Міністерство освіти і науки України
Луцький національний технічний університет

АНАЛІТИЧНА ХІМІЯ

Методичні вказівки до лабораторних робіт
для здобувачів першого (бакалаврського) рівня вищої освіти
освітньої програми «Харчові технології» галузі знань
G Інженерія, виробництво та будівництво спеціальності
G13 Харчові технології денної та заочної форм навчання

Луцьк 2025

УДК 54(07)
А 46

Електронна копія друкованого видання передана для внесення в репозитарій ЛНТУ
Директор бібліотеки _____ Н.П. Поліщук

Рекомендовано до видання вченою радою факультету митної справи, матеріалів та технологій ЛНТУ,
протокол № ___ від «__» _____ 2025 року.
Голова вченої ради факультету ММТ _____ В.В. Ткачук

Розглянуто і схвалено на засіданні кафедри харчових технологій та хімії ЛНТУ, протокол № ___ від «___» _____ 2025 року.

Завідувач кафедри харчових технологій та хімії _____ І.М. Дударєв

Укладач: _____ І. А. Мороз, кандидат хімічних наук, доцент кафедри харчових технологій та хімії ЛНТУ.

Рецензент: _____ В.Я. Шемет, кандидат хімічних наук, доцент кафедри харчових технологій та хімії ЛНТУ.

Відповідальний за випуск: _____ І.М. Дударєв, доктор технічних наук, професор, завідувач кафедри харчових технологій та хімії ЛНТУ

А-46 **Аналітична хімія** [Текст]: методичні вказівки до лабораторних робіт для здобувачів першого (бакалаврського) рівня вищої освіти освітньої програми «Харчові технології» галузі знань G Інженерія, виробництво та будівництво спеціальності G13 Харчові технології денної та заочної форм навчання./уклад. І. А. Мороз. – Луцьк: ЛНТУ, 2025. –84 с.

Видання містить методичні вказівки до виконання лабораторних робіт, питання для підготовки до лабораторних занять. Наведено основні теоретичні положення та приклади розв’язування задач.

Призначене для студентів спеціальності G13 Харчові технології денної та заочної форм навчання.

© Мороз І.А., 2025

Зміст

Вступ 4

Порядок роботи і техніка безпеки в хімічній лабораторії 5

Розділ 1. Якісний аналіз 8

Лабораторна робота 1. Комплексні сполуки 11

Лабораторна робота 2. Якісні реакції катіонів I аналітичної групи 16

Лабораторна робота 3. Якісні реакції катіонів II аналітичної групи 18

Лабораторна робота 4. Якісні реакції катіонів III аналітичної групи 21

Лабораторна робота 5. Якісні реакції катіонів IV аналітичної групи 24

Лабораторна робота 6. Якісні реакції катіонів V аналітичної групи 27

Лабораторна робота 7. Якісні реакції катіонів VI аналітичної групи 31

Лабораторна робота 8. Якісні реакції аніонів I аналітичної групи 34

Лабораторна робота 9. Якісні реакції аніонів II-III аналітичних груп 37

Лабораторна робота 10. Якісний аналіз солі 39

Розділ 2. Кількісний аналіз 44

Лабораторна робота 11. Визначення кристалізаційної води в барій хлориді 44

Лабораторна робота 12. Метод нейтралізації. Приготування робочих розчинів 47

Лабораторна робота 13. Стандартизація розчину хлоридної килоти. Титрування розчину натрій гідроксиду 49

Лабораторна робота 14. Визначення кислотності хліба і молока 50

Лабораторна робота 15. Визначення жорсткості води 52

Лабораторна робота 16. Перманганатометрія 54

Лабораторна робота 17. Визначення питомої маси ґрунту пікнометричним методом 59

Лабораторна робота 18. Вимірювання pH водних розчинів методом іонометрії 64

Лабораторна робота 19. Визначення вмісту хлоридної та борної кислоти в суміші методом pH-метричного титрування 67

Лабораторна робота 20. Визначення вмісту нітратів у харчових продуктах 69

Лабораторна робота 21. Рефрактометричне визначення вмісту натрій хлориду у харчових об'єктах 72

Лабораторна робота 22. Фотометричне визначення йонів купруму Cu^{2+} 75

Лабораторна робота 23. Фотометричне визначення загального вмісту феруму (II) та (III) з тіоціанатом 78

Список використаних джерел 80

Вступ

Аналітична хімія – фундаментальна хімічна наука про методи визначення хімічного складу сполук та їх сумішей. Вона займає провідне місце в системі теоретичної та практичної підготовки фахівця у галузі харчових технологій. Відповідно до її застосування аналітичну хімію поділяють на якісний, кількісний хімічні аналізи та інструментальні методи аналізу. Вивчаючи курс якісного аналізу, студенти повинні оволодіти методами виявлення йонів, елементів та хімічних сполук, які входять до складу досліджуваних речовин та їхніх сумішей. Під час вивчення кількісного аналізу студенти повинні освоїти методи, за допомогою яких можна кількісно визначати хімічні сполуки та їхні суміші.

Успішне виконання лабораторного практикуму дозволяє студентам не тільки ефективно засвоїти теоретичний матеріал курсу, але і набути навичок проведення хімічного експерименту, розвиває самостійне мислення, здатність робити висновки і прогнозувати результати досліджень.

У методичних вказівках до лабораторних робіт з аналітичної хімії до кожної з тем подані докладний опис методики виконання експерименту, контрольні питання, питання для самостійної роботи. Окремо подані приклади розв'язування основних типів розрахункових задач, які використовують в аналітичній хімії. У таблицях додатків наведено матеріал, необхідний для розв'язання задач.

Перед початком лабораторного практикуму кожен студент повинен добре засвоїти правила роботи і техніку безпеки в хімічній лабораторії, а також способи надання у разі необхідності першої допомоги.

Всі лабораторні роботи з аналітичної хімії студенти виконують індивідуально. На початку заняття викладач перевіряє ступінь підготовки кожного студента до лабораторного заняття. У кінці кожного заняття проводиться захист лабораторної роботи, яка зараховується студентові тільки тоді, коли він самостійно виконав передбачений об'єм практичних робіт, набув практичних навиків з відповідної теми, відповів на теоретичні питання теми заняття, оформив щоденник з результатами виконаної роботи.

Для теоретичної і практичної підготовки до всіх занять студентам рекомендовано наступну літературу:

ПОРЯДОК РОБОТИ І ТЕХНІКА БЕЗПЕКИ В ХІМІЧНІЙ ЛАБОРАТОРІЇ

І. ПРАВИЛА РОБОТИ В ЛАБОРАТОРІЇ

Під час роботи в хімічній лабораторії необхідно дотримуватися таких правил:

1. Працювати старанно й уважно, дотримуватися тиші.

2. На робочому місці не повинно бути нічого зайвого. Портфелі, головні убори тощо повинні знаходитись в спеціально відведеному в лабораторії місці.

3. Під час виконання експериментів дотримуватись порядку та послідовності операцій, вказаних у методичних рекомендаціях.

4. Уважно спостерігати за ходом досліду і відмічати кожну його особливість і зміни (випадання або розчинення осаду, зміну забарвлення, температури, виділення газу тощо).

5. Оформлення лабораторної роботи необхідно підготувати вдома (п.1-4) та закінчити відразу після виконання досліду в лабораторному зошиті за такою схемою:

- ✓ Дата, номер і тема лабораторної роботи.
- ✓ Номер і назва досліду.
- ✓ Короткий зміст або умови проведення досліду.
- ✓ Схема або малюнок приладу.
- ✓ Спостереження і результати.
- ✓ Рівняння реакцій.
- ✓ Розрахунки.
- ✓ Висновки.

6. Виконувати лише ті експерименти, які зазначені в інструкції обо обговорені з викладачем.

7. Зберігати своє робоче місце чистим. Пролиту воду чи реактив обережно витерти. Розбите скло, шматки паперу, залишки твердих речовин, металів, тощо викидати в смітник чи в спеціальну посудину, але не у зливну раковину.

8. Після закінчення роботи привести до порядку своє робоче місце, вимкнути світло, газ, воду.

ІІ. ПРАВИЛА РОБОТИ З РЕАКТИВАМИ

1. На кожній склянці з реактивом повинна бути етикетка з назвою і концентрацією реактиву (для розчинів).

2. Реактиви слід витрачати економно. Сухі реактиви з баночок набирати лише чистим шпателем чи спеціальною ложечкою. Наливаючи рідкі реактиви, склянку слід тримати етикеткою до себе.

3. Реактиви загального користування, що розміщуються на спеціальних поличках або у витяжних шафах, заборонено заносити на свої робочі місця.

4. Після використання реактиву склянку слід відразу ж щільно закрити тим самим корком і поставити на місце. Не можна тримати реактиви відкритими і, закриваючи, плутати корки.

5. Не зсипати і не зливати надлишок реактивів назад у склянку – це може зіпсувати весь реактив в склянці.

6. Відбирати проби рідких реактивів необхідно однією і тією ж піпеткою.

7. Не виливати в раковини невикористані концентровані кислоти і луги, а також реактиви, що містять сполуки срібла, ртуті – їх потрібно злити у спеціальні склянки.

ІІІ. ПРАВИЛА ТЕХНІКИ БЕЗПЕКИ

1. Усі досліди, під час проходження яких виділяються отруйні гази і пара, а також досліди з концентрованими кислотами, проводити у витяжній шафі з вімкненою тягою.

2. Концентровані кислоти і луги наливати у пробірки обережно, слідкуючи за тим, щоб реактиви не потрапляли на руки й одяг.

3. Розбавляючи концентровані кислот, особливо сульфатну, необхідно вливати невеликими порціями кислоту в воду, а не навпаки.

4. Не нюхати гази, що виділяються, близько нахиляючись до посуду. Для визначення запаху газу чи рідини слід обережно вдихати повітря, злегка направляючи струмінь його від посуду до себе помахом руки.

5. Не працювати з легкозаймистими речовинами поблизу запаленого пальника.

6. Не нахилятись над посудом з рідиною, коли наливаєте реактив, щоб уникнути його попадання на обличчя чи одяг.

7. Не нахилятися над посудом з рідиною, що нагрівається, тому що вона може вибризнути.

8. При нагріванні рідини в пробірці її треба тримати так, щоб отвір пробірки був спрямований у бік від себе і від товаришів, що знаходяться поруч.

9. Не залишати шматків металічного натрію на повітрі, не викидати їх в раковину чи в урну з сміттям.

10. У випадку загоряння горючих рідин негайно погасити вогонь, накинувши протипожежну ковдру або засипати полум’я піском.

11. Гарячі предмети брати тільки спеціальними щипцями.

12. Якщо під час роботи пролито кислоту чи луг у великій кількості, негайно повідомити лаборанта чи викладача.

13. Після роботи в лабораторії необхідно ретельно вимити руки.

IV. НАДАННЯ ПЕРШОЇ ДОПОМОГИ

1. У випадку потрапляння кислоти на руки або обличчя необхідно ретельно промити уражене місце проточною водою, а потім обробити 5% розчином натрій гідрокарбонату (питної соди).

2. У випадку потрапляння лугу на руки або обличчя необхідно ретельно промити уражене місце проточною водою до зникнення відчуття милкості, а потім обробити 2% розчином борної кислоти.

3. У випадку потрапляння лугу або кислоти в очі необхідно добре промити очі водою за допомогою промивної склянки або звичайного хімічного стаканчика, потім закапати очі очними краплями та звернутись до лікаря.

4. У випадку термічних опіків необхідно охолодити обпечене місце під проточною водою, обробити розбавленим етиловим спиртом або 3-5% розчином калій перманганату і перев'язати бинтом. У разі отримання важких опіків необхідно відразу звернутись до лікаря.

5. У випадку порізів рук слід насамперед видалити з рани осколки скла, потім змити кров 2% розчином перманганату калію, 3% розчином гідроген пероксиду, обробити місце навколо рани 3% спиртовим розчином йоду, а тоді забинтувати.

6. У випадку отруєння необхідно відразу звернутись до лікаря.

РОЗДІЛ. 1. ЯКІСНИЙ АНАЛІЗ

Аналітична хімія – *це наука про методи визначення складу і структури хімічних систем (індивідуальних речовин, їх сумішей або будь-якого матеріалу).* Склад речовин і матеріалів має якісну і кількісну характеристики, які можна виявити за допомогою методів аналітичної хімії – якісного та кількісного аналізу.

Аналітична хімія має велике наукове значення, саме за допомогою даних якісного та кількісного аналізу були сформульовані основні стехіометричні закони хімії, встановлені атомні маси елементів, хімічні формули речовин та хімічних сполук.

Якісний аналіз дозволяє встановити, із яких хімічних елементів складається речовина, які йони, групи атомів, або молекули входять до її складу. З якісного аналізу починають дослідження будь-якої невідомої або синтезованої речовини.

Кількісний аналіз – сукупність хімічних і фізичних методів визначення відносної кількості елементів, йонів чи хімічних сполук у досліджуваній речовині.

Для хімічного аналізу можна брати більші або менші кількості речовин, що досліджуються. Залежно від цього розрізняють *макроаналіз* (макрометод) – використовується для аналізу 0,1-1 г речовини, такий аналіз виконується у пробірках, *напівмікроаналіз* (напівмікрометод) – використовується 0,01 - 0,1 г речовини, виконується у звичайних або мікропробірках, *мікроаналіз* (мікрометод) – використовується не більше 0,01 г речовини. Іноді треба дослідити якісний і кількісний склад речовини при незначній її кількості. У таких випадках застосовують *ультрамікроаналіз*, коли для аналізу беруть дуже малу кількість речовини, а зовнішній ефект реакції спостерігають під мікроскопом.

Хімічні реакції, які застосовують в якісному хімічному аналізі повинні мати характерні зовнішні ознаки, тобто володіти так званим аналітичним ефектом. Реакції, які супроводжуються зовнішніми ознаками, називають *аналітичними* або *якісними*. Якісні реакції за допомогою яких можна визначити певний йон або речовину, відрізнити цей йон чи речовину від інших називають *індивідуальними* або *характерними*.

Є реакції, проведенню яких не заважають сторонні йони. Такі реакції називаються *специфічними*, але таких реакцій дуже мало.

Реакції, які дають однаковий аналітичний ефект з декількома йонами називаються *вибірковими* або *селективними*. Наприклад, Cl^--йони, утворюють білий осад з Ag^+, Hg^{2+}, Pb^{2+}-йонами. До селективних відносяться так звані групові реакції, які призначені для виявлення певної групи йонів.

Існує чимало систем поділу катіонів на групи. Найбільш поширеною є кислотно-основна система. За кислотно-основною класифікацією катіони поділяють на шість аналітичних груп, наведених в таблиці 2.

Таблиця 1

Кислотно-основна класифікація катіонів

Номер групи	Катіони	Груповий реагент	Продукти реакції, їх властивості
I	Li^+, K^+, Na^+, NH_4^+	немає	Сульфати, хлориди та гідроксиди розчинні
II	Ag^+, Pb^{2+}, Hg_2^{2+}	HCl	Осади хлоридів не розчиняються в розведених кислотах
III	Ba^{2+},Sr^{2+},Ca^{2+},(Pb^{2+})	H_2SO_4	Осади сульфатів не розчиняються в кислотах, лугах, розчині аміаку
IV	Al^{3+}, Cr^{3+}, Zn^{2+}, Sn^{2+}, Sn^{4+}, As^{3+}	NaOH (надлишок)	Осади гідроксидів розчиняються в надлишку лугу
V	Fe^{3+}, Fe^{2+},Mn^{2+}, Mg^{2+}, (Bi^{3+})	NaOH	Осади гідроксидів не розчиняються в надлишку лугу та розчині аміаку
VI	Cu^{2+}, Ni^{2+}, Co^{2+}	NH_4OH (надлишок)	Осади гідроксидів розчиняються в надлишку аміаку

Класифікація аніонів заснована на різній розчинності солей барію та арґентуму відповідних аніонів (табл. 2).

Таблиця 2

Класифікація аніонів

Номер групи	Аніони	Груповий реагент	Властивості продуктів реакції
I	SO_4^{2-} - сульфат-йон SO_3^{2-} - сульфіт- йон CO_3^{2-} - карбонат- йон PO_4^{3-} - фосфат-йон SiO_3^{2-} - силікат-йон	$BaCl_2$	Солі барію важкорозчинні у воді
II	Cl^- - хлорид-йон Br^- - бромід-йон I^- - іодид-йон S^{2-}-сульфід-йон	$AgNO_3$	Солі аргентуму важкорозчинні у воді і розб. HNO_3
III	NO_3^--нітрат-йон NO_2^--нітрит-йон	немає	Солі барію й аргентуму розчинні у воді

Групові реагенти в аналізі аніонів використовують для визначення відповідних груп. Для спрощення аналізу аніонів виконують, так звані групові проби, які дозволяють виявити наявність відповідних груп аніонів:

– проба на аніони-окисники ($C_2O_7^{2-}$, AsO_4^{3-}, NO_3^-) – аніони визначають дією розчину KJ в кислому середовищі в присутності хлороформу, який у випадку їх присутності забарвлюється в червоно-фіолетовий колір;

– проба на аніони-відновники ($C_2O_4^{2-}$, $S_2O_3^{2-}$, S^{2-}, SO_3^{2-}, AsO_3^{3-}, J^-, NO_2^-) – аніони визначають шляхом фіксування знебарвлення розчину йоду у слабокислому середовищі за виключенням AsO_3^{3-} йонів, які визначають у слаболужному середовищі;

– проба на аніони нестійких кислот (H_2SO_3, $H_2S_2O_3$, H_2CO_3 та ін.) проводиться дією HCl, внаслідок чого утворюються газоподібні продукти (SO_2, CO_2, H_2S та ін.);

– проба на аніони (Cl^-, Br^-, J^-,$C_2O_4^{2-}$, NO_3^-, SO_3^{2-}, $S_2O_3^{2-}$ та ін.) проводиться дією концентрованої H_2SO_4 на їх солі, внаслідок чого утворюються газоподібні продукти (Cl_2, J_2, CO_2 та ін.).

Лабораторні роботи 2-10 з якісного аналізу оформлюємо у вигляді таблиці:

Дослід-жуваний йон	Умови проведення реакції	Реактив	Спостереження	Рівняння реакції
Якісні реакції катіонів I аналітичної групи.				

Лабораторна робота № 1
КОПМЛЕКСНІ СПОЛУКИ

ТЕОРЕТИЧНІ ВІДОМОСТІ

Основні положення координаційної теорії

Усі неорганічні сполуки умовно поділяють на сполуки першого та вищого порядку. До сполук першого порядку відносять оксиди, деякі кислоти, солі (CuO, HBr, NaCl та ін.) Сполуки вищого порядку, *комплексні (координаційні) сполуки,* є продуктами взаємодії певних сполук першого порядку.

Основні принципи утворення комплексних сполук вперше були викладені у 1893 році швейцарським хіміком Вернером у вигляді так званої координаційної теорії. Розглянемо основні положення координаційної теорії.

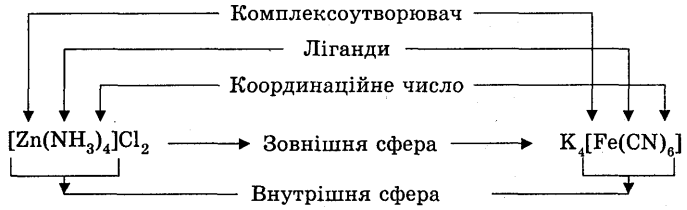
1. У молекулі будь-якої комплексної сполуки один із йонів займає центральне місце і має назву *комплексоутворювач,* або *центральний йон.*

2. Навколо центрального йона розташовується або концентрується певна кількість протилежно заряджених йонів або нейтральних молекул, які називаються *лігандами* або *адендами.*

3. Центральний йон з розміщеними навколо нього лігандами утворює так звану *внутрішню координаційну сферу* сполуки або комплексний йон.

4. Число, що показує, скільки лігандів розташовано навколо комплексоутворювача у внутрішній сфері, називають *координаційним числом.*

5. Йони, що розташовані далі від центрального йона, складають *зовнішню координаційну сферу* комплексної сполуки.



Класифікація комплексних сполук за зарядом та хімічною природою лігандів

Залежно від заряду внутрішньої сфери всі комплексні сполуки можна поділити на три категорії.

1. Комплексні сполуки катіонного характеру, в яких комплексний йон має позитивний заряд. Роль лігандів у цих випадках, як правило, виконують нейтральні молекули. Наприклад, $[Cu(NH_3)_4]SO_4$; $[Ca(H_2O)_6]C1_2$. Їх можна розглядати як продукт взаємодії таких речовин:

$CuSO_4 + 4NH_4OH = [Cu(NH_3)_4]SO_4 + 4H_2O;$

$CaC1_2 + 6H_2O = [Ca(H_2O)_6]C1_2$.

У водних розчинах такі комплексні сполуки дисоціюють на комплексні катіони та аніони кислотних залишків:

$[Cu(NH_3)]SO_4 \leftrightarrow [Cu(NH_3)_4]^{2+} + SO_4^{2-}$;

$[Ca(H_2O)_6]C1_2 \leftrightarrow [Ca(H_2O)_6]^{2+} + 2C1^-$.

2. Комплексні сполуки аніонного характеру, комплексний йон яких має від'ємний заряд внаслідок координації навколо позитивно зарядженого комплексоутворювача від'ємних лігандів, сумарний заряд яких за абсолютною величиною перевищує заряд комплексоутворювача. Наприклад, $K_2[CuCl_4]$; $Na_3[Co(NO_2)_6]$. Їх одержують наступним чином:

$2KC1 + CuCl_2 = K_2[CuCl_4]$;

$6NaNO_2 + Co(NO_3)_3 = Na_3[Co(NO_2)_6] + 3NaNO_3$.

У водних розчинах такі комплексні сполуки дисоціюють на комплексні аніони та катіони зовнішньої сфери:

$K_2[CuCl_4] \leftrightarrow 2K^+ + [CuCl_4]^{2-}$;

$Na_3[Co(NO_2)_6] \leftrightarrow 3Na^+ + [Co(NO_2)_6]^{3-}$.

3. Молекулярні комплексні сполуки, в яких абсолютні величини зарядів комплексоутворювачів і лігандів рівні. Такі комплексні сполуки нейтральні і водні розчини їх не є електролітами. Наприклад, $[Cr(H_2O)_3C1_3]$, $[Pt(NH_3)_2Cl_2]$.

Здатність до комплексоутворення найчастіше виявляють багатозарядні йони важких металів, що мають 18-електронну або перехідну від 8- до 18-електронної зовнішню конфігурацію, у яких є вільні орбіталі, а також йони деяких неметалів (таблиця 3).

Таблиця 3

Координаційні числа деяких комплексоутворювачів

Координаційне число	Комплексоутворювач	Приклади комплексних сполук
2	Ag^+	$[Ag(NH_3)_2]NO_3$
	Cu^+	$[Cu(NH_3)_2]Cl$
	Au^+	$Na[Au(CN)_2]$
4	Cu^{2+}	$[Cu(NH_3)_4]SO_4$
	Hg^{2+}	$[Hg(NH_3)_4](NO_3)_2$
	B^{3+}	$H[BF_4]$
	Pt^{2+}	$K_2[PtCl_4]$
	Co^{2+}	$(NH_4)_2[Co(SCN)_4]$
	Zn^{2+}	$Na_2[Zn(OH)_4]$
6	Cr^{3+}	$[Cr(H_2O)_6]Cl_3$
	Co^{3+}	$[Co(NH_3)_6]Br_3$
	AI^{3+}	$Na_3[AlF_6]$
	Pt^{4+}	$H_2[PtCl_6]$
	Si^{4+}	$Na_2[SiF_6]$
	Fe^{2+}	$K_4[Fe(CN)_6]$
	Fe^{3+}	$K_3[Fe(CN)_6]$

Номенклатура комплексних сполук

Основні положення сучасної номенклатури комплексних сполук є наступними.

1. У назві будь-яких типів комплексних сполук спочатку називають катіон, а потім у називному відмінку аніон:

а) назву аніонних комплексів починають з характеристики зовнішньої сфери комплексної сполуки;

б) для катіонних комплексів після характеристики складу внутрішньої сфери вказують назву йонів зовнішньої сфери.

2. Для всіх типів комплексних сполук (катіонних, аніонних, молекулярних) подається повна характеристика внутрішньої сфери. В першу чергу вказують у алфавітному порядку назви аніонів-лігандів, додаючи до них закінчення - о (F^--фторо, $C1^-$-хлоро, CN^--ціано, OH^--гідроксо, SO_3^{2-}-сульфіто, SCN^--тіоціанато, SO_4^{2-}-сульфато, $C_2O_4^{2-}$-оксалато, $P_2O_7^{4-}$ -дифосфато тощо). Число лігандів позначається грецькими числівниковими префіксами: 1-моно, 2-ди, 3-три, 4-тетра, 5-пента, 6-гекса та ін. (числівник моно-, як правило, опускається).

Далі називають ліганди – нейтральні молекули: NH_3 - амін, H_2O - аква, NO - нітрозил, CO - карбоніл. Інші ліганди зберігають свої звичайні назви.

3. Останнім називають центральний атом (комплексоутворювач): а) якщо центральний атом входить до складу катіона або молекули, то використовують латинську назву цього елемента і в дужках після нього римськими цифрами зазначають ступінь його окиснення; б) якщо центральний атом входить до складу аніона, використовують латинську назву елемента, додаючи закінчення -ат, а в дужках після нього римськими цифрами зазначають ступінь його окиснення;

в) у випадку молекулярних комплексів вказують латинську назву комплексоутворювача, а заряд його не зазначається.

Нижче подано формули та назви комплексних сполук різної хімічної природи.

З комплексним катіоном:

$[Ag(NH_3)_2]NO_3$ - діамінаргентум (I) нітрат;

$[Co(H_2O)_6]Br_3$ - гексааквакобальт (III) бромід.

З комплексним аніоном:

$K_3[Fe(CN)_6]$ - калій гексаціаноферат (III);

$Na_2[SiF_6]$ - натрій гексафторосилікат (IV).

Молекулярний комплекс:

$[Pt(NH_3)_2Cl_2]$ - дихлородіамінплатина;

$[Co(H_2O)_4(NO_2)_2]$ - динітротетрааквакобальт.

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

Дослід 1. Утворення сполук з комплексним катіоном.

а) Одержати осад купрум гідроксиду дією розчину КОН на розчин купрум сульфату. Записати рівняння реакції, зазначивши забарвлення одержаного осаду.

Розчинити осад, додаючи у пробірку концентрований розчин аміаку. Спостерігати інтенсивносинє забарвлення розчину, зумовлене утворенням комплексних іонів $[Cu(NH_3)_4]^{2+}$. Записати рівняння реакції, назвати утворену комплексну сполуку. Одержаний розчин зберігати для досліду 4.

б) Налити у пробірку розчин аргентум нітрату так, щоб рідина лише покрила дно пробірки і додати туди трохи розчину NaCl. Записати рівняння реакції, зазначивши забарвлення утвореного осаду.

Прилити до осаду розчин аміаку до його розчинення. Скласти рівняння реакції, враховуючи, що координаційне число срібла рівне 2. Назвати утворену комплексну сполуку.

Дослід 2. Утворення сполук з комплексним аніоном.

У пробірку з 1-2 мл розчину $Hg(NO_3)_2$ додати повільно розчин КІ до випадання осаду HgI_2. Записати рівняння реакції, зазначивши забарвлення осаду. Долити ще трохи розчину КІ до розчинення осаду. Записати рівняння реакції утворення комплексної сполуки Hg^{2+}, враховуючи, що його координаційне число рівне 4.

Дослід 3. Електролітична дисоціація комплексних сполук.

Досліджують розчини сполук Fe^{3+}: середня сіль $FeCl_3$ і сіль з комплексним аніоном $K_3[Fe(CN)_6]$.

а) До 1-2 мл розчину $FeCl_3$ додати розчину лугу. Записати рівняння реакції утворення ферум (III) гідроксиду, його колір та вигляд.

Повторити дослід, взявши замість розчину $FeCl_3$ розчин $K_3[Fe(CN)_6]$. Чому в цьому випадку осад не утворюється?

б) Роданід-йон SCN^- є реактивом на іон Fe^{3+}. В присутності іона Fe^{3+} роданід-іон забарвлює розчин у криваво-червоний колір.

Дослідити розчини $FeCl_3$ і $K_3[Fe(CN)_6]$, подіявши на кожен з них розчином калій роданіду KSCN. У якому розчині виявлені іони Fe^{3+}? Чому забарвлення розчину $K_3[Fe(CN)_6]$ не змінилось?

На основі виконаних експериментів написати рівняння електролітичної дисоціації сполук $FeCl_3$ і $K_3[Fe(CN)_6]$.

Дослід 4. Руйнування комплексних іонів.

До інтенсивносинього розчину аміачного комплексу купруму (II), одержаного в досліді 1(а), додати сульфатної кислоти до зміни забарвлення розчину. Порівняти одержане забарвлення з забарвленням розчину $CuSO_4$. Пояснити зміну забарвлення розчину, написати рівняння реакції.

ПИТАННЯ ДЛЯ ПІДГОТОВКИ

1. Як утворюються комплексні сполуки?
2. Типи комплексних сполук.
3. Що таке комплексоутворювач, яка його роль в утворенні комплексу?
4. Види лігандів. Спосіб утворення зв'язку між лігандами і комплексоутворювачем.
5. Координаційне число: від яких факторів залежить, яке значення приймає?
6. Номенклатура комплексних сполук.
7. Електролітична дисоціація комплексних сполук.
8. Константа нестійкості комплекса: як виражається, що визначає?

ЗАДАЧІ ТА ВПРАВИ

1. Знайти величину і знак заряду комплексного йона та йона комплексоутворювача в таких сполуках: $K_3[Co(CN_6)]$; $K_3[Pt(NH_3)Cl_5]$; $[Pt(NH_3)_2]Cl_2$. Яке координаційне число комплексоутворювача в цих сполуках?
2. Записати вирази для константи нестійкості комплексів: $[Cd(NH_3)_4]^{2+}$; $[Cu(CN_4)]^{2-}$; $[Ag(NH_3)_2]^{+}$; $[HgI_4]^{2-}$. Користуючись таблицею констант нестійкості комплексних сполук, розташувати ці йони в порядку зростання їх стійкості.
3. Відомо, що з розчину комплексної солі $CoCl_3 \cdot 6NH_3$ нітрат срібла осаджує увесь хлор, а з розчину $CoCl_3 \cdot 5NH_3$ тільки $^2/_3$ його. Складіть координаційні формули цих солей і рівняння їх дисоціації. Визначте координаційне число кобальту в даних солях.
4. Якщо подіяти розчином лугу на розчин солей $KCrCl_4$ і $CrCl_3 \cdot 6NH_3$, то осад гідроксиду хрому утвориться лише в першому випадку. Вкажіть, яка з цих солей належить до комплексних і яка до подвійних. Напишіть рівняння електролітичної дисоціації обох солей.
5. Визначте величину і знак заряду комплексних йонів $[Ag(CN)_2]$, $[Co(NH_3)_5Cl]$, $[Cr(NH_3)_2SO_4]$, знаючи, що комплексо-утворювачами є йони Ag^+, Co^{3+}, Cr^{3+}.
6. Запишіть реакцію розчинення аміаком осадів купрум (II) та нікол (II) гідроксидів. Назвіть отримані сполуки.
7. Запишіть формули калій гексаціаноферату (II) та гексаціаноферату (III). Вкажіть ліганди, комплексоутворювач, координаційне число.
8. Скласти рівняння взаємодії амфотерних гідроксидів алюмінію та цинку з лугом. Записати рівняння дисоціації отриманих комплексних сполук.
9. Наведіть приклад плоского, тетраедричного, октаедричного комплексів.
10. Яка основа є сильнішою – $Cu(OH)_2$ чи $[Cu(NH_3)_4](OH)_2$? Відповідь обґрунтуйте.

Лабораторна робота № 2
ЯКІСНІ РЕАКЦІЇ КАТІОНІВ І АНАЛІТИЧНОЇ ГРУПИ

ТЕОРЕТИЧНІ ВІДОМОСТІ

До І аналітичної групи відносять катіони лужних металів і NH_4^+. Будова електронних оболонок K^+ та Na^+ подібна та схожа на будову електронних оболонок атомів інертних газів Ar та He відповідно. Поляризаційні властивості цих катіонів малі, тому що вони мають великі радіуси. Усі катіони цієї аналітичної групи утворюють сполуки з йонним типом хімічного зв'язку та більшість з них добре розчиняється у воді. Тому катіони І аналітичної групи не мають групового реагенту. Йони K^+ та Na^+ стійкі до дії окисників та відновників.

Гідратовані йони K^+, Na^+ та NH_4^+ − безбарвні. Солі цих йонів мають колір, якщо до їх складу входять забарвлені аніони. Наприклад, Na_2CrO_4 − жовтий, $KMnO_4$ − фіолетовий.

Катіони інших аналітичних груп заважають виявленню йонів K^+ і Na^+. Тому під час систематичного аналізу ці йони виявляють лише після повного видалення з розчину всіх інших катіонів.

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

Дослід 1. Виявлення катіонів Na^+.

Реакція забарвлення полум'я. Леткі іони Na^+ забарвлюють полум'я в яскраво-жовтий колір.

Ніхромову або платинову дротинку, попередньо оброблену хлоридною кислотою, прожарену в полум'ї пальника та повторно оброблену хлоридною кислотою, змочіть розчином солі натрію і внесіть в полум'я пальника. Полум'я забарвиться в яскраво-жовтий колір.

Дослід 2. Виявлення катіонів K^+.

Реакція забарвлення полум'я. Леткі іони K^+ забарвлюють полум'я у фіолетовий колір.

Ніхромову або платинову дротинку, попередньо оброблену хлоридною кислотою, прожарену в полум'ї пальника та повторно оброблену хлоридною кислотою, змочіть розчином солі калію і внесіть у полум'я пальника. Полум'я забарвиться у фіолетовий колір.

Натрій гексанітрокобальтат $Na_3[Co(NO_2)_6]$ з йонами K^+ утворює жовтий кристалічний осад $K_2Na[Co(NO_2)_6]$.

$$Na_3[Co(NO_2)_6] + 2K^+ = K_2Na[Co(NO_2)_6]\downarrow + 2Na^+$$

Осад нерозчинний в слабких кислотах. В лужному середовищі реактив $Na_3[Co(NO_2)_6]$ розкладається з утворенням бурого осаду $Co(OH)_3\downarrow$. Виявленню заважають йони NH_4^+ , котрі теж утворюють жовтий осад. Тому реакцію слід проводити за відсутності йонів NH_4^+.

Налийте у пробірку 3-4 краплі розчину солі калію, додайте 2-3 краплі розчину натрій гексанітрокобальтату. Спостерігайте утворення осаду жовтого кольору.

Дослід 3. Виявлення катіонів NH_4^+.

Луги виділяють з розчинів солей амонію при нагріванні газоподібний аміак, котрий можна виявити за запахом чи за допомогою індикаторного папірця:

$$NaOH + NH_4^+ \xrightarrow{t} Na^+ + NH_3\uparrow + H_2O.$$

Це специфічна реакція, за допомогою якої можна виявити йон NH_4^+ в присутності катіонів усіх аналітичних груп.

Реакцію можна проводити в пробірці або в газовій камері. В останньому випадку на годинникове скло помістіть 1-2 краплини розчину солі амонію та 3-4 краплини розчину лугу, накрийте скло іншим таким же склом, попередньо приєднавши до середини його вгнутої поверхні шматок вологого фенолфталеїнового паперу. Аміак, що виділяється, забарвлює фенолфталеїновий папір у малиновий колір.

Реактив Несслера (розчин $K_2[HgJ_4]$ в KOH) утворює з розчинами солей амонію характерний червоно-бурий осад.

$$NH_4^+ + 2[HgJ_4]^{2-} + 4OH^- = [\ NH_2Hg_2O]J\downarrow + 7J^- + 3H_2O.$$

При незначній концентрації іонів NH_4^+ може утворитись не осад, а лише жовте забарвлення розчину. Це дуже чутлива реакція.

Налийте в пробірку 3-4 краплі розчину солі калію, додайте 2-3 краплі розчину реактиву Несслера. Спостерігайте утворення осаду червоно-бурого кольору.

ПИТАННЯ ДЛЯ ПІДГОТОВКИ

1. У чому суть систематичного та дробного аналізу?
2. Які реакції називаються специфічними?
3. Які реакції називаються груповими?
4. Класифікація катіонів на групи, дія групових реагентів.
5. Якісні реакції катіонів I групи.
6. Які катіони забарвлюють полум’я?
7. Чому для катіонів першої групи немає групового реактиву?

Лабораторна робота № 3
ЯКІСНІ РЕАКЦІЇ КАТІОНІВ ІІ АНАЛІТИЧНОЇ ГРУПИ

ТЕОРЕТИЧНІ ВІДОМОСТІ

До ІІ аналітичної групи відносяться катіони *d*–елементів Ag^+, Hg_2^{2+} (-Hg^{+1} – Hg^{+1} -), та *p*–елемента Pb^{2+}.

Катіони ІІ аналітичної групи утворюють нерозчинні галоген іди (крім арґентум фториду), сульфати, сульфіди, хромати, фосфати, арсенати, гідроксиди (оксиди) та карбонати, що обумовлено їх високою поляризуючою дією.

Груповий реагент на катіони ІІ аналітичної групи – 2 М розчин HCl, з яким ці катіони утворюють білі осади хлоридів AgCl, Hg_2Cl_2 (каломель) і $PbCl_2$. Груповий реагент дозволяє селективно відокремлювати ці катіони під час систематичного аналізу.

Для катіонів цієї групи характерні акції комплексоутворення, для йонів Hg_2^{2+} – реакції окислення-відновлення.

Солі катіонів цієї групи безбарвні, але якщо до їх складу входять забарвлені аніони, то вони набувають певного кольору.

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

Дослід 1. Дія групового реактиву.

Розбавлена хлоридна кислота з катіонами ІІ групи утворює білі осади хлоридів, з яких плюмбум (ІІ) хлорид – кристалічний, аргентум хлорид аморфний (сироподібний):

$Ag^+ + HCl = AgCl\downarrow + H^+$,

$Pb^{2+} + 2HCl = PbCl_2\downarrow + 2H^+$.

Налийте в пробірки по 2-3 краплини розчинів катіонів ІІ групи та додайте в кожну пробірку по 2-3 краплини 2н. розчину HCl. Дослідіть властивості утворених хлоридів:

а) осад $PbCl_2$ розчиняється в гарячій воді (випробуйте). Цим користуються для відокремлення його від AgCl. Досить значна розчинність $PbCl_2$ і в холодній воді. Через це хлоридна кислота не повністю осаджує іони плюмбуму;

б) осад AgCl нерозчинний в розбавлених кислотах (HNO_3, H_2SO_4), але легко розчиняється в NH_4OH з утворенням комплексної солі $[Ag(NH_3)_2]Cl$ (випробуйте):

$AgCl + 2NH_4OH = [Ag(NH_3)_2]Cl + 2H_2O$.

Дослід 2. Дія лугів на катіони ІІ групи.

Луги утворюють з катіонами ІІ-ої групи осади. Так, з іонами Ag^+ утворюється осад Ag_2O бурого кольору:

$2\ Ag^+ + 2OH^- = 2AgOH\downarrow$,

$2AgOH = Ag_2O\downarrow + H_2O$.

Осад Ag_2O розчиняється в NH_4OH з утворенням аміачного комплексу аргентуму:

$Ag_2O + 4NH_4OH = 2[Ag(NH_3)_2]^+ + 2OH^- + 3H_2O$.

З йонами Pb^{2+} луги утворюють білий осад гідроксиду:

$Pb^{2+} + 2OH^- = Pb(OH)_2\downarrow$.

Осад має амфотерні властивості, тобто розчинний як в розчинах кислот, так і в розчинах лугів. При розчиненні в розчинах лугів утворюються плюмбіти.

$Pb(OH)_2 + 2OH^- = [Pb(OH)_4]^{2-}$.

Налийте у пробірку 3-4 краплі розчину солі аргентуму, додайте 1-2 краплі розчину лугу. Після утворення осаду додавайте по краплях розчин амоній гідроксиду до розчинення осаду.

Налийте у пробірку 3-4 краплі розчину солі плюмбуму, додайте 1-2 краплі розчину лугу. Після утворення осаду вміст пробірки розділіть на дві частини. До першої додайте розчину нітратної кислоти, а до другої надлишок розчину лугу.

Дослід 3. Виявлення катіонів Ag^+.

Розчини хлоридів, бромідів та іодидів з іонами Ag^+ утворюють осади:

$Ag^+ + Cl^- = AgCl\downarrow$ (білого кольору),

$Ag^+ + Br^- = AgBr\downarrow$ (жовтуватого кольору),

$Ag^+ + I^- = AgJ\downarrow$ (жовтого кольору).

У три пробірки налийте по 1-2 краплі розчину $AgNO_3$, додайте в першу 2-3 краплі розчину KCl, в другу – розчину KBr, в третю – розчину KJ. Випадають осади AgCl (білого кольору), AgBr (жовтуватого кольору), AgJ (жовтого кольору).

Дослід 4. Виявлення катіонів Pb^{2+}.

Іодид калію з йонами Pb^{2+} утворює осад плюмбум диіодиду PbJ_2 жовтого кольору. Осад можна отримати у вигляді характерних для PbJ_2 золотистих кристалів, тому ця реакція є специфічною для Pb^{2+} іонів.

$Pb^{2+} + 2J^- = PbJ_2\downarrow$

У пробірку налийте 2-3 краплі розчину солі плюмбуму і додайте 2-3 краплі розчину KJ – випадає жовтий осад PbJ_2. Додайте до розчину з осадом 4-5 крапель води і 2-3 краплі 2н. розчину ацетатної кислоти та нагрійте. Осад розчиниться. При подальшому повільному охолодженні знов випаде осад PbJ_2 у вигляді блискучих характерних саме для плюмбум диіодиду золотистих кристалів.

Сульфатна кислота і розчинні сульфати утворюють з іонами Pb^{2+} білий кристалічний осад плюмбум (II) сульфату. Осад розчинний при нагріванні в їдких лугах з утворенням плюмбітів.

$Pb^{2+} + SO_4^{2-} = PbSO_4\downarrow$

$PbSO_4 + 4KOH = K_2[Pb(OH)_4] + K_2SO_4$

У пробірку налийте 2-3 краплі розчину солі плюмбуму і додайте 2-3 краплі 2н. розчину сірчаної кислоти. Перевірте розчинність осаду у розчині лугу. Для цього у пробірку (після утворення осаду плюмбум (II) сульфату) додайте 5-6 крапель розчину лугу і нагрійте. Запишіть рівняння усіх виконаних реакцій.

ПИТАННЯ ДЛЯ ПІДГОТОВКИ

1. Груповий реагент на II аналітичну групу катіонів?
2. Особливості застосування групового реагенту для II аналітичної групи катіонів. Дія надлишку групового реагенту.
3. Чому у якості групового реагенту на II аналітичну групу катіонів не можна використати нітратну кислоту?
4. Якісні реакції йонів II аналітичної групи?
5. Амфотерність сполук плюмбуму, та вплив на результати аналізу.

Лабораторна робота № 4
ЯКІСНІ РЕАКЦІЇ КАТІОНІВ ІІІ АНАЛІТИЧНОЇ ГРУПИ

ТЕОРЕТИЧНІ ВІДОМОСТІ

До катіонів ІІІ аналітичної групи відносять катіони лужноземельних металів. Електронна будова цих йонів подібна електронній будові інертних газів. Досить висока поляризуюча дія катіонів ІІІ аналітичної групи призводить до того, що більшість солей цих катіонів малорозчинні: сульфати, карбонати, хромати, оксалати, фосфати.

Однак лише *розбавлена сульфатна кислота* утворює осади з катіонами ІІІ аналітичної групи, не взаємодіючи з катіонами інших аналітичних груп, тому H_2SO_4 *є груповим реактивом*, який дозволяє при систематичному ході аналізу відділити катіони ІІІ аналітичної групи від катіонів інших аналітичних груп.

Ba^{2+} (Sr^{2+},Ca^{2+}) + H_2SO_4 = $BaSO_4\downarrow$ + $2H^+$ ($SrSO_4\downarrow$, $CaSO_4\downarrow$).

Це кристалічні осади білого кольору, нерозчинні в лугах, кислотах і в воді.

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

Дослід 1. Дія групового реактиву.

Під час взаємодії йонів SO_4^{2-} з катіонами Ba^{2+} досягається практично повне осадження йонів барію. Катіони ж Ca^{2+} здебільшого не випадають в осад у вигляді $CaSO_4$, а залишаються в розчині. $ДР_{BaSO_4} = 1{,}1 \cdot 10^{-10}$; $ДР_{CaSO_4} = 2{,}5 \cdot 10^{-5}$. У присутності спирту чи ацетону розчинність $CaSO_4$ сильно знижується. Тому, якщо осадження катіонів Ca^{2+} здійснювати сульфатною кислотою в розчині, до якого додано 50-60%-го розчину спирту чи ацетону, то йони Ca^{2+} практично повністю перейдуть в осад $CaSO_4$. Цю властивість використовують в аналізі для відокремлення та виявлення катіонів Ca^{2+}.

В одну пробірку помістіть 3-4 краплі розчину солі Ba^{2+}, а в іншу – солі Ca^{2+}, а потім в кожну з них додайте декілька крапель 2н. розчину H_2SO_4. У пробірку з сіллю кальцію додайте спирт чи ацетон. Спостерігайте, що при цьому відбувається. Випробуйте відношення сульфатів до дії сильних кислот і лугів.

Дослід 2. Забарвлення полум'я.

Леткі йони Ca^{2+} забарвлюють полум'я в цегляно-червоний колір. Леткі йони Sr^{2+} забарвлюють полум'я в карміново-червоний колір. Леткі йони Ba^{2+} забарвлюють полум'я в жовто-зелений колір.

Ніхромову або платинову дротинку, попередньо оброблену концентрованою хлоридною кислотою, прожарену в полум'ї пальника та повторно оброблену хлоридною кислотою, змочіть розчином солі барію і внесіть

у полум'я пальника. Спостерігайте, в який колір при цьому буде забарвлюватись полум'я.

Аналогічно проведіть випробування з розчинами солей інших катіонів III аналітичної групи.

Дослід 3. Виявлення катіонів Ba^{2+}.

Калій біхромат $K_2Cr_2O_7$ утворює з йонами Ba^{2+} жовтий осад $BaCrO_4$, а не $BaCr_2O_7$. Це пов'язано з тим, що $ДР_{BaCrO_4} < ДР_{BaCr_2O_7}$.

$Cr_2O_7^{2-} + H_2O \leftrightarrow 2CrO_4^{2-} + 2H^+$;

$2CrO_4^{2-} + 2Ba^{2+} = 2BaCrO_4\downarrow$.

Осад $BaCrO_4$ розчинний в сильних кислотах, але не розчинний в оцтовій кислоті. Йони Ca^{2+} з $K_2Cr_2O_7$ осаду не утворюють і тому виявленню йонів Ba^{2+} не заважають. Розглянута реакція застосовується не тільки для виявлення катіонів Ba^{2+}, але й для відокремлення його від іонів Ca^{2+}. Осад $BaCrO_4$ утворюється також при дії калію хромату на розчини солей барію.

У пробірку налийте 2-3 краплі розчину солі барію, 4-5 крапель дистильованої води та додайте 1-2 краплі розчину біхромату калію. Після утворення осаду вміст пробірки розділіть на дві частини. В першу додайте сильної кислоти, а в другу слабкої ацетатної кислоти.

Запишіть відповідні рівняння реакцій та спостереження.

Дослід 4. Виявлення катіонів Ca^{2+}.

Амоній оксалат $(NH_4)_2C_2O_4$ з йонами Ca^{2+} утворює кристалічний осад $(NH_4)_2C_2O_4$ білого кольору.

$Ca^{2+} + C_2O_4^{2-} = CaC_2O_4\downarrow$.

Нагрівання розчину і підлужнення його аміаком сприяє осадженню кальцію. Кальцій оксалат не розчинний в ацетатній кислоті, але розчинний в сильних кислотах.

Виявленню Ca^{2+} заважають йони Ba^{2+}, котрі утворюють з $(NH_4)_2C_2O_4$ також білий кристалічний осад, розчинний в мінеральних кислотах і оцтовій кислоті при кип'ятінні.

У пробірку налийте 2-3 краплі розчину солі кальцію, 4-5 крапель дистильованої води та додайте 1-2 краплі розчину $(NH_4)_2C_2O_4$. Після утворення осаду вміст пробірки розділіть на дві частини. В першу додайте сильної кислоти, а в другу слабкої ацетатної кислоти. Запишіть відповідні реакції та спостереження.

Мікрокристалоскопічна реакція. За наявності йонів Ca^{2+} із розбавлених розчинів сірчаної кислоти випадають кристали $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ у вигляді довгих голок, які утворюють пучки (розетки), з більш концентрованих розчинів – у вигляді ромбовидних пластинок.

Помістіть краплю розчину хлориду кальцію на ретельно вимите та висушене предметне скло, далі додайте краплю 2н. розчину H_2SO_4.

Розгляньте кристали під мікроскопом.

Якщо кристали не випадають, необхідно суміш на предметному склі упарити до початку кристалізації.

ПИТАННЯ ДЛЯ ПІДГОТОВКИ

1. Залежність властивостей катіонів третьої аналітичної групи від будови їх електронних оболонок, величин йонних радіусів, йонізаційних потенціалів і положення в періодичній системі Д.І.Менделєєва.?
2. Якісні реакції катіонів III групи.
3. Груповий реагент, що застосовується для осадження катіонів третьої аналітичної групи, розчинність сульфатів третьої групи.
4. Який найхарактерніший реактив для виявлення катіону Ba^{2+} і чому?
5. Який реактив є найкращим для відкриття іону Ca^{2+}?
6. Які катіони третьої аналітичної групи забарвлюють полум’я?

Лабораторна робота № 5
ЯКІСНІ РЕАКЦІЇ КАТІОНІВ IV АНАЛІТИЧНОЇ ГРУПИ

ТЕОРЕТИЧНІ ВІДОМОСТІ

До IV аналітичної групи відносять катіони *p*-елементів: Al^{3+}, Sn^{2+}, Sn(IV), As(III), As(V) та *d*-елементів Cr^{3+}, Zn^{2+}.

Катіони *p*- та *d*-елементів мають виражену поляризуючу дію, що обумовлює утворення малорозчинних сполук (сульфідів, фосфатів, карбонатів, гідроксидів та ін.).

Йони *p*-елементів (Sn, As) і *d*-елементів (Cr) з незавершеною 18-електронною оболонкою легко вступають в окисно-відновні реакцій, які використовують в аналізі під час виявлення та розділення цих йонів.

Гідроксиди катіонів IV аналітичної групи амфотерні, тому дія надлишку розчину NaOH призводить до переходу у відповідні гідроксоаніони.

Груповим реагентом цієї групи є 6 М розчин NaOH у присутності 3% розчину H_2O_2. Під час дії групового реагенту спочатку утворюються осади гідроксидів, які розчиняються в надлишку NaOH. Присутність H_2O_2 обумовлює утворення гідроксо- та оксоаніонів цих елементів у вищих ступенях окиснення. Розчинність осадів гідроксидів катіонів IV аналітичної групи у надлишку групового реагенту, дозволяє під час систематичного аналізу відділити катіони IV групи від катіонів V і VI аналітичних груп, оскільки катіони V, VI аналітичних груп осаджуються у вигляді гідроксидів.

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

Дослід 1. Дія групового реактиву.

Луги з усіма катіонами IV групи (за винятком As^{3+}) утворюють осади гідроксидів, котрі в надлишку лугу легко розчиняються з утворенням відповідних солей: алюмінатів, хромітів, цинкатів, станітів, станатів.

$Cr^{3+} + 3NaOH = Cr(OH)_3\downarrow + 3Na^+$;

$Cr(OH)_3 + 3NaOH = Na_3[Cr(OH)_6]$.

Ці реакції вказують на амфотерність гідроксидів катіонів IV-ої групи.

Налийте в пробірки по 2-3 краплі розчинів солей катіонів IV групи. Додайте в кожну пробірку по 1-2 краплі 2н. NaOH. Потім додайте ще декілька крапель лугу. Спостерігайте випадання і наступне розчинення осаду. Напишіть рівняння відповідних реакцій.

Дослід 2. Виявлення катіонів Al^{3+}.

Сухий амоній хлорид виділяє з гідроксосолі алюмінію осад гідроксиду:

$[Al(OH)_4]^- + NH_4Cl = Al(OH)_3\downarrow + Cl^- + NH_3 + H_2O$.

До 2 крапель розчину солі Al^{3+} додають надлишок розчину лугу до розчинення осаду гідроксиду, що випадає спочатку. До отриманого розчину

додають сухий амоній хлорид. Пробірку декілька разів струшують, нагрівають на водяній бані і спостерігають випадіння осаду.

Алізарин утворює з катіонами Al^{3+} нерозчинну у воді й ацетатній кислоті сполуку під назвою "алюмінієвий лак", що має характерне яскравочервоне забарвлення. Це одна з найбільш чутливих реакцій на іон Al^{3+}. Іони Cr^{3+} і Zn^{2+} заважають проведенню цієї реакції.

Виконання реакції крапельним методом. На шматочок фільтрувального паперу нанесіть краплину розчину солі Al^{3+} і почекайте, поки рідина всмокчеться. Після цього потримайте папір протягом 1-2 хвилин над шийкою склянки з концентрованим розчином аміаку. При цьому на папері утворюється $Al(OH)_3$. Пляму змочіть розчином алізарину і повторно обробіть парою аміаку. При цьому утворюється яскраво-червоне забарвлення – ознака наявності в розчині, що аналізується, йонів Al^{3+}.

Дослід 3. Виявлення катіонів Cr^{+3}.

Гідроген пероксид у присутності лугу окиснює Cr^{3+} в CrO_4^{2-}.

До 2-3 крапель розчину солі Cr^{3+} додайте по краплях 2 н. розчин NaOH до утворення і подальшого розчинення осаду з утворенням хроміту зеленого кольору. До розчину утвореного хроміту додайте 3-4 краплі 6%-го розчину H_2O_2 і нагрійте на водяній бані до зміни забарвлення з зеленого на жовте внаслідок утворення хромат-іонів:

$$2Cr^{3+} + 3H_2O_2 + 10OH^- = 2\,CrO_4^{2-} + 8H_2O.$$

Для підтвердження присутності в розчині хромат-іонів необхідно провести специфічну реакцію на CrO_4^{2-} - утворення надхромової кислоти (H_2CrO_6).

У чисту пробірку внесіть 3 краплі розбавленої H_2SO_4, 2 краплі розчину H_2O_2 та 1 мл етеру. Суміш добре струсіть. Потім додайте 2-3 краплі одержаного розчину хромату (жовтого кольору) і знову струсіть. Спостерігайте синє забарвлення етерного шару.

Дослід 4. Виявлення катіонів Sn^{2+}.

Відновлення солей бісмуту *натрій станітом*. До 2 крапель розчину $SnCl_2$ додайте 8-10 крапель 2 н. розчину NaOH чи KOH, щоб осад, що спочатку випав, розчинився з утворенням станіту:

$$Sn(OH)_2 + 2OH^- = SnO_2^{2-} + 2H_2O.$$

До одержаного розчину додайте краплю розчину солі Bi^{3+}. Натрій станіт відновлює іон Bi^{3+} до металічного бісмуту і осад чорніє:

$$3SnO_2^{2-} + 2Bi(OH)_3 = 2Bi\downarrow + 3SnO_3^{2-} + 3H_2O.$$

Виявлення Sn^{2+} за допомогою *амоній фосформолібдату*. До 1-2 крапель розчину солі Sn^{2+} додайте 5-6 крапель амоній фосформолібдату і розбавте 5-10 краплями води. При цьому розчин забарвлюється в синій колір, бо Sn^{2+} відновлює

безбарвний шестивалентний молібден до “молібденової сині” (Mo^{5+}). Ця реакція дуже чутлива.

Дослід 5. Виявлення катіонів Zn^{2+}.

Калій гексаціаноферат (III) (червона кров’яна сіль) з солями Zn^{2+} дає жовтий осад цинк гексаціаноферату (III):

$$3Zn^{2+} + 2K_3[Fe(CN)_6] = Zn_3[Fe(CN)_6]_2\downarrow + 6K^+.$$

До 2 крапель розчину солі Zn^{2+} додайте 2 краплі розчину червоної кров’яної солі. Утворений осад розчиняється в HCl і розчині аміаку.

Калій гексаціаноферит (II) (жовта кров’яна сіль) реагує з солями цинку з утворенням білого осаду цинк-калій гексаціанофериту (II):

$$2Zn^{2+} + 2K_4[Fe(CN)_6] = Zn_3K_2[Fe(CN)_6]_2\downarrow + 6K^+.$$

До 2 крапель розчину Zn^{2+} додайте 2 краплі розчину жовтої кров’яної солі.

ПИТАННЯ ДЛЯ ПІДГОТОВКИ

1. Якісні реакції катіонів IV групи.
2. Груповий реагент, що застосовується для осадження катіонів четвертої аналітичної групи.
3. Чи можна використати для відділення катіонів четвертої аналітичної групи гідроксид амонію?
4. Амфотерні сполуки. Використання явища амфотерності в аналізі катіонів четвертої аналітичної групи.
5. Який реактив є найкращим для відкриття йону Al^{3+}?
6. Який реактив є найкращим для відкриття йону Cr^{3+}?

Лабораторна робота № 6
ЯКІСНІ РЕАКЦІЇ КАТІОНІВ V АНАЛІТИЧНОЇ ГРУПИ

ТЕОРЕТИЧНІ ВІДОМОСТІ

До V аналітичної групи відносять катіони s-елементів – Mg^{2+}, p-елементів – Sb(III), Sb(V), Bi^{3+} та d-елементів – Fe^{2+}, Fe^{3+}, Mn^{2+}. Унаслідок сильної поляризуючої дії катіонів V аналітичної групи більшість їх сполук (гідроксиди, сульфіди, фосфати) у воді нерозчинні, але хлориди, броміди, нітрити, нітрати, ацетати, сульфати розчинні у воді.

Груповим реагентом є концентрований розчин амоніаку, який осаджує катіони V аналітичної групи у вигляді гідроксидів, які нерозчинні у надлишку реагенту.

Подальший хід аналізу катіонів V аналітичної групи заснований на різній розчинності гідроксидів цих катіонів у концентрованих розчинах солей амоніаку, кислотах, а також на використанні окисно-відновних реакцій та реакцій осадження цих катіонів.

Сполуки Fe^{3+} – жовто-бурого кольору, Fe^{2+} – світло-зеленого; розчини сполук усіх інших катіонів – безбарвні.

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

Дослід 1. Загальні реакції катіонів V групи.

Дія лугів. При дії розчину лугу на розчини солей катіонів V групи утворюються аморфні осади гідроксидів.

Налийте в пробірки по 2-3 краплі розчинів солей катіонів V групи. В кожну пробірку додайте 1-2 краплі 2н. розчину лугу. Вміст пробірок перемішайте і спостерігайте, що відбувається. Охарактеризуйте властивості осадів: колір, розчинність у воді, надлишках розчинів лугу та аміаку, в кислотах.

Властивості окремих гідроксидів: ферум (II) гідроксид $Fe(OH)_2$ (осад зеленуватого кольору) на повітрі й особливо при нагріванні швидко окиснюється в $Fe(OH)_3$, внаслідок чого його колір змінюється на червоно-бурий. Манган (II) гідроксид $Mn(OH)_2$ (осад білого кольору) на повітрі внаслідок окиснення до чотирьохвалентного стану змінює колір на бурий. Напишіть відповідні рівняння реакцій окиснення цих гідроксидів.

Дія амоній гідроксиду. При дії розчину амоній гідроксиду на катіони V групи, як і при дії розчину лугу, утворюються осади гідроксидів, але вони порівняно легко розчиняються в солях амонію. Отже, зазначені катіони з розчинів їх солей розчином амоній гідроксиду осаджуються не повністю.

Дослід 2. Виявлення катіонів Fe^{3+}.

Калій гексаціанофераат (II) (жовта кров'яна сіль) з іонами Fe^{3+} утворює осад ферум (III) гексаціаноферату (II).

$$4Fe^{3+} + 3[Fe(CN)_6]^{4-} = Fe_4[Fe(CN)_6]\downarrow$$

(берлінська блакить).

Налийте в пробірку 3-4 краплі розчину солі тривалентного феруму і додайте 2-3 краплі розчину $K_4[Fe(CN)_6]$. Реакцію необхідно проводити в слабокислому або в нейтральному середовищі, бо в лужному середовищі відбувається руйнування осаду з виділенням $Fe(OH)_3$. Дуже великий надлишок $K_4[Fe(CN)_6]$ або сильно кисле середовище може викликати розчинення осаду. Інші катіони V групи виявленню йона Fe^{3+} не заважають.

Амоній тіоціанат NH_4CNS утворює з йонами Fe^{3+} ферум (III) тіоціанат криваво-червоного кольору, добре розчинний у воді.

$Fe^{3+} + 3CNS^- = Fe(CNS)_3$.

Декілька крапель розчину солі заліза (III) розбавте 5-8 краплями дистильованої води і додайте 5-8 крапель розчину амоній тіоціанату. При цьому розчин набуде криваво-червоного забарвлення. Надлишок реактиву посилює забарвлення. Реакцію необхідно проводити в нейтральному або кислому розчині. За допомогою цієї реакції йони Fe^{3+} можуть бути виявлені при наявності інших катіонів.

Реакцію можна проводити крапельним методом. Для цього на фільтрувальний папір нанесіть краплю аналізованого розчину, 1 краплю розбавленого (1:1) розчину HCl і 2-3 краплі розчину роданіду амонію. При наявності іонів Fe^{3+} утворюється пляма червоного кольору.

Окиснювальні властивості йонів Fe^{3+}. Іон Fe^{3+} порівняно слабкий окисник $\varphi_0(Fe^{2+}/Fe^{3+}) = 0{,}77$ В, тому він здатний окиснювати лише порівняно сильні відновники, наприклад іодид-йон J^-:

$2J^- + 2\,Fe^{3+} = J_2 + 2Fe^{2+}$.

До декількох крапель розчину KJ добавте 1-2 краплі розчину хлоридної кислоти, а потім 3-4 краплі розчину солі феруму (III). Внаслідок утворення іоду розчин набуває бурого кольору. Якщо до розчину додати декілька крапель бензолу, то йод перейде в бензол і бензольний шар набере характерного для йоду фіолетового забарвлення.

Дослід 3. Виявлення катіонів Fe^{2+}.

Калій гексаціаноферат (III) (червона кров'яна сіль) утворює з йонами Fe^{2+} осад темно-синього кольору (турнбулева синь). Для йонів Fe^{2+} це найбільш характерна реакція.

$3\,Fe^{2+} + 2[Fe(CN)_6]^{3-} = Fe_3[Fe(CN)_6]_2\downarrow$.

У пробірку налийте 2-3 краплі розчину Fe^{2+}, додайте 1-2 краплі розчину хлоридної кислоти і 2-3 краплі розчину $K_3[Fe(CN)_6]$. При цьому утвориться осад темно-синього кольору. Осад нерозчинний у кислотах, але розкладається лугами. Катіони V групи не заважають проходженню цієї реакції, але при значній концентрації Mn^{2+} осад може набувати темно-зеленого кольору.

Реакція бурого кільця. Йон Fe^{2+} є сильним відновником, тому він окиснюється як слабкими, так і сильними окисниками, наприклад J_2 , HNO_3 , H_2O_2 , $KMnO_4$.

У пробірку налийте 2-3 краплі розчину Fe^{2+} , додайте 2 краплі 2н. розчину сульфатної кислоти і 2 краплі 6н. розчину нітратної кислоти. Суміш обережно нагрійте до зникнення бурого забарвлення, яке виникає внаслідок утворення нестійкої проміжної комплексної сполуки $[Fe(NO)]SO_4$. Після охолодження добавте 2 краплі розчину амоній тіоціанату. Розчин набуває кроваво-червоного кольору внаслідок наявності іонів Fe^{3+} , що утворились при окисненні іонів Fe^{2+}.

$3\ Fe^{2+} + 4H^+ + NO_3^- = 3\ Fe^{3+} + NO\uparrow + 2\ H_2O.$

$Fe^{2+} + NO + H_2SO_4 = [Fe(NO)]SO_4 + 2H^+.$

Для виявлення йонів Fe^{2+} використовують також реакцію з фенантроліном.

Дослід 4. Виявлення катіонів Mn^{2+}.

Амоній персульфат $(NH_4)_2S_2O_8$ за наявності $AgNO_3$ (каталізатор) окиснює йон Mn^{2+} до MnO_4^-, розчин при цьому набуває фіолетового забарвлення, а при малій концентрації Mn^{2+} рожевого.

$2Mn^{2+} + 5S_2O_8^{2-} + 8H_2O = 2\ MnO_4^- + 10SO_4^{2-} + 16\ H^+.$

У пробірку помістіть декілька кристалів амоній персульфату, додайте 5-6 крапель 2н. розчину сульфатної кислоти та 2-3 краплі 0,1 н. розчину аргентум нітрату. Суміш нагрійте до 60-70°С, внесіть за допомогою скляної палички 1 краплю розчину, що аналізується, і продовжуйте нагрівання ще протягом однієї хвилини. За наявності йонів Mn^{2+} розчин набуває фіолетового або рожевого забарвлення. При виконанні цієї реакції необхідно додавати дуже невелику кількість розчину, що аналізується, бо надлишок йону Mn^{2+} відновлює йон MnO_4^-, і при цьому утворюється осад бурого кольору. В розчині не повинно бути відновників, бо вони будуть окиснюватись перманганат-йоном MnO_4^-, що утворився.

Натрій бісмутат $NaBiO_3$ в розчині нітратної кислоти окиснює йон Mn^{2+} в MnO_4^-.

$2Mn^{2+} + 5BiO_3^- + 16\ H^+ = 2MnO_4^- + 5Bi^{3+} + 7\ H_2O.$

У пробірку помістіть за допомогою скляної палички невелику кількість порошку натрій бісмутату, додайте 5-6 крапель 2н. розчину нітратної кислоти і 1-2 краплі розчину, що містить іон Mn^{2+}, перемішайте і дайте постояти 1-2 хв. Розчин над осадом забарвиться у фіолетово-рожевий колір.

При виконанні реакції важливо дотримуватися порядку виконання реакції.

Для відділення надлишку натрій бісмутату (який може маскувати колір) можна використати центрифугування розчину.

Дослід 5. Виявлення катіонів Mg^{2+}.

Натрій гідрофосфат Na_2HPO_4 у присутності NH_4OH та NH_4Cl з солями амонію утворює білий кристалічний осад подвійної солі амоній-магній фосфату $MgNH_4PO_4$

$$Mg^{2+} + HPO_4^{-} + NH_4OH = MgNH_4PO_4\downarrow + H_2O.$$

Сіль амонію необхідна для попередження утворення осаду магній гідроксиду при дії амоній гідроксиду.

У пробірку помістіть 2-3 краплі розчину солі магнію, додайте 2-3 краплі 2н. розчину хлоридної кислоти і 3-4 краплі розчину натрій гідрофосфату, потім додайте декілька крапель (при перемішуванні) 2н. розчину амоній гідроксиду до слабколужної реакції розчину.

За наявності інших катіонів V аналітичної групи цю реакцію потрібно проводити після попереднього їх відділення за допомогою натрію гідрофосфату. Беремо досліджуваний розчин, додаємо розчин Na_2HPO_4 і центрифугуємо. Потім перевіряємо повноту осадження (додаємо ще 1-2 краплі розчину натрій гідрофосфату, при цьому не повинен утворюватись осад) і додаємо розчин амоній гідроксиду.

ПИТАННЯ ДЛЯ ПІДГОТОВКИ

1. Якісні реакції катіонів V групи.
2. Груповий реагент, що застосовується для осадження катіонів V аналітичної групи.
3. Чи можна використати у якості групового реактиву для катіонів V аналітичної групи натрій гідроксид?
4. Для виявлення яких катіонів п’ятої аналітичної групи використовуються окисно-відновні реакції?
5. Напишіть реакції, які дозволяють розрізнити катіони п’ятої аналітичної групи з різним ступенем окиснення.
6. Який реактив є найкращим для відкриття йону Fe^{3+}?

Лабораторна робота № 7
ЯКІСНІ РЕАКЦІЇ КАТІОНІВ VI АНАЛІТИЧНОЇ ГРУПИ

ТЕОРЕТИЧНІ ВІДОМОСТІ

До VI аналітичної групи відносять катіони *d*-елементів Cu^{2+}, Hg^{2+}, Co^{2+}, Ni^{2+}, електронна оболонка яких має вакантні *d*-орбіталі. Тому для катіонів цієї групи характерні реакції комплексоутворення.

Більшість сполук (сульфатів, хлоридів, нітратів, ацетатів та ін.) добре розчиняється у воді, а гідроксиди, карбонати, фосфати у воді не розчинні.

Груповим реагентом на VI аналітичну групу є концентрований розчин амоніаку, який утворює з її катіонами розчинні аміачні комплексні сполуки. Подальшій хід аналізу заснований на руйнуванні цих комплексів шляхом дії 6 М розчину сірчаної кислоти, осадженню сульфідів Cu(I), Hg^{2+} дією кристалічного натрію тіосульфату та різної розчинності цих сульфідів в нітратній кислоті та бромній воді.

Визначення катіонів VI аналітичної групи засновано на використанні реакцій комплексоутворення та окиснення-відновлення. Усі катіони VI аналітичної групи (за виключенням Hg^{2+}) забарвлені та утворюють забарвлені сполуки.

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

Дослід 1. Загальні реакції катіонів VI групи.

Дія групового реактиве – NH_4OH. При дії амоній гідроксиду на катіони VI аналітичної групи утворюються осади гідроксидів або основних солей:

$Ni^{2+} + 2NH_4OH = Ni(OH)_2\downarrow + 2NH_4^+$;

$Cu^{2+} + 2NH_4OH = Cu(OH)_2\downarrow + 2NH_4^+$;

$Co^{2+} + 2NH_4OH = Co(OH)_2\downarrow + 2NH_4^+$.

Осади розчиняються в мінеральних кислотах, аміаку й амонійних солях. При розчиненні їх в аміаку і амонійних солях утворюються комплексні солі.

$Cu(OH)_2 + 2NH_4OH + 2\,NH_4^+ = [Cu(NH_3)_4]^{2+} + 4H_2O$.

В окремі пробірки налийте 4-5 крапель розчинних солей катіонів VI групи і додайте в кожну пробірку по 2-3 краплі 2н. розчину NH_4OH. Спостерігайте утворення осадів і різноманітність їх кольорів. У кожну пробірку з отриманим осадом долийте в надлишку концентрованого розчину NH_4OH, при цьому осади розчиняються і утворюють комплексні сполуки – аміакати. Напишіть рівняння реакцій. Який колір отриманих розчинів?

Луги з усіма катіонами VI групи утворюють амфотерні осади гідроксидів, а з катіонами кобальту – основні солі.

$Cu^{2+} + 2OH^- = Cu(OH)_2\downarrow$.

$Ni^{2+} + 2OH^- = Ni(OH)_2\downarrow$.

$Co^{2+} + 2OH^- = Co(OH)_2\downarrow$.

Всі ці осади розчиняються в кислотах і розчині аміаку.

Дослід 2. Виявлення катіонів Cu^{2+}.

Розчини солей купруму забарвлені в голубий або зелений колір.

Амоній гідроксид NH_4OH з солями Cu^{2+} утворює комплексну сполуку волошкового кольору:

$Cu^{2+} + 4NH_4OH = [Cu(NH_3)_4]^{2+} + 4H_2O$.

Візьміть у пробірку 3-4 краплі розчину солі купруму, додайте по краплях 2н. розчин NH_4OH. Спочатку випаде осад, який розчиниться в надлишку аміаку з утворенням комплексної сполуки волошкового кольору.

Калій іодид. Розчин калій іодиду з іонами Cu^{2+} утворює осад купрум (I) іодиду кольору слонової кістки. При цьому виділяється іод бурого кольору, а в присутності крохмалю (як індикатор) забарвлення розчину синє.

$2Cu^{2+} + 4J^- = 2CuJ\downarrow + J_2$.

Дослід 3. Виявлення катіонів Ni^{2+}.

Розчини солей ніколу мають світло-зелений колір.

Карбонати лужних металів утворюють зелений осад нікол карбонату $NiCO_3$, розчинний в кислотах, розчинах аміаку й амоній карбонату.

Реакція з *диметилгліоксімом* (реактив Чугаєва). Солі ніколу за наявності аміаку утворюють з розчином диметилгліоксима комплексну сполуку червоного кольору. Спочатку розчин забарвлюється в рожевий колір, потім випадає яскраво-червоний осад диметилгліоксімату ніколу.

Реакція дуже чутлива. Її можна проводити також крапельним методом на фільтрувальному папері.

Якщо в розчині присутні іони Fe^{2+} (які заважають виявленню іонів ніколу), у розчин попередньо додають розчин перекису водню, який окиснює Fe^{2+} до Fe^{3+}.

Натрій гідрофосфат Na_2HPO_4 утворює зелений осад $Ni_3(PO_4)_2\downarrow$, розчинний в кислотах, у тому числі і в ацетатній кислоті. Осад розчинний також в аміаку, але не розчиняється в лугах.

Візьміть у пробірку 2-3 краплі розчину солі ніколу, додайте 5-6 крапель дистильованої води та додайте 2-3 краплі розчину натрій гідрофосфату. Вміст пробірки розділіть на три частини та перевірте розчинність осаду в розчинах кислоти, аміаку та лугу. Запишіть відповідні рівняння реакцій.

Дослід 4. Виявлення катіонів Co^{2+}.

Безводні солі кобальту синього кольору. Кристалогідрати і розбавлені розчини солей кобальту мають рожеве забарвлення.

Реакція з *α-нітрозо-β-нафтолом* (реактив Ільїнського). α-нітрозо-β-нафтол окиснює іони Co^{2+} до Co^{3+} з утворенням об'ємного червоно-бурого осаду комплексної солі $[C_{10}H_6(NO)O]_3Co$.

У пробірку до 2-3 крапель розчину солі кобальту Co^{2+} (реакція розчину повинна бути нейтральною або слабокислою, якщо реакція розчину сильнокисла, то додають натрій ацетат) додають 2-3 краплі реактиву та нагрівають.

Виявленню іону Co^{2+} заважає наявність іона Fe^{3+}, який дає з реактивом осад буровато-чорного кольору.

Натрій гідрофосфат Na_2HPO_4 утворює фіолетовий осад $Co_3(PO_4)_2$, розчинний в кислотах, в тому числі і в ацетатній кислоті. При дії лугів він перетворюється в $Co(OH)_2$, а при дії аміаку розчиняється з утворенням комплексної солі брудно-жовтого кольору.

Візьміть у пробірку 1-2 мл розчину солі кобальту, додайте 3-4 краплі дистильованої води та 2-3 краплі розчину натрій гідрофосфату. Вміст пробірки розділіть на три частини. Перевірте розчинність осаду в розчині кислоти та в розчині аміаку. Дослідіть дію лугу на осад $Co_3(PO_4)_2$. Запишіть відповідні рівняння реакцій.

ПИТАННЯ ДЛЯ ПІДГОТОВКИ

1. Якісні реакції катіонів VI групи.
2. Груповий реагент, що застосовується для для виявлення катіонів VI аналітичної групи.
3. Особливості дії групового реагенту на суміш катіонів шостої аналітичної групи.
4. Використання реакцій комплексоутворення в ході аналізу суміші катіонів шостої аналітичної групи.
5. Умови руйнування комплексних сполук.
6. Чому гідроксиди катіонів четвертої групи розчиняються в надлишку лугу, а шостої – в надлишку розчину аміаку?

Лабораторна робота № 8
ЯКІСНІ РЕАКЦІЇ АНІОНІВ І АНАЛІТИЧНОЇ ГРУПИ

ТЕОРЕТИЧНІ ВІДОМОСТІ

До І аналітичної групи відносять аніони наступних кислот: карбонатної, метаборної, сульфатної, сульфітної, тіосульфатної, ортофосфорної, силікатної та інших. Для вивчення реакцій аніонів І групи використовують розчини натрієвих або калієвих солей. *Груповим реагентом* на аніони І аналітичної групи є розчин солі барію у нейтральному або слабколужному середовищі . У цих умовах аніони утворюють з йонами Ba^{2+} солі, які нерозчинні у воді, але розчиняються в розбавленій хлоридній кислоті, за виключенням $BaSO_4$.

Першу групу аніонів у свою чергу можна поділити на три підгрупи. До першої підгрупи відносяться аніони, солі Барію яких погано розчиняються в мінеральних кислотах і воді. До цієї підгрупи належить лише сульфат -йон SO_4^{2-} .

Друга підгрупа І групи аніонів характеризується тим, що їх солі Барію погано розчиняються в оцтовій кислоті і воді, але добре розчиняються в мінеральних кислотах. Сюди відносяться SO_3^{2-}, CrO_4^{2-}, $C_2O_4^{2-}$, F^-.

Третя підгрупа включає решту аніонів. Солі Барію цих аніонів погано розчиняються у воді, але добре розчиняються в оцтовій і мінеральних кислотах.

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

Дослід 1. Дія групового реактиву.

У різні пробірки помістіть по 2 краплі розчинів солей: Na_2SO_4, Na_2SO_3, Na_2CO_3, Na_2HPO_4. В кожну пробірку додайте 2-3 краплі розчину $BaCl_2$. Спостерігайте утворення осадів. В ці ж пробірки додайте по 3-4 краплі 2н. розчину HCl. Запишіть спостереження і рівняння виконаних реакцій.

Дослід 2. Виявлення сульфат-аніона SO_4^{2-}.

Дія *барій хлориду*. До 2-3 крапель досліджуваного розчину, підкисленого 2-3 краплями 2н. розчину HCl добавте 3 краплі розчину $BaCl_2$. В присутності йона SO_4^{2-} моментально утвориться кристалічний осад $BaSO_4$:

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

Дослід 3. Виявлення сульфіт-аніона SO_3^{2-}.

Більшість сульфітів малорозчинні у воді. Розчинні у воді лише сульфіти лужних металів, магнію і амонію. Вони мають у водних розчинах внаслідок гідролізу лужну реакцію.

Дія окисників. Сульфіт-йон є аніоном-відновником. Він легко відновлює вільний йод до йонів іоду J^-, йони перманганату MnO_4^- до йонів мангану (II) Mn^{2+}.

До 2-3 крапель досліджуваного на іон SO_3^{2-} розчину додайте 1-2 краплі розчину йоду. При цьому відбувається окиснення сульфітів у сульфати, реакція середовища стає кислою і бурий розчин іоду знебарвлюється:

$SO_3^{2-} + I_2 + H_2O = SO_4^{2-} + 2I^- + 2H^+$.

Реакцію окиснення сульфітів іодом потрібно проводити в нейтральному або кислому середовищі, бо в лужному середовищі I_2 знебарвлюється внаслідок самоокиснення – самовідновлення.

Перманганат також відновлюється сульфітами. Реакцію можна проводити в кислому або лужному середовищі. Присутність сильніших відновників (наприклад, аніонів S^{2-}) заважає виявленню аніонів SO_3^{2-} цими реакціями.

Дослід 4. Виявлення фосфат-аніона PO_4^{3-}.

Із солей фосфорної кислоти у воді розчинні лише фосфати лужних металів і амонію. Фосфати і гідрофосфати у водних розчинах внаслідок гідролізу мають лужну реакцію.

Дія *магнезіальної суміші* (суміш $MgCl_2$ з NH_4OH і NH_4Cl).

До 3-4 крапель досліджуваного розчину додайте 2-3 краплі магнезіальної суміші. Утвориться білий кристалічний осад. (Ця реакція розглядалась при вивченні Mg^{2+} більш детально).

$Mg^{2+} + HPO_4^{2-} + NH_4OH = MgNH_4PO_4 + H_2O$.

Реакція з *амоній молібдатом.* Амоній молібдат у середовищі нітратної кислоти утворює з фосфат аніоном кристалічний осад амоній фосформолібдату жовтого кольору.

$PO_4^{3-} + 3NH_4Cl + 12(NH_4)_2MoO_4 + 24\ HNO_3 =$

$= (NH_4)_3H_4[P(Mo_2O_7)_6] + 10H_2O + 24NH_4NO_3 + 3Cl^-$

Виявленню фосфат-іонів заважають сульфіт- та сульфід- іони, які відновлюють амоній молібдат. Для їх видалення досліджуваний розчин попередньо кип’ятять з концентрованою нітратною кислотою.

У пробірку налийте 2-3 краплі натрій фосфату, додайте по 2-3 краплі амоній хлориду, нітратної кислоти і амоній молібдату.

Дослід 5. Виявлення карбонат-аніона CO_3^{2-}.

Більшість карбонатів практично нерозчинні у воді. Розчинними є лише карбонати лужних металів і амонію. Вони мають у водних розчинах внаслідок гідролізу лужну реакцію.

Дія *кислот.* До розчину солі Na_2CO_3 додайте 5-6 крапель 2н.розчину HCl і спостерігайте, як виділяються бульбашки вуглекислого газу.

$CO_3^{2-} + 2H^+ = H_2CO_3$

$H_2CO_3 = H_2O + CO_2\uparrow$.

ПИТАННЯ ДЛЯ ПІДГОТОВКИ

1. На скільки аналітичних груп і за якими ознаками поділяють аніони?
2. Груповий реактив на першу групу аніонів.
3. Які підгрупи виділяють у першій групі аніонів?
4. Особливості виявлення сульфіт-аніона SO_3^{2-}.
5. Особливості виявлення фосфат-аніона PO_4^{3-}.
6. Особливості виявлення сульфіт-аніона CO_3^{2-}.

Лабораторна робота № 9
ЯКІСНІ РЕАКЦІЇ АНІОНІВ II –III АНАЛІТИЧНИХ ГРУП

ТЕОРЕТИЧНІ ВІДОМОСТІ

До II аналітичної групи відносять аніони наступних кислот: хлоридної, бромідної, йодидної, сірководневої. Для вивченні реакцій аніонів цієї групи використовують розчини NaCl або KCl, NaBr або KBr, NaJ або KJ, Na_2S або K_2S (або сірководневу воду). *Груповим реагентом* на аніони II аналітичної групи є розчин арґентум нітрату в присутності 2 М розчину HNO_3. Аніони цієї групи утворюють з катіонами Ag^+ осади, які нерозчинні в розбавленій HNO_3. Солі барію з аніонами II групи розчинні у воді.

До III групи відносять аніони нітратної кислоти HNO_3, нітритної кислоти HNO_2 та оцтової кислоти CH_3COOH. Аніони цієї групи з більшістю катіонів утворюють солі, які добре розчиняються у воді, тому не мають групового реагенту.

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

Дослід. 1. Дія групового реактиву на аніони II аналітичної групи.

У різні пробірки помістіть по 2 краплі розчинів наступних солей: NaCl, KBr, KJ. В кожну пробірку додайте по 2-3 краплі розчину $AgNO_3$. Утворюються сироподібні осади: AgCl (білого кольору), AgBr (жовтуватого кольору), AgJ (жовтого кольору). На кожен з осадів подійте декількома краплями 2н. розчину нітратної кислоти. Осади не розчиняються.

При дії розчину аміаку осад AgCl розчиняється, осад AgBr розчиняється лише незначною мірою, а осад AgJ не розчиняється.

Дослід. 2. Виявлення хлорид – аніона Cl^-.

При дії на розчин, що містить йони Cl^-, розчином *аргентум нітрату* утворюється білий сироподібний (аморфний) осад. При дії на осад 2н. розчином амоній гідроксиду осад розчиниться внаслідок утворення комплексної сполуки. При підкисленні розчину комплекс розпадається і знову утворюється осад аргентум хлориду.

Дослід 2. Виявлення бромід – аніона Br^-.

До 1-2 крапель розчину, що містить Br^- додайте декілька крапель 2н. розчину сульфатної кислоти та 2-3 краплі розчину *гідроген пероксиду*. Розчин набуває бурого кольору внаслідок утворення брому. Для підсилення чутливості та селективності реакції додаємо органічний розчинник (бензол або толуол), при цьому органічний шар забарвлюється в рожевий колір.

Дослід 3. Виявлення іодид – аніона J^-.

До 1-2 крапель розчину, що містить J^- додайте декілька крапель 2н. розчину сульфатної кислоти та 2-3 краплі розчину *калій нітриту*. Розчин набуває бурого кольору внаслідок утворення іоду або випадає темно-сірий осад йоду.

$2J^- + 2NO_2^- + 4H^+ = J_2 + 2H_2O + 2NO\uparrow$.

При додаванні розчину крохмалю розчин набуває синього (темносинього забарвлення).

Солі купруму (II) реагують з іодид-йоном з утворенням іоду й осаду купрум (I) іодиду кольору слонової кістки.

$2Cu^{2+} + 4J^- = 2CuJ\downarrow + J_2$.

При додаванні розчину крохмалю розчин набуває синього (темносинього забарвлення).

Дослід 4. Виявлення сульфід – аніона S^{2-}.

Дія *натрій нітропруссиду* $Na_2[Fe(CN)_5NO]$. На 2-3 краплі розчину, що аналізується, подійте розчином натрій нітропрусиду. В лужному середовищі з'являється характерне червоно-фіолетове забарвлення. (Йони SO_3^{2-} забарвлюють розчин нітропруссиду в рожево-червоний колір).

$[Fe(CN)_5NO]^{2-} + S^{2-} = [Fe(CN)_5NOS]^{4-}$.

З іонами Fe^{3+} сульфід іон утворює осад Fe_2S_3 чорного кольору.

$3S^{2-} + 2Fe^{3+} = Fe_2S_3\downarrow$.

Дослід 5. Виявлення нітрат- і нітрит-йонів. Реакція з дифеніламіном $(C_6H_5)_2NH$.

На ретельно вимите і витерте скло помістіть 3-4 краплі розчину дифеніламіну і краплю розчину, який аналізуєте. В присутності нітрат- і нітрит-йонів з'являється інтенсивне синє забарвлення внаслідок окиснення дифеніламіну.

Нітрит-аніон в кислому середовищі з іодид-йоном в присутності крохмалю дає синє забарвлення. Нітрат-аніон в кислому середовищі з іодид-йоном в присутності крохмалю синього забарвлення не утворює і тому за допомогою цього випробування можна визначити, який саме аніон (нітрат чи нітрит) присутній у досліджуваному розчині.

ПИТАННЯ ДЛЯ ПІДГОТОВКИ

1. Груповий реактив на другу групу аніонів.
2. Особливості виявлення аніонів третьої аналітичної групи.
3. Які особливості визначення хлорид-йону?
4. Як довести, що білий осад, отриманий після добавляння $AgNO_3$, є осадом AgCl?
5. Особливості виявлення бромід-аніона
6. Особливості визначення нітрит- та нітрат-йонів у сумісній присутності.

Лабораторна робота № 10
ЯКІСНИЙ АНАЛІЗ СОЛІ

ТЕОРЕТИЧНІ ВІДОМОСТІ

Важливою операцією при проведенні як якісного, так і кількісного аналізу є відбір проби речовини для аналізу.

Розрізняють декілька видів проб: *первинну* або *генеральну* пробу, яку відбирають на першому етапі від великої маси матеріалу; *лабораторну* або *паспортну* пробу, яку отримують після зменшення генеральної проби до маси, необхідної для проведення повністю всього аналізу; *аналітичну* пробу, яку відбирають від лабораторної проби для проведення одиничного визначення.

Перед відбором первинної проби необхідно визначити її *представничість*, а лабораторна проба, крім того, повинна бути такої маси (об'єму), яка дозволить провести весь аналіз. Під представничістю розуміють відповідність проби середньому складу матеріалу, який аналізують. Методи відбору *представничої* проби залежать від характеру матеріалу: типу, форми та загальної кількості аналізованого матеріалу, рівномірності розподілу в ньому визначуваних компонентів.

Відбір проби твердих матеріалів може включати такі операції, як дроблення (гірські породи, мінерали), розмелювання (руди), подрібнення (ґрунт), розпилювання або висвердлювання (метали, сплави), просіювання, змішування, поділ на фракції і. т. ін. Однак незалежно від способу пробовідбору важливо, щоб при обробці не відбувалося можливих змін у складі речовини.

Після відбору представничої проби суху пробу скорочують до розмірів лабораторної проби квартуванням. При квартуванні подрібнену пробу висипають на рівну поверхню, перемішують, розрівнюють у формі квадрату і ділять квадрат по діагоналі на чотири частини. Дві протилежні частини відбирають, потім із залишком повторюють квартування до отримання необхідної лабораторної проби. Маса лабораторної проби залежить від вмісту речовини, яка визначається і чутливості методики аналізу, який застосовується.

Приготувавши лабораторну пробу, для проведення окремих аналізів з неї відбирають аналітичні проби, які зважують на аналітичних терезах і піддають подальшій аналітичній обробці.

Перед проведенням аналізу тверду пробу необхідно висушити (повністю або до деякого постійного рівня) або визначити в ній вміст води. В іншому випадку не можна буде точно розрахувати в ній вміст компонентів.

Для газів і рідин неоднорідністю складу практично завжди можна знехтувати. Тому операції відбору проби для них зазвичай простіші, а її розмір – менший.

При аналізі промислових газів або розчинів бажано відбирати проби безпосередньо з технологічних потоків, безперервно або періодично. Деякі сучасні аналітичні методи дають можливість проводити пробовідбір і аналіз автоматично в режимі реального часу і здійснювати таким чином контроль н управління технологічними процесами.

Відбір проб води

З поверхневого джерела централізованого водопостачання (ріки, озера, водосховища) відбір проб здійснюють на відстані 1 км вище за течією від місця водозабору, а на непроточних водоймах і водосховищах на відстані 1 км в обидві сторони від водозабору. Відбір проб проводять не менше ніж з двох горизонтів: біля поверхні і біля дна (0,5 м від дна). З кранів – після 10 хв. відкритого крану. Загальний обсяг проби не менше 1 дм^3. З кожного досліджуваного джерела водопостачання має бути відібрано для аналізу не менше 2–3 проб. При необхідності проводять консервацію проб.

Відбір проб ґрунтів і сніжного покриву

При відборі проб ґрунту виділяється пробний майданчик, розміри якого залежать від типу і однорідності ґрунтового покриву, а також рельєфу місцевості. При однорідному складі ґрунту одну об'єднану пробу відбирають з площі 3 – 5 га, що є особливо характерним для лісостепових і степових районів. У лісовій зоні одна об'єднана проба відбирається з площі 1–3 га. У гірських районах об'єднана проба відбирається з площі 0,5–1 га. Для складання об'єднаної проби ґрунт відбирають за допомогою совка чи лопати по діагоналі 30 виїмок площею 10 × 10 см і глибиною до 5 см. Все це перемішують і методом квартування відбирають середню пробу (1 кг).

Відбір проб продуктів харчування

За фізичними властивостями продукти харчування діляться на дві основні групи: рідкі та тверді. Тверді продукти харчування можуть бути поділені на щільні (хліб, м'ясо, риба і т.п.), сипучі (зерно, сіль, цукор та інші) і пористі (макарони, сухарі).

Обсяг рідкої проби – не менше 1 дм^3; маса твердої проби – 2 кг, у тому числі овочі та фрукти.

Для надійного визначення відібрані проби повинні бути проаналізовані протягом доби!

При підготовці харчових продуктів для аналізу відбирають тільки їстівні частини. Проби рідких продуктів перемішують у бутлях шляхом їх перевертання не менше 10–20 разів. Проби сипких продуктів відбирають з різних частин упаковки, намагаючись захопити зовнішні і внутрішні шари матеріалу, який може відрізнятись за складом через вивітрювання, зволожування або висихання. Проби в'язких матеріалів відбирають після ретельного переміщування.

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

1. Зовнішній вигляд солі.

Зверніть увагу на зовнішній вигляд солі: колір, стан (кристалічна чи аморфна), запах. Зробіть попередні висновки про можливий склад солі.

2. Випробування на розчинність.

Сіль, яку ви отримали для дослідження, необхідно перевести в розчин. Тому аналіз починають з випробувань на розчинність солі у воді та в кислотах.

2-3 кристалики солі обробіть 10-12 краплями дистильованої води (при перемішуванні скляною паличкою) спочатку при кімнатній температурі, а потім (якщо необхідно) при нагріванні.

Якщо сіль у воді не розчинилась, необхідно перевірити її розчинність у розчині хлоридної кислоти. Для цього 2-3 кристалики солі обробіть 10-12 краплями 2н. розчину хлоридної кислоти (при перемішуванні скляною паличкою) спочатку при кімнатній температурі, а потім (якщо необхідно) при нагріванні.

Якщо сіль в розчині хлоридної кислоти не розчинилась, то аналогічно перевіряють розчинність солі (послідовно) в 2н. розчині нітратної кислоти, концентрованому розчині нітратної кислоти, концентрованому розчині хлоридної кислоти.

Якщо при розчиненні солі в кислотах виділяються гази, визначте їх склад (CO_2 , SO_2 , H_2S) за допомогою відомих вам реакцій.

Після вибору розчинника розділіть сіль, яку отримали для аналізу, на три частини. Першу використовуйте для визначення катіонів, другу для визначення аніонів, третю залишіть для повторних та контрольних випробувань.

3. Виявлення катіонів.

0,1-0,2 г. солі розчиніть в 40-50 краплях вибраного розчинника і за допомогою попередніх випробувань та групових реактивів почніть виявлення катіонів.

Зверніть увагу на колір розчину. Якщо розчин безколірний, то в ньому відсутні іони Cr^{3+}, Co^{2+}, Ni^{2+}, Cu^{2+}, а можливо і Fe^{3+}. Якщо розчин забарвлений, то в ньому присутні катіони, що мають забарвлення.

Попередньо визначте присутність в солі йонів Fe^{2+}, Fe^{3+} і NH_4^+.

Далі за допомогою групових реактивів визначіть, до якої групи катіонів належить катіон солі, яку ви аналізуєте. Визначивши групу катіонів, проведіть якісні реакції на окремі катіони даної групи і визначте, який саме катіон входить до складу солі. Складіть рівняння відповідних реакцій.

4. Виявлення аніонів.

0,1-0,2 г. солі розчиніть в 40-50 краплях вибраного розчинника. Якщо розчинником була обрана хлоридна кислота, то для виявлення іона Cl^- окремо приготуйте декілька крапель розчину солі в нітратній кислоті. Якщо

розчинником була обрана нітратна кислота, то для виявлення йона NO_3^- окремо приготуйте декілька крапель водного розчину солі (всі нітрати розчинні у воді), або розчину солі в хлоридній кислоті.

Про наявність або відсутність тих чи інших аніонів можна зробити висновок за розчинністю солі та за попередніми випробуваннями.

Визначення pH досліджуваного розчину. Універсальним індикаторним папірцем визначте pH розчину солі (у випадку, якщо вона розчинна у воді). Якщо середовище досліджуваного розчину кисле, то в ньому не можуть бути присутні аніони CO_3^{2-}, SO_3^{2-}, S^{2-}.

Проба на аніони 1-ї групи і виявлення аніона SO_4^{2-}. В пробірку налийте 3-4 краплі розчину, що досліджується, і додайте 3-4 краплі розчину барій хлориду. Утворення осаду вказує на наявність аніона, що відноситься до першої групи. До осаду додайте декілька крапель 2н. розчину хлоридної кислоти. Якщо осад в кислоті не розчинився, то в розчині присутній сульфат-аніон.

Проба на аніони 2-ї групи. В пробірку налийте 3-4 краплі розчину, що досліджується, і додайте 3-4 краплі розчину аргентум нітрату. (Цю реакцію не можна використовувати, якщо сіль розчиняли в HCl). Якщо утворився осад, додайте декілька крапель нітратної кислоти. Якщо осад в кислоті не розчинився, то в розчині присутні аніони 2-ї групи.

Проба на наявність аніонів-відновників. В пробірку налийте 3-4 краплі розчину, що досліджується, 3-4 краплі 2н. розчину сульфатної кислоти і по краплях - розчину іоду. Знебарвлення розчину вказує на наявність аніонів-відновників S^{2-} або SO_3^{2-}.

Проведіть якісні реакції на окремі аніони виявленої групи і визначте, який саме аніон входить до складу солі.

За результатами визначення катіона та аніона складіть формулу солі, зробіть контрольні випробування і після підтвердження якісних реакцій повідомте про ваші висновки викладача.

Результати випробувань дії групових реагентів оформіть у вигляді таблиці:

№ досліду	Груповий реагент	Результат взаємодії	Висновок про наявність йонів
1.	HCl		
2.	H_2SO_4		
3.	NaOH		
4.	Надлишок NaOH		
5.	Надлишок NH_4OH		
6.	$BaCl_2$		
7.	$AgNO_3$		

ПИТАННЯ ДЛЯ ПІДГОТОВКИ

1. Які розрізняють види проб для аналізу?
2. Що таке представничість проби?
3. Особливості відбору представницької проби твердих матеріалів?
4. Особливості відбору представницької проби неоднорідних рідких речовин?
5. Яким чином представницьку пробу скорочують до розмірів лабораторної проби?
6. Загальні принципи підготовки проби до аналізу.

Частина 2. Кількісний аналіз

Лабораторна робота №11

Тема: Визначення кристалізаційної води в барій хлориді

Склад кристалогідратів виражають за формулою речовини та кількості молекул кристалізаційної води, які відповідають одній молекулі речовини. Наприклад, $Na_2SO_4 \cdot 10H_2O$, $Fe_2(SO_4)_3 \cdot 9H_2O$ і т. д.

Вміст кристалізаційної води у різних солях визначають за втратою маси солі під час нагрівання. Для кожного кристалогідрату підбирають таку температуру, за якої не сіль не розкладається, і кристалізаційна вода повністю випаровується. Барій хлорид повністю втрачає кристалізаційну воду при нагріванні до температури 120÷125 °С.

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

Ретельно очищений бюкс висушують у сушильної шафі за температури 120÷125 °С протягом 20÷25 хвилин (кришка бюкса повинна бути відкрита та поставлена на ньому ребром). Після цього, бюкс поміщують в ексикатор для остигання. Через 20÷30 хвилин бюкс разом з кришкою зважують на аналітичних вагах та записують результат зважування у робочий зошит. У підготовлений таким чином бюкс насипають від 1 до 1,6 г солі $BaCl_2$, закривають його кришкою та зважують на аналітичних вагах. Потім бюкс з сіллю поміщують у сушильну шафу, де витримують протягом 2 годин за температури 120 ÷ 125 °С. Під час сушки солі кришка бюкса повинна бути відкритою (водяні пари повинні вільно випаровуватися з солі). Після висушування бюкс поміщують в ексикатор для остигання на 20÷25 хвилин, а потім знову зважують на аналітичних вагах. Процедуру висушування повторюють доки маса бюкса з сіллю не буде відрізнятися від попереднього зважування не більше, ніж на 0,0002 г. Видалення кристалізаційної води вважають повним, якщо в результаті двох послідовних зважувань бюкса з сіллю, його маса залишається незмінною.

Усі результати записують у таблицю:

1.	Маса бюкса без речовини, г	$m_б =$
2.	Маса бюкса з сіллю, г	$m_{б+с} =$
3.	Маса наважки речовини, г	$m_н =$
4.	Маса бюкса з сіллю після прожарювання , г	
	– перше зважування	$m_{1(б+с)} =$
	– друге зважування	$m_{2(б+с)} =$
	– третє зважування	$m_{3(б+с)} =$
5.	Середнє значення результатів зважування після прожарювання, г	$m_{сер.} = \frac{m_{2(б+с)} + m_{3(б+с)}}{2}$
6.	Маса кристалізаційної води, г	$m_{(кр.\ води)} = m_{б+с} - m_{сер.}$
7.	Вміст кристалізаційної води у солі, %	$\omega_{(води)} = m_{(кр.\ води)} \cdot 100 / m_н$

ПИТАННЯ ДЛЯ ПІДГОТОВКИ

1. У чому суть гравіметричного методу аналізу?

3. Які етапи включає виконання гравіметричного аналізу?

4. Яким вимогам повинні відповідати осаджувана та гравіметрична форми?

5. За допомогою якої формули розраховують гравіметричний фактор?

6. При яких умовах утворюються кристалічні та аморфні осади?

7. За допомогою яких формул обчислюють масу аналізованої речовини у методі гравіметрії?

8. Яким чином з використанням методу гравіметрії можна визначити вміст кристалізаційної види у кристалогідратах? Наведіть приклади.

Лабораторна робота 12

Тема: Метод нейтралізації. Приготування робочих розчинів

ТЕОРЕТИЧНІ ВІДОМОСТІ

При виконанні об'ємних видів аналізу використовують спеціальний хімічний посуд: піпетки та бюретки (див. рис. 1, 2).

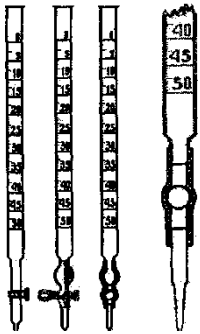


Рис. 1. Бюретки.

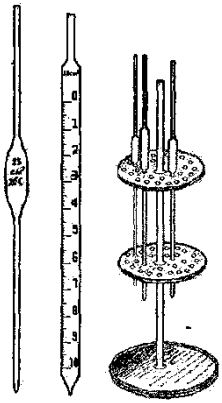


Рис. 2. Піпетки.

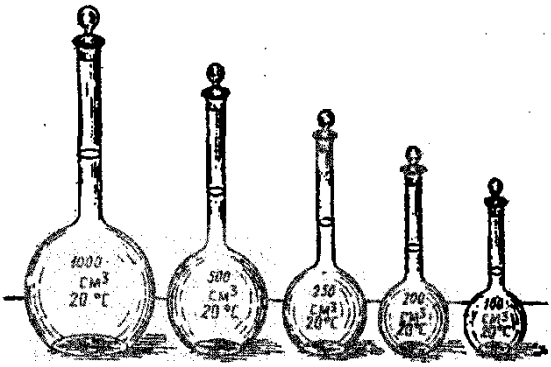


Рис. 3. Мірні колби.

Для приготування розчинів точного об'єму використовують мірні колби (рис. 3).

Виготовити розчин точної концентрації можна лише з речовин, які відповідають таким вимогам:

- мають відому молекулярну формулу;
- не містять сторонніх домішок;
- не змінюють свого складу під час зважування та зберігання.

Такі речовини називають *вихідними*, а їх розчини – *первинними стандартами.* Розчини речовин, що не відповідають вказаним вимогам, називають *робочими*, або *вторинними стандартами*. Точна концентрація їх встановлюється за допомогою розчинів вихідних речовин.

Метод нейтралізації грунтується на реакції взаємодії водневих і гідроксильних іонів з утворенням води: $H^+ + OH^- \leftrightarrow H_2O$

Робочими розчинами методу нейтралізації є розчини кислот і основ. Найчастіше використовують розчини хлоридної та сульфатної кислот, а також розчини гідроксидів натрію і калію.

Найкращим методом приготування титрованих робочих розчинів є розчинення точної наважки відповідної чистої речовини в певному об'ємі води. Але виготовити розчини кислоти і лугу точної концентрації таким методом не можна, бо концентрована хлоридна кислота легко втрачає хлороводень у вигляді газу, концентрована сульфатна кислота вбирає вологу з повітря і, таким чином, концентрація їх змінюється. Луги важко дістати в чистому вигляді: при їх виготовленні (а особливо при зберіганні) завжди утворюється внаслідок поглинання CO_2 з повітря, певна кількість натрій карбонату. Отже, приготувати титровані розчинин кислоти чи лугу, виходячи з точної наважки, неможливо. Тому в методі нейтралізації робочі розчини готують приблизної концентрації, а потім встановлюють точну концентрацію за допомогою вихідних речовин.

Для встановлення титру та нормальності розчинів сильних кислот найчастіше використовують натрій тетраборат, а для встановлення нормальності та титру лугу – оксалатну (щавлеву) кислоту.

Натрій тетраборат $Na_2B_4O_7 \cdot 10\ H_2O$ (бура) шляхом перекристалізації при 60°С одержується хімічно чистим і відповідає вимогам, що ставлять до вихідних речовин.

При розчиненні у воді натрій тетраборат гідролізує за рівнянням:

$$Na_2B_4O_7 + 7H_2O \leftrightarrow 2NaOH + 4H_3BO_3.$$

Ортоборатна кислота H_3BO_3, яка при цьому утворюється, слабка кислота, а NaOH – сильний луг, тому розчин бури має сильно лужну реакцію і може досить точно титруватися кислотами:

$$2NaOH + 2HCl = 2NaCl + 2H_2O.$$

Підсумовуючи обидва рівняння, одержуємо загальне рівняння:

$$Na_2B_4O_7 + 2HCl + 5H_2O = 2NaCl + 4H_3BO_3.$$

Із рівняння видно, що розчин в точці еквівалентності складається із суміші NaCl і вільної H_3BO_3, а тому величина pH розчину визначається присутністю H_3BO_3.

Отже, в точці еквівалентності розчин повинен містити тільки NaCl і H_3BO_3, яка обумовлює слабкокислу реакцію розчину. Значення pH розчину в точці еквівалентності визначають, виходячи із величини константи дисоціації H_3BO_3.

Відомо, що для слабкої кислоти

$$pH = ½\ pK_{кисл.} - ½\ lg\ C_{кисл.}$$

Концентрація H_3BO_3 в кінці титрування приблизно дорівнює 0,1 н., а $pK_{кисл.} = -lg\ K_{дис.} = 9,2$.

Отже, $pH = ½ \cdot 9,2 - ½\ lg\ 0,1 = 5,1$.

Титрування буде найбільш точним, якщо взяти індикатор з показником титрування pT = 5,1 або найбільш близьким до цієї величини. Найбільш підходить метиловий червоний (pT = 5,5), а також можна взяти метиловий оранжевий (pT = 4).

Експериментальна частина

1. Приготування розчину натрій тетраборату (первинний стандарт)

0,1 н. титрований розчин натрій тетраборату готуємо в мірній колбі на 100 мл. Спочатку визначимо, яку наважку (масу) солі потрібно взяти. В 1 л розчину повинно міститися 0,1 моль-екв. натрій тетраборату. Молярна маса еквівалент натрій тетраборату дорівнює ½ молярної маси:

$M(Na_2B_4O_7 \cdot 10\ H_2O) = 381,4$ г/моль.

$M_E(Na_2B_4O_7 \cdot 10\ H_2O) = M/2 = 381,4/2 = 190,7$ г/моль-екв.

Отже, щоб приготувати 100 мл 0,1 н розчину натрій тетраборату, потрібно взяти таку наважку солі:

$m(Na_2B_4O_7 \cdot 10\ H_2O) = M_E \cdot Cн \cdot V_{(Л)} = 190,7 \cdot 0,1 \cdot 0,1 = 1,907$ г.

На аналітичних терезах зважуємо бюкс (або годинникове скло) з натрій тетраборатом (попередньо зважуємо натрій тетраборат на технічних терезах).

Обережно через суху лійку висипаємо наважку у мірну колбу, добре вимиту і ополоснуту дистильованою водою. Після чого знову зважуємо бюкс із крупинками натрій тетраборату на аналітичних терезах і за різницею у вазі точно визначаємо масу наважки, висипаної у колбу. За допомогою промивалки змиваємо натрій тетраборат із лійки в колбу. Натрій тетраборат погано розчиняється в холодній воді, а тому в колбу доливаємо на 2/3 об'єму гарячу дистильовану воду. Перемішуючи колбу плавними круговими рухами, добиваємось повного розчинення натрій тетраборату. Після чого, обережно під краном охолоджуємо розчин в колбі до кімнатної температури і доливаєм його до мітки дистильованою водою. Колбу закриваємо корком і акуратно перемішуємо.

Визначаємо титр Т і нормальність $C_н$ розчину натрій тетраборату за формулами:

$$T(\text{бури}) = \frac{m(\text{бури})}{V_{\text{р-ну}}} \text{ (г/мл);}$$

де m (бури) – наважка натрій тетраборату (г),

$V_{\text{р-ну}}$ – об'єм розчину натрій тетраборату (об'єм мірної колби).

$$C_н(\text{бури}) = T(\text{бури}) \cdot \frac{1000}{M_E(\text{бури})}.$$

Обчислення проводити з точністю до четвертої значущої цифри.

Наприклад, нехай наважка бури була 1.8893 г, то

$$T(\text{бури}) = \frac{1,8893}{100} = 0,01889 \text{ (г/мл)}$$

Маючи титр розчину бури, перейдемо до нормальності, помноживши його на 1000 мл (для перерахунку на 1 л) і ділимо на величину молярної маси еквівалента бури:

$$C_н(\text{бури}) = T(\text{бури}) \cdot \frac{1000}{M_E(\text{бури})} = 0,01889 \cdot \frac{1000}{190,7} = 0,09906.$$

2. Приготування робочого розчину хлоридної кислоти

З концентрованої хлоридної кислоти потрібно приготувати 500 мл приблизно 0,1 н. розчин.

За допомогою ареометра вимірюємо густину концентрованої HCl. Знаючи густину, за таблицею знаходимо відсоткову концентрацію хлоридної кислоти і розраховуємо, який об'єм цієї кислоти потрібно взяти, щоб приготувати 500 мл 0,1 н розчину. $M_E(HCl) = M/1 = 36,5$ г/моль-екв.

Наприклад, в лабораторії кислота густиною 1,19 г/мл. З таблиць знаходимо, що вона містить 37,2% хлороводню.

Для приготування 0,5 л 0,1 н розчину HCl потрібно взяти:

В 1000 мл р-ну --------- 3,65 г HCl

500 мл р-ну --------- x г HCl

$$x = \frac{500 \cdot 3,65}{1000} = 1,825 \text{ г HCl.}$$

Знаючи, що в лабораторії кислота 37,2%, знаходимо скільки грамів такої кислоти треба взяти, щоб вміст HCl становив 1,825 г:

В 100 г розчину міститься 37,2 г HCl

В у г ---------- 1,825 г HCl

$$y = \frac{1{,}825 \cdot 100}{37{,}2} = 4{,}9 \text{ г} \quad (37{,}2\% \text{ розчину})$$

Для перерахунку вагової кількості HCl на об'єм, потрібно одержану масу розділити на густину розчину хлоридної кислоти:

$$V = \frac{4{,}9}{1{,}19} = 4{,}12 \text{ мл.}$$

Відміряємо циліндром 4,12 мл концентрованої хлоридної кислоти, розбавляємо приблизно до 0,5 л водою і розчин перемішуємо. Концентрацію приготовленого розчину HCl встановлюємо за натрій тетраборатом.

ПИТАННЯ ДЛЯ ПІДГОТОВКИ

1. У чому суть титриметричного (об'ємного) аналізу і його відмінність від гравіметричного (вагового) аналізу?
2. Що таке точка еквівалентності титрування і як вона фіксується?
3. Вимоги до реакцій, що використовуються в титриметричному аналізі.
4. Що таке "вихідні" речовини та вимоги до них?
5. Дати визначення поняття "титр","титр за визначуваною речовиною".
6. Способи приготування титрованих розчинів.

Лабораторна робота 13

Тема: Стандаризація розчину хлоридної килоти. Тирування розчину натрій гідроксиду

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

1. Встановлення точної нормальності і титру хлоридної кислоти за натрій тетраборатом

Акуратно вимиваємо бюретку і двічі ополіскуємо невеликою кількістю приготовленого розчину HCl. Після цього, бюретку наповнюємо майже доверху розчином HCl, потім, підставивши під бюретку посудину, заповнюємо “носик” бюретки розчином кислоти, слідкуючи за тим, щоб туди не попали бульбашки повітря. Об’єм кислоти в бюретці доводимо до позначки “0” - бюретка готова до титрування.

Старанно вимиваємо піпетку, двічі ополіскуємо її невеликою кількістю розчину натрій тетраборату і набираємо 10 мл титрованого розчину натрій тетраборату. Набраний об’єм розчину з піпетки виливаємо в титрувальну конічну колбу на 100 мл. Останні краплі розчину з піпетки не видуваємо, а знімаємо, торкнувшись кінцем піпетки стінки колби. Додаємо в колбу 1-2 краплі метилоранжу і титруємо із бюретки розчином HCl до зміни від одної краплі жовтого забарвлення на слабо рожеве, яке не зникає при перемішуванні. Для кращого визначення зміни забарвлення під колбу з розчином натрій тетраборату кладуть білий папір.

Досягнувши зміни забарвлення індикатора від однієї краплі HCl, визначаємо по бюретці об’єм хлоридної кислоти, який витратили при титруванні і записуємо його.

Титрування повторюємо тричі, щоразу беручи нову порцію HCl, встановлюючи рівень рідини в бюретці на нуль.

Із трьох результатів обчислюємо середнє значення V (HCl), яким і користуємось при розрахунках.

Нормальність і титр розчину хлоридної кислоти обчислюємо за формулою:

$$Сн\,(HCl) = \frac{V\,(бури)\cdot Сн\,(бури)}{V\,(HCl)};$$

$$T\,(HCl) = Сн\,(HCl)\ .\ \frac{M_E\,(HCl)}{1000}\ \ г/мл$$

$$M_E\,(HCl) = \frac{M}{1} = \frac{36{,}45}{1} = 36{,}45\ \ \frac{г}{моль\cdot екв}$$

Кислоту зберігаємо для наступного титрування. Для цього кожний студент записує своє прізвище на етикетці і наклеює його на банку з кислотою.

2. Визначення невідомої маси натрій гідроксиду в розчині

Одержавши від лаборанта певний об'єм розчину натрій гідроксиду, додаємо 1-2 краплі фенолфталеїну і титруємо розчином хлоридної кислоти (попередньо доливаємо розчину хлоридної кислоти в бюретці до позначки нуль).

Заміряємо об'єм , який витратили на титрування.

Розрахунки:

1. Визначаємо титр HCl за NaOH (тобто з якою масою в грамах NaOH реагує 1мл HCl):

$$T\left(_{HCl/NaOH}\right) = Cн\,(HCl)\,\frac{M_E\,(NaOH)}{1000}.$$

$$M_E\,(NaOH) = \frac{M}{1} = \frac{40}{1} = 40\,\frac{г}{моль \cdot екв}.$$

2. Масу лугу (m_{NaOH}), що міститься в розчині, визначаємо з формули:

m (NaOH у розчині) = $T_{(HCl/NaOH)} \cdot V$ (HCl) (г).

ПИТАННЯ ДЛЯ ПІДГОТОВКИ

1. У чому полягає суть методу кислотно-основного титрування?
2. Як визначають точку стехіометричності при кислотноосновному титруванні?
3. Чому розчини NaOH і HCl не можна віднести до первинних стандартів?
4. За допомогою якої речовини можна проводити стандартизацію хлороводневої кислоти? Наведіть відповідну реакцію.

Лабораторна робота 14.

Тема: Визначення кислотності хліба та молока.

ТЕОРЕТИЧНІ ВІДОМОСТІ

Кислотність хліба виражають у градусах кислотності. Під градусом кислотності розуміють кількість мл. 1 н розчину їдкого натру або їдкого калію, необхідних для нейтралізації кислот, що містяться в 100 г хлібної м'якушки.

Кислотність хліба зумовлюється наявністю у його складі молочної та оцтової кислот, які утворюються в процесі бродіння тіста та подальшого випікання.

Помірна кислотність хліба надає йому приємний смак і сприяє більш повному засвоєнню; хліб з високою кислотністю може виявитися шкідливим для здоров'я внаслідок підвищення процесів бродіння в шлунково-кишковому тракті. Крім того, кислий хліб є хорошим середовищем для розвитку цвілі, що потрапила з повітря. Кислотність житнього хліба не повинна перевищувати 12°, житньо-пшеничного – 11°, пшеничного – 3-4°.

Титрована кислотність є критерієм оцінки якості молока при його заготівлі. У молоці та молочних продуктах (крім вершкового масла) вона виражається в умовних одиницях – градусах Тернера (° Т). Під градусами кислотності розуміють кількість мілілітрів 0,1н розчину лугу, яка необхідна для нейтралізації 100 мл молока.

Кислотність свіжовидоєного молока становить 16…18°Т. Така кислотність зумовлена кислотними солями – дигідрофосфатами та дигідроцитратами (близько 9…13°Т), білками – казеїном та сироватковими білками (4…6°Т), вуглекислим газом, кислотами (молочною, лимоновою, аскорбіновою, вільними жирними) та іншими компонентами молока (у сумі близько 1…3°Т).

При зберіганні сирого молока титрована кислотність зростає відповідно із розвитком у ньому молочнокислих бактерій, які перетворюють лактозу в молочну кислоту. Тому молоко з кислотністю 21°Т приймають як несортове.

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

1. Визначення кислотності хліба

Відбирають середню пробу хліба, із середини хлібини відбирають скибу, зрізають скоринку та підскоринковий шар, а м'якуш беруть для аналізу.

Зважують 25 г м'якуша з точність до 0,01 г і поміщають у суху конічну колбу на 500 мл з широкою шийкою та добре підігнаним корком. Потім відміряють 250 мл дистильованої води, підігрітої до 60°. Близько 1/4 води від

цього об'єму переливають до наважки хліба, яку швидко розтирають скляною паличкою до отримання однорідної маси. Через декілька хвилин до одержаної маси приливають ту кількість води, що залишилась. Колбу закривають корком і енергійно струшують протягом 3 хвилин. Після цього суміш залишають у стані спокою впродовж 10 хвилин.

Шар рідини, що відстоявся, обережно зливають у склянку через марлю. Зі склянки відбирають 20 мл розчину в конічну колбу місткістю 100 мл, додають 2–3 краплі розчину фенолфталеїну і титрують 0,1 н. розчином лугу до появи світло–рожевого забарвлення, яке не зникає протягом 1 хвилини. Кислотність у градусах (Т) обчислюють за формулою:

$$\mathrm{T} = \frac{V \cdot N \cdot 250 \cdot 4}{V_1},$$

де V – об'єм рочину лугу, що витратили на титрування, мл;

N – нормальність лугу, моль-екв/л;

4 – коефіцієнт перерахунку на 100 г наважки;

250 – об'єм рідини, який взяли для обробки наважки;

V_1 – об'єм проби, який взяли для титрування, мл.

2. Визначення кислотності молока

У конічну колбу для титрування на 100 мл вносятять за допомогою піпетки 10 мл молока, 20 мл дистильованої води, 2-3 краплі фенолфталеїну, добре перемішують і титрують 0,1 н розчином лугу до появи світло–рожевого забарвлення, яке не зникає протягом 1 хвилини. Кислотність у градусах (Т) обчислюють за формулою:

$$\mathrm{T} = \frac{V \cdot N \cdot 100}{V_1},$$

де V – об'єм рочину лугу, що витратили на титрування, мл;

N – нормальність лугу, моль-екв/л;

100 – об'єм рідини, який взяли для аналізу;

V_1 – об'єм молока, кислотність якого визначають, мл.

ПИТАННЯ ДЛЯ ПІДГОТОВКИ

1. Класифікація методів титриметричного аналізу.
2. Ациди-, алкаліметрія, криві титруваня сильної кислоти сильною основою, слабкої кислоти сильною основою, слабкої основи сильною кислотою.
3. Індикатори кислотно-лужного титрування, значння їх рТ .
4. Розрахунки в титрметричному аналізі.

Лабораторна робота 15

Тема: Визначення жорсткості води

ТЕОРЕТИЧНІ ВІДОМОСТІ

Воду широко використовують у техніці, в хімічних виробництвах як розчинник і реагент, а також для промивання різних речовин, для охолодження агрегатів, парових котлів тощо.

На властивості води істотно впливають розчинені в ній домішки. Ці домішки потрібні для життя людини, тварин і рослин, але часто вони виявляються шкідливими при застосуванні води для технічних потреб. Так, для парових котлів особливо шкідливими є домішки солей кальцію і магнію, які при високій температурі утворюють щільний осад на стінках котлів.

Вмістом у природній воді іонів Ca^{+2} і Mg^{+2} зумовлена жорсткість води. Під час кип'ятіння жорсткої води на стінках посуду (котлів) утворюються осади (накип), що складається з карбонатів кальцію і магнію, продуктів термічного розкладання розчинних у воді гідрогенкарбонатів.

Сумарний вміст солей Магнію і Кальцію у воді називається її загальною жорсткістю.

Загальну жорсткість води поділяють на тимчасову, або карбонатну, і постійну, або некарбонатну.

Тимчасова жорсткість води зумовлена наявністю гідрогенкарбонатів кальцію і магнію, її можна усунути тривалим кип'ятінням води:

$$Me(HCO_3)_2 \xrightarrow{t} MeCO_3\downarrow + CO_2\uparrow + H_2O.$$

Постійна жорсткість води зумовлена наявністю у воді солей сильних кислот – сульфатів і хлоридів магнію і кальцію; кип'ятінням постійну жорсткість усунути неможливо.

Жорсткість води прийнято виражати числом міліеквівалентів (мекв) іонів Mg^{+2} і Ca^{+2}, що містяться в 1 л води (1мекв = 20,04 мг/л Ca^{+2} або 12,16 мг/л Mg^{+2}).

Воду, що містить менш ніж 4 мекв/л іонів Ca^{+2} і Mg^{+2}, називають м'якою, від 4 до 8 – середньою, понад 8 – твердою.

Суть визначення полягає у взаємодії гідрогенкарбонатів із хлоридною кислотою:

$$HCO_3^- + H^+ \rightarrow CO_2 + H_2O.$$

Згідно із законом еквівалентів, число міліеквівалентів кислоти, що пішло на взаємодію, дорівнює числу міліеквівалентів гідрогенкарбонатів у взятому для

визначення об'ємі води. Перерахувавши цю кількість на об'єм 1 літр, одержуємо значення тимчасової жорсткості.

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

1. Визначення тимчасової (карбонатної) жорсткості води

У конічну колбу ємністю 200 – 250 мл, ополоснуту дистильованою водою, наливаємо 100 мл досліджуваної води, добавляємо 2 – 3 краплі індикатора метилоранжу, титруємо титрованим розчином хлоридної кислоти до появи слаборожевого забарвлення. Процес титрування проводять, прибавляючи з бюретки по краплях HCl, безперервно перемішуючи вміст колби. Забарвлення розчину краще спостерігати, якщо колбу поставити на лист білого паперу. Заміряємо об'єм (V) кислоти, що пішов на титрування.

Титрування повторити 2-3 рази і із близьких результатів взяти середнє.

Обчислення результатів експерименту:

Тимчасову жорсткість води розраховуємо за формулою:

$$Ж_{(H_2O)} = \frac{V_{(HCl)} \cdot C_{н\ (HCl)}}{V_{(H_2O)}} \cdot 1000 \ \frac{мекв}{л},$$

де V(HCl) – об'єм розчину хлоридної кислоти, що пішов на титрування, мл;

$C_н$ (HCl) – нормальність розчину HCl, моль-екв/л;

V (H_2O) – об'єм води, взятий для аналізу (мл).

2. Визначення загальної жорсткості

Відбирають в колбу для титрування 100 мл проби досліджуваної води і приливають 5 мл аміачного буферного розчину (pH 10). Потім додають 2-3 краплини розчину (можна всипати трохи сухого порошку) індикатору еріохром чорного Т до одержання винно-червоного кольору і титрують робочим розчином трилону Б до зміни забарвлення в синє (із зеленуватим відтінком).

Жорсткість води в міліеквівалентах на літр (Ж) вираховуємо за формулою:

$$Ж\ (H_2O) = \frac{V_{тр} \cdot C_{н\ т}}{V\ (H_2O)} \cdot 1000\ (\frac{мекв}{л}),$$

де $V_{тр}$ - об'єм робочого розчину трилону Б, затрачений на титрування, мл;

$C_{н\ тр}$ – концентрація розчину трилону Б; моль-екв/л;

V(H_2O) – об'єм води, взятої для визначення, мл.

3. Визначення жорсткості за Кальцієм

Визначивши загальну жорсткість води за допомогою трилону Б, знаходимо суму мекв Кальцію й Магнію. Потім за допомогою трилону Б в присутності індикатора мурексиду визначають вміст Кальцію і за різницею - вміст Магнію.

В конічну колбу місткістю 200 - 250 мл відбирають піпеткою 100 мл досліджуваної води. Добавляють 2 мл 2 М розчину NaOH і 10-15 мг сухого індикатору мурексиду. Титрують розчином трилону Б при інтенсивному перемішуванні. Перехід забарвлення від червоного до бузкового свідчить про кінець титрування.

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

$$Ж_{(Ca^{2+})} = \frac{V_{(тр)} \cdot C_{н\ (тр)}}{V_{(H_2O)}} \cdot 1000\ \frac{мекв}{л},$$

де $V_{тр}$ – об'єм робочого розчину трилону Б, затрачений на титрування, мл;

$C_{н\ тр}$ – концентрація розчину трилону Б; моль-екв/л;

$V(H_2O)$ – об'єм води, взятої для визначення, мл.

Вміст іонів Mg^{2+} вираховують за різницею:

$$Ж_{(Mg^{2+})} = Ж_{(H_2O)} - Ж_{(Ca^{2+})}.$$

ПИТАННЯ ДЛЯ ПІДГОТОВКИ

1. Які солі визначають жорсткість води?
2. Тимчасова і постійна жорсткість.
3. Методи усунення жорсткості.
4. Визначення тимчасової жорсткості.
5. Визначення постійної жорсткості.

Лабораторна робота 16

Тема: Перманганатометрія

ТЕОРЕТИЧНІ ВІДОМОСТІ

Перманганатометрія – метод титриметричного аналізу, в якому визначення речовини проводиться титруванням розчином калій перманганату. Титрування розчином $KMnO_4$ застосовують для визначення багатьох відновників. Залежно від pH середовища $KMnO_4$ відновлюється по-різному. Так, в кислому середовищі реакція проходить за таким рівнянням:

$$MnO_4^- + 8H^+ + 5e^- \rightarrow Mn^{+2} + 4H_2O$$

Молярна маса еквівалента:

$$M_E(KMnO_4) = \frac{M}{5} = \frac{158,03}{5} = 31,61 \text{ г/моль - екв.}$$

У нейтральному або слаболужному середовищі проходить реакція:

$$MnO_4^- + 2H_2O + 3e^- \rightarrow MnO_2 + 4OH^-.$$

Молярна маса еквівалента:

$$M_E(KMnO_4) = \frac{M}{3} = \frac{158,03}{3} = 52,68 \text{ г/моль - екв.}$$

Калій перманганат не задовольняє вимог, що ставляться до вихідних речовин. Він завжди має невеликі кількості забруднень (MnO_2, сульфати, хлориди), окиснює органічні речовини і при зберіганні поволі розкладається.

Враховуючи ці властивості, робочий розчин $KMnO_4$ виготовляють розчиненням приблизної наважки, зваженої на хіміко-технічних терезах у кількості, близькій до розрахованої. Розчиняти потрібно в прокип'яченій та охолодженій воді, після розчинення дати постояти 7-10 днів, після чого обережно, не змучуючи осаду, злити розчин $KMnO_4$ в чисту з темного скла склянку, закрити скляним корком.

У титриметричному аналізі використовують відновлення $KMnO_4$ в кислому середовищі, тому що в цих умовах розчин, який титрують, знебарвлюється до того часу, поки в розчині присутній відновник.

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

1. Приготування розчину оксалатної кислоти (первинний стандарт)

Щоб встановити нормальність розчину $KMnO_4$, як правило користуються оксалатною кислотою $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$ або натрій оксалатом $Na_2C_2O_4$.

Оксалатна кислота окиснюється розчином калій перманганату за таким рівнянням:

$2KMnO_4 + 5\ H_2C_2O_4 + 3H_2SO_4 = 2MnSO_4 + 10CO_2\uparrow + K_2SO_4 + 8H_2O$

Окиснення оксалатної кислоти йде за схемою:

$C_2O_4^{2-} - 2\,e^- \rightarrow 2CO_2$.

З рівняння видно, що при окисненні кожний іон $C_2O_4^{2-}$ втрачає 2 електрони, отже, молярна маса еквівалента оксалатної кислоти дорівнює половині її молярної маси:

$$M_E\,(H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O) = \frac{M}{2} = \frac{126{,}06}{2} = 63{,}03\,\frac{г}{моль\ екв}.$$

Потрібно приготувати 100 мл 0,05 н розчину, отже, наважка кислоти становить:

$m\,(H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O) = M_E(H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O) \cdot Сн \cdot V = = 63{,}03 \cdot 0{,}05 \cdot 0{,}1 = 0{,}31515$ (г).

На аналітичних терезах зважуємо наважку оксалатної кислоти, переносимо в колбу на 100 мл, розчиняємо у дистильованій воді і доводимо водою до мітки (риски), після чого розчин у колбі старанно перемішуємо.

Обчислюємо титр та нормальність оксалатної кислоти:

$$T(H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O) = \frac{m(H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O)}{V_{р\text{-}ну}}.$$

$$Сн(H_2C_2O_4) = T\,(H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O)\ \frac{1000}{M_E\,(H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O)}\ .$$

2.Визначення титру та нормальності $KMnO_4$ за оксалатною кислотою

Заповнюємо бюретку розчином $KMnO_4$ (можна об'єм заміряти за верхнім меніском рідини в бюретці).

У конічну колбу на 100 мл вносимо 20 мл води, 10-15 мл 2н розчину H_2SO_4 і нагріваємо вміст колби до температури 75-80°С (доводити до кипіння не можна). Відбираємо піпеткою 10 мл розчину оксалатної кислоти і переносимо його в колбу.

Після цього вміст колби титруємо розчином $KMnO_4$. При чому, перші краплі $KMnO_4$ знебарвлюються дуже повільно, але подальше знебарвлення відбувається швидше і робочий розчин можна добавляти більшими порціями. Наприкінці титрування розчин забарвлюється в рожевий колір, який довгий час не зникає. Заміряємо V розчину, який пішов на титрування. Точне титрування проводимо тричі і беремо середній об'єм розчину, який пішов на титрування.

За одержаними результатами обчислимо нормальність і титр розчину калій перманганату:

$$C_н(KMnO_4) = \frac{V(H_2C_2O_4)\cdot C_н(H_2C_2O_4)}{V(KMnO_4)}.$$

$$T(KMnO_4) = \frac{M_E(KMnO_4)\cdot C_н(KMnO_4)}{1000}.$$

3. Визначення концентрації іонів Fe^{+2} в розчині солі Мора

Розчин солі феруму (II) титрують у кислому середовищі робочим розчином $KMnO_4$. Реакція відбувається за такими іонними рівняннями:

$Fe^{+2} - 1e^- \rightarrow Fe^{+3}$.

$MnO_4^- + 5\,e^- + 8H^+ \rightarrow Mn^{+2} + 4H_2O$.

$MnO_4^- + 5\,Fe^{+2} + 8H^+ \rightarrow 5Fe^{+3} + Mn^{+2} + 4\,H_2O$.

або в молекулярному вигляді:

$2KMnO_4 + 10FeSO_4 + 8H_2SO_4 = 5Fe_2(SO_4)_3 + 2MnSO_4 + K_2SO_4 + 8H_2O$.

Для аналізу одержуємо розчин у мірній колбі на 100 мл. У колбу для титрування піпеткою відміряємо 25 мл цього розчину, додаємо 10 мл 2 н. H_2SO_4 і титруємо робочим розчином $KMnO_4$. Заміряємо об'єм (V), що пішов на титрування. Титрування проводимо тричі і для обчислень беремо середнє значення $V(KMnO_4)$, що витратили при титруванні.

Обчислення.

1. Обчислюємо титр (Т) розчину $KMnO_4$ по залізу:

$$T(KMnO_4/Fe) = C_н(KMnO_4)\cdot\frac{M_E(Fe^{+2})}{1000}.$$

2. Визначаємо масу феруму в аліквотній (25 мл) частині розчину:

$m(Fe^{+2}) = T(KMnO_4/Fe)\cdot V(KMnO_4)$.

3.Обчислюємо концентрацію іонів Fe^{+2} в розчині солі Мора в г/л:

$$C(Fe^{+2}) = \frac{m(Fe^{+2})}{25}\cdot 1000.$$

ПИТАННЯ ДЛЯ ПІДГОТОВКИ

1. Реакції, що використовуються в окисно-відновному титруванні.
2. Суть методу перманганатометрії.
3. Визначення еквівалентної маси калій перманганату залежно від умов проходження реакції.
4. Робочі розчини методу перманганатометрії.
5. Які речовини можна кількісно визначати методом перманганатометрії?

Лабораторна робота №17

Тема: Визначення питомої маси ґрунту пікнометричним методом

ТЕОРЕТИЧНІ ВІДОМОСТІ

До загальних фізичних властивостей належать щільність твердої фази ґрунту, щільність непорушеного складу ґрунту (щільність складення) і пористість.

Щільність твердої фази ґрунту (питома вага ґрунту, d)– це відношення ваги твердої фази ґрунту в сухому стані до ваги рівного об'єму води при температурі 4 °С.

Щільність ґрунту (об'ємна маса, dv) – маса одиниці об'єму абсолютно сухого ґрунту, взятого у природному заляганні (з непошкодженим складом), виражена в г/см^3.

Ґрунт вважають (за Качинським):

• розпушеним або збагаченим органікою за щільності < 1 г/см^3;

• значення показника для орних земель – 1,0–1,2 г/см^3;

• орні горизонти дещо ущільнені – 1,2–1,3 г/см^3;

• значення щільності для підорних горизонтів (крім чорноземів) – 1,4–1,6 г/см^3;

• сильно ущільнені горизонти (солоді та підзоли) – 1,6–1,8 г/см^3.

Шпаруватість – сумарний обсяг усіх пор і проміжків між частинками твердої фази ґрунту.

Оцінка загальної шпаруватості (за Качинським):

• Ґрунт розпушений > 70 %;

• Культурний орний шар – 55-65;

• Задовільна для орного шару - 50-55;

• 45–50 – культурний піщаний ґрунт.

Загальні фізичні властивості ґрунтів (щільність з непорушеною будовою, щільність твердої фази, шпаруватість) залежать від мінералогічного, механічного та хімічного складу. Вони суттєво впливають на процеси ґрунтоутворення та родючість ґрунту, тому є невід'ємною частиною їх генетичної, меліоративної та агрономічної характеристики.

Визначення щільності твердої фази ґрунту проводиться пікнометричним методом, принцип якого полягає у визначенні об'єму води або інертної рідини, який відповідає об'єму ґрунту, взятого для аналізу.

Пікнометр − мірна посудина, яка дозволяє визначати об'єм рідини з великою точністю. На рис. 1 зображено найбільш поширені види пікнометрів.

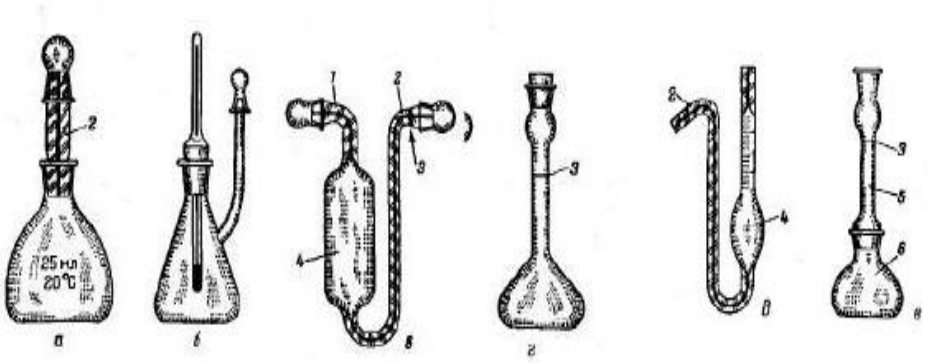


Рис. 4. Пікнометри: Гей-Люссака (а, ж), Мендєлєєва (б), Оствальда (в), звичайний (г), U-подібний (д), Рейшауэра (е) та с плоскою пришліфованою кришкою (з):

1 - капіляр-носик; 2 - капіляр; 3 - мітка; 4 - розширення; 5 - вставне горличко; 6-колбочка; 7- чашечка; 8- плоска кришка; 9-фланец; 10- захисний ковпачок.

Найбільш зручним вважається пікнометр об'ємом 100 см^3 висотою 8 см і діаметром 4 см.

Для визначення щільності твердої фази незасолених ґрунтів використовують дистильовану воду без повітря, засолених, які містять легкорозчинні солі більше 0,5%, − неполярні рідини (бензол, бензин, толуол, ксилол, гас).

Найбільш поширеним методом визначення щільності твердої фази ґрунту є метод Н. Качинського. Він полягає у визначенні об'єму пікнометра, у підготовці ґрунту до аналізу та у визначенні щільності твердої фази.

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

1. Повітряно-сухий ґрунт розтерти у ступці та пропустити крізь сито.

2. Пікнометр, ємністю 100 см^3 (або 50 см^3), заповнити дистильованою водою та зважити на технічних вагах. З пікнометра відлити приблизно половину води в стакан.

3. На технічних вагах взяти наважку ґрунту 10 г.

3. Помістити наважку в пікнометр, перемішати утворену суспензію та кип'ятити упродовж 30 хв.

4. Пікнометр охолодити у кристалізаторі, долити дистильованої води до мітки та зважити на вагах.

5. Величину щільності твердої фази ґрунту розрахувати за формулою:

$$d=\frac{P}{(P+P_1)-P_2},$$

де d – щільність твердої фази ґрунту, г/см^3;

P – маса абсолютно сухого ґрунту (наважка абсолютно сухого ґрунту), г;

P_1 – маса пікнометра з водою, г;

P_2 – маса пікнометра з водою і ґрунтом, г;

Масу абсолютно сухого ґрунту розраховують за формулою:

$$\mathbf{P} = \frac{M_0 \cdot 100}{100 + W\%},$$

де P – маса абсолютно сухого ґрунту (наважка абсолютно сухого ґрунту), г,

M_0 – маса повітряно-сухого ґрунту (наважка ґрунту);

W% – вміст гігроскопічної вологи у досліджуваному ґрунті, % . Вміст гігроскопічної вологи в повітряносухому ґрунті в приміщенні лабораторії складає 5%.

Усі результати зважувань та відповідних розрахунків записують у таблицю:

N зразка	Наважка повітряно-сухого ґрунту, г (M_0)	Наважка абсолютно сухого ґрунту, г (P)	Маса пікнометра (г)		$d=\frac{P}{(P+P_1)-P_2}$,
			з водою (P_1)	з водою та ґрунтом (P_2)	

ПИТАННЯ ДЛЯ ПІДГОТОВКИ

1. Ґрунт, фізичні властивості та хімічний склад.
2. Загальні фізичні властивості ґрунту.
3. Питома маса ґрунту та її значення.
4. Суть пікнометричного визначення питомої маси ґрунту.
5. Основні види пікнометрів, будова пікнометра.

Лабораторна робота 18

Тема: Вимірювання pH водних розчинів методом іонометрії

ТЕОРЕТИЧНІ ВІДОМОСТІ

Потенціометрія, або метод потенціометричного аналізу, оснований на використанні залежності електрорушійної сили (ЕРС) електрохімічного ланцюга від активності (концентрації) аналізованого йона.

Залежність електрорушійної сили, яку позначають E, електрохімічного ланцюга від активності (концентрації) аналізованого йона описують рівнянням Нернста:

$$E = E^0 + \frac{S}{n}\lg a,$$

де $E°$ – стандартна ЕРС ланцюга, В;

n – заряд аналізованого йона з відповідним знаком;

S – крутизна електродної функції індикаторного електрода, селективного до однозарядного йона;

a – активність аналізованого йона.

Для потенціометричних вимірювань застосовують електрохімічні ланцюги, що містять два електроди: індикаторний і електрод порівняння. Якщо обидва електроди занурені в аналізований розчин, то таке коло називають колом без , переносу. Якщо електрод порівняння сполучають з аналізованим розчином через сольовий місток, то таке коло називають колом з переносом.

В потенціометричному аналізі в основному використовують коло з переносом. Схематично таке коло зображають таким чином:

Індикаторний електрод	Аналізований розчин	Сольовий місток	Електрод порівняння

Індикаторним називають електрод, потенціал якого визначає активність аналізованого йона відповідно до рівняння Нернста. Електродом порівняння називають електрод, потенціал якого постійний і не залежить від концентрації йонів, які аналізують. Сольовий місток служить для запобігання змішування досліджуваного розчину і розчину електрода порівняння. Як сольовий місток використовують насичені розчини солей з близькими значеннями рухливості катіона і аніона: KCl, KNO_3 тощо.

У потенціометричному аналізі використовують два типи індикаторних електродів:

• електроди, на поверхні яких протікають реакції з обміном електронів,їх називають електронообмінними або окисно-відновними. Такі електроди виготовляють із хімічно інертних металів: платини, золота та ін. В аналітичній практиці застосовують точковий платиновий електрод ЕПВ-1-100 та мембранний окисно-відновний електрод;

• електроди, на поверхні яких протікають реакції обміну йонів. Їх називають йонообмінними або йонселективними електродами. Основним елементом йонселективних електродів є йончутлива мембрана, тому їх також іноді називають мембранними.

Залежно від типу мембрани йоноселективні електроди поділяють на:

• електроди із твердими мембранами;·

• електроди із скляними мембранами;

• електроди з рідинними мембранами.

Під час вимірювання ЕРС електрохімічних ланцюгів, які використовують у потенціометрії, необхідно знімати дуже малі струми(10^{-13}-10^{-14} А), щоб не викликати поляризацію електродів. Це можливо лише при використанні компенсаційного способу вимірювання ЕРС. В наш час промисловість випускає для цих цілей спеціальні прилади: pH-метри та йономіри.

Методи потенціометричного аналізу поділяють на два види:

• пряма потенціометрія, або йонометрія;·

• потенціометричне титрування.

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

На початку дослідження слід приготувати стандартні буферні рочини. Стандартні буферні розчини рекомендують готувати із стандарт-титрів. В разі їх відсутності їх можна готувати з реактивів.

Розчин тетраоксалату калію, pH = 1,68, з концентрацією 0,05 моль/дм^3 (12,7 ± 0,02 г $KH_3C_4O_8 \cdot 2H_2O$, в 1 дм^3 розчину при 20°C).

Розчин гідрофталату калію, pH = 4,01, з концентрацією 0,05 моль/дм^3 (10,21 ± 0,02 г $KHC_8H_4O_4$ в 1 дм^3 розчину при 20°C).

Розчин дигідрофосфату калію, pH = 6,86, з концентрацією 0,025 моль/дм^3, та гідрофосфату натрію, з концентрацією 0,025 моль/дм^3 (3,40 ± 0,01 г KH_2PO_4 та 3,55 ± 0,01 г Na_2HPO_4 в 1 дм^3 розчину при 20°C)

Розчин тетраборату натрію, pH = 9,18, з концентрацією 0,01 моль/л (3.81 ± 0.01 г $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$, бури, в 1 дм^3 розчину при 20°C)

Готуючи буферні розчини фосфатів (pH = 6,86) та бури (pH = = 9,18) використовують звільнену від вуглекислоти дистильовану воду. Зберігати буферні розчини рекомендують у герметичній скляному або поліетиленовому посуді.

Вимірювання водневого показника проводять з допомогою pH – метра. Схему приладу наведено на рисунку.

а) Робочі частини електродів ополіскують дистильованою водою. Краплі води з електродів обережно усувають (без тертя) клаптиком фільтрувального паперу.

б) Електроди занурюють в невелику порцію розчину, що аналізують, виливають її. Для вимірювань заливають свіжу дозу розчину, що має повністю покривати сферичну скляну мембрану (40-60 мл).

Робоча частина електроду не повинна торкатись дна стакану.

Для вимірювань pH в розчинах за допомогою шкали pH приладу, попередньо необхідно провести калібування приладу. З цією метою виміряють pH стандартного буферного розчину, для якого відомо значення pH. За необхідності калібрувальною ручкою встановлюють значення приладу на відповідне значення pH з урахуванням температури розчину. Потім перевіряють показання приладу в трьох стандартних буферних розчинах з різним значенням pH. Похибка при вимірюванні в кожному з буферів має бути в межа ±0,05 pH.

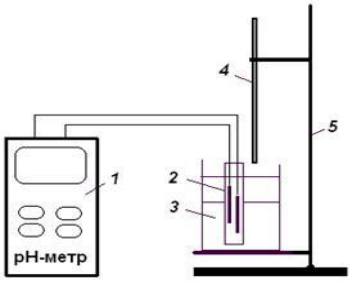


Рис. 7. Схема pH-метра
1 – pH-метр;
2 – комбінований електрод;
3– стакан з розчином;
4 – бюретка;
5 – штатив.

Таким чином проводять калібрування приладу, використовуючи стандартні буферні розчини pH. Результати вимірювань заносять у таблицю.

pH стандартного буферного розчину	1,68	4,01	6,86	9,18
pH, виміряне експериментальним шляхом				

Після завершення калібрування приладу проводять вимірювання pH досліджуваного розчину. Вимірювання проводять тричі.

ПИТАННЯ ДЛЯ ПІДГОТОВКИ

1. До якого типу електродів відноситься скляний електрод? Які його недоліки та переваги?

2. Поясніть механізм виникнення стрибка потенціалу на межі скло –розчин.

3. Як готують електрод до роботи?

4. У чому суть калібрування скляного електрода. Чим зумовлена необхідність цієї процедури?

5. Напишіть схему гальванічного елемента, що застосовують для вимірювання pH?

6. Яка будова хлорсрібного електроду? До електродів якого типу він належить? Чому саме цей електрод застосовують як електрод порівняння?

Лабораторна робота 19

Тема: Визначення вмісту хлоридної та борної кислоти в суміші методом pH-метричного титрування

ТЕОРЕТИЧНІ ВІДОМОСТІ

Роздільне визначення сильної (HCl) та слабкої (H_3BO_3) кислот ґрунтується на великій різниці їх ступенів дисоціації. Сильна хлоридна кислота повністю дисоціює у водному розчині, слабка борна кислота у водному розчині дисоціює не повністю, $K_{дис.}$= 5,8. 10^{-10} ($pK_{дис.}$ = 9,24). Титрування таких слабких кислот у водному розчині в присутності кислотно-основних індикаторів практично неможливе. Відомо, що борна кислота утворює з багатоатомними спиртами (гліцерин, манніт та інші) асоціати, які мають більш вираженіші кислотні властивості. Це дає можливість проводити титриметричне визначення борної кислоти, як в індивідуальному розчині, так і в суміші з сильними кислотами. Потенціометрична індикація точки еквівалентності під час титрування такої суміші (із застосуванням скляного H^+-чутливого електроду) дозволяє збільшити точність та чутливість визначення порівняно із титруванням з кислотно-основними індикаторами.

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

Підготувати до роботи pH-метр згідно з інструкцією.

Встановлення потенціалів точок еквівалентності. В стакан, ємністю 100 мл, вносять по 5 мл розчинів хлоридної та борної кислот, обережно опускають магнітну мішалки, занурюють електроди. Суміш розбавляють дистильованою водою з таким розрахунком, щоб вона покрила електроди. Титрують суміш кислот стандартним розчином NaOH, додаючи його порціями по 0,5 мл до досягнення значення *pH* точки еквівалентності хлоридної кислоти (стрибка значень *pH* на мілівольтметрі приладу). Після цього в розчин додають 10 мл гліцерину і продовжують титрувати до досягнення другого стрибка *pH*. Після цього знімають ще 3-4 точки.

Дані заносять в таблицю:

V_{NaOH}, мл	*pH*

За отриманими результатами будують графік в координатах „$pH_{суміші}$ - V_{NaOH}". З графіка визначають (як точку максимального нахилу) *pH* кінцевої точки титрування кожної з кислот.

Дослідження невідомої суміші. Учбову задачу отримують в мірну колбу на 100 мл та розбавляють водою до мітки. Аліквоту (10,0 мл) переносять в стакан

об`ємом 50 мл, додають дистильовану воду, так щоб електроди були занурені в розчин, і титрують як описано вище стандартним розчином NaOH до досягнення *pH* першої точки еквівалентності (порціями по 2-3 мл, біля точки еквівалентності - по 1-2 краплині). Після цього додають в розчин 10 мл гліцерину і продовжують титрувати до досягнення другої точки еквівалентності.

Вміст кислот у суміші (в мл/г) розраховують за формулами:

$$\text{HCl} \quad g = \frac{N \cdot V_1 \cdot E_{HCl} \cdot V_{заг}}{1000 \cdot V_{ал}};$$

$$\text{H}_3\text{BO}_3 \quad g = \frac{N \cdot (V_2 - V_1) \cdot E_{H_3BO_3} \cdot V_{заг}}{1000 \cdot V_{ал}},$$

де V_1, V_2 - об′єми NaOH , що пішли на титрування до *pH* першої та другої точки еквівалентності, відповідно, мл;

N – нормальність NaOH, моль-екв/л;

E_{HCl}, E_{H3BO3} – еквівалентна маса хлоридної та борної кислот, г/моль-екв;

$V_{заг}$, $V_{ал}$ – загальний об`єм задачі та об`єм аліквоти, мл.

Дослід повторюють тричі і обробляють результати методами математичної статистики.

ПИТАННЯ ДЛЯ ПІДГОТОВКИ

1. Вимоги до хімічних реакцій, які використовують в потенціометричному титруванні.
2. Потенціметричне титрування у неводному середовщі.
3. Умови титрування багатокомпонентних систем.
4. У чому суть роботи авоматичних титраторів.

Лабораторна робота 20

Тема: Визначення вмісту нітратів у харчових продуктах

ТЕОРЕТИЧНІ ВІДОМОСТІ

Проблема токсичного накопичення нітратів у сільськогосподарській продукції є однією з найбільш гострих і актуальних, оскільки, нітрати характеризуються досить широким спектром токсичної дії. Самі нітрати не токсичні, шкоди організму людини завдають не самі нітрати, а нітрити, в які вони перетворюються за певних умов. Найбільша ж небезпека підвищеного вмісту нітратів в організмі полягає в здатності нітрит-іона брати участь в реакції нітрозування амінів і амідів, в результаті якої утворюються нітросполуки, що мають канцерогенну і мутагенну дію. Допустима добова доза нітратів за даними ВООЗ для дорослої людини становить 5 мг на 1 кг маси тіла, тобто 0,25 г на людину вагою в 60 кг. Для дитини допустима норма не більше 50 мг.

Розподіл нітратів в овочах є нерівномірним, тому необхідно правильно готувати пробу для аналізу. Відбір проб проводять поштучно. Якщо продукти складені в кілька шарів, то з кожного шару відбирають пробу. Із загальної проби, для підготовки до аналізу чинять так:

Картопля. Клубні миють водою, обсушують фільтрувальним папером або чистою ганчіркою з кожного клубня беруть чверть. Відібраний матеріал перемішують і виділяють пробу для аналізу вагою не менше 0,25 кг.

Буряк столовий та інші коренеплоди. Коренеплоди миють водою, витирають, відрізають шийку і тонкий кінець кореня. Великі коренеплоди розрізають хрестоподібно вздовж вертикальної осі і використовують для аналізу половину або чверть. Із одержаного матеріалу виділяють пробу для аналізу вагою 0,5–0,25 кг.

Капуста. Кожний качан розрізають на 4 частини по вертикальній осі і беруть по одній чверті пробу для аналізу. При цьому зрізують та викидають поверхню попереднього зрізу, відкидають верхні неїстівні листя і залишок качану. Із одержаного матеріалу виділяють пробу для аналізу вагою 0,5 кг.

Листові овочі очищують від землі, звільняють від неїстівних частин та включень і виділяють пробу для аналізу вагою 0,25 кг.

Цибулинні рослини. Відкидають неїстівні частини. З цибульок видаляють верхню лузгу, зрізують і відкидають основу кореня і суху шийку. Цибульки поділяють на дві частинки по вертикалі і беруть для аналізу тільки одну половинку. Із одержаного матеріалу відбирають пробу для аналізу вагою 0,25 кг.

Томати, огірки. Плоди миють водою, просушують фільтрувальним папером або чистою ганчіркою, видаляють плодоніжки. Великі плоди розрізають

на 2–4 частини вздовж осі, для аналізу беруть половину або чверть. Із одержаного матеріалу виділяють для аналізу пробу вагою 0,5 кг.

Бахчеві культури. З плодів знімають верхній шар, який не вживають у їжу, видаляють також насіння і досліджують тільки їстівну частину. Плоди розрізають на 2 частини по лінії від місця кріплення стебла до посліду квітки таким чином, щоб в кожну половину потрапили затемнені і освітлені сонцем частини. Якщо плоди дуже великі, їх розрізають на сегменти 6–8 см по колу плоду і беруть 2–4 сегменти з протилежних сторін кожного плода. Із одержаного матеріалу виділяють пробу для аналізу вагою 0,5 кг.

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

Спочатку готують вихідний розчин калій нітрату (0,1 М). Для цього 0,1011г калій нітрату розчиняють в 1% розчині алюмокалієвого галуна в мірній колбі ємністю 100 мл. Робочі стандартні розчини KNO_3 0,01М; 0,001М та 0,0001М готують послідовним розбавленням вихідного розчину 1% розчином алюмокалієвого галуна.

Перед початком роботи нітратселективний електрод вимочують в 0,1М розчині калій нітрату. Перед початком роботи індикаторний електрод та електрод порівняння промивають в дистильовані воді.

Для побудови калібрувального графіка вимірюють потенціал робочих стандартних розчинів калій нітрату. За отриманими результатами будують графік залежності потенціалу від pC розчинів нітратів.

Пробу для аналізу подрібнюють, зважують 10 г, перетирають у ступці з прожареним піском до однорідної маси і переносять за допомогою 50 мл 1% розчину алюмокалієвого галуну у стакан ємністю 100 мл. Вимірюють потенціал досліджуваної проби за допомогою нітратселективного електроду. Вміст нітрат-іонів в пробі знаходять за калібрувальним графіком.

Масову частку нітратів в пробі визначають за формулою

$$c = \frac{\left(V + \frac{\omega m}{100\rho}\right) 10^{-pC(NO_3)} 62 \cdot 10^{-6}}{1000m},$$

де 62 – молярна маса іону нітрату; m – маса проби, г; V – об'єм екстрагуючого розчину, мл; ρ – густина води, г/мл; ω – масова частка води в пробі, %.

Величину ω визначають за таблицею 1.

Результати дослідження порівняти зі значеннями ГДК нітратів (мг/кг) для деякої найбільш поширеної рослинної продукції, взяті із СанПіН 42–123–4619–88:

- картопля - 250; - капуста - рання (до 1 вересня) - 900, пізня – 500; - морква - рання (до 1 вересня) - 400, пізня – 250; - томати – (відкритий ґрунт) – 150, (закритий ґрунт) –300 - огірки — (відкритий ґрунт) – 150, (закритий ґрунт) – 400 - буряк столовий – 1400; - цибуля (ріпка) — 80; - цибуля (перо) — (відкритий ґрунт) — 600, (закритий ґрунт) —800; - зелені культури—(відкритий ґрунт) — 2000, (закритий ґрунт) —3000; - дині — 90 - кавуни — 60; - перець солодкий — (відкритий ґрунт) — 200, (закритий ґрунт) — 400 - кабачки — 400; - виноград столових сортів; - яблука — 60; - груші — 60.

Таблиця 1.

Дані перерахунку pC (NO_3) в масову частку нітрату

pC_{NO}^{3-}	Масова частка нітрату, $млн^{-1}$									
	Соті частки pC_{NO3}^{-}									
	0,00	0,01	0,02	0,03	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08	0,09
2,0	30900	30200	29510	28840	28180	27540	26920	26300	25700	25120
2,1	24550	23990	23440	22910	22390	21880	21380	20890	20420	19950
2,2	19500	19050	18620	18200	17780	17380	16980	16600	16220	15850
2,3	15490	15140	14790	14450	14130	13800	13490	13180	12680	12590
2,4	12300	12020	11750	11480	11220	10960	10720	10470	10230	10000
2,5	9772	9550	9333	9120	8913	8730	8511	8318	8128	7943
2,6	7762	7586	7413	7244	7079	6918	6761	6607	6457	6310
2,7	6166	6026	5888	5754	5623	5495	5370	5248	5129	5012
2,8	4898	4786	4677	4571	4467	4365	4266	4169	4047	3981
2,9	3890	3802	3715	3631	3548	3467	3388	3311	3236	3162
3,0	3090	3020	2951	2884	2818	2754	2692	2630	2570	2512
3,1	2455	2399	2344	2291	2239	2188	2138	2089	2042	1995
3,2	1950	1905	1862	1820	1778	1738	1698	1660	1622	1585
3,3	1549	1514	1479	1445	1413	1380	1349	1318	1283	1259
3,4	1230	1202	1175	1148	1122	1096	1072	1047	1023	1000
3,5	877	955	933	912	891	871	851	832	813	794
3,6	766	759	741	724	708	692	676	661	646	631
3,7	617	603	589	575	563	549	537	525	513	501
3,8	490	479	468	457	447	437	427	417	407	398
3,9	389	380	371	363	355	347	339	331	324	316
4,0	309	302	295	288	283	275	269	263	257	251

ПИТАННЯ ДЛЯ ПІДГОТОВКИ

1. Які основні джерела надходження нітратів в організм людини?
2. В чому полягає токсичний вплив нітратів на організм людини?
3. Охарактеризуйте метод визначення нітратів в рослинній сировині.
4. Які допустимі норми вмісту нітратів в картоплі, буряку, цибулі, яблуках?
5. Яку шкоду завдає надлишок нітратів в продуктах харчування?
6. В яких частинах рослин накопичується найбільша кількість нітратів?
7. Як можна зменшити вміст нітратів в овочах та фруктах?

Лабораторна робота 21

Тема: Рефрактометричне визначення вмісту натрій хлориду у харчових об'єктах

ТЕОРЕТИЧНІ ВІДОМОСТІ

Заломленням, або рефракцією (від латинського refractus – заломлений) називають зміну напряму прямолінійного розповсюдження світла при переході з одного середовища в інше.

Заломлення, як і поглинання, світла є наслідком взаємодії його з середовищем.

Відносним показником заломлення $n_{відн.}$ називають відношення швидкостей світла у двох середовищах:

$$n_{відн} = V_1 / V_2.$$

де V_1 і V_2 – швидкості розповсюдження світла відповідно в середовищі I і II, за умови, що $V_1 > V_2$.

Величина показника заломлення залежить від природи речовини, її густини, довжини хвилі падаючого світла, температури і тиску.

Згідно з законами заломлення світла під час переходу світла з оптично менш щільного середовища I в середовище з більшою оптичною густиною II кут падіння світла α завжди більший кута заломлення β (рис. 1), мають місце рівності:

$$n_{відн} = sin\alpha / sin\beta = n_2/n_1.$$

де α – кут падіння світла, β – кут заломлення світла,

n_1 і n_2 – показники заломлення середовищ I і II (рис. 1).

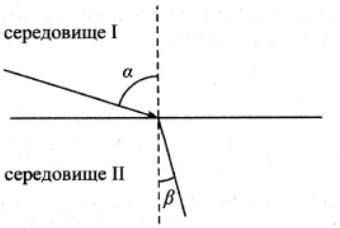


Рис. 8. Заломлення світлового променя на межі оптичного середовища (I) з іншим оптичним середовищем (II).

Рефрактометрія (від лат. *refractus* – заломлений і греч. *metreo* – міряю) – це метод дослідження речовин, заснований на визначенні показника заломлення і деяких його функцій. Рефрактометричний аналіз застосовується для ідентифікації хімічних сполук, кількісного і структурного аналізу, визначення фізико-хімічних параметрів речовин.

Для рідин та твердих речовин показник заломлення n найчастіше визначають відносно повітря, а для газів – відносно вакууму.

Значення n залежать від довжини хвилі l світла та температури. Наприклад, показник заломлення при 20°С для D-лінії спектра атома Натрію (l = 589,3 нм) $-n_D^{20}$. Для газів необхідно враховувати залежність n від тиску.

Вплив температури на показник заломлення визначається двома факторами: зміною концентрації речовини та залежністю поляризує мості молекул від температури.

Прилади, які використовують для вимірювання величини n, називають рефрактометрами. Існує два основні типи цих приладів: рефрактометри типу Аббе і рефрактометри типу Пульфріха. Вимірювання n основані на визначенні величини граничного кута заломлення.

Для рефрактометрів Аббе головним і характерним вузлом є призматичний блок, що складається з вимірювальної і освітлювальної призм. Точність вимірювань величин показника заломлення $\pm(1\text{-}2\cdot10^{-4})$, межі вимірювань 1,3-1,7.

Рефрактометри типу Пульфріха мають більшу точність вимірювань $\pm(1\text{-}2\cdot10^{-5})$, межа вимірювання значно вища – 1,9. Ці прилади не мають призматичного блоку.

Залежність показника заломлення n гомогенної двокомпонентної системи від її складу встановлюють експериментально, шляхом визначення показника заломлення для ряду стандартних систем, вміст компонентів в яких відомий. На підставі одержаних даних будують градуювальний графік в координатах: показник заломлення – вміст (рис. 6).

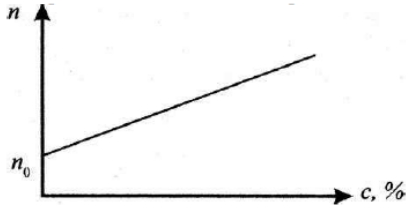


Рис. 9. Графік залежності показника заломлення від концентрації розчиненої речовини.

Знаючи показник заломлення досліджуваної системи, за графіком можна визначити її концентрацію.

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

Для підготовки рефрактометра до роботи поверхні призми протирають спиртом та дистильованою водою та залишають відкритими до повного висихання. На поверхню нижньої призми за допомогою піпетки чи скляної палички наносять, не торкаючись скла, 2-3 краплі дистильованої води, закривають верхню призму. В окулярі візирного пристрою сполучають межу

світлотіні з центром перехрестя сітки за допомогою обертання налаштувального механізму. На рівні центру перехрестя за нижньою шкалою фіксують значення показника заломлення світла (для дистильованої води показник заломлення дорівнює 1,330). Після закінчення виміру піднімають освітлювальну призму і протирають обидві призми фільтрувальним папером.

Для побудови калібрувального графіка n = f(C) беруть відповідні аліквоти стандартного розчину і готують серію розчинів концентрації 1; 2; 3; 4; 5 г/100 мл в колбах ємністю 25 мл. Розчини довести до мітки дистильованою водою, ретельно перемішують і залишають на 15-20 хв. для гомогенізації.

Проводять 2-3 вимірювання показника заломлення для кожної концентрації, знаходять середнє значення, наносять на міліметровий папір, будують калібрувальний графік залежності n = f(C_{NaCl}).

Аналогічно вимірюють значення показника заломлення досліджуваного розчину розсолу, за калібрувальним графіком знаходять відповідну концентрацію і розраховують масу NaCl.

ПИТАННЯ ДЛЯ ПІДГОТОВКИ

1. На чому заснований рефрактометричний метод аналізу?
2. Що так показник заломлення, його фізичний зміст?
3. Від яких параметрів залежить показник заломлення?
4. Дисперсія світла, як вона впливає на показник заломлення?
5. На якому фізичному явищі заснована робота рефрактометра?
6. Які основні вузли рефрактометра, у чому складається принцип їх роботи?

Лабораторна робота 22

Тема: Фотометричне визначення йонів купруму Cu^{2+}

Теоретичні відомості

Фотоколориметричний аналіз оснований на порівнянні інтенсивності забарвлення досліджуваного розчину і стандартного розчину певної концентрації.

В основі молекулярно-абсорбційних методів аналізу лежать два основні закони. Перший з них – закон **Бугера-Ламберта**, свідчить: відносна кількість поглиненого проникним середовищем світла не залежить від інтенсивності первинного випромінювання. Кожний шар рівної товщини поглинає рівну частку монохроматичного потоку випромінювання.

Математично ця залежність виражається наступним рівнянням:

$$I = I_0 \cdot 10^{-kl} \text{ або } \frac{I}{I_0} = 10^{-kl},$$

де I_0 – інтенсивність випромінювання, що падає на речовину;

I – інтенсивність випромінювання, що пройшло крізь речовину;

l – товщина шару, крізь який проходить монохроматичне випромінювання;

k – коефіцієнт поглинання.

Другий закон – закон **Бера**: поглинання потоку випромінювання прямо пропорційне числу частинок поглинаючої речовини. Закон Бера фактично виражає залежність коефіцієнта поглинання від концентрації поглинаючої речовини в однорідному розчині:

$$k = \varepsilon c,\ k = \kappa c,$$

де ε і κ – коефіцієнти пропорційності.

Об'єднаний закон **Бугера-Ламберта-Бера**: Поглинання монохроматичного світла розчином прямо пропорційне концентрації речовини, що поглинає світла, і товщині шару розчину, крізь який воно проходить.

Закон Бугера-Ламберта-Бера є основним законом світлопоглинання і лежить в основі більшості фотометричних методів аналізу. Математично він виражається таким чином:

$$I = I_0 \cdot 10^{-kcl} \text{ або в логарифмічній формі } lg\frac{I_0}{I} = kcl.$$

Величину $\lg I_0/I$ називають оптичною густиною поглинаючої речовини і позначають літерою A або D.

Залежність A – f(c) має прямолінійний характер (рис. 7) (для монохроматичних потоків випромінювань).

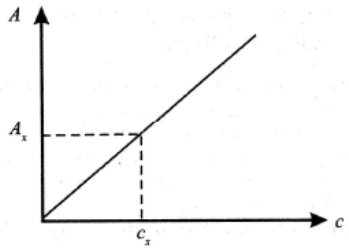


Рис. 10. Залежність оптичної густини A від концентрації розчину c.

Величина коефіцієнта поглинання κ залежить від способу вираження концентрації речовини у розчині і товщини поглинаючого шару. Якщо концентрація виражена в моль/дм^3, а товщина шару в сантиметрах, то він називається молярним коефіцієнтом (показником) поглинання і позначається ε.

Він дорівнює оптичній густині розчину з концентрацією 1 М і товщиною шару 1 см. При цьому закон Бугера-Ламберта-Бера має вигляд:

$$A = \varepsilon \cdot c \cdot b.$$

Основними прийомами фотометричних вимірювань є метод градуювального графіка, метод порівнянь, метод добавок та ін.

Метод порівняння полягає у співвідношенні оптичної густини стандартного та досліджуваного розчинів, які приготовані і фотометруються за однакових умов:

$$A_{\text{ст}} = \varepsilon \cdot l \cdot c_{\text{ст}}\ ;\ A_{\text{х}} = \varepsilon \cdot l \cdot c_{\text{х}}.$$

Оскільки значення ε та l за умовою є сталими, то $c_x = \frac{A_x \cdot c_{\text{ст}}}{A_{\text{ст}}}$.

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

Метод заснований на утворенні йонами Cu^{2+} з водним розчином амоніаку комплексної сполуки синього кольору:

$$Cu^{2+} + 4NH_4OH \rightarrow [Cu(NH_3)_4]^{2+} + 4H_2O.$$

Для дослідження беруть стандартний розчин купрум (II) сульфату 0,5 мг/мл , який готують розчиненням 1,9647 г $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ у мірній колбі місткістю 1 л з додаванням 5 мл концентрованої сульфатної кислоти.

Для побудови градуювального графіка в ряд мірних колб місткістю 100 мл вміщують 1,0 – 2,0 – 3,0 – 4,0 – 5,0 мл стандартного розчину купрум (II) сульфату, нейтралізують розчином амоніаку(1:1) до появи слабкого помутніння, потім додають по 30 мл розчину амоніаку, доводять до мітки дистильованою водою та перемішують.

Вимірюють оптичну густину розчинів відносно дистильованої води в кюветах з l = 5 см. За результатами вимірювань будують градуювальний графік у координатах: оптична густина (А) – концентрація Cu^{2+} (С (Cu^{2+}), мг/мл).

Досліджуваний розчин аналізують згідно з методикою наведеною вище. Концентрацію купруму(II) визначають графічним шляхом, та розраховують масу купруму(II) за формулою: $m(Cu^{2+}) = C_x \cdot V_{м.колби}$,

де $m(Cu^{2+})$ – маса Cu^{2+}[мг]; Сх – концентрація Cu^{2+}, яка знайдена за допомогою градуювального графіка [мг/мл]; $V_{м.колби}$ – об'єм мірної колби [мл].

Результати вимірювань заносять до таблиці.

№ колби	$V_{станд. р-ну}$, мл	$C(Cu^{2+})$, мг/мл	A
1			
2			
3			
4			
5			
Задача		C_x=	A_x=

ПИТАННЯ ДЛЯ ПІДГОТОВКИ

1. На чому базується фотометричний метод аналізу?
2. Які оптичні явища відбуваються під час проходження світла через забарвленні розчини?
3. Яким вимогам повинні відповідати аналізовані розчини?
4. Як формулюється перший закон світлопоглинання?
5. Як формулюється другий закон світлопоглинання?
6. Який принцип вибору світлофільтра?
7. У чому полягає принцип вибору кювети?
8. Які параметри впливають на величину ε?
9. Яке призначення світлофільтрів і фотоелементів у фотоелектроколориметрі?

Лабораторна робота 23

Тема: Фотометричне визначення загального вмісту феруму (II) та (III) з тіоціанатом

ТЕОРЕТИЧНІ ВІДОМОСТІ

Ферум постійно міститься в поверхневих і підземних водах у вигляді йонів Fe^{2+} і Fe^{3+}. Підвищений вміст Феруму у воді надає їй буре забарвлення і залізистий присмак. Крім того, наявність у воді солей заліза (II) сприяє розвитку залізистих бактерій, колонії яких, а також продукти їхньої життєдіяльності забивають каналізаційні труби.

Згідно з ДСанПіН 2.2.4-171-10 гранично припустима концентрація Феруму в питній воді не повинна перевищувати 0,2 мг/л, у воді водоймищ 0,5 мг/л.

Усі форми Феруму у нефільтрованій пробі води розчиняють і окисненням переводять у Fe^{3+}. У цій формі Ферум у кислому середовищі реагує з тіоціанат-іонами з утворенням комплексів червоного кольору:

$Fe^{3+} + n\ SCN^- = [Fe(SCN)n]^{3-n}$, де n = 1 – 6.

Інтенсивність забарвлення пропорційна концентрації феруму (III) в інтервалі 0,05 – 4,0 мг/л. Тіоціанатні комплекси феруму (III) є нестійкими і тому їхня інтенсивність забарвлення залежить від концентрації іонів SCN^-. Через те при побудові градуювального графіка та визначенні феруму треба дотримуватися однакової концентрації тіоціанат-іонів. Чутливість методу становить 0,05 мг Fe/л.

Визначенню заважають багато катіонів металів, наприклад, іони купруму, вісмуту і кобальту, однак у природних водах їхня концентрація значно менша за концентрацію феруму.

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

У стакан на 200 мл переносять 50 мл добре перемішаної проби води, яка містить не більше 4,0 мг феруму в 1 л. Далі додають 2,5 мл розбавленої сірчаної кислоти (1:2), 2,5 мл 0,02 моль/л розчину калій перманганату і кип’ятять суміш протягом 3-5 хв, доки не випарюється приблизно 5 мл рідини. Гарячий розчин знебарвлюють гарячою щавлевою кислотою і обережно приливають розчин калій перманганату до повторної появи рожевого забарвлення. Якщо одержаний розчин каламутний, то його фільтрують, а після охолодження доводять дистильованою водою до 50 мл. Потім доливають 2,5 мл соляної кислоти (1:1) і перемішують, додають 5 мл 20% розчину тіоціанату амонію, знову перемішують і відразу вимірюють оптичну густину при 490 нм. Вводять поправку на оптичну

густину холостої проби, яку готують таким же чином, але з дистильованою водою, і за градуювальним графіком знаходять вміст феруму.

Для побудови градуювального графіка у ряд стаканів для кип'ятіння вносять 0; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 20,0; 30,0; 40,0 мл стандартного розчину солі феруму (III) з концентрацією 0,005 мг Fe/мл і доводять об'єм до 50 мл дистильованою водою. У цих розчинах відповідно міститься феруму 0; 0,0025; ... 0,2 мг. Далі проводять дії, які описані вище.

Результати вимірювань заносять до таблиці.

№ колби	$V_{станд.\ р\text{-}ну}$, мл	C (Fe), мг/мл	A
1			
2			
n			
Проба		C_x=	A_x=

Віднімають оптичну густину холостого розчину і будують калібрувальний графік.

Концентрацію феруму, мг/л (C_x), обчислюють за формулою

$$C_x = \frac{a \cdot 1000}{\nu},$$

де а – кількість феруму, знайдена за градуювальним графіком, мг; ν – об'єм проби, мл.

ПИТАННЯ ДЛЯ ПІДГОТОВКИ

1. У вигляді яких сполук міститься Ферум в природних водах?
2. Який гранично допустимий вміст Феруму у воді, придатної для питних цілей?
3. До чого призводить надлишковий вміст Феруму у воді?
4. Якими методами може бути визначений вміст Феруму у воді?
5. Опишіть хімізм процесу визначення Феруму фотометричним методом.

Список використаних джерел

1. Аналітична хімія. Якісний аналіз неорганічних та органічних речовин: навчальний посібник для студентів вищих навчальних закладів / М. В. Шевряков, Г. О. Рябініна, С. М. Іванищук, М. В. Повстяной. Херсон : Олді-Плюс, 2024. 516 с.

2. Аналітична хімія. Теоретичні основи якісного та кількісного аналізу: навчальноо- методичний посібник / М. В. Шевряков, М.В. Повстяной, Б. В. Яковенко, Т. А. Попович. Херсон : Олді-Плюс, 2024. 404 с.

3. Більченко М. М. Практикум з аналітичної хімії. Кількісний аналіз: Навчальний посібник. К: Університетська книга, 2023. 142 с.

4. Більченко М. М., Пшеничний Р.М. Аналітична хімія. Задачі та вправи: Навчальний посібник. К: Університетська книга, 2023. 205 с.

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

6. Otto M. Chemometrics: statistics and computer application in analytical chemistry. John Wiley & Sons, 2023. 432 p.

7. Rouessac F., Rouessac A., Towey J. Chemical Analysis: Modern Instrumentation Methods and Techniques, 3rd Edition. Willey. 2022. 624 p.

10. Основи хімії та методи аналізу харчової продукції : підручник / Н. К. Черно, О. О. Антіпіна, О. В. Малинка, С. І. Вікуль. – Херсон : Олді-Плюс, 2024. 360 с.

11. Бужанська М.В., Василечко В.О., Ломницька Я.Ф., Скоробогатий Я.П. Харчова хімія: аналіз та хімічний склад харчових продуктів: навчальний посібник: Львів: видавництво ЛТЕУ, 2020 308 с.

Для нотаток

Для нотаток

Для нотаток

Навчально-методичне видання

Аналітична хімія [Текст]: методичні вказівки до лабораторних робіт для здобувачів першого (бакалаврського) рівня вищої освіти освітньої програми «Харчові технології» галузі знань G Інженерія, виробництво та будівництво спеціальності G13 Харчові технології денної та заочної форм навчання./уклад. І. А. Мороз. – Луцьк: ЛНТУ, 2025. –84 с.

Комп'ютерний набір та верстка: І. А. Мороз

Редактор: І. А. Мороз

Підп. до друку «__»_____2025р. Формат А4. Папір офс.
Гарн. Таймс. Ум. друк. арк. 5,0. Обл.-вид. арк. 4,9
Тираж 50 прим.

Інформаційно-видавничий відділ
Луцького національного технічного університету
43018, м. Луцьк, вул. Львівська, 75
Друк – ІВВ Луцького НТУ