

**ВОЛИНСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
ІМЕНІ ЛЕСІ УКРАЇНКИ**

ФАКУЛЬТЕТ ХІМІЇ, ЕКОЛОГІЇ ТА ФАРМАЦІЇ

Кафедра хімії та технологій

С. І. КОРОЛЬЧУК, Т. І. САВЧУК, Ж. О. КОРМОШ

АНАЛІТИЧНА ХІМІЯ. ЧАСТИНА І

Методичні вказівки до лабораторних робіт

Луцьк – 2022

УДК 543.061:543.066: 543.021:543.24

Рекомендовано до друку науково-методичною радою
Волинського національного університету імені Лесі Українки
(протокол № 3 від 16 листопада 2022 року)

Рецензенти: Лавринюк З.В. – кандидат хімічних наук, доцент кафедри екології та охорони навколишнього середовища ВНУ імені Лесі Українки.

Шемет В.Я. – кандидат технічних наук, доцент кафедри матеріалознавства ЛНТУ.

КОРОЛЬЧУК С. І., САВЧУК Т. І., КОРМОШ Ж. О.

Аналітична хімія. Частина І. / Корольчук Світлана Іванівна, Савчук Тетяна Іванівна, Кормош Жолт Олександрович - Луцьк : ПП Іванюк В.П., 2022 – 45 с.

Методичні вказівки до лабораторних робіт „ Аналітична хімія. Частина І. ” містять методики виконання до лабораторних робіт, задачі та теоретичні запитання для самопідготовки.

Рекомендовано студентам факультету хімії, екології та фармації спеціальності 226 Фармація, промислова фармація.

УДК 543.061:543.066: 543.021:543.24

© Корольчук С.І., Савчук Т.І., Кормош Ж.О., 2022

© Волинський національний університет імені Лесі Українки, 2022

ЗМІСТ

Вступ.....	4
Лабораторна робота №1. Виконання якісних реакцій 1-3 груп катіонів за кислотно-основною класифікацією. Контрольна задача на катіони 1-3 гру.....	5
Лабораторна робота №2. Виконання якісних реакцій 4-6 груп катіонів за кислотно-основною класифікацією. Контрольна задача на катіони 4-6 груп.....	11
Лабораторна робота №3. Контрольна задача на катіони 1-6 груп.....	17
Лабораторна робота № 4. Виконання якісних реакцій 1-3 груп аніонів за кислотно-основною класифікацією. Контрольна задача на аніони 1-3 груп.....	19
Лабораторна робота №5. Повна контрольна задача на катіони і аніони.....	24
Лабораторна робота № 6. Визначення вмісту барію у реактивному (марка "ч") $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Частина 1.....	26
Лабораторна робота № 7. Визначення вмісту барію у реактивному (марка "ч") $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Частина 2.....	28
Лабораторна робота № 8. Визначення вмісту барію у реактивному (марка "ч") $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Частина 3.....	29
Лабораторна робота № 9. Кислотно-основне титрування. Техніка приготування розчинів.....	31
Лабораторна робота № 10. Визначення Na_2CO_3 та NaHCO_3 в суміші.....	33
Лабораторна робота № 11. Визначення загальної твердості води.....	35
Лабораторна робота № 12. Перманганатометричне титрування. Техніка приготування розчинів.....	38
Лабораторна робота № 13. Визначення Феруму в солі Мора.....	40
Лабораторна робота №14. Йодометричне визначення Купруму.....	42

Вступ

Навчальна дисципліна “Аналітична хімія” є фундаментальною хімічною дисципліною, яка вивчається студентами вищих навчальних закладів фармацевтичного профілю України і є складовою частиною державного стандарту освіти.

Дисципліна спрямована на вивчення теоретичних основ аналітичної хімії та оволодіння сучасними інструментальними методами аналізу, які характеризуються високою швидкістю виконання та чутливістю. Знання, які отримують студенти у процесі вивчення аналітичної хімії, є теоретичною та практичною базою для вивчення профільних дисциплін на старших курсах.

Метою викладання навчальної дисципліни є формування уявлень про теоретичні основи аналітичної хімії, основи метрології, пробовідбору, які безпосередньо використовуються для методик визначень речовин інструментальними методами хімічного аналізу.

Завдання навчальної дисципліни: засвоїти теоретичні основи аналітичної хімії; засвоїти якісні реакції виявлення катіонів та аніонів; засвоїти принцип та методи титриметричного аналізу; засвоїти принцип гравіметричного аналізу; засвоїти принцип оптичних методів аналізу; засвоїти принцип електрохімічних методів аналізу; засвоїти принцип хроматографічних методів аналізу.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 1

Виконання якісних реакцій 1-3 груп катіонів за кислотно-основною класифікацією. Контрольна задача на катіони 1-3 груп

Питання для самопідготовки

1. Кислотно-основна класифікація катіонів.
2. Якісні реакції на катіони I аналітичної групи.
3. Якісні реакції на катіони II аналітичної групи.
4. Схема розділення катіонів другої аналітичної групи.
5. Якісні реакції на катіони III аналітичної групи.
6. Схема розділення катіонів третьої аналітичної групи.

Задачі

1. Відкриваний мінімум K^+ за реакцією з $Na_3[Co(NO_2)_6]$ становить 4,0 мкг. Граничне розведення 50000 мл/г.
2. Гранична концентрація Ni^{2+} у розчині становить 1:250000 г/мл. Мінімальний об'єм досліджуваного розчину, необхідний для відкриття Ніколу дією аміаку, — 0,05 мл. Знайти відкриваний мінімум.
3. Розрахувати граничну концентрацію та граничне розведення, якщо $2,5 \cdot 10^{-3}$ мкг іонів NH_4^+ можна відкрити з реактивом Неслера в 0,05 мл досліджуваного розчину.
4. Мікrokристалоскопічна реакція іонів Ca^{2+} із сульфатною кислотою вдається з розчином об'ємом 0,001 мл. Граничне розведення становить 20000 мл/г. Розрахувати відкриваний мінімум.
5. Відкриваний мінімум Bi^{3+} з 2-нафтиламином становить 1 мкг. Мінімальний об'єм досліджуваного розчину — 0,001 мл. Розрахувати граничну концентрацію і граничне розведення.
6. Гранична концентрація відкриття Co^{2+} з пікриною кислотою становить 1: 6500 г/мл, а відкриваний мінімум — 0,3 мкг. Розрахувати мінімальний об'єм.
7. Мікrokристалоскопічна реакція Cu^{2+} у вигляді $K_2Pb[Cu(NO_2)_6]$ вдається з краплею об'ємом 0,001 мл розчину, що містить 0,03 мкг Cu^{2+} . Розрахувати граничну концентрацію.
8. Відкриваний мінімум реакції Ni^{2+} з диметилглюксимом становить 0,16 мкг, а граничне розведення розчину 300000 мл/г. Розрахувати мінімальний об'єм.
9. Гранична концентрація CN^- в реакції з $AgNO_3$ становить 1:50000 г/мл. Розрахувати відкриваний мінімум, якщо реакція вдається з краплею об'ємом $3 \cdot 10^{-4}$ мл.
10. Відкриваний мінімум реакції K^+ з $Na_3[Co(NO_2)_6]$ становить 0,12 мкг, а гранична концентрація 1:80000 г/мл. Розрахувати мінімальний об'єм.
11. Гранична концентрація K^+ у розчині для реакції з $NaHC_4H_4O_6$ становить 1:1000 г/мл. Визначити відкриваний мінімум, якщо реакція вдається з об'ємом 0,01 мл.
12. Реакція на іон Cd^{2+} з $(NH_4)_2[Hg(SCN)_4]$ вдається з розчином об'ємом $1 \cdot 10^{-3}$ мл при граничному розведенні 1000 мл/г. Розрахувати відкриваний мінімум.
13. Гранична концентрація іонів Ca^{2+} в реакції з $(NH_4)_2C_2O_4$ становить 1:20000 г/мл, а мінімальний об'єм розчину $1 \cdot 10^{-3}$ мл. Розрахувати відкриваний мінімум іонів Ca^{2+} за цією реакцією.
14. Розрахувати граничне розведення та граничну концентрацію, якщо відкриваний мінімум становить 0,15 мкг, а мінімальний об'єм 0,03 мл.
15. Відкриваний мінімум становить 0,01 мкг. Мінімальний об'єм 0,005 мл. Розрахувати граничне розведення.

Хід роботи

1. Студент повинен самостійно написати якісні реакції на катіони I-III аналітичні групи за кислотно-лужною класифікацією згідно рекомендованої таблиці:

Катіон	Реагент	Рівняння реакції	Аналіт. сигнал	Умови пров-ня	Примітка
K ⁺	Na ₃ [Co(NO ₂) ₆]	$2 \text{KCl} + \text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6] \rightarrow \text{K}_2\text{Na}[\text{Co}(\text{NO}_2)_6] \downarrow + 2\text{NaCl}$	Жовтий осад	pH = 4-5	Заважає NH ₄ ⁺

У відповідності до зробленого запису проробити якісні реакції на лабораторній роботі.

2. Отриману у викладача контрольну задачу студент повинен самостійно виконати згідно поданих нижче схем розділення.
3. Для визначення катіонів проводять розділення їх на аналітичні групи згідно з кислотно-основною класифікацією за допомогою групових реагентів (схема 1).

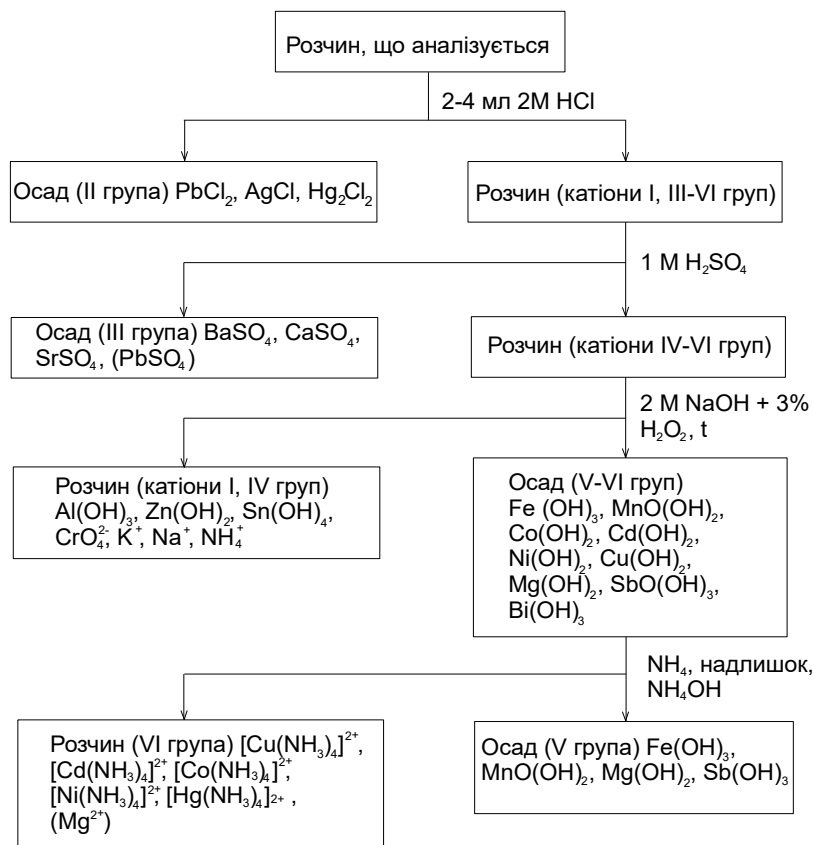
До 2 мл досліджуваного розчину додають 2 М розчин HCl до припинення виділення осаду. Осад, який містить PbCl₂, AgCl, Hg₂Cl₂, відокремлюють центрифугуванням, промивають один раз розведеною хлоридною кислотою та аналізують на вміст катіонів другої групи (схема 2).

З центрифугату після виділення катіонів другої групи відокремлюють катіони третьої групи. Для цього центрифугат поміщають у центрифужну пробірку та краплями при перемішуванні додають 1М розчин H₂SO₄, до припинення утворення осаду. Після виділення осаду перевіряють повноту осадження. Розчин з осадом витримують 5 хвилин на водяній бані і потім центрифугують.

Прозорий центрифугат, який містить катіони першої, четвертої, п'ятої та шостої груп, відокремлюють. Осад катіонів третьої групи та, можливо, Плюмбуму промивають водою, підкисленою розведеною сульфатною кислотою (схема 3). Для видалення катіонів Плюмбуму до осаду додають декілька крапель 30%-ного розчину амоній ацетату та нагрівають. Осад відокремлюють центрифугуванням. У фільтраті визначають іони Плюмбуму з калій йодидом. Обробку осаду амоній ацетатом повторюють до тих пір, поки розчин над осадом не припинить давати позитивну реакцію з калій йодидом на іони Плюмбуму. Далі проводять визначення катіонів третьої групи в осаді.

До центрифугату після відокремлення катіонів третьої групи додають 4М розчин NaOH спочатку до лужної реакції, а потім ще надлишок (10-12 крапель). Тоді додають 10-12 крапель H₂O₂, перемішують та нагрівають на водяній бані. Розчин з осадом центрифугують. У осаді будуть гідроксиди катіонів п'ятої та шостої аналітичних груп.

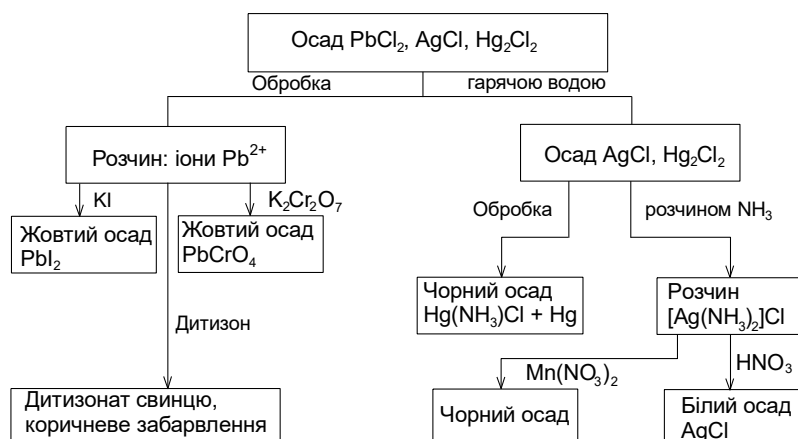
Центрифугат ділять на дві частини. Одну частину досліджують на наявність катіонів четвертої групи (схема 4), другу частину у фарфоровій чашці або тиглі випаровують досуха, прожарюють для видалення амонійних солей та використовують для виявлення катіонів Калію. Осад, який містить катіони п'ятої та шостої груп, промивають 2-3 рази гарячою водою з декількома краплями розчину амоній нітрату. Осад обробляють концентрованим розчином аміаку (12-15 крапель), додавши 4-5 крапель 6М розчину NH₄Cl та 2-3 краплі гідроген пероксиду. Вміст пробірки ретельно перемішують та нагрівають для прискорення кристалізації осаду, потім охолоджують, центрифугують та відокремлюють розчин від осаду. Осад містить катіони п'ятої групи, а у центрифугаті знаходяться катіони шостої групи. Після розділення осад аналізують на вміст катіонів п'ятої групи (схема 5), а в розчині виявляють катіони шостої групи (схема 6).



4. Виявлення 1 аналітичної групи катіонів. Для виявлення кожного катіону користуються нисаними якісними реакціями.
5. Виявлення 2 аналітичної групи катіонів. (схема 2)

До осаду катіонів другої групи додають 1 мл киплячої води, суміш розтирають скляною паличкою та дають відстоятись на киплячій бані. При цьому плумбум (II) хлорид

Схема 2



переходить у розчин. Відбирають по декілька крапель розчину у 3 чисті пробірки. В одну додають 2 краплі розчину KI, в другу — 2 краплі розчину K₂CrO₄, в третю – дитизон у хлороформі шаром висотою 0.5 см та добре перемішують. Випадання осаду у пробірках, куди додали KI і K₂CrO₄, та зміна кольору розчину дитизону на червоно-бурий вказує на наявність іонів Pb²⁺

Якщо Pb^{2+} виявлено, то необхідно його кількісно видалити з осаду. Для цього до осаду додають 1.5-2 мл гарячої води, перемішують та нагрівають на киплячій водяній бані протягом 2 хвилин. Гарячий розчин відділяють. Цю операцію повторюють до тих пір, поки промивний розчин не припинить давати позитивну реакцію на іони Плюмбуму з розчином K_2CrO_4 або KI .

До осаду після обробки гарячою водою додають близько 1 мл концентрованого розчину аміаку та добре перемішують. При цьому аргентум хлорид у вигляді комплексної солі $[Ag(NH_3)_2]Cl$ переходить у розчин. Швидке почорніння осаду при обробці його аміаком вказує на наявність Меркурію (I). Осад відділяють центрифугуванням, переносять прозорий розчин в інші пробірки і виконують якісні реакції на Меркурій (I).

Для визначення іонів Ag^+ пробірку беруть 3 краплі центрифугату після відокремлення меркурію, додають 4-5 крапель концентрованої нітратної кислоти та перемішують. Випадання білого сирнистого осаду $AgCl$ вказує на наявність іонів Аргентуму. Для виявлення іонів Аргентуму можна застосувати також інші реакції.

б. Виявлення 3 аналітичної групи катіонів. (схема 3)

Осад Барій, Стронцій, Кальцій сульфатів промивають двічі дистильованою водою. До осаду додають насичений розчин натрій карбонату, нагрівають при перемішуванні та центрифугують. Центрифугат відділяють та відкидають. Обробку осаду новими порціями карбонату повторюють декілька разів до повного переведення сульфатів у карбонати. Після багаторазової обробки розчином натрій карбонату осад промивають дистильованою водою до повного видалення сульфат-іона, тобто до тих пір, поки у промивній рідині реакція на сульфат-іони з барій хлоридом дасть негативний результат. Осад, що містить карбонати: $BaCO_3$, $SrCO_3$, $CaCO_3$, розчиняють у 10-12 краплях 2 М розчину CH_3COOH при нагріванні та перемішуванні. Отриманий розчин використовують для виявлення катіонів Барію, Кальцію, Стронцію.

Для виявлення **Барію** та його відокремлення від Кальцію і Стронцію до отриманого ацетатнокислого розчину додають 5 крапель розчину калій дихромату. У випадку випадання осаду, що вказує на наявність іонів Барію, розчин хромату додають до тих пір, поки розчин над осадом не забарвиться у яскраво-жовтий колір та нова порція калій дихромату не викличе помутніння розчину над осадом. Пробірку нагрівають протягом 3-5 хвилин на водяній бані і центрифугують.

Прозорий розчин відділяють і визначають у ньому Стронцій та Кальцій. Для **визначення Стронцію** до 3 крапель розчину додають гіпсову воду і нагрівають на водяній бані протягом 10 хвилин. Розчин охолоджують, спостерігають за випаданням осаду. Якщо при стоянні протягом 15-20 хв. осад випаде, то розчин містить стронцій. При полум'яно-фотометричному визначенні Стронцій забарвлює полум'я у карміново-червоний колір. Можна провести також інші реакції.

Для виявлення катіонів Ca^{2+} до частини центрифугату після видалення Барію приливають рівний об'єм натрій карбонату, відділяють осад центрифугуванням, розчиняють його в ацетатній кислоті та додають розчин амоній сульфату.

Випадає білий осад Стронцій сульфату, а Кальцій міститься в розчині у вигляді комплексної солі $(NH_4)_2[Ca(SO_4)_2]$. Кальцій виявляють, додаючи до частини центрифугату, отриманого після відокремлення Стронцію, розчин амоній оксалату. Якщо наявні іони Ca^{2+} , випадає білий осад CaC_2O_4 . Можна додатково провести інші реакції.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 2
Виконання якісних реакцій 4-6 груп катіонів за кислотно-основною класифікацією.
Контрольна задача на катіони 4-6 груп

Питання для самопідготовки

1. Якісні реакції на катіони IV аналітичної групи.
2. Схема розділення четвертої аналітичної групи.
3. Якісні реакції на катіони V аналітичної групи.
4. Схема розділення п'ятої аналітичної групи.
5. Якісні реакції на катіони VI аналітичної групи.
6. Схема розділення шостої аналітичної групи.

Задачі

1. В 270 мл води розчинили 30 г натрій хлориду. Знайти масову частку розчиненої речовини.
2. Скільки мілілітрів 1 М розчину Na_2CO_3 потрібно взяти для приготування 2,00 л 0,25 н. розчину?
3. Скільки мілілітрів 38,6%-ного розчину сульфатної кислоти ($\rho = 1,29$ г/мл) потрібно взяти для приготування 2,00 л 2 н. розчину цієї кислоти?
4. Скільки мілілітрів 25%-ного розчину ацетатної кислоти ($\rho = 1,03$ г/мл) потрібно взяти для отримання 100,00 мл 2 М розчину?
5. Розрахувати нормальну та молярну концентрацію розчину $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, якщо в 1 л води розчинили 25 г цієї солі.
6. Скільки грамів KMnO_4 міститься в 200,00 мл 0,04 н. розчину перманганату калію, якщо цей розчин використовують як окиснювач у кислому середовищі?
7. Розрахувати молярну та нормальну концентрацію розчину соди, якщо в 250,00 мл води розчинили 5,3 г безводного Na_2CO_3 .
8. Скільки грамів $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ потрібно взяти, щоб приготувати 1,00 л 0,02 н. розчину?
9. Скільки грамів KMnO_4 потрібно взяти для приготування 2,00 л 0,5 н розчину, якщо даний розчин використовують як окиснювач у кислому середовищі?
10. Чому дорівнюють молярні маси еквівалентів у реакціях повної нейтралізації (NaOH , HCl , H_2SO_4 , K_2O)?
11. В 60 г води розчинили 20,00мл 40% ортофосфорної кислоти $\rho = 1,254$ г/мл. Чому дорівнює процентна концентрація утвореного розчину?
12. Скільки грам 40% розчину ацетатної кислоти потрібно для приготування 2 л 0,05 н розчину ?
13. Скільки грам натрій хлориду потрібно для приготування 500 г 10 % розчину?
14. Скільки грам калій гідроксиду потрібно для приготування 500,00 мл 0,05 н розчину?
15. Знайти молярну концентрацію розчину калій сульфату, якщо в 200,00 мл розчину міститься 7,45 г цієї солі.

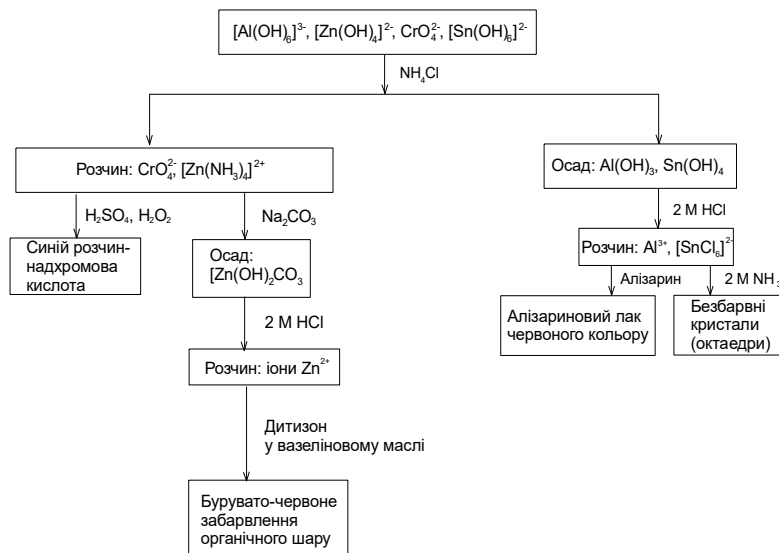
Хід роботи

1. Студент повинен самостійно написати якісні реакції на катіони 4-6 аналітичних груп за кислотно-лужною класифікацією згідно рекомендованої таблиці (лаб. роб. №2). У відповідності до зробленого запису проробити якісні реакції на лабораторній роботі.
2. Отриману у викладача контрольну задачу студент повинен самостійно виконати згідно поданих нижче схем розділення.
3. Для визначення катіонів проводять розділення їх на аналітичні групи згідно з кислотно-основною класифікацією за допомогою схем розділення.

Аналіз суміші катіонів четвертої групи

До розчину катіонів четвертої групи, що містяться у вигляді $[\text{Al}(\text{OH})_6]^{3-}$, $[\text{Zn}(\text{OH})_4]^{2-}$, CrO_4^{2-} , $[\text{Sn}(\text{OH})_6]^{2-}$, додають сухий амоній хлорид до слабколужного середовища (з'являється запах аміаку). При цьому утворюється білий осад $\text{Al}(\text{OH})_3$ і $\text{Sn}(\text{OH})_4$, який відділяють центрифугуванням.

Схема 4



Центрифугат зберігають для виявлення іонів Цинку та Хрому. Осад промивають розведеним розчином аміаку та розчиняють у хлоридній кислоті (1:3). До трьох крапель отриманого розчину додають розчин аміаку до слабколужного середовища, нагрівають та додають розчин алізарину або алюмінію. При наявності катіону Al^{3+} утворюється лак червоного кольору. Можна використовувати люмінесцентну реакцію з 8-оксихіноліном. На фільтрувальний папір наносять краплю розчину, що містить іони Алюмінію, краплю ацетатного буферного розчину ($\text{pH}=6.5-9.5$) та краплю спиртового розчину 8-оксихіноліну. Можна провести і інші реакції.

Для виявлення Стануму (IV) до краплі досліджуваного солянокислого розчину, додають краплю розчину HgCl_2 . При цьому спостерігають виділення білого осаду, який поступово чорніє.

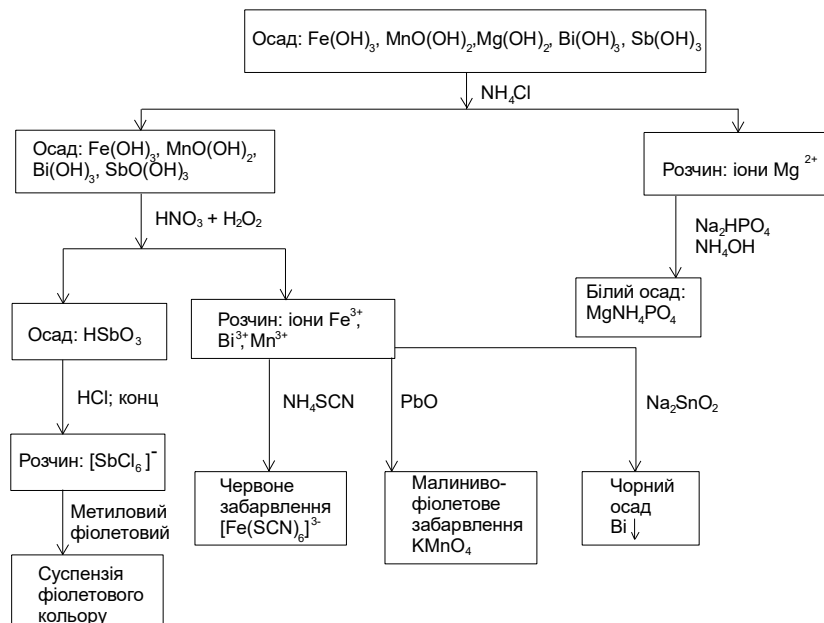
На наявність Хрому в розчині, вказує жовтий колір розчину, отриманого після відокремлення Алюмінію та Стануму. Для проведення контрольної реакції в пробірку поміщають 5 крапель розведеної сульфатної кислоти, 2-3 краплі 3%-го розчину H_2O_2 , збовтують і додають 3-4 краплі центрифугату. Синє забарвлення ефірного шару, яке з'явилося внаслідок утворення H_2CrO_6 , підтверджує наявність у попередньому розчині іонів CrO_4^{2-} .

Виявлення Цинку також проводять у розчині, отриманому після відокремлення Алюмінію та Стануму. До розчину додають ацетатну кислоту до $\text{pH} = 7$, нагрівають, додають концентрований розчин Na_2CO_3 та кип'ятять. Осад $[\text{Zn}(\text{OH})_2]\text{CO}_3$, що випав, відділяють центрифугуванням та розчиняють у 2 М хлоридній кислоті. До 3-4 крапель отриманого розчину додають розчин дитизону у хлороформі. Поява бурувато-червоного забарвлення шару хлороформу свідчить про наявність іонів Цинку. У другій порції розчину можна провести виявлення Цинку реакцією з калій гексаціанофератом (II) ($\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$). У пробірку поміщають 3-4 краплі досліджуваного розчину, та додають 3-4 краплі калій гексаціаноферату (II). В присутності іонів Цинку випадає білий осад подвійної солі цинк та калій гексаціаноферату (II).

Аналіз суміші катіонів п'ятої групи

Осад, який містить катіони V групи у вигляді $\text{Fe}(\text{OH})_3$, $\text{MnO}(\text{OH})_2$, $\text{Mg}(\text{OH})_2$, $\text{Bi}(\text{OH})_3$, $\text{SbO}(\text{OH})_3$, промивають гарячою водою, в яку додають декілька крапель розчину амоній нітрату. Після цього до осаду додають 5-6 крапель 6 М розчину амоній хлориду та ретельно розмішують скляною паличкою.

Схема 5



При цьому гідроксид магнію переходить у розчин. Центрифугують та відбирають прозорий розчин, який використовують для **виявлення катіонів Магнію**. Для цього 3-4 краплі центрифугату поміщають у пробірку, додають 3 краплі розчину динатрій гідрогенфосфату та 2 краплі концентрованого розчину аміаку. Випадання білого кристалічного осаду при струшуванні розчину та легкому потиранні стінок пробірки скляною паличкою вказує на наявність іонів Магнію.

Іон Магнію можна виявити мікрокристалоскопічною реакцією. На предметне скло поміщають краплю центрифугату, поряд поміщають краплю суміші розчинів Na_2HPO_4 , NH_4Cl і NH_4OH . Скляною паличкою з'єднують краплі та розглядають кристали, що утворюються, під мікроскопом. Перевірочну реакцію на іон Магнію можна провести з 8-оксихіноліном в аміачному середовищі (зелено-жовтий осад).

До осаду після відокремлення Магнію додають декілька крапель 2 М розчину HNO_3 і H_2O_2 , вміст пробірки ретельно перемішують, потім нагрівають та центрифугують. Центрифугат містить іони Феруму, Мангану, Бісмуту. Осад містить Стибій (V) у вигляді антимоноатної кислоти. Його розчиняють у декількох краплях HCl (конц.) та **визначають Стибій (V)** реакцією з метиловим фіолетовим. До краплі отриманого розчину на крапельній пластинці додають 2-3 краплі насиченого розчину калій нітрату, декілька крапель сечовини та краплю метилового фіолетового. Утворюється суспензія фіолетового кольору, малорозчинна у воді. Можна також провести реакцію відновлення іонів Стибію (V) металічними оловом, залізом, цинком.

Центрифугат після відокремлення іонів Стибію аналізують на вміст іонів Феруму, Мангану, Бісмуту.

Іони Феруму (III) визначають, як правило, у попередніх випробуваннях. Якщо після цих випробувань залишається сумнів, чи є іони Феруму, можна зробити перевірочні реакції. Для цього до декількох крапель центрифугату додають розчин $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ або NH_4SCN . При наявності іонів Fe^{3+} з'являється відповідно синє або червоне забарвлення.

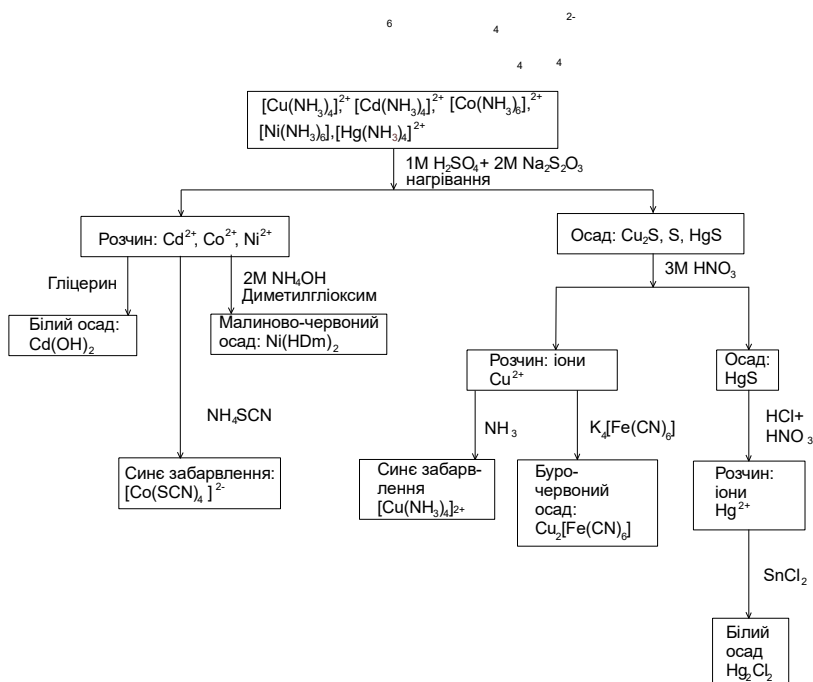
Для **виявлення Мангану** у чисту пробірку поміщають декілька крапель центрифугату, додають 4-5 крапель 6 М нітратної кислоти та трохи твердого окиснювача (плюмбум (IV) оксиду або амоній персульфату). Суміш нагрівають на водяній бані протягом 1-2 хвилин. Якщо розчин забарвлюється у рожево-малиново-фіолетовий колір, це свідчить, що у ньому містились іони Mn^{2+} .

В окремій порції центрифугату виявляють **іони Бісмуту**. До 2-3 крапель розчину $H_2[SnCl_6]$ додають 8-10 крапель 2 М розчину NaOH, щоб осад, який випав спочатку, розчинився. Після цього додають 3 краплі розчину центрифугату. При наявності іонів Bi^{3+} утворюється чорний осад металічного Бісмуту. Виявлення Бісмуту можна проводити з дикалій дихроматом, калій йодидом. При додаванні до декількох крапель центрифугату розчину дикалій дихромату випадає жовтий осад дихромату бісмуту. При наявності іонів Бісмуту (III) при додаванні розчину калій йодиду випадає чорний осад, який розчиняється в надлишку калій йодиду з утворенням комплексних аніонів $[BiI_4]^-$ жовто-оранжевого кольору. При розведенні водою з цього розчину знову випадає осад чорного кольору BiI_3 . У розчині повинні бути відсутні іони Феруму (III), які окиснюють йодид-іони до елементарного йоду. Вплив іонів Феруму (III) ліквідують додаванням $Na_2S_2O_3$ або $SnCl_2$.

Аналіз суміші катіонів шостої групи

До розчину, який містить аміачні комплекси катіонів шостої групи, додають по краплях розведену сульфатну кислоту до кислої реакції, а потім декілька кристаликів (по одному) сухого динатрій тіосульфату або 2-3 мл його 2 н розчину. Утворюється осад Cu_2S , HgS і S. Центрифугуванням відділяють розчин від осаду. Осад розчиняють при нагріванні з 6-7 краплями 3 М розчину HNO_3 .

Схема 6



В отриманому розчині відкривають **іони Купруму (II)** за реакціями з аміаком, калій йодидом, відновленням металічним алюмінієм, залізом або цинком. До 2-3 крапель розчину приливають по краплях розчин аміаку. При наявності іонів купруму з'являється сине забарвлення. При приливанні до другої порції розчину дикалій гексаціаноферату (II) утворюється червоно-бурий осад купрум гексаціаноферату (II). При відновленні іонів Купруму (II) необхідно повністю видалити HNO_3 випаровуванням розчину з H_2SO_4 . Металічні алюміній, цинк, залізо відновлюють іони Купруму (II) до металу, який виділяється у вигляді червоної губчастої маси.

Нерозчинний у 3 М розчині HNO_3 , чорний осад HgS обробляють 6-8 краплями "царської водки" (суміші HNO_3 і HCl) (під витяжною шафою, перевірте тягу!) та

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 3
Контрольна задача на катіони 1-6 груп

Питання для самопідготовки

1. Аналітична реакція. Области використання якісних реакцій.
2. Вимоги до аналітичних реакцій.
3. Способи проведення якісних реакцій.
4. Специфічні, селективні реакції. Навести приклади.
5. Чутливість реакцій. Параметри чутливості реакцій.
6. Мокрий, сухий метод проведення якісних реакцій.
7. Дробний та систематичний аналіз.

Задачі

1. Визначити ступінь іонізації нітритної кислоти, якщо концентрація її розчину рівна 0,12 М, а $K_{\text{іон}} = 5,0 \cdot 10^{-4}$.
2. Визначити $K_{\text{CH}_3\text{COOH}}$, якщо ступінь іонізації 0,12 М розчину її становить 1,21 %.
3. Визначити ступінь іонізації амоній гідроксиду, якщо концентрація розчину рівна 0,1 М, а $K_{\text{іон}} = 1,76 \cdot 10^{-5}$.
4. Концентрації $[\text{H}^+]$ та $[\text{CH}_3\text{COO}^-]$ дорівнюють 0,00132 моль/л. Розрахувати константу іонізації, якщо розчин був 0,1 М.
5. Визначити концентрацію іонів Гідрогену $[\text{H}^+]$ в 0,012 М розчині бензойної кислоти $K_{\text{іон}} = 6,3 \cdot 10^{-5}$.
6. Обрахуйте константу іонізації форматної кислоти, концентрацію гідроген іонів, якщо константа іонізації в 0,2 М розчині дорівнює 3,2 %.
7. Чому дорівнює концентрація ацетат-іона в 0,001 М розчині ацетатної кислоти, якщо ступінь іонізації становить 13,2 %?
8. Яка концентрація іона $[\text{OH}^-]$ в 1,35 М розчині амоній гідроксиду?
9. Обчислити концентрацію ацетат-іона $[\text{CH}_3\text{COO}^-]$ в 0,55 М розчині ацетатної кислоти.
10. Константа іонізації ацетатної кислоти дорівнює $1,74 \cdot 10^{-5}$, а ступінь іонізації дорівнює 1,36 %. Обчислити молярну концентрацію.
11. Ступінь іонізації 0,14 М розчину форміатної кислоти 4,24 %. Розрахувати константу іонізації цієї кислоти.
12. Обрахувати концентрації іонів в 0,1М розчині HCN.
13. Обрахувати ступінь іонізації 0,1 М розчину HCN.
14. Ступінь іонізації 0,1 М розчину амоній гідроксиду дорівнює 1,33%. Обрахувати концентрацію гідроксид іонів.
15. Обрахувати концентрацію іонів H^+ в 0,015 М розчині бензойної кислоти.

Хід роботи

1. Отриману у викладача контрольну задачу студент повинен самостійно виконати.
2. Для визначення катіонів проводять розділення їх на аналітичні групи згідно з кислотно-основною класифікацією за допомогою схем розділення.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 4

Виконання якісних реакцій 1-3 груп аніонів за кислотно-основною класифікацією. Контрольна задача на аніони 1-3 груп

Питання для самопідготовки

1. Якісні реакції на першу групу аніонів.
2. Якісні реакції на другу групу аніонів.
3. Якісні реакції на третю групу аніонів.
4. Основні характеристики комплексних сполук.
5. Константи рівноваги реакцій комплексоутворення, вплив різних факторів на комплексоутворення.

Задачі

1. Розрахуйте рН, рОН та концентрації $[H^+]$ і $[OH^-]$ 0,001 М розчину КОН.
2. Розрахуйте рН, рОН та концентрації $[H^+]$ і $[OH^-]$ 0,01 М розчину НСІ.
3. Розрахуйте рН, рОН та концентрації $[H^+]$ і $[OH^-]$ 0,15 М розчину NH_4OH .
4. Розрахуйте рН, рОН та концентрації $[H^+]$ і $[OH^-]$ 0,5 М розчину HNO_2 .
5. В 500 мл розчину міститься 2,52 г Na_2CO_3 . Визначити рН розчину.
6. Обрахувати рН 0,01 М розчину амоній хлориду.
7. Обрахувати рН 0,015 М розчину натрій карбонату.
8. Обрахувати рН 0,05 М розчину амоній сульфату.
9. Обрахувати рН 0,025 М розчину амоній ацетату.
10. Обрахувати рН 0,01 М розчину натрій гідрокарбонату.
11. Розрахуйте рН, рОН та концентрації $[H^+]$ і $[OH^-]$ 0,15 М розчину CH_3COOH .
12. Розрахуйте рН, рОН та концентрації $[H^+]$ і $[OH^-]$ 0,01 М розчину NaOH.
13. Розрахуйте рН, рОН та концентрації $[H^+]$ і $[OH^-]$ 0,04 М розчину C_6H_5COOH .
14. Розрахуйте рН, рОН та концентрації $[H^+]$ і $[OH^-]$ 0,05 М розчину HF.
15. Розрахуйте рН, рОН та концентрації $[H^+]$ і $[OH^-]$ 0,4 М розчину HCN.

Хід роботи

Студент повинен самостійно написати якісні реакції на аніони 1-3 аналітичні групи за кислотно-лужною класифікацією згідно рекомендованої таблиці (лаб. роб. №2).

У відповідності до зробленого запису проробити якісні реакції на лабораторній роботі.

Попередні випробування

Більшість аніонів не заважають виявленню один одного, тому відкриття аніонів частіше всього проводиться в окремих порціях розчину, що досліджується. Попередні висновки про наявність окремих аніонів можна зробити вже після відкриття катіонів. Наприклад, наявність катіонів Ba^{2+} у гомогенному істинному розчині доводить відсутність іонів SO_4^{2-} , присутність катіона Pb^{2+} виключає наявність у розчині аніонів Cl^- , SO_4^{2-} та інших аніонів, які утворюють з цими катіонами осад, не розчинні у воді. Якщо досліджувана речовина розчиняється у воді або є розчином, визначення рН розчину, яке проводиться у окремій порції розчину за допомогою універсального індикаторного паперу, дозволяє зробити такі висновки: якщо $pH < 2$, то відсутній аніон CO_3^{2-} , а можуть бути наявними аніони сильних кислот (Cl^- , SO_4^{2-} , NO_3^-), а також PO_4^{3-} . У лужному середовищі можлива наявність усіх аніонів.

Для **визначення аніонів-відновників** 5 крапель досліджуваного розчину підкислюють 1 М розчином H_2SO_4 до кислого середовища та додають по краплях розчин калій перманганату, збовтуючи пробірку після кожної краплі, що додається. Знебарвлення

розчину перманганату вказує на наявність одного чи декількох іонів-відновників: I^- , Br^- , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$.

Визначення аніонів-окисників проводять таким чином: 5 крапель досліджуваного розчину, підкислюють 1 М розчином H_2SO_4 , додають 4-5 крапель бензену чи хлороформу, 2-3 краплі розчину KI та збовтують вміст пробірки. Знебарвлення шару органічного розчинника вказує на наявність аніонів-окиснювачів, наприклад, NO_3^- .

Виділення бульбашок газу при додаванні до 5-6 крапель досліджуваного розчину, 5-6 крапель 2 М сульфатної кислоти і нагріванні вмісту пробірки вказує на наявність у розчині карбонат- або оксалат-іонів. Характерний запах ацетатної кислоти підтверджує наявність у розчині ацетат-іона.

Якщо при аналізі речовини на наявність катіонів виявлено катіони важких металів, до яких належать катіони II-VI групи, їх попередньо необхідно відділити, оскільки вони можуть заважати багатьом аналізам на аніони. Це пов'язано з тим, що багато з них мають забарвлення, володіють окиснювально-відновними властивостями, утворюють малорозчинні осади з багатьма аніонами.

Відокремлення катіонів важких металів проводять за допомогою натрій карбонату. До 2-3 мл вихідного досліджуваного розчину, у якому буде виконуватися визначення аніонів, додають насичений розчин натрій карбонату до припинення виділення осаду. Суміш нагрівають на водяній бані протягом 10 хвилин, перевіряють повноту осадження та центрифугують. Відбирають прозорий розчин і аналізують на вміст аніонів. Осад зберігають для випробування на деякі аніони (PO_4^{3-} , F^- , Br^- , I^-), якщо вони не будуть виявлені в отриманій содовій витяжці. Перед тим, як починати аналіз аніонів, частину содової витяжки потрібно нейтралізувати до $\text{pH} = 7$ ацетатною кислотою.

Для виявлення ацетат-іона у досліджуваній речовині частину содової витяжки нейтралізують розведеною нітратною або сульфатною кислотою. Нейтралізацію потрібно проводити обережно, перемішуючи розчин після додавання кожної краплі кислоти та уникаючи надлишку кислоти. Якщо при нейтралізації утворюється осад, його відділяють центрифугуванням та відкидають, а центрифугат аналізують на наявність аніонів.

Далі проводять **виявлення окремих груп аніонів**. До 2-3 крапель досліджуваного розчину додають 2 краплі розчину Барій хлориду. Утворення білого осаду вказує на наявність одного або декількох **аніонів групи Барію**.

Для виявлення **аніонів групи Аргентуму** 2 краплі досліджуваного розчину підкислюють 2 М нітратною кислотою до кислої реакції та додають 3-4 краплі аргентум нітрату. Осад, що утворюється, вказує на наявність аніонів групи Аргентуму.

Виявлення аніонів першої аналітичної групи

Розчин може містити такі аніони групи барію: SO_4^{2-} , CO_3^{2-} , PO_4^{3-} , F^- , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, BO_3^{3-} , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, SiO_3^{2-} .

У пробірку вносять 2-3 краплі досліджуваного розчину, який випробовують, та додають 1 - 2 краплі розчину BaCl_2 . Перевіряють розчинність отриманого осаду у 2 М розчинах HCl і HNO_3 . Нерозчинність осаду у надлишку кислоти вказує на **наявність аніона SO_4^{2-}** .

Аніон CO_3^{2-} відкривають так: у пробірку вносять 5-6 крапель досліджуваного розчину додають 1М сульфатну кислоту. Газ, що виділяється, пропускають у пробірку з вапняною водою. При наявності карбонат-іона відбувається помутніння вапняної води.

Для **виявлення оксалат-іона** 4 краплі досліджуваного розчину підкисляють 1 М розчином H_2SO_4 до кислого середовища за лакмусом та додають 3-4 краплі надлишку кислоти. Вміст пробірки нагрівають протягом 5 хвилин на киплячій водяній бані, охолоджують та додають по краплях розчин KMnO_4 ; розчин знебарвлюється. Коли

забарвлення перестане щезати, додають ще 1 краплю розчину KMnO_4 , та нагрівають суміш. Знебарвлення розчину при нагріванні вказує на присутність іону $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$.

Аніон PO_4^{3-} виявляють за реакцією з молібденовою рідиною (розчин $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ в HNO_3), додавши до 2 крапель досліджуваного розчину 10 крапель молібденової рідини та злегка нагрівши отриману суміш на водяній бані. Випадання жовтого осаду вказує на наявність іону PO_4^{3-} . Можна провести перевірочну реакцію з магнезійною сумішшю. Для цього у пробірку вносять 2 краплі досліджуваного розчину додають 2 краплі розчину амоній хлориду, 2 краплі розчину аміаку, а потім 2 краплі розчину магній хлориду. При наявності фосфат-іонів випадає білий кристалічний осад магній-амоній-фосфату. Осад, що випав, відділяють центрифугуванням.

Центрифугат використовують для виявлення **флуорид-іона**. При додаванні до 3-4 крапель центрифугату 2 М розчину CH_3COOH до $\text{pH} = 4-5$ та 5-6 крапель розчину CaCl_2 після нагрівання пробірки з сумішшю на водяній бані за наявності флуорид-іонів випадає білий осад. При наявності флуорид-іонів знебарвлюється розчин тіоціанату феруму (III) внаслідок руйнування $[\text{Fe}(\text{SCN})_4]^-$ та зв'язування феруму (III) у комплекс $[\text{FeF}_6]^{3-}$.

Для виявлення **борат-іона** невелику кількість досліджуваного розчину наливають у фарфорову чашку та випаровують досуха. Суху речовину після охолодження обробляють 2-3 краплями концентрованої H_2SO_4 , 5-6 краплями етанолу, перемішують та запалюють. Полум'я спирту за наявності Бору забарвлюється у зелений колір. Аргентум нітрат з борат-іонами дає білий осад, який розчиняється в нітратній кислоті та аміаку.

При наявності **сульфіт-, тіосульфат- та сульфід-аніонів** необхідно спочатку розділити їх. У досліджуваному розчині створюють лужне середовище і додають декілька крапель розчину CdCO_3 при перемішуванні. При наявності S^{2-} випадає жовтий осад CdS , який відокремлюють центрифугуванням. До фільтрату додають декілька крапель розчину $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$, який при наявності SO_3^{2-} дає білий осад SrSO_3 , а у розчині залишаються аніони $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$. На кожен аніон слід провести декілька якісних реакцій.

При осадженні груповим реактивом аніонів може утворюватися білий осад BaSiO_3 , який розчиняється у мінеральних кислотах. Для виявлення **аніона метакремневої кислоти** до досліджуваного розчину додають декілька крапель розчину NH_4Cl та нагрівають. Спостерігають при нагріванні утворення драглистого білого осаду H_2SiO_3 . Можна також провести реакцію з аргентум нітратом.

Виявлення аніонів другої аналітичної групи

До аніонів групи аргентуму належать: Cl^- , Br^- , I^- , SCN^- . У пробірку вносять 5 крапель досліджуваного розчину, що досліджується, підкислюють 2-3 краплями нітратної кислоти та додають по краплях аргентум нітрат до повного осадження аніонів цієї групи. Центрифугують. Центрифугат викидають. Осад промивають 3-4 рази гарячою водою до зникнення у розчині іонів Ag^+ . Потім до осаду додають 5-6 крапель 20%-го розчину амоній карбонату, ретельно перемішують скляною паличкою та центрифугують. До центрифугату додають 2 М нітратну кислоту до кислого середовища. Поява білого осаду або помутніння розчину вказує на **наявність хлорид-іона**.

Частину осаду, який залишився, кладуть на предметне скло, додають до нього краплю 2 М розчину сульфатної кислоти та краплю розчину FeCl_3 . При **наявності SCN^-** з'являється червоне забарвлення.

Виявлення бромід- та йодид-іонів можна провести паралельно. Для цього у пробірку вносять 5 крапель досліджуваного розчину підкислюють 2 краплями 2 н розчину H_2SO_4 , додають 1 мл хлороформу та потім по краплях хлорну воду, збовтуючи вміст пробірки після кожної краплі. На початку спостерігають появу малиново-фіолетового забарвлення шару хлороформу, яке свідчить про наявність йодид-іона. Поява жовтого забарвлення при подальшому додаванні хлорної води вказує на наявність у розчині бромід-іонів.

Виявлення сульфід-іону можна провести за реакціями утворення малорозчинних аргентум-, п्लомбум-, кадмій сульфідів, тощо.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 6

Визначення вмісту барію у реактивному (марка "ч") $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Питання для самопідготовки

1. Що таке добуток розчинності, добуток активності?
2. Розчинність солі, зв'язок з добутком розчинності.
3. Фактори, які впливають на розчинність осадів.
4. Що таке насичений, ненасичений та пересичений розчин?
5. Аморфні, кристалічні осади (приклади), їх відмінність. Як проводити осадження в даних осадах.
6. Механізм утворення осаду. Вимоги до осадів.

Задачі

1. Обрахуйте добуток розчинності CaCO_3 , якщо в 1,0 л насиченого розчину при температурі 25°C міститься $6,93 \cdot 10^{-2}$ г цієї солі.
2. Скільки грам BaCrO_4 міститься в 200,0 мл насиченого розчину цієї солі, якщо добуток розчинності при 25°C складає $\text{DP}_{\text{BaCrO}_4} = 2,4 \cdot 10^{-10}$.
3. Яка розчинність (у моль/л) Ag_2CrO_4 ?
4. Добуток розчинності PbSO_4 та $\text{Zn}(\text{OH})_2$ при температурі 25°C складає $1,8 \cdot 10^{-8}$ і $1,0 \cdot 10^{-17}$ відповідно. Порахувати концентрацію іонів Pb^{2+} і Zn^{2+} в грамах на літр в насиченому розчині.
5. Користуючись добутками розчинності AgCl та AgBr визначте, в якому із насичених розчинів цих солей міститься більше іонів Аргентуму.
6. Обрахувати скільки грам Аргентуму міститься в 500,0 мл насиченого розчину аргентум фосфату.
7. В 100,0 мл насиченого розчину містить $2,5 \cdot 10^{-4}$ г барій сульфату. Обрахувати його добуток розчинності.
8. Яка розчинність (у моль/л) $\text{Mg}(\text{OH})_2$?
9. Яка розчинність (у г/л) алюміній гідроксиду та кальцій фосфату?
10. Скільки грам іонів Ag^+ знаходиться в 1,0 л насиченого розчину Ag_2SO_4 ?
11. При якому значенні рН починається і закінчується осадження цинк гіроксиду з 1 М розчину цієї солі ?
12. При якому значенні рН починається і закінчується осадження ферум (III) гіроксиду з 1 М розчину цієї солі ?
13. Чи випаде осад плюмбум гідроксиду, якщо при змішуванні рівних об'ємів 0,01 М розчинів плюмбум нітрату і натрій гідроксиду ?
14. Чи випаде осад кальцій сульфату, якщо при змішуванні рівних об'ємів 0,05 М розчинів кальцій хлориду і натрій сульфату?

Хід роботи

Наважку $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ отримують у викладача, кількісно переносять у конічну колбу, розчиняють у 30.00 мл дистильованої води і додають 2-3 мл 2 н розчину HCl . В іншій колбі готують 30.00 мл розчину H_2SO_4 , який містить подвоєну проти розрахованої кількість H_2SO_4 , необхідну для осадження барію з наважки 0.5 г $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Обидві колби нагрівають на водяній бані до $60-80^\circ \text{C}$ (але не до кипіння!). Під час нагрівання розчинів проводять перше зважування фарфорового тигля на аналітичних терезах з точністю до четвертого знака, ставлять його в ексікатор, а результат зважування записують у лабораторний журнал.

Гарячий розчин H_2SO_4 по скляній паличці краплями (спочатку дуже повільно, а потім швидше) приливають до гарячого розчину BaCl_2 , старанно перемішуючи, накривають і залишають для дозрівання до наступного заняття.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 8
Визначення вмісту барію у реактивному (марка "ч") $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Питання для самопідготовки

1. Основні операції гравіметричного аналізу.
2. Як слід проводити осадження?
3. Для чого слід проводити промивання осаду? Що таке декантація?
4. Як слід проводити фільтрування осаду?
5. Як проводиться висушування осаду?
6. Що таке старіння осаду?
7. Фактор перерахунку, його обрахунок.
8. Органічні осаджувачі, їх переваги.

Задачі

1. Із зразка 0,5000 г цинкової руди отримали осад $\text{Zn}_2\text{P}_2\text{O}_7$ і $\text{Cd}_2\text{P}_2\text{O}_7$ загальною масою 0,7532 г. З цієї суміші виділили цинку сульфід і прожарили його до ZnO , маса якого стала 0,3942 г. Обчисліть відсотковий вміст Zn і Cd в руді.
2. З наважки 1,0000 г силікатної породи отримали суміш солей NaCl і KCl загальною масою 0,1015 г. З цієї суміші отримали осад K_2PtCl_6 0,2040 г. Обчислити відсотковий вміст Na_2O і K_2O в силікаті.
3. З наважки 1,2250 суперфосфату отримали прожарений осад CaSO_4 0,3756 г. Обчисліть відсотковий вміст $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ в суперфосфаті. Чому дорівнює цей вміст в перерахунку на CaO ?
4. З наважки 0,5502 доломіту отримали осади 0,0552 г $\text{Al}(\text{C}_9\text{H}_6\text{NO})_3$, 0,1650 г CaO і 0,2465 $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$. Обчислити відсотковий вміст Al_2O_3 , CaCO_3 і MgCO_3 в зразку доломіту?
5. З наважки 0,4525 кріоліту отримали 0,0809 г. Al_2O_3 . Обчисліть відсотковий вміст Na_3AlF_6 в кріоліті?
6. З наважки AlPO_4 отримали 0,1126 г. $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$. Скільки грамів Al_2O_3 вийде з цієї ж наважки?
7. З 25 мл розчину сульфату магнію отримали осад BaSO_4 0,3247 г. Скільки грамів $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ вийде з 10 мл цього ж розчину MgSO_4 ?
8. Обчислити відсотковий вміст Co якщо з наважки 0,2100 г після осадження кобальту б-нітрозо-в-нафтолом отримали прожарений осад Co_3O_4 0,1012 г?
9. З наважки алюмінієвого сплаву 5,0000 г отримали 0,5022 г $\text{ZnHg}(\text{SCN})_4$, 0,1255 г $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ і 0,0560 г SnO_2 . Скільки відсотків Zn , Mg і Sn в сплаві?
10. Наважку технічного хлориду натрію 0,2120 г розчинили в 200 мл води і з 20 мл отриманого розчину осадили $\text{Na}_2\text{Zn}(\text{UO}_2)_3(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_9 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, маса якого виявилася 0,5578 г. Скільки відсотків натрію в перерахунку на Na_2O міститься в досліджуваному продукті?
11. З наважки 1,2000 г спеціальної сталі виділили фосфор у вигляді $(\text{NH}_4)_3\text{P}(\text{Mo}_3\text{O}_{10})_4$ і після відповідної обробки отримали 0,4450 г вагової форми PbMoO_4 . Для визначення Ніколу з цієї ж наважки сталі осадили діметилглюксимат $\text{NiC}_8\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_4$ масою 0,1812 г. Обчислити відсотковий вміст P і Ni в сталі.
12. З наважки 1,0000 г сталі отримали осад SiO_2 і WO_3 загальною масою 0,1021 г. Після обробки осаду HF і видалення SiO_2 маса залишку WO_3 стала 0,0712 г. Обчислити відсотковий вміст Si і W в сталі
13. З наважки 0,5000 г карналіту після розчинення, осадження K_2PtCl_6 і відновлення платини отримали 0,1308 г Pt . Обчислити відсотковий вміст KCl в карналіті. Перерахувати цей вміст на K_2O .

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 9

Кисотно-основне титрування. Техніка приготування розчинів.

Питання для самопідготовки

1. Що таке титриметричний аналіз? Класифікація титриметричного аналізу.
2. Посуд в титриметричному аналізі. Калібровка мірного посуду
3. Стандартні розчини. Первинні, вторинні стандарти, фіксанали
4. Вимоги до хімічних реакцій в титриметричному аналізі.
5. Основні правила титрування.
6. Що називають титром стандартного розчину? Як вираховують титр за визначуваною речовиною?
7. Що таке точка еквівалентності та точка кінця титрування?
8. Як підбираються індикатори для встановлення кінця титрування?
9. Криві титрування, їх практичне застосування.
10. Стрибок титрування. Від яких факторів залежить величина стрибка титрування?

Задачі

1. Розрахувати титр 0,025 н розчину сульфатної кислоти.
2. Обрахувати титр калій гідроксиду, якщо 0,05 М розчин $K=0,912$.
3. Для визначення концентрації розчину хлоридної кислоти взяли наважку 5,206 г натрій карбонату. Наважку розчинили у воді і довели об'єм розчину до 500 мл. На титрування 25 мл отриманого розчину потрібно 26,2 мл розчину кислоти. Розрахуйте молярну концентрацію еквівалента, титр хлоридної кислоти і титр розчину хлоридної кислоти за NaOH.
4. Розрахуйте масу кальцій хлориду, якщо на його титрування пішло 18,45 мл 0,2112 н розчину гідроген хлориду.
5. В мірній колбі ємністю 250 мл приготували розчин зразка, що містить KOH. На титрування 50 мл цього розчину витрачено 38,46 мл 0,0503 н розчину сульфатної кислоти. Розрахуйте масу KOH в зразку.
6. Визначити масову частку $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$ в препараті етандіонової кислоти, якщо на титрування наважки 0,1500г, затрачається 25,6 мл 0,090 н розчину KOH.
7. Розчин містить 1,4320 г KOH в 0,5 л дистильованої води. Який об'єм цього розчину піде на титрування 20,00 мл 0,1 н розчину $H_2C_2O_4$.
8. Наважку Na_2CO_3 марки х.ч. масою 1,3540 г розчинили у мірній колбі на 250,00 мл, розчин довели до мітки дистильованою водою. На титрування 20,00 мл цього розчину з фенолфталеїном пішло 18,80 мл робочого розчину HCl. Розрахувати концентрацію робочого розчину HCl.
9. З 2,500 г Na_2CO_3 приготували 500 мл розчину. Розрахувати для цього розчину нормальність, молярність, титр, титр по HCl.
10. Визначити титр робочого розчину KOH, який використовують при визначенні вмісту P_2O_5 у суперфосфаті, якщо на титрування 18,00 мл 0,1 н HCl ($K=0,9064$) витратили 19,32 мл робочого розчину. (H_3PO_4 титрується до KH_2PO_4).

Хід роботи

Дослід 1. Приготування робочого розчину бури

Для приготування 100 мл розчину бури з концентрацією 0,1 моль-екв/л необхідно на аналітичних терезах відважити потрібну кількість бури, вираховану з формули:

$$m=0,1 \cdot 100 \cdot 381,4/2 \cdot 1000 = 1,9071 \text{ г,}$$

Наважку зважують у стакані ємністю 100–150 мл, приливають у стакан 30–50 мл гарячої води і переносять через лійку в мірну колбу ємністю 100 мл. Стакан і лійку промивають декілька раз водою, збираючи промивну воду в ту ж мірну колбу. Потім

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 10

Визначення Na_2CO_3 та NaHCO_3 в суміші

Питання для самопідготовки

1. Сформулюйте сутність методу кислотно-основного титрування. Яка основна реакція методу?
2. Для визначення яких речовин застосовують метод кислотно-основного титрування?
3. Як підбирають індикатор при титруванні кислотами та основами?
4. Які теорії пояснюють зміну забарвлення індикаторів кислотно-основного титрування?
5. Що таке показник титрування індикатора? Які фактори впливають на показник титрування?
6. Похибки в кислотно-основному титруванні.
7. У чому полягають особливості та переваги неводного титрування?
8. Застосування кислотно-основного титрування.

Задачі

1. На титрування водного розчину наважки 3,158 г технічного КОН витратили 27,45 мл розчину HCl ($T_{\text{HCl}/\text{KOH}} = 0,07862$ г/мл). Розрахувати масову частку КОН у зразку.
2. Яка нормальність і молярність, якщо титр сульфатної кислоти рівний 0,005122 ?
3. Наважку невідомого лугу 2,000 г розчинили у мірній колбі ємністю 100,00 мл. На титрування 25,00 мл розчину витратили 20,00 мл 0,4455 н розчину HCl . Визначити метал, гідроксид якого був у наважці.
4. Яку масу технічної соди, що містить 90 % Na_2CO_3 , потрібно взяти для аналізу, щоб на її титрування витрачалось 20,00 мл 0,1 н розчину HCl ?
5. Розрахувати молярну концентрацію і титр робочого розчину HCl , якщо на титрування 0,4217 г бури витратили 17,50 мл цього розчину.
6. Розрахувати концентрацію N_2O_5 (г/л) в розчині нітратної кислоти, якщо на титрування 20,00 мл цього розчину витратили 21,12 мл 0,1120 М NaOH .
7. Наважку 0,1032 г Na_2CO_3 обробили 50,00 мл 0,09496 н HCl , надлишок кислоти відтитрували 24,80 мл 0,1 н NaOH ($K=1,298$). Обчислити відсотковий вміст індиферентних домішок в зразку.
8. Наважку 1,7450 г срібного сплаву розчинили в HNO_3 і розчин розвели водою до об'єму 200 мл. На титрування 10,00 мл розчину було затрачено 11,75 мл 0,05 н NH_4SCN ($K = 0,9344$). Обчислити відсотковий вміст Ag в сплаві.
9. Наважку 0,6000 г $\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ розчинили в мірній колбі ємністю 100 мл. На титрування 20,00 мл отриманого розчину витратили 18,34 мл NaOH . Визначити нормальність розчину NaOH і його титр за $\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4$.
10. Наважку 2,0712 г технічної бури розчинили в мірній колбі ємністю 100 мл. На титрування 20,00 мл розчину витратили 21,80 мл HCl ($T_{\text{HCl}/\text{NaOH}} = 0,003974$). Обчислити процентний вміст х. ч. $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$.

Хід роботи

Визначення Na_2CO_3 та NaHCO_3 в суміші. Наважку 1,0–1,5 г досліджуваного зразка, зважену на аналітичних вагах, розчиняють у воді і доводять об'єм розчину в мірній колбі до 250 мл. Для кожного титрування відбирають піпеткою аліквоту розчину в конічну колбу, додають 2–3 краплі Фенолфталеїну і титрують розчином хлоридної кислоти до знебарвлення малинового кольору Фенолфталеїну.

Після того, як досягнута перша точка еквівалентності, роблять підрахунок по шкалі бюретки кількості кислоти, що пішла на титрування (V_1). Потім до розчину прибавляють 2–3 краплі Метилоранжу і продовжують титрувати до одержання оранжевого забарвлення. Роблять другий підрахунок по шкалі бюретки (V_2).

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 11

Визначення загальної твердості води

Питання для самопідготовки

1. У чому полягає сутність комплексометрії. Які речовини можна визначити даним методом?
2. Які органічні реактиви називають “комплексонами”? Які групи в “комплексонах” визначають їх кислотні властивості та їх здатність утворювати комплекси?
3. Що таке трилон Б? Якими характерними властивостями володіють комплексні сполуки катіонів металів із трилоном Б та іншими комплексонами?
4. Які індикатори застосовуються в комплексометрії? Як визначити інтервал зміни забарвлення металохромних індикаторів? Теорія індикаторів. Вимоги до індикаторів.
5. Умови комплексометричного титрування. Вкажіть найбільш часто застосовувані в комплексометрії буферні розчини.
6. Які фактори впливають на величину стрибка титрування в комплексометрії?
7. Меркуриметрія, робочий розчин, індикатори. Переваги та недоліки методу.
8. Застосування комплексометричного титрування.

Задачі

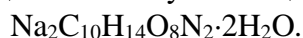
1. Концентрація робочого розчину трилону Б (Na_2EDTA) була встановлена за розчином, який містить в 1 л 24,00 г $\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$. На 10,00 мл цього розчину витрачено 10,30 мл розчину трилону Б. Обчислити нормальну концентрацію трилону Б.
2. Обчислити концентрацію цирконію (мг/мл) у розчині, якщо після відповідної обробки, що ліквідує перешкоджаючий вплив інших металів, при титруванні 20,00 мл цього розчину з хромогеном чорним Т до синього забарвлення витрачено 10,15 мл 0,1000 н розчину трилону Б.
3. Яку наважку цинкової руди, що містить близько 15 % Zn, слід взяти для аналізу, щоб після розчинення та видалення перешкоджаючих домішок, Zn у ній відтитрували 20,00 мл 0,1 М розчину трилону Б?
4. Визначити концентрацію MnCl_2 у стічній воді (г/л), якщо на титрування 20,00 мл проби за відповідних умов витрачено 17,26 мл 0,6905 М розчину трилону Б.
5. Після відповідної обробки 3,0340 г скла перевели у розчин, відділили та замаскували перешкоджаючі іони, а об'єм розчину довели водою до 100,00 мл. Після того 20,00 мл отриманого розчину відтитрували 7,06 мл 0,0050 М розчину трилону Б при наявності сульфосаліцилової кислоти як індикатора при $\text{pH} = 2$. Визначити процентний вміст феруму в склі.
6. Яку наважку силікату, що містить близько 20 % Al_2O_3 , слід взяти для аналізу, щоб після відповідної обробки проби алюміній був відокремлений та відтитрований 10,00 мл 0,1 М розчину трилону Б?
7. Визначити масову частку цинку в сплаві, якщо на титрування розчину, одержаного з 1,0000 г сплаву, витратили 26,03 мл 0,0222 М розчину трилону Б.
8. Наважка 1,52 г сульфату магнію $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ розчинили в мірній колбі об'ємом 250,0 мл. На титрування 20,00 мл одержаного розчину витратили 19,85 мл робочого розчину трилону Б. Розрахувати нормальну, молярну концентрації титр робочого розчину трилону Б.
9. Яка масова частка (%) плюмбуму в потрійному сплаві Pb Na K, якщо наважку його масою 2,8850 г розчинили, довели об'єм до 250,0 мл, відібрали аліквоту 25,00 мл одержаного розчину і відтитрували 12,28 мл 0,1 М розчину ЕДТА ($K = 1,086$) з ксиленоловим оранжевим.
10. До 10,00 мл досліджуваного розчину піридину додали спиртовий розчин CdCl_2 . Осад $\text{Cd}(\text{C}_5\text{H}_5\text{N})_2\text{Cl}_2$ відфільтрували, розчинили і відтитрували 15,25 мл 0,01 М ЕДТА

($K = 0,9918$) з еріохромом чорним Т в амонійному буферному середовищі. Розрахувати концентрацію піридину в моль/л.

Хід роботи

Дослід 1. Приготування робочого розчину Трилону Б

Трилон Б кристалізується з двома молекулами води. Його загальна формула:



Молекулярна маса еквіваленту Трилону Б дорівнює:

$$M = \frac{Mr_{\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}}}{2} = \frac{372,24}{2} = 186,12 \text{ г}.$$

Для приготування 250 мл 0,05 моль-екв/л розчину трилону Б розчиняють 2,3265 г його в гарячій дистильованій воді. Якщо потрібно – фільтрують, а тоді об'єм розчину доводять до 250 мл. Розчин Трилону Б стандартної концентрації зручно готувати з фіксаналу. Тоді його точну концентрацію не потрібно встановлювати.

Дослід 2. Встановлення концентрації розчину Трилону Б

Відбирають у конічну колбу піпеткою аліквоту виготовленого стандартного розчину Кальцію (0,1 моль-екв/л), додають 5-10 мл аміачної буферної суміші, декілька кристалів індикатора Еріохром чорного Т і титрують 0,05 моль-екв/л розчином Трилону Б до зміни кольору з червоного на синій. Титрування під кінець реакції слід проводити дуже повільно при енергійному перемішуванні розчину. Титрування повторюють 2–3 рази, знаходять середнє значення витраченого на титрування об'єму трилону Б і вираховують його концентрацію за формулою:

$$C_1 = \frac{C_2 \cdot V_2}{V_1}.$$

Дослід 3. Визначення загальної твердості води

Твердість води виражають числом міліграм-еквівалентів Кальцію й Магнію в 1 л розчину.

Відбирають у колбу для титрування 10 мл проби досліджуваної води і приливають 5-10 мл аміачного буферного розчину. Потім додають трохи сухого порошку індикатора Еріохром чорного Т до одержання “винно-червоного” кольору і титрують робочим розчином Трилону Б до зміни забарвлення на синє (із зеленуватим відтінком).

Твердість води в міліграм-еквівалентах на літр води (Н) вираховуємо за формулою:

$$H = \frac{C \cdot V \cdot 1000}{V_x},$$

де V – об'єм робочого розчину Трилону Б, витрачений на титрування, мл;

C – концентрація розчину Трилону Б;

V_x – об'єм води, взятої для визначення, мл.

Дослід 4. Визначення вмісту у воді Кальцію і Магнію

Визначивши загальну твердість води за допомогою Трилону Б, знаходимо суму мг-екв Кальцію й Магнію. Потім за допомогою Трилону Б в присутності індикатора Мурексиду визначають вміст Кальцію і за різницею – вміст Магнію.

У конічну колбу місткістю 100 мл відбирають піпеткою 10 мл досліджуваної води. Додають 2 мл 2 М розчину NaOH і декілька кристаликів сухого індикатора Мурексиду. Титрують розчином Трилону Б при інтенсивному перемішуванні. Перехід забарвлення від червоного до “лілового” свідчить про кінець титрування.

Вміст іонів Ca^{2+} в досліджуваній воді розраховують за формулою:

$$X = \frac{C \cdot V \cdot 1000}{V_x},$$

де V – об'єм робочого розчину Трилону Б, затрачений на титрування, мл;

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 12

Перманганатометричне титрування. Техніка приготування розчинів.

Питання для самоконтролю

1. Перманганатометрія. Основа методу, робочі розчини, індикатори.
2. Хроматометрія. Основа методу, робочі розчини, індикатори.
3. Йодометрія. Основа методу, робочі розчини, індикатори.
4. Броматометрія. Основа методу, робочі розчини, індикатори.
5. Ванадатометрія. Основа методу, робочі розчини, індикатори.

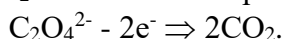
Задачі

1. Наважку руди масою 0,5124 г розчинили у відповідному розчиннику. На титрування йонів Fe^{2+} було витрачено 21,3 мл 0,1052 н розчину калій дихромату. Визначити масову частку Феруму в розчині.
2. Розрахуйте масу калій біхромату, яку необхідно взяти для приготування 1,5 л 0,1021 н розчину $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.
3. Наважку руди масою 1,5243 г розчинили в мірній колбі об'ємом 500 мл. На титрування 10 мл розчину було витрачено 17,3 мл 0,01 н розчину $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$. Визначити масову частку у руді.
4. Визначте масову частку Цинку в руді, якщо на титрування розчину, виготовленого з наважки руди 0,9030 г, було витрачено 19,51 мл 0,1015 н розчину Трилону Б.
5. Наважку сплаву 0,7420 г розчинили і на титрування Купруму було витрачено 15,21 мл 0,1024 н розчину NaCNS . Розрахуйте масову частку Купруму в сплаві.
6. Наважку сплаву, що містить Купрум, масою 0,1200 г перевели у розчин. На титрування цього розчину було витрачено 13,80 мл KCNS з титром розчину за речовиною, що визначається, 0,0066 г/мл. Визначте масову частку Купруму в сплаві.
7. Наважку руди 2,0410 г розчинили у мірній колбі ємкістю 200 мл. На титрування 10 мл розчину було витрачено 12,46 мл 0,1041 н розчину калій перманганату. Обрахувати масову частку Феруму у руді.
8. Визначте вміст калій хлориду в 250 мл розчину, якщо на титрування 25 мл цього розчину витрачено 34 мл 0,1050 н розчину AgNO_3 .
9. Обрахувати масу наважки хімічно чистого $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, яку необхідно взяти для приготування 250 мл розчину з титром по феруму 0,0061 г/мл.
10. Наважку сплаву 2,2448 г розчинили у мірній колбі ємкістю 250 мл. На титрування 25 мл отриманого розчину витрачено 30 мл 0,1021 н розчину KMnO_4 . Розрахуйте масову частку Стануму в сплаві.

Хід роботи

Дослід 1. Приготування розчину оксалатної кислоти

Оксалатна кислота $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ окислюється розчином калій перманганату:



При окисленні кожний іон $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ втрачає два електрони, отже, фактор еквівалентності для оксалатної кислоти дорівнює 1/2 частини молекулярної маси (63,034 г).

Таким чином, для приготування 100 мл 0,05 моль-екв/л розчину оксалатної кислоти слід взяти наважку:

$$m_{\text{о.к.}} = 0,05 \cdot 100 \cdot 0,063034 = 0,3150 \text{ г.}$$

Відважте на аналітичних терезах (з точністю до четвертого знака) близьку до теоретично розрахованої (0,3150 г) кількості оксалатної кислоти. Розчиніть у дистильованій воді, кількісно перенесіть у мірну колбу на 100 мл і доведіть об'єм водою до риски, після чого розчин у колбі старанно перемішайте.

Концентрацію розчину оксалатної кислоти визначають за формулою:

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 13
Визначення Феруму в солі Мора
Питання для самоконтролю

1. Цериметрія. Основа методу, робочі розчини, індикатори.
2. Аскорбінометрія. Основа методу, робочі розчини, індикатори.
3. Титанометрія. Основа методу, робочі розчини, індикатори.
4. Арсенометрія. Основа методу, робочі розчини, індикатори.
5. Застосування окисно-відновного титрування.

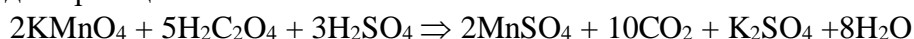
Задачі

1. При аналізі розсолу 5,00 мл його пропустили через іонообмінну колонку з катіонітом КУ-2 в Н⁺-формі, зібрали разом з промивними водами у мірну колбу ємністю 250,00 мл і довели до мітки дистильованою водою. На титрування 20,00 мл одержаного розчину витратили 18,46 мл 0,1 М розчину NaOH (K = 0,9612). Розрахувати концентрацію NaCl (г/л) у розсолі.
2. Який об'єм 0,02 М розчину KMnO₄ достатній для окиснення Fe²⁺ з наважки 0,40 г руди, що містить 50 % феруму при pH = 3,0.
3. Наважку 0,2130 г руди розчинили у хлоридній кислоті. Ферум відновили до Fe²⁺, а потім відтитрували 17,20 мл 0,1117 н розчину KMnO₄ у кислому середовищі. Знайти процентний вміст феруму в руді.
4. Наважку цементу масою 0,4050 г розчинили, відділили силікатну кислоту, відновили ферум до Fe²⁺ і відтитрували 15,41 мл розчину K₂Cr₂O₇ з T = 0,000500. Розрахувати масову частку (%) Fe₂O₃ у цементі.
5. Після розчинення наважки оксиду феруму масою 0,1000 г і відновлення феруму до Fe²⁺ на титрування витратили 12,61 мл 0,09931 н розчину K₂Cr₂O₇. Визначити, яку формулу мав оксид: FeO; Fe₂O₃ чи Fe₃O₄.
6. Наважку технічного CuCl масою 0,2600 г розчинили у надлишку солянокислого розчину NH₄Fe(SO₄)₂. На титрування Fe²⁺, що утворився, витратили 20,18 мл 0,1200 н розчину K₂Cr₂O₇. Знайти масову частку (%) CuCl у зразку.
7. Наважку технічного BaCl₂ масою 6,700 г розчинили у мірній колбі ємністю 100,00 мл. На титрування аліквоти 25,00 мл витратили 23,95 мл AgNO₃ (T = 0,008048 г/мл). Розрахувати масову частку (%) BaCl₂ у зразку.
8. Яку масу хлортетрацикліну C₂₂H₂₃O₈N₂Cl (M = 478,88 г/моль) потрібно взяти для аналізу, щоб після розкладу зразка на титрування хлорид іону витрачалося 20,00 мл 0,05 М розчину AgNO₃ (K = 0,8592)?
9. Яку масу органічної речовини, що містить 7,00 % хлору, потрібно взяти для аналізу, якщо після її розкладу на титрування Cl⁻ витратили 18,00 мл 0,1 М розчину AgNO₃?
10. Розрахувати масову частку (%) вільного SO₃ в олеумі, якщо на титрування 1,2000 г олеуму при наявності метилового оранжевого витратили 49,25 мл 0,05202 М розчину NaOH.

Хід роботи

Дослід 1. Стандартизація розчину перманганату калію. Дотримуючись усіх правил, відбирають піпеткою аліквоту приготовленого розчину оксалатної кислоти і переносять у конічну колбу для титрування. Добавляють 5–10 мл розчину сульфатної кислоти (1:4), нагрівають на електричній плитці до температури 70–80 °С. При цьому треба стежити за тим, щоб стінки колби вище рівня рідини надто не нагрівались, що може призвести до розкладу оксалатної кислоти: $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \Rightarrow \text{CO}_2 + \text{CO} + \text{H}_2\text{O}$.

Паралельно з цим готують бюретку з розчином KMnO₄. Рівень рідини зручно встановлювати за верхнім меніском. При титруванні оксалатної кислоти перманганатом калію проходить реакція:



ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 14

Йодометричне визначення Купруму

Питання для самоконтролю

1. Класифікація осаджуваного титрування.
2. Яким умовам повинна відповідати реакція осадження, щоб її можна було використовувати для кількісного визначення?
3. Аргентометрія, основа методу, робочі розчини, індикатори.
4. Поясніть метод Гей-Люссака.
5. Поясніть метод Мора.
6. Поясніть метод Фольгарта.
7. Поясніть метод Фаянса.
8. Які реакції покладені в основу меркуриметричного методу?
9. Які стандартні розчини та індикатори використовують у меркуриметрії?
10. Які речовини можна визначати сульфатометрично? Які стандартні розчини та індикатори використовуються?
11. Застосування осаджуваного титрування.

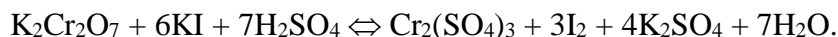
Задачі

1. Скільки грамів BaCl_2 міститься в 250,0 мл розчину, якщо після додавання до 25,00 мл цього розчину 40,00 мл 0,1020 н AgNO_3 на зворотне титрування надлишку AgNO_3 витрачено 15,00 мл 0,09800 н NH_4SCN ?
2. Наважування 1,4790 г суміші хлористих солей розчинили в мірній колбі ємністю 250 мл. До 25,00 мл отриманого розчину додали 50,00 мл 0,1 н AgNO_3 ($K = 0,9580$). На титрування надлишку AgNO_3 витратили 25,50 мл 0,1 н KSCN ($K = 1,1200$). Обчислити відсотковий вміст хлору в зразку.
3. Наважування 0,1130 г суміші хлористих солей розчинили і обробили 50,00 мл розчину AgNO_3 ($T_{\text{AgNO}_3} = 0,01721$). На титрування надлишку AgNO_3 витратили 56,40 мл 0,05 н KSCN ($K = 0,8532$). Обчислити відсотковий вміст хлориду в суміші.
4. До розчину, що містить 0,1510 г технічного KClO_3 , додали 100,0 мл 0,09852 н $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$, надлишок якого відтитрували 48,60 мл 0,05320 н KMnO_4 . Обчислити відсотковий вміст KClO_3 в зразку.
5. У мірній колбі ємністю 500,00 мл розчинили 5,360 г KCl . До аліквоти 25,00 мл додали 0,1 М AgNO_3 ($K = 0,8470$). На титрування надлишку AgNO_3 витратили 23,88 мл тіоціанату амонію $T = 0,01603$ г/мл. Розрахувати масову частку (%) KCl у зразку.
6. Яку масу сплаву, що містить 60 % аргентуму, потрібно взяти для аналізу, щоб після його розчинення та додавання 20,00 мл 0,2 М розчину NH_4SCN на титрування надлишку NH_4SCN витрачалось 20,00 мл 0,1 М розчину AgNO_3 .
7. Яка маса BaCl_2 міститься у 250,00 мл розчину, якщо після додавання до 25,00 мл його 40,00 мл 0,1020 М розчину AgNO_3 на зворотне титрування надлишку AgNO_3 витратили 15,00 мл 0,09800 М розчину NH_4SCN ?
8. У мірній колбі об'ємом 100,00 мл розчинили 0,5370 г $\text{NiSO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$. До 15,00 мл розчину додали 25,00 мл 0,01082 М трилону Б. На титрування надлишку трилону Б витратили 11,87 мл 0,01135 М розчину ZnSO_4 . Обчислити процентний вміст Ni у зразку.
9. У мірній колбі об'ємом 200,00 мл розчинили 1,1256 г $\text{MgSO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$. До 20,00 мл розчину додали 25,00 мл 0,01238 М трилону Б. На титрування надлишку трилону Б витратили 9,05 мл 0,01015 М розчину ZnSO_4 . Обчислити процентний вміст Mg у зразку.
10. Яку масу монохлорацетатної кислоти ($M = 94,50$ г/моль) потрібно розчинити у 500,00 мл води, щоб після взаємодії 20,00 мл його із спиртовим розчином KOH , аніон хлору осадили 50,00 мл 0,1000 М розчину AgNO_3 , а на титрування надлишку AgNO_3 витратили 18,50 мл розчину 0,1000 М NH_4SCN ?

Хід роботи

Дослід 1. Приготування робочого розчину калій біхромату

Реакція, що проходить між калій біхроматом й калій йодидом, може бути виражена рівнянням:



У цій реакції фактор еквівалентності біхромату калію дорівнює 1/6, а його молекулярна маса еквіваленту:

$$M_{\text{екв}} = \frac{M_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}}{6} = \frac{294,21}{6} = 49,04.$$

Для приготування 100 мл 0,05 моль-екв/л розчину біхромату слід взяти наважку:

$$m = 100 \cdot 0,05 \cdot 0,04904 = 0,2452 \text{ г.}$$

Потрібну наважку зважують на аналітичних вагах, розчиняють у дистильованій воді, кількісно переносять розчин у мірну колбу на 250 мл, доводять об'єм до мітки і старанно перемішують. Концентрацію одержаного розчину калій біхромату розраховують з формули:

$$C = \frac{m \cdot 1000}{V \cdot f \cdot M},$$

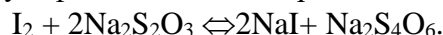
де: m – практично взята наважка $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$;

V – об'єм розчину;

M – молекулярна маса $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.

Дослід 2. Приготування робочого розчину натрій тіосульфату

Реакція між натрій тіосульфатом та Йодом проходить за рівнянням:



Як видно з рівняння реакції, дві молекули тіосульфату натрію реагують з двома атомами Йоду. Таким чином, молекулярна маса еквіваленту натрій тіосульфату при реакції з Йодом дорівнює молекулярній масі $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, тобто:

$$M_{\text{екв}} = M_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} = 248,19.$$

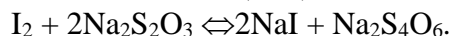
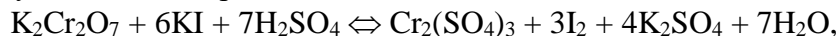
Для приготування 250 мл 0,05 моль-екв/л розчину $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ слід взяти наважку:

$$m = 250 \cdot 0,05 \cdot 0,2481 = 3,05 \text{ г.}$$

На технічних вагах зважують потрібну кількість тіосульфату натрію і цю наважку солі розчиняють у мірному циліндрі у відповідній кількості дистильованої води. Розчин повинен зберігатись у темному місці в добре закритій посудині.

Дослід 3. Стандартизація розчину натрію тіосульфату

Калію дихромат є хорошою вихідною речовиною для встановлення титру $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. Але безпосереднє титрування калію дихромату тіосульфатом або навпаки, не дає вірних результатів. Тому визначення проводять способом заміщення:



Як видно з наведених рівнянь реакції калій дихромат, як сильний окисник, виділяє з надлишкової кількості калій йодиду вільний Йод у кількості, еквівалентній кількості калій дихромату. Йод, який виділився, титрують розчином тіосульфату.

Практично поступають так: відбирають у конічну колбу аліквоту розчину калію дихромату, додають 3–4-кратний надлишок калію йодиду (10 мл 10%-го розчину KI) і 10 мл розведеної (1:4) сульфатної кислоти. Розчину дають постояти близько 5 хвилин і титрують розчином натрію тіосульфату до світло-жовтого кольору. Тоді додають 2–3 мл свіжо-приготованого розчину крохмалю і продовжують титрування до зникнення темно-синього забарвлення розчину й появи світло-зеленого, властивого іонам тривалентного хрому.

З даних титрування вираховують концентрацію $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ за формулою:

$$C_1 = \frac{C_2 \cdot V_2}{V_1},$$

Навчально-методичне видання

**Автори: Корольчук Світлана Іванівна, Савчук Тетяна Іванівна,
Кормош Жолт Олександрович**

АНАЛІТИЧНА ХІМІЯ. ЧАСТИНА I

методичні рекомендації для лабораторних робіт

Друкується в авторській редакції