розраховану кількість хромату, який утворює яскраво забарвлений осад згідно рівняння: (напишіть рівняння реакції, розставте коефіцієнти)

Необхідну концентрацію хромату можна розрахувати так (наведіть формулу, зробіть розрахунок)

$$[CrO_4^{2-}] =$$

В кінцевій точці титрування суміш змінює забарвлення від _____ до _____.

Точну концентрацію робочого розчину **KSCN** визначають титриметрично за вторинним стандартом **AgNO₃**.

Рівняння реакції, що відбувається при стандартизації:

(напишіть рівняння реакції між **KSCN** та **AgNO₃**, розставте коефіцієнти)

В процесі титрування в суміші змінюється концентрація **SCN⁻** і точці еквівалентності вона набуває значення: (напишіть формулу, зробіть розрахунок)

$$[SCN^-]_{me} =$$

Для візуальної фіксації такої концентрації до суміші перед титруванням додають розраховану кількість ферум(ІІІ), який утворює яскраво забарвлену розчинну комплексну сполуку згідно рівняння: (напишіть рівняння реакції, розставте коефіцієнти)

Необхідну концентрацію ферум(ІІІ) можна розрахувати так (наведіть формулу, зробіть розрахунок)

$$[Fe^{3+}] =$$

В кінцевій точці титрування суміш змінює забарвлення від _____ до _____

- Прилади, реактиви, посуд: 1. Підготовлений препарат NaCl
2. Підготовлений препарат AgNO₃
3. Підготовлений препарат KSCN
4. Розчин калій хромату, 5%-й водний
5. Розчин ферум(ІІІ)-амоніевого галуну, насыщений
6. Нітратна кислота, 6 моль/л
7. Бюретка
8. Піпетки Мора
9. Конічні колби

Хід роботи:

1. Для приготування 250,0 мл стандартного розчину натрій хлориду з концентрацією $C(NaCl)$ _____ 0,0500 моль/л зважують на аналітичних терезах з точністю $n \cdot 10^{-4}$ г наважку $m(NaCl)$, кількісно переносять її у мірну колбу відповідної ємності, додають дистильованої води і після **повного розчинення** (!) натрій хлориду доводять об'єм до риски й ретельно перемішують.

Наважку натрій хлориду розраховують так:

(наведіть формулу та зробіть розрахунок):

$$m(NaCl) =$$

2. Для приготування 250,0 мл розчину аргентум нітрату з концентрацією $C(AgNO_3) \approx 0,05$ моль/л зважують на технічних терезах з точністю $n \cdot 10^{-2}$ г наважку $m(AgNO_3)$, переносять її у мірну колбу відповідної ємності, додають дистильованої води і після **повного розчинення** (!) доводять об'єм до риски й ретельно перемішують.

Наважку аргентум нітрату розраховують так:

(наведіть формулу та зробіть розрахунок):

$$m(AgNO_3) =$$

3. Наповнюють бюретку приготованим розчином AgNO₃.
4. Аліквоту робочого 0,05 моль/л розчину натрій хлориду (V_a) переносять у конічну колбу для титрування, додають 2 мл розчину калій хромату, розбавляють водою до загального об'єму приблизно 20 мл, добре перемішують і титрують розчином аргентум нітрату. В процесі

титрування спочатку утворюється осад _____ кольору, який поблизу точки еквівалентності коагулює, а в точці еквівалентності забарвлення осаду змінюється на _____.

5. Об'єм витраченого розчину AgNO_3 записують в Табл. 1. Заповнюють бюретку розчином AgNO_3 й повторюють титрування ще 3-4 рази, результати заносять в Табл. 1.

6. Точну концентрацію розчину аргентум нітрату (C_{AgNO_3} , моль/л) розраховують за формулою:

$$C_{\text{AgNO}_3} =$$

Таблиця 1.

Результати визначення концентрації розчину AgNO_3 методом осаджувального титрування та їх статистична обробка. $V_a =$ _____ мл, $C(\text{NaCl}) = 0,0500$ моль/л.

№	V_{AgNO_3} , мл	C_{AgNO_3} , моль-екв/л	$C_{\text{AgNO}_3 \text{ сер}}$, моль/л
1			
2			
3			
4			
5			

7. Для приготування 250,0 мл розчину калій роданіду з концентрацією $C(\text{KSCN}) \approx 0,05$ моль/л зважують на технічних терезах з точністю $n \cdot 10^{-2}$ г наважку $m(\text{KSCN})$, переносять її у мірну колбу відповідної ємності, додають дистильованої води і після **повного розчинення** (!) доводять об'єм до риски й ретельно перемішують.

Наважку калій тіоціанату розраховують так:

(наведіть формулу та, зробіть розрахунок):

$$m(\text{KSCN}) =$$

8. Наповнюють бюретку приготованим розчином KSCN.

9. Аліквоту робочого (наводите значення, що встановили в п.6) _____ моль/л розчину аргентум нітрату (V_a) переносять у конічну колбу для титрування, додають 2 мл розчину ферум(III)-амонієвого галуну та 5 мл нітратної кислоти, розбавляють водою до загального об'єму приблизно 20 мл, добре перемішують і титують розчином калій тіоціанату. Титрант додають повільно за ретельного перемішування. В процесі титрування в суміші утворюється осад _____ кольору, який коагулює при наближенні до точки еквівалентності. В точці еквівалентності осад набуває стійкого коричнево-рожевого забарвлення. Об'єм, що пішов на титрування заносять в Табл.2.

10. Наповнюють бюретку розчином KSCN й повторюють титрування ще 3-4 рази, результати титрування заносять в Табл. 2.

11. Точну концентрацію розчину калій тіоціанату (C_{KSCN} , моль/л) розраховують за формулою:

$$C_{KSCN} =$$

Таблиця 2.

Результати визначення концентрації розчину KSCN методом осаджувального титрування. V_a = мл, $C(AgNO_3)$ = моль/л.

№	V_{KSCN} , мл	C_{KSCN} , моль-екв/л	$C_{KSCN\text{3 сер}}$, моль/л
1			
2			
3			

Визначення вмісту хлоридів у морській солі

Морська сіль, окрім хлоридів містить аніони карбонату, сульфату, фосфату, арсенату та інші. Тому, визначення хлоридів у морській солі в нейтральному середовищі неможливе. В такому випадку застосовують метод титрування за залишком в кислому середовищі. Спочатку до нітратно-кислого розчину морської солі додають відомий надлишок робочого розчину аргентум нітрату, відбувається вибіркове осадження хлоридів:

(напишіть рівняння реакції, розставте коефіцієнти)

Залишок аргентум(І) відтитровують другим робочим розчином калій роданіду. Взаємодія відбувається згідно рівняння: (напишіть рівняння реакції, розставте коефіцієнти)

Концентрацію SCN^- , яка характерна для точки еквівалентності фіксують за допомогою специфічного індикатора – іонів Fe^{3+} . Тому, в кінцевій точці титрування забарвлення осаду змінюється з _____ на _____.

Прилади, реактиви, посуд:

1. Робочий розчин $AgNO_3$, _____ моль-екв/л (наводите значення, що встановили в першій частині роботи)
2. Робочий розчин $KSCN$, _____ моль-екв/л (наводите значення, що встановили в першій частині роботи).
3. Розчин ферум(ІІІ)-амонієвого галуну, насичений
6. Тетрахлорид вуглецю
7. Нітратна кислота, 6 моль/л
8. Бюретка
9. Піпетки Мора

10. Конічні колби

Хід роботи:

1. Наважку морської солі масою m (зразка)=_____ кількісно переносять в мірну колбу ємністю 100,0 мл ($V_{заз}$), додають дистильованої води і після **повного розчинення** (!) розбавляють дистильованою водою до мітки й ретельно перемішують.
2. Заповнюють бюретку робочим розчином калій тіоціанату.
3. Аліквотну частину задачі ($V_{ал}$) переносять у конічну колбу для титрування, додають 10,0 мл розчину нітратної кислоти, 10,0 мл робочого розчину аргентум нітрату й ретельно перемішують суміш. Після цього до суміші додають 2 мл CCl_4 з метою (вкажіть, *перебігу яких процесів* запобігає *нелеткий органічний розчинник*)

4. До суміші додають 2 мл насыченого розчину ферум(ІІІ)-амонієвого галуну, ретельно перемішують і відтитровують залишок Ag^+ робочим розчином калій тіоціанату до зміни забарвлення осаду на коричнево-рожевий. Визначають об'єм робочого розчину, що пішов на титрування і записують це значення в Табл.3.
5. Знову наповнюють бюретку робочим розчином KSCN й повторюють експеримент ще 2 - 3 рази. Результати паралельних дослідів заносять в Табл. 3.
6. Вміст хлоридів у морській солі у відсотках розраховують за формулою:
(наведіть формулу та зробіть розрахунок):
 $w(Cl^-) =$
7. Результати розрахунків заносять в Табл. 3.

Таблиця 3.

Результати визначення вмісту хлоридів у морській солі методом осаджувального титрування.

m (зразка) = _____ г, $V_{заз} = 100,0$ мл, $V_a =$ _____ мл,

$C(\text{AgNO}_3) =$ _____ моль/л, $V(\text{AgNO}_3) = 10,0$ мл,

$C(\text{KSCN}) =$ _____ моль/л

№	V_{KSCN} , мл	$w(Cl^-)$, %	$w(Cl^-)_{cep}$, %
1			

2			
3			
4			
4			
6			
7			
8			

Згідно [5] (у списку літератури вказуєте назву довідника чи іншого джерела інформації) вміст хлоридів у морській солі коливається від _____ до _____ %

Висновки:

- Хімічна взаємодія між катіоном Ag^+ та аніонами Cl^- й SCN^- призводить до утворення розчинних/поганорозчинних у воді сполук, а отже, належить до реакцій (вказуєте тип хімічної взаємодії) _____.

Точка еквівалентності характеризується певним співвідношенням концентрацій катіонів та аніонів, які входять до складу осаду. Тому, для візуальної фіксації точки еквівалентності (поясніть який підхід застосовують для вибору індикатору у випадку застосування такого типу реакцій в титриметрії)

- Відносна похибка експериментального визначення відповідає/не відповідає (потрібне підкреслити) збіжності класичного титриметричного методу.

Експериментально отримане значення потрапляє/не потрапляє (потрібне підкреслити) в інтервалі вмісту хлоридів, характерний для природної морської солі. Це свідчить про задовільну/не задовільну (потрібне підкреслити) якість анлізу.

Можливі причини появи похибки (за наявності)

Питання для самоконтролю:

- Вимоги до реакцій осадження в титриметричному аналізі.
- Метод Мора. Робочі розчини, індикатор. Які йони можна визначати цим методом? Які об'єкти можна аналізувати?
- Поясніть, чи можна використати як індикатор в методі Мора а) калій сульфід та б) калій біхромат? Відповідь потрібно підтвердити розрахунками.

4. Обчисліть систематичну помилку визначення хлориду методом Мора, якщо при титруванні 10,0 мл $\approx 0,1$ моль/л розчину Cl^- робочим 0,0500 моль/л розчином AgNO_3 додали 5 мл насиченого розчину калій хромату?
5. Метод Фольгарда. Робочі розчини, індикатор. Які йони можна визначати цим методом? Які об'єкти можна аналізувати? Назвіть переваги та недоліки методу, порівняно з методом Мора.
6. Особливості застосування адсорбційних індикаторів в аргентометрії. Назвіть переваги та недоліки методу Фаянса, порівняно з методом Мора.
7. Розрахуйте значення рівноважної концентрації металу в точці еквівалентності при титруванні розчину KI розчином AgNO_3 . $K_s^0(\text{AgI}) = 8 \cdot 10^{-17}$.
8. Розрахуйте стрибок титрування при визначенні хлориду методом Мора. Вважайте, що вихідні концентрації всіх розчинів 0,1 моль/л.

Список використаної літератури

1. Обробка даних у хімічному аналізі. Навчальний посібник для студентів хімічного факультету / М.В. Іщенко – Ірпінь: Видавництво та друкарня НУДПС України, 2017. – 69 с.
2. Сусленникова В.М., Киселева Е.К. Руководство по приготовлению титрованіх растворов. Изд.5е, - Л. Химия, 1973. – С.144.
3. Методичні вказівки до лабораторних робіт з аналітичної хімії для студентів другого курсу хімічного факультету / О.А. Запорожець. О.Ю. Наджафова, Н.І. Смік, Л.С. Іванько, О.М. Лисенко, В.О. Дорощук, Р.П. Линник, В.В. Верба, Л.С. Костенко, В.Б. Іщенко – К.: ВПЦ «Київський університет», 2005. – 50 с.
4. *вказуєте називу довідника чи іншого джерела інформації, де наведено дані щодо твердості природної/питьної води*
5. *вказуєте називу довідника чи іншого джерела інформації, де наведено вміст хлоридів у морській солі*

Список рекомендованої літератури для теоретичної підготовки до лабораторних занять

1. Бабко А. К., П'ятницький І. В.. Кількісний аналіз. Київ, «Вища школа», 1974, 304 с.
2. Пилипенко А. Т., Пятницкий И.В., Аналитическая химия.- М.: Химия.- 1990.-Т.1.
3. Кристиан Г. Аналитическая химия В 2х томах. Пер с англ – М. БИНОМ. Лаборатория знаний. – 2013 , Т.1
4. Хімія. Підручник для студентів вищих навчальних закладів. Частина IV. / кол. авторів – Харків.: Фоліо. – 2014. – 958 с.