

**УМАНСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ ПЕДАГОГІЧНИЙ
УНІВЕРСИТЕТ
ІМЕНІ ПАВЛА ТИЧИНИ**

Галушко С.М.

АНАЛІТИЧНА ХІМІЯ
НАВЧАЛЬНИЙ ПОСІБНИК-ПРАКТИКУМ
для студентів
природничо-географічного факультету

Умань – 2016

УДК 539.1
ББК 28.072
Г- 49

Галушко С. М. Аналітична хімія: Навчальний посібник-практикум (вид. 1) – Умань: АЛІМІ, 2016. – 128 с.

Рецензенти:

В. П. Казіміров, доктор хімічних наук, професор Київського національного університету імені Тараса Шевченка

В. Ф. Валюк, кандидат хімічних наук, доцент Уманського державного педагогічного університету імені Павла Тичини

У навчальному посібнику-практикумі подано матеріали до лабораторних та практичних занять, завдання для самостійної та індивідуальної роботи з основних розділів курсу аналітичної хімії. По кожній темі запропоновані контрольні запитання і вправи.

Рекомендовано до друку рішенням ради природничого-географічного факультету Уманського державного педагогічного університету імені Павла Тичини (протокол №1 від 30 серпня 2016 року).

© Галушко С.М.

Курс має за мету забезпечити необхідну теоретичну основу при формуванні майбутніх вчителів хімії для успішного засвоєння спеціальних дисциплін.

Вивчення аналітичної хімії базується на вченні про будову атома і речовини, напрям хімічних процесів (хімічна термодинаміка), швидкість хімічних процесів (хімічна кінетика) та загальній і неорганічній хімії, які теоретично обґрунтовують методи і прийоми хімічного аналізу. Основними темами з аналітичної хімії, які повинні освоїти студенти, повинні бути такі:

1. Об'єкт, предмет, завдання та методи аналітичної хімії.
2. Якісний хімічний аналіз як перший ступінь аналітичного дослідження.
3. Теоретичні основи аналітичної хімії (рівноваги в гомогенних системах; рівновага в гетерогенних системах; рівновага у розчинах солей, що гідролізують, та амфотерних сполук; основи теорії окисно-відновних процесів, які використовують у якісному аналізі; основи теорії утворення та розкладу координаційних сполук).
4. Вступ до кількісного аналізу (метрологічні характеристики методів кількісного аналізу).
5. Основні хімічні методи кількісного аналізу (гравіметричний аналіз: титриметричний аналіз: кислотно-основне титрування (протолітометрія), окисно-відновне титрування (оксредметрія)).

За своєю структурою аналітична хімія – багатокomпонентна дисципліна, яка передбачає різноманітні форми організації навчально-пізнавальної діяльності студентів: лекції, лабораторно-практичні заняття, самостійну роботу.

Навчальний посібник являє собою частину навчально-методичного комплексу з аналітичної хімії і є керівництвом до проведення лабораторних занять для студентів. Основна ціль даного посібника – закріплення теоретичних знань шляхом формування практичних навиків в області аналітичної хімії. В посібник ввійшли найбільш типові лабораторні роботи, які представляють основні розділи аналітичної хімії: якісний та кількісний аналізи. Лабораторні роботи містять короткі теоретичні відомості, принцип методу із зображенням формул і реакцій взаємодіючих речовин, перелік основних матеріалів, реактивів та обладнання, детальний опис ходу роботи та передбачуваних результатів.

В навчальному посібнику виділені розділи-модулі, які повинні послідовно засвоюватись студентами.

ОПИС НАВЧАЛЬНОЇ ДИСЦИПЛІНИ " АНАЛІТИЧНА ХІМІЯ"

Курс: Підготовка бакалаврів.	Напрямок, спеціальність, освітній ступінь	Характеристика навчальної дисципліни
<p>Кількість кредитів, відповідних ЄКТС: 12</p> <p>Кількість модулів: 2 Загальна кількість годин: 360 год.</p>	<p>Галузь знань 0401 Природничі науки Напрямок підготовки: 6.040101 Хімія Спеціалізація: інформатика</p> <p>Освітній ступінь: бакалавр</p>	<p>Обов'язковий Семестр: 3,4</p> <p>Лекції(теоретична підготовка): 56 год. Лабораторні роботи: 84 год. Самостійна робота: 220 год.</p> <p>Вид контролю: 3 семестр – залік, 4 семестр – екзамен</p>

ПРОГРАМА НАВЧАЛЬНОЇ ДИСЦИПЛІНИ «АНАЛІТИЧНА ХІМІЯ»

Змістовий модуль 1. Якісний аналіз

Тема 1. Вступ. Предмет, завдання, класифікація методів якісного та кількісного аналізу аналітичної хімії. Місце аналітичної хімії в системі природничих наук та суспільному виробництві. Поняття про аналіз речовини, аналітичні реакції та вимоги до них.

Предмет аналітичної хімії. Місце аналітичної хімії в системі наук, зв'язок з практикою. Значення аналітичної хімії у розвитку природознавства, техніки, народного господарства. Основні аналітичні проблеми. Основні етапи розвитку аналітичної хімії, сучасні тенденції розвитку: інструменталізація, математизація, автоматизація, перехід до багатокomпонентного аналізу.

Класифікації методів аналізу. Хімічні, фізико-хімічні та фізичні методи аналізу. Макро-, мікро-, напівмікро-, ультрамікроаналіз. Аналіз мокрим і сухим методами. Краплинний і мікрокристалоскопічний аналіз.

Поняття про аналіз речовини, аналітичні реакції та вимоги до них. Характерність, селективність, специфічність. Чутливість аналітичних реакцій, способи її вираження.

Умови виявлення йонів у розчинах. Групові реагенти. Групові і характерні реакції. Дробний і систематичний хід аналізу. Системи якісного аналізу: кислотно-лужна, сульфідна, амоніачно-фосфатна.

Тема 2. Правила безпеки, санітарно-гігієнічні норми роботи, обладнання, посуд, техніка роботи в аналітичній лабораторії.

Правила безпеки і техніка роботи в аналітичній лабораторії. Посуд, прилади, обладнання при роботі в хімічній лабораторії. Ознайомлення з практичними прийомами, виконання окремих операцій аналізу, веденням лабораторного журналу.

Тема 3. Закон дії мас як теоретична основа аналітичної хімії. Теорія електролітичної дисоціації.

Поняття швидкості реакції для гомогенних і гетерогенних систем. Залежність швидкості реакції від концентрації реагуючих речовин. Закон дії мас. Застосування закону дії мас до оборотних процесів. Рівняння константи хімічної рівноваги.

Теорія електролітичної дисоціації. Константа і ступінь електролітичної дисоціації. Взаємозв'язок між ступенем і константою дисоціації слабких електролітів. Закон розведення В. Освальда. Методика розрахунків з використанням ступеня і константи дисоціації.

Електролітична дисоціація води. Йонний добуток води: виведення загальної формули. Поняття рН та рОН розчинів, взаємозв'язок між ними. Способи визначення рН.

Поняття кислотно-основних індикаторів. Область переходу та показник титрування рТ даного індикатору.

Тема 4. Закон дії мас та процеси гідролізу в хімічному аналізі.

Поняття гідролізу, його види. Гідроліз солей. Механізм гідролізу. Константа і ступінь гідролізу. Виведення формул для розрахунку константи, ступеня гідролізу, рН і рОН солей, що гідролізують. Підсилення і послаблення гідролізу. Значення гідролізу в аналізі.

Тема 5. Буферні системи, їх використання в хімічному аналізі.

Поняття буферних систем, їх типи. Буферна ємність. Механізм буферної дії. Розрахунок рН буферних систем різних типів, утворених розчинами:

- а) слабкої кислоти та солі цієї кислоти;
- б) слабкої основи та солі цієї основи;
- в) двох солей.

Використання буферних розчинів у хімічному аналізі.

Тема 6. Закон дії мас і гетерогенні процеси в хімічному аналізі.

Рівновага між рідкою і твердою фазами. Добуток розчинності: виведення загальної формули, методика розрахунків добутку розчинності за розчинністю речовин і розрахунок розчинності речовини за добутком розчинності. Вплив одноіменних йонів на розчинність. Сольовий ефект.

Осадження. Фактори, які впливають на повноту осадження: розчинність осаджуваної сполуки, природа і кількість осаджувача, йонна сила і рН розчину. Дробне осадження. Розчинення осадів. Перетворення одних малорозчинних осадів на інші.

Тема 7. Колоїдні розчини в хімічному аналізі.

Предмет колоїдної хімії. Ознаки об'єктів колоїдної хімії. Класифікація поверхневих явищ. Дисперсність. Ступінь дисперсності. Класифікація дисперсних систем. Одержання колоїдних систем та їх очищення. Властивості дисперсних систем. Використання колоїдних розчинів у хімічному аналізі.

Тема 8. Окисно-відновні процеси в хімічному аналізі.

Стандартні окисно-відновні потенціали, використання окред-потенціалів для визначення напрямку окисно-відновних реакцій. Підбір ефективних окислювачів і відновників для виявлення йонів у розчині. Вплив рН середовища і концентрації редокс-форми на протікання реакції. Складання рівнянь реакцій окиснення-відновлення з використанням підбору коефіцієнтів за методом електронного балансу.

Використання реакцій окиснення-відновлення в аналізі.

Тема 9. Закон дії мас та процеси комплексоутворення в хімічному аналізі.

Комплексоутворення, його загальна характеристика. Дисоціація комплексних сполук. Константа нестійкості. Розрахунки концентрації продуктів дисоціації комплексних йонів. Руйнування комплексних йонів. Використання комплексних сполук у якісному аналізі для відкриття і відокремлення йонів. Маскування заважаючих йонів. Органічні реагенти в якісному аналізі.

Тема 10. Аналітичні групи катіонів за кислотно-лужною класифікацією. Характерні реакції на катіони.

Катіони першої аналітичної групи (групи лужних металів і амонію). Загальна характеристика групи. Характерні реакції на катіони калію, натрію, амонію, відкриття їх в суміші. Розв'язування контрольної експериментальної задачі на суміш катіонів першої аналітичної групи.

Катіони другої аналітичної групи (групи хлоридної кислоти). Загальна характеристика групи. Характерні реакції на катіони плюмбуму. Відкриття їх в суміші катіонів.

Катіони третьої аналітичної групи (групи сульфатної кислоти). Загальна характеристика групи. Характерні реакції на катіони барію, стронцію, кальцію. Розв'язування контрольної експериментальної задачі на суміш катіонів третьої аналітичної групи.

Систематичний хід аналізу суміші катіонів першої, другої і третьої аналітичних груп. Розв'язування контрольної експериментальної задачі на суміш катіонів I, II, III аналітичних груп.

Катіони четвертої аналітичної групи (групи катіонів амфотерних гідроксидів). Загальна характеристика групи. Характерні реакції на катіони алюмінію.

Катіони п'ятої аналітичної групи (групи катіонів гідроксидів, нерозчинних в лугах). Загальна характеристика групи. Характерні реакції катіонів феруму (II) і (III), мангану, магнію.

Катіони шостої аналітичної групи (групи катіонів комплексоутворюючих гідроксидів). Загальна характеристика групи. Характерні реакції на катіони купруму, кобальту.

Тема 11. Класифікація аніонів на аналітичні групи. Характерні реакції на аніони.

Аніони першої аналітичної групи, їх загальна характеристика. Характерні реакції сульфат-, сульфід-, карбонат-, фосфат-, силікат-аніонів.

Аніони другої і третьої аналітичних груп, їх загальна характеристика. Характерні реакції хлорид-, бромід-, йодид-, сульфід-, нітрит-, нітрат-, ацетат-аніонів.

Аналіз суміші аніонів трьох аналітичних груп. Розв'язування контрольної експериментальної задачі на суміш аніонів трьох груп.

Тема 12. Аналіз невідомої індивідуальної речовини.

Аналіз невідомої індивідуальної речовини. Аналіз у розчині. Аналіз розчину з осадам. Розв'язування контрольної експериментальної задачі на аналіз невідомої індивідуальної речовини.

Змістовий модуль 2. Кількісний аналіз

Тема 13. Предмет, методи кількісного аналізу.

Завдання кількісного аналізу, його наукове і практичне значення. Сучасна класифікація методів кількісного аналізу. Хімічні методи аналізу, їх характеристика. Основні стадії хімічного аналізу. Відбір проб для аналізу. Аналітичні вимірювальні прилади, терези. Мірний аналітичний посуд. Правильність і точність (відтворюваність) аналізу. Помилки в кількісному аналізі. Класифікація помилок. Помилки систематичні та випадкові. Промахи. Межі допустимих помилок. Помилки абсолютні і відносні.

Тема 14. Гравіметричний(ваговий) аналіз.

Суть гравіметричного аналізу. Вибір наважки. Основні операції гравіметричного аналізу. Осаджувана і гравіметрична форми осаду. Вибір осаджувача. Кількість осаджувача. Осади кристалічні і аморфні, умови їх осадження. Співосадження. Прямі і непрямі методи визначення речовин ваговим способом. Кількісне осадження. Осади, їх утворення, властивості. Залежність розчинності осаду від його структури і розміру частинок. Вплив різних факторів на структуру і дисперсність осадів. Старіння осадів. Чистота осадів і причини їх забруднення. Співосадження (адсорбція, оклюзія, ізоморфізм). Адсорбційні властивості осадів. Негативне і позитивне значення явища співосадження в аналізі при визначенні малих кількостей («слідів»), домішок. Оптимальні умови кількісного виділення і розчинення осадів. Повільне і швидке осадження. Осадження з гомогенного розчину (метод виникаючих реактивів).

Аналітичні терези. Вимоги, яким повинні задовольняти аналітичні терези. Фактори, що впливають на точність зважування. Чутливість, стійкість, правильність та точність терезів. Різноважки. Методи перевірки різноважок. Методи зважування на періодичних (звичайних) та аперіодичних (демпферних) терезах. Правила користування аналітичними терезами.

Техніка виконання аналізу. Підготовка речовини до аналізу. Середня проба. Методи переведення в розчин важкорозчинних речовин, природних і технічних матеріалів. Аналітичні операції: сплавлення, розчинення, випарювання, осадження, фільтрування та промивання осадів. Лабораторний посуд. Мірний посуд. Підготовка посуду до аналізу.

Тема 15. Титриметричний (об'ємний) аналіз.

Суть титриметричного аналізу. Вимоги, які пред'являються до реакцій у титриметричному аналізі. Вираження концентрації розчину через полярність та еквівалентну концентрацію. Вихідні речовини, вимоги до них. Приготування вихідних (стандартних) і робочих (стандартизованих) розчинів. Вимірювальний посуд. Загальні прийоми титрування: пряме і зворотне титрування, метод пікетування і метод окремих наважок. Точка еквівалентності. Точка кінця титрування. Розрахунки в титриметричному аналізі. Класифікація методів титриметричного аналізу за типом реакцій, що лежать в основі визначень.

Тема 16. Метод кислотно-основного титрування (метод нейтралізації).

Суть та класифікація методу кислотно-основного титрування. Ацидиметрія, алкаліметрія. Робочі розчини. Точка еквівалентності, кінцева точка титрування. Індикатори методу кислотно-основного титрування. Показник переходу індикатора, показник титрування рТ. Криві титрування. Вибір індикатора для різних випадків титрування: сильна кислота і сильна основа, слабка основа і сильна кислота. Індикаторні похибки. Застосування кислотно-основного титрування.

Виготовлення робочих розчинів методу нейтралізації. Кислотно-основне титрування. Установка титру хлоридної кислоти за тетраборатом натрію, титру лугу за хлоридною кислотою.

Тема 17. Методи окиснення – відновлення (оксредметрії).

Загальна характеристика методів оксредметрії та окисно-відновних реакцій, придатних для об'ємного титрування.

Перманганатометрія. Титрування тетраоксоманганатом у кислому і лужному середовищах. Застосування перманганатометричного титрування. Приготування і установка титру робочого розчину тетраоксоманганату калію за щавлевою кислотою.

Йодометрія. Суть методу, загальна характеристика методу. Фіксування точки еквівалентності. Робочі розчини в йодометрії. Вихідні розчини. Виготовлення робочого розчину йоду точної концентрації. Крохмаль як індикатор. Тіосульфат як відновник.

Тема 18. Методи осадження та комплексоутворення.

Характеристика і теоретичне обґрунтування методів осадження. Визначення кінцевої точки титрування. Аргентометрія. Метод Мора. Хромат калію як індикатор. Значення добутку розчинності утворюваних сполук. рН середовища і концентрації індикатора. Визначення хлоридів. Криві титрування. Помилки титрування. Пряме титрування - визначення срібла. Зворотне титрування - визначення хлоридів.

Принцип методу комплексоутворення (комплексометрія). Використання неорганічних і органічних речовин в комплексометрії. Етилендіамінтетраацетат натрію як титрант. Умови комплексометричного титрування. Методи індикації кінцевої точки титрування. Застосування комплексометрії в практиці хімічного аналізу (визначення твердості води).

Тема 19. Фізико-хімічні методи аналізу.

Фотометричний аналіз. Спектрофотометричні методи аналізу. Закони світлопоглинання і причини відхилення від них.

Електрохімічні методи аналізу. Потенціометричний метод. Апаратура, індикаторні електроди і електроди порівняння. Криві титрування. Застосування потенціометрії: титрування кислотно-основне, окисно-відновне.

Кондуктометричний метод. Основні принципи методу. Залежність електропровідності від концентрації йонів.

СТРУКТУРА НАВЧАЛЬНОЇ ДИСЦИПЛІНИ «АНАЛІТИЧНА ХІМІЯ»

Назви змістових модулів і тем	Кількість годин					
	усього	у тому числі				
		л	пр.	лаб.	інд.	с. р.
1	2	3	4	5	6	7
Змістовий модуль 1. Якісний аналіз						
Тема 1. Вступ. Предмет, завдання, класифікація методів якісного та кількісного аналізу аналітичної хімії.	8	2		2		4
Тема 2. Правила безпеки, санітарно-гігієнічні норми роботи, обладнання, посуд, техніка роботи в аналітичній лабораторії.	8	2		2		4
Тема 3. Закон дії мас як теоретична основа аналітичної хімії. Теорія електролітичної дисоціації.	12	2		2		8
Тема 4. Закон дії мас та процеси гідролізу в хімічному аналізі.	8	2		2		4
Тема 5. Буферні системи, їх використання в хімічному аналізі.	10	2		4		4
Тема 6. Закон дії мас і гетерогенні процеси в хімічному аналізі.	18	2		4		12
Тема 7. Колоїдні розчини в хімічному аналізі.	8	2		2		4
Тема 8. Окисно-відновні процеси в хімічному аналізі.	16	2		4		10
Тема 9. Закон дії мас та процеси комплексоутворення в хімічному аналізі.	12	2		2		8

Тема 10. Аналітичні групи катіонів за кислотно-лужною класифікацією. Характерні реакції на катіони.	56	8		20		28
Тема 11. Класифікація аніонів на аналітичні групи. Характерні реакції на аніони.	32	4		12		16
Тема 12. Аналіз невідомої індивідуальної речовини – контрольна експериментальна задача.	22	2		4		16
Разом за змістовим модулем 1	210	32		60		118
Змістовий модуль 2. Кількісний аналіз						
Тема 1. Предмет, методи кількісного аналізу.	8	2		2		4
Тема 2. Гравіметричний(ваговий) аналіз.	10	2		2		6
Тема 3. Титриметричний (об'ємний) аналіз.	32	4		4		24
Тема 4. Метод кислотно-основного титрування (метод протолітометрії).	32	4		4		24
Тема 5. Методи окиснення – відновлення (оксредметрії).	28	4		8		16
Тема 6. Методи осадження та комплексоутворення.	22	4		2		16
Тема 7. Фізико-хімічні методи аналізу.	18	4		2		12
Разом за змістовим модулем 2	150	24		24		102
Усього годин	360	56		84		220

ТЕМИ ЛАБОРАТОРНИХ ЗАНЯТЬ

Змістовий модуль 1. Якісний аналіз

1.	Правила роботи в хімічній лабораторії. Техніка безпеки. Лабораторна робота.	4 год.
2.	Закон дії мас як теоретична основа аналітичної хімії. Теорія електролітичної дисоціації. Рівновага в розчинах кислот та основ. Семінар.	4 год.
3.	Закон дії мас як теоретична основа аналітичної хімії. Процеси гідролізу в аналітичній хімії. Семінар.	4 год.
4.	Буферні розчини. Лабораторна робота.	4 год.
5.	Закон дії мас і гетерогенні процеси в хімічному аналізі. Семінар.	4 год.
6.	Вивчення реакцій на катіони I та II аналітичної групи. Лабораторна робота.	4 год.
7.	Вивчення реакцій на катіони III аналітичної групи. Лабораторна робота.	4 год.
8.	Окисно-відновні процеси в хімічному аналізі. Семінар.	4 год.
9.	Закон дії мас та процеси комплексоутворення в хімічному аналізі. Семінар.	4 год.
10.	Вивчення реакцій на катіони IV аналітичної групи. Лабораторна робота.	4 год.
11.	Вивчення реакцій на катіони V та VI аналітичної групи. Лабораторна робота.	4 год.
12.	Аналіз суміші катіонів IV - VI аналітичних груп. Лабораторна робота.	4 год.
13.	Аніони. Якісний аналіз аніонів. Лабораторна робота.	4 год.
14.	Аналіз суміші аніонів I, II та III аналітичних груп. Лабораторна робота.	4 год.
15.	Аналіз індивідуальної речовини. Лабораторна робота.	4 год.

Змістовий модуль 2. Кількісний аналіз

16.	Основні гравіметричні прилади. Аналітичні ваги (терези). Визначення вмісту заліза в сульфаті заліза (Ш). Лабораторна робота.	2 год.
17.	Способи визначення вмісту визначуваної речовини в титриметричному аналізі. Обчислення в титриметричному аналізі. Семінар.	2 год.
18.	Виготовлення робочих розчинів методу нейтралізації. Лабораторна робота.	4 год.
19.	Визначення вмісту гідрокарбонату натрію в питній соді ацидиметричним титруванням. Лабораторна робота.	2 год.
20.	Визначення вмісту оцтової кислоти. Лабораторна робота.	2 год.
21.	Методи окиснення – відновлення (оксредметрії). Семінар.	4 год.
22.	Визначення феруму(заліза) в розчині солі Мора методом перманганатометрії. Лабораторна робота.	2 год.
23.	Перманганатометричне визначення пероксиду водню. Лабораторна робота.	2 год.
24.	Йодометричне визначення йонів міді. Лабораторна робота.	2 год.
25.	Комплексонометричне визначення вмісту йонів магнію. Лабораторна робота.	2 год.

ТЕХНІКА БЕЗПЕКИ В ХІМІЧНІЙ ЛАБОРАТОРІЇ І ЗАХОДИ ДЛЯ НАДАННЯ ПЕРШОЇ МЕДИЧНОЇ ДОПОМОГИ

До практичних занять у хімічній лабораторії студенти допускаються тільки після детального інструктажу з техніки безпеки і пожежної безпеки.

Кожен працівник у лабораторії зобов'язаний знати місце розташування засобів пожежегасіння і вміти ними користуватися, знати, де знаходиться аптечка, і вміти надати першу медичну допомогу при різних травмах. У хімічній лабораторії при виконанні експериментальної роботи мають перебувати не менше двох людей.

До виконання експериментальної частини приступають лише після ретельного ознайомлення з хімічним посудом, технікою виконання дослідів, властивостями і призначенням використовуваних реагентів та розчинників, а також правилами роботи з електро- і газонагрівними приладами.

На робочому місці повинні знаходитися тільки необхідні реактиви, прилади і зошит для запису результатів роботи.

Перед використанням скляного і фарфорового посуду перевіряють його чистоту і цілісність. Забороняється працювати з посудом, що має відколи, тріщини, глибокі подряпини.

Усі операції з легкозаймистими рідинами, концентрованими кислотами і лугами, досліді з утворенням газоподібних продуктів і роботу з металічним натрієм слід проводити лише у витяжній шафі, за необхідності користуючись засобами індивідуального захисту (маскою, окулярами, протигазом, рукавичками тощо). Запах речовини в пробірці або балоні визначають, обережно направляючи пари до себе легким рухом руки. *Розведення кислот проводять доливанням кислоти до води, а не навпаки!* Зливати концентровані кислоти і луги, органічні розчинники дозволяється лише в спеціальні склянки для зливів. Не можна допускати нагрівання колб із легкозаймистими рідинами на відкритому вогні, слід уникати потрапляння води на розігріті зовнішні поверхні скляних посудин, акуратно і дбайливо поводитися з лабораторним посудом і устаткуванням.

Категорично заборонене нагрівання речовин у герметично закупорених посудинах (*небезпека вибуху!*). Щоб уникнути викиду киплячої рідини з реакційної посудини, нагрівання необхідно проводити рівномірно, заздалегідь помістивши на дно посудини 2—3 кип'ятільних камінчики (шматочки пористого неорганічного матеріалу).

Нагрівання пробірок з речовинами слід проводити при періодичному струшуванні, отвір пробірки має бути спрямований убік від себе та інших працівників.

Брати і переносити склянки з речовинами можна лише, охопивши їх збоку, а не за горловину.

Не можна залишати без догляду діючі лабораторні установки і включені прилади.

У лабораторії категорично забороняється пити воду з хімічного посуду, вживати їжу, палити. По закінченні роботи необхідно ретельно вимити і поставити сушитися посуд, розставити склянки по місцях, витерти робочу поверхню столу, закрити газові і водопровідні крани, виключити електроприлади і витягну вентиляцію.

У разі виникнення пожежної ситуації в лабораторії потрібно відключити газ, електроприлади, витягну вентиляцію і прибрати всі горючі речовини із зони вогню. Необхідно вжити термінових заходів для ліквідації вогню, використовуючи вогнегасники, пісок або азбестову ковдру. Не можна заливати полум'я водою, тому що в багатьох випадках це призводить до розширення зони пожежі. Тільки розчинні у воді речовини (спирт, ацетон та ін.) гасять водою. У разі займання одягу необхідно накинути на потерпілого халат, азбестову ковдру, що знаходиться на видному і доступному місці.

Надання лікарської допомоги потерпілому — обов'язок кожного! При наданні допомоги спочатку треба усунути причину травми: відключити електромережу, погасити полум'я, видалити з рани осколки або речовину, що викликала опік, і т. д. Необхідно створити потерпілому умови для найзручнішого положення тіла і надати першу медичну допомогу.

При порізах склом треба видалити пінцетом осколки і промити рану 3%-вим розчином водню пероксиду. Шкіру навколо порізу змазати 5%-вим розчином йоду і накласти стерильну пов'язку. При сильних кровотечах перетягну джгутом, прикріпивши записку з точно вказаним часом накладення, і направити потерпілого до лікаря.

При термічних опіках I ступеня (почервоніння) обпечені ділянки варто остудити проточною водою, а при більш великих і важких опіках до надання кваліфікованої медичної допомоги — накласти суху асептичну пов'язку. Не можна знімати з обпеченої ділянки шкіри залишки обгорілого одягу.

При опіках концентрованими кислотами уражені ділянки шкіри необхідно промивати водою протягом 10—15 хв, а потім обробити 2%-вим розчином натрію гідрокарбонату і знову промити водою.

При опіках концентрованими лугами обпечену ділянку потрібно промити великою кількістю води потім — 1%-вим розчином оцтової кислоти.

При потраплянні кислот або лугів в очі їх необхідно негайно промити водою протягом 10-15 хв, потім, у разі потрапляння кислоти,— 2%-вим розчином натрію гідрокарбонату, а при потраплянні лугу — ізотонічним розчином натрію хлориду протягом 30—60 хв. Після ретельного промивання очей потрібно звернутися до лікаря.

При опіках фенолом обпечену ділянку необхідно розтерти гліцерином До відновлення природного кольору шкіри.

При отруєннях газоподібними речовинами винести потерпілого на свіже повітря, забезпечити йому абсолютний спокій і викликати лікаря.

При ураженнях електрикою слід відключити силову електромережу і, користуючись дерев'яними чи пластмасовими предметами, звільнити потерпілого від контакту з електропроводкою. Необхідно забезпечити потерпілому повний спокій і привести його до притомності. У разі зупинки дихання або серцебиття необхідно провести штучне дихання, непрямий масаж серця і не припиняти ці операції до повного відновлення функцій або до прибуття медичних працівників.

ЗАНЯТТЯ № 1

ПРАВИЛА РОБОТИ В ХІМІЧНІЙ ЛАБОРАТОРІЇ. ХІМІЧНИЙ ПОСУД

Хімічний аналіз можна проводити тільки в лабораторії з певним устаткуванням. Хімічна лабораторія повинна бути просторою, обладнаною спеціальними меблями і витяжною шафою, контрольно-вимірювальними приладами. Хімічний аналіз можна виконувати тільки після доброї обізнаності з технікою безпеки у хімічній лабораторії.

1. Перед початком лабораторної роботи потрібно уважно перечитати розділ інструкції з техніки безпеки.

2. Дослід потрібно виконувати з такими кількостями речовин, в такому посуді, на тих приладах і в тих умовах, як це зазначено у відповідних методичних інструкціях.

3. Забороняється виконувати досліди в брудному посуді.

4. Всі операції з отруйними газами і парою потрібно проводити у витяжній шафі.

5. Не можна пробувати на смак будь-які речовини, а також пити з хімічного посуду. З усіма речовинами в лабораторії потрібно поводитися як з отруйними.

6. Забороняється проводити на робочих столах роботи, пов'язані з виділенням летких речовин.

7. Дослід слід виконувати стоячи.

8. При виникненні будь-якої неясності, роботу слід припинити і звернутися за роз'ясненням до викладача.

9. Не дозволяється включати і виключати без дозволу викладача рубильники та інші електричні вимикачі.

10. Заборонено працювати в лабораторії одному. Обов'язкова присутність другої особи потрібна для надання працюючому допомоги при нещасному випадку, пожежі тощо.

11. Концентровані хлоридну (соляну) і нітратну (азотну) кислоти, а також концентрований розчин амоніаку потрібно розливати у витяжній шафі.

12. При розведенні концентрованої сульфатної (сірчаної) кислоти потрібно вливати кислоту у воду, а не навпаки, щоб уникнути розбрикування.

13. При роботі з бромом виконувати досліди у витяжній шафі, не вдихати пари бромової води, берегти очі від парів бромової води.

14. Заборонено знаходитися в лабораторії в пальто. Працювати необхідно в халаті, мати з собою рушник і мило.

15. Після закінчення роботи потрібно впорядкувати своє робоче місце.

ХІМІЧНІ РЕАКТИВИ. КОРИСТУВАННЯ НИМИ

Робота в хімічній лабораторії пов'язана з використанням різних хімічних речовин - реактивів.

До реактивів, що широко використовуються в лабораторії, належать: кислоти, луги, солі неорганічних та органічних кислот, індикатори. Чистота реактивів має першорядне значення для правильності результатів аналізу. Всі реактиви, які застосовуються в аналізі, спочатку очищають від домішок сторонніх речовин перекристалізацією, перегонкою та за допомогою інших хімічних і фізичних операцій. Хімічні реактиви, якими користуються в лабораторії, містять певну кількість сторонніх речовин. Сортність реактиву зазначають на етикетці склянки. За ступенем чистоти реактиви поділяються на хімічно чисті (х.ч.), чисті для аналізу (ч.д.а.), чисті (ч.). Для кожного класу чистоти допускається певний вміст домішок, який зазначається на етикетці реактиву. Технічні реактиви не можна застосовувати для хімічного аналізу.

Реактиви потрібно зберігати в склянках, закритих пробками. Бутлі з кислотами зберігають і транспортують у плетених кошиках. Тверді реактиви з банок найкраще брати спеціальним шпателем. Реактиви, які під дією повітря та вологи псуються, повинні бути герметично закриті. Склянки з концентрованими кислотами не можна закривати гумовою пробкою, тому, що пара кислот руйнує її, а кислоти при цьому забруднюються. Реактиви, які змінюються під дією світла, зберігаються в банках з темного скла.

На кожній склянці обов'язково повинна бути етикетка з написом хімічної назви реактиву, його формули та концентрації. Наливаючи розчин із склянки, її тримають так, щоб етикетка на ній була зверху. Не можна реактивні склянки залишати відкритими. Не можна пробками з однієї склянки закривати іншу. Це забруднює реактиви і може бути причиною помилок в аналізі.

ХІМІЧНИЙ ПОСУД. КОРИСТУВАННЯ НИМ

Для виконання дослідів користуються хімічним посудом і приладами. Для проведення хімічних реакцій використовують звичайно тонкостінний хімічно стійкий або рідше фарфоровий посуд. В окремих випадках користуються також посудом з кварцового скла, графіту, пластмас і деяких металів (платини, золота, танталу). Найбільш вживаним хімічним посудом з тонкостінного скла є скляні пробірки, хімічні стакани з носиком і без носика, плоскодонні колби, конічні колби, круглодонні колби, реторти з тубусами і без тубусів.

ПРОБІРКИ. Звичайні лабораторні пробірки мають об'єм 15 - 20 мл. Реактиви в пробірку наливають невеликими порціями по 0,5 - 2 мл. Злиті в пробірку розчини перемішують легким струшуванням нижньої частини пробірки. Для нагрівання рідини пробірку тримають держаками в нахиленому положенні і нагрівають у полум'ї пальника тільки ту її частішу, яка заповнена рідиною. Для рівномірного нагрівання слід пробірку з рідиною струшувати. Можливість викидання рідини з пробірки не виключена і при правильному нагріванні, тому необхідно тримати її в такому положенні, коли викинута через отвір пробірки рідина не попадає на працюючого або його сусіда. Випарювання в пробірках не проводять. У сухих пробірках проводять також реакції з сухими речовинами.

КОЛБИ І СТАКАНИ. В колбах і стаканах досліди проводять з порівняно великими кількостями реагуючих речовин.

Хімічні стакани - це скляний або фарфоровий посуд різної місткості - 50, 100, 150, 300, 500, 750, 1000 мл. Хімічні стакани використовують головним чином для розчинення аналітичних проб, збирання фільтрату, осаджування речовин з розчинів та випарювання.

Колби - це найбільш поширений хімічний посуд, який широко використовується при хімічному аналізі, особливо колби місткістю на 50, 100, 250 мл і рідше 500 і 1000 мл. Колби бувають плоскодонні, круглодонні, конічні.

Конічні колби більш стійкі і краще витримують нагрівання. Вони використовуються під час фільтрування, для збирання і упарювання фільтратів, для титрування розчинів в об'ємному аналізі.

У плоскодонних колбах тримають і нагрівають розчини. Під час нагрівання стакани і плоскодонні колби ставлять на азбестові сітки, покладені на триніжок або на закріплене в штативі кільце, а полум'я

пальника підводять під сітку так, щоб стінки посуду вище рідини не перегрівалися.

Круглодонні колби можна нагрівати як на голому полум'ї, так і через азбестові сітки.

ФАРФОРОВІ ЧАШКИ І ТИГЛІ. Фарфорові чашки і тиглі використовують для випарювання розчинів і просушування твердих порошкоподібних речовин. Широка відкрита поверхня чашки забезпечує легке й швидке випаровування рідини. Для випаровування чашку ставлять на водяну або піщану баню. У фарфорових чашках також просушують та прожарюють до температури 300 - 350⁰С порошкоподібні речовини. Але краще нагрівання проводити в закритих нагрівальних приладах, які забезпечують рівномірне нагрівання всієї чашки. Такими приладами є сушильні шафи, електричні печі різних типів тощо.

Фарфорові тиглі використовують для прожарювання речовин до 1000 - 1100 С. Тигель з речовиною ставлять на фарфоровий або кварцовий трикутник, який кладуть на закріплене в штативі кільце трикутника. Полум'я пальника не повинно давати кіптяви. Для охолодження тигель ставлять тільки в ексікатор на 15-20 хв. Розжарений тигель не можна ставити на стіл і охолоджувати водою.

У лабораторії аналітичної хімії широко використовують посуд із товстостінного скла: лійки, ділильні та крапельні лійки.

Лійки звичайні використовують для переливання рідини в іншу посудину, а також для їх фільтрування. Ділильні чи крапельні лійки використовують для відливання та відокремлення рідин, що відстоялися і розділилися на два шари, спочатку зливають рідину нижнього шару в одну посудину, а потім рідину верхнього шару - в іншу. Повертаючи кран, регулюють швидкість витікання рідини з лійки.

СТУПКИ І БЮКСИ. Ступки фарфорові, скляні, агатові та інші використовують для подрібнення і розтирання твердих речовин. Для кращого і швидкого подрібнення речовину беруть невеликими порціями.

Бюкси. Це стаканчики з пришліфованими кришками. Їх використовують для зважування легких речовин або тих, що добре вбирають вологу і вуглекислий газ.

МІРНИЙ ПОСУД

В аналітичних роботах для вимірювання об'ємів рідин використовують мірний посуд: мірні циліндри, мензурки, піпетки, колби, бюретки.

Мірні циліндри і мензурки - товстостінні скляні посудини циліндричної форми, калібровані поділки яких показують об'єм в мілілітрах. Їх використовують для вимірювання об'ємів рідин з точністю, що не перебільшує 0,2-0,3 ціни поділки. Об'єм рідини, наливої в мірний циліндр або мензурку, відлічують, тримаючи око на рівні найбільш низької точки меніска, при цьому циліндр або мензурку ставлять на горизонтальну поверхню. Мірні циліндри і мензурки не можна нагрівати. Від нагрівання вони розтріскуються.

Піпетки - розширений скляний резервуар, який з двох протилежних боків переходить у вузькі трубки. Нижня трубка закінчується капіляром. Верхня трубка циліндрична і має кільцеву риску, до якої необхідно заповнювати піпетку рідиною до взяття повного об'єму, який зазначений на штампі, нанесеному на верхній трубці чи розширенні піпетки.

Для всмоктування рідини в піпетку краще користуватися спеціальними гумовими грушами. Перед тим, як набрати в піпетку порцію реактиву, потрібно прополоскати її цим розчином для видалення води, якою змочені стінки піпетки. Для цього в піпетку втягують трохи розчину, об'єм якого потрібно відміряти, нахиляють її горизонтально і, покручуючи, змивають розчином воду зі стінок. Цю порцію розчину виливають з піпетки у зливний посуд або в раковину.

Для вимірювання невеликих змінних об'ємів рідини іноді користуються градуйованими піпетками, один кінець яких закінчується короткою відтягнутою вузькою трубкою, через яку всмоктується рідина, а другий - відтягнутим капіляром, через який втягується або виливається потрібний об'єм рідини,

Мірні колби використовують для вимірювання значних постійних об'ємів і для виготовлення в них розчинів заданої концентрації. Найбільш уживані мірні колби місткістю 25, 50, 100, 200, 250, 500 і 1000 мл. Мірні колби можуть бути з пришліфованими скляними пробками.

Для наповнення колби спочатку рідину наливають через лійку нижче від риски на шийці, а потім піпеткою доводять рівень рідини до риски, тримаючи колбу на рівні очей. Щоб шийка колби була у вертикальному положенні, колбу ставлять на горизонтальну

поверхню стола. Нагрівання мірних колб з метою розчинення речовин не допускається, бо колби при цьому змінюють свій об'єм і стають непридатними для дальшого використання.

Бюретки являють собою вузькі довгі циліндричні скляні трубки, які з одного кінця (знизу) закінчуються коротким звуженням, на яке натягнута трубка із затискачем. У другий кінець цієї трубки вставлена коротка скляна трубка з витягнутим капіляром. Відповідним стискуванням пальцями затискача або гумової трубки у місці скляної кульки рідину випускають з бюретки. Швидкість витікання рідини з бюретки залежить від діаметру її капіляра.

Бюретки градуйовані довгими рисками (мілілітри), які нумеровані числами, що показують об'єм у мілілітрах від рівня верхньої (нульової) до нижньої довгої риски над рівнем рідини. Десяті частки не нумеровані і їх відлічують від останньої довгої риски над рідиною, до рівня рідини в бюретці, який встановлюють за положенням увігнутості меніска рідини. Для цього на меніск потрібно дивитися так, щоб око було на рівні дотичної до меніска увігнутості. Точність таких вимірів оцінюється в межах відхилень 0.01 - 0,02мл. Тому у записах об'ємів, визначених за допомогою бюретки, зазначають соті частки мілілітра.

Під час роботи бюретку закріплюють за допомогою держаків і між внутрішньою поверхнею держаків і бюреткою ставлять м'які прокладки, щоб затискуванням держаків не поламати бюретку. Закріплена в штативі бюретка повинна бути у вертикальному положенні.

Перед наповненням розчином реактиву бюретку знімають із штатива, наливають 5-10 мл розчину реактиву, нахиляють її і прополіскують ним стінки. Потім випускають розчин через капіляр у зливний посуд або раковину і знову закріплюють бюретку в штативі. Після цього вставляють у верхній отвір бюретки лійку і наливають розчин реактиву на 3 -5 см вище від нульової риски. Знявши лійку, піднімають кінчик капіляра вгору і стискуванням затискача заповнюють розчином гумову трубку і капіляр. Далі скапуванням розчину через капіляр встановлюють рівень його так, щоб нульова риска бюретки стала дотичною до увігнутості меніска розчину. Виливають рідину з бюретки повільно, щоб вона встигла стекти по її стінках.

ПІДГОТОВКА І ОЧИЩЕННЯ ПОСУДУ

Під час хімічного аналізу можна користуватися тільки чистим посудом, оскільки від цього залежить не лише чистота реагуючих речовин, а й точність аналізу. На забруднених стінках посуду після виливання з нього розчину залишається значна кількість крапель розчину. Якщо стінки посуду забруднені, меніск рідини невиразний і змінює, свою форму, а це не дає можливості точно встановити рівень рідини і правильно провести відлік об'ємів.

Перед використанням посуду спочатку промивають звичайною водою, потім ополіскують кілька разів малими порціями дистильованої води. Якщо при цьому стінки посуду не стають чистими, то їх очищають механічним і хімічним способами.

Під час миття посуду хімічним способом потрібно бути дуже обережним. Хімічний посуд не витирають з середини, а лише ззовні.

НАГРІВАЛЬНІ ПРИЛАДИ

СПИРТОВІ ПАЛЬНИКИ. Найбільш простими і зручними для нагрівання невеликим полум'ям є спиртові пальники (спиртівки), у яких використовують як пальне спирт. Спиртівка складається з металевого або скляного балончика з невисокою шийкою зверху, в отвір якої вставлено металевий держак. Металевий держак складається з трубки, закріпленої в середині диска, діаметр якого трошки менший зовнішнього пришліфованого верхнього краю шийки балончика. У трубку металевого держака закріплюють гніт (з азбесту, ниток) і вставляють крізь шийку в балончик. Між диском і поверхнею шийки не повинно бути зазору. Підтягуванням або опусканням гнота регулюють розмір полум'я спиртівки. Шийку балончика спиртівки закривають пришліфованим ковпачком. Для того, щоб запалити спиртівку, ковпачок знімають і підносять запалений сірник до гнота. Для гасіння спиртівки надівають ковпачок. Не можна задувати полум'я спиртівки, тому що при цьому може спалахнути спирт у спиртівці. Під час горіння спиртівку не можна піднімати або якимось іншим чином зміщувати держак гнота.

ФІЛЬТРУВАННЯ

Для відокремлення від розчину нерозчинних домішок його фільтрують крізь дрібнопористий матеріал, який затримує нерозчинні частки. Найчастіше фільтрують крізь фільтри, які виготовляють з фільтрувального паперу. Для цього вирізують квадратик з паперу, складають його вдвоє, а потім ще раз вдвоє. Складений вчетверо квадрат обрізують по дузі кола так, щоб утворився сектор. Потім відхиляють один шар паперу у секторі і отримують конус, який вставляють у лійку так, щоб він усією поверхнею щільно прилягав до стінок лійки. Розмір фільтра потрібно вибирати такий, щоб вставлений у лійку фільтр своїм верхнім краєм був нижче від верхнього краю лійки не менше ніж на 0,5 см.

Для фільтрування осадів у гравіметричному аналізі використовують безпопельні фільтри. Безпопельні фільтри бувають різного діаметру (від 5 до 15 см). На кожній пачці зазначено масу попелу одного фільтра, яка не перевищує 0,1 мг. За розміром пор безпопельні фільтри поділяють на три види: найщільніші фільтри (позначені синьою смугою), фільтри проміжної щільності (білою смугою), найменш щільні (червоною). Фільтри з синьою смугою використовують для фільтрування дрібнокристалічних осадів (BaSO_4). Для фільтрування аморфних осадів користуються фільтрами з червоною смугою.

Розчин з осадом наливають на фільтр по скляній паличці, яку тримають похило. Кінець скляної палички опускають до дна фільтра, але він не повинен торкатися його стінок. Під час зливання рідини на фільтр верхнім краєм пробірки або носиком стакана чи чашки можна доторкатися до скляної палички. Нахиленням посуду відливають стільки розчину, щоб він заповнив фільтр не вище, як на 1 см від верхнього краю. Розчин, який відфільтровується і стікає з лійки, називається фільтратом. Щоб не було втрат фільтрату від розривання, лійку закріплюють у такому положенні, щоб її носик торкався стінки посудини, в яку збирають фільтрат.

Після фільтрування на фільтрі залишається осад, змочений розчином, в якому може міститися небажана в осаді значна кількість розчинених речовин. Щоб позбавитися від них осад промивають дистильованою водою. Для промивання осаду користуються промивалками, що являють собою колби, герметично закриті пробкою, в яку вставлені дві відповідно зігнуті скляні трубки. Якщо вдувати ротом повітря через коротку скляну трубку, то через

опущену до дна колби довшу трубку виливається вода. Струмок води не можна направляти на осад, що міститься на фільтрі, бо це призведе до розбризкування осаду. Воду зливають або по скляній паличці, або краще направляють її струмок на верхній не зайнятий осадом край фільтра, змиваючи фільтр по колу.

Під час фільтрування осад часто забиває пори фільтра і це може значно уповільнити фільтрування. Щоб запобігти цьому, збовтаному у воді осаду дають спочатку відстоятися, а потім розчин над осадом обережно зливають на фільтр.

Якщо осад після фільтрування не використовують, то фільтрування можна проводити за допомогою складчастого фільтра. Воно відбувається набагато швидше, ніж через гладкий фільтр. Складчастий фільтр виготовляють з гладкого фільтра: розривають гладкий фільтр і перегинають його сектор послідовно то в один то в другий бік у вигляді гармошки, розправивши яку, отримують складчастий фільтр.

Для фільтрування осаду, який переводять у вагову форму висушуванням, користуються скляними тиглями або лійками з пористим дном. Пористі пластинки виготовляють спікаючи скляний порошок. Фільтрування через такі тиглі і лійки проводять під вакуумом. Відфільтрований і промитий осад можна в такому тиглі висушувати при температурі до 180⁰С.

СУШІННЯ ТВЕРДИХ РЕЧОВИН І ГАЗІВ

Важливою операцією хімічного аналізу після фільтрування є сушіння осаду. Крім того часто в лабораторії виникає необхідність висушити кристалічні та аморфні речовини, змочені рідиною, або очистити гази від різних домішок. Ось чому для оволодіння технікою виконання хімічного аналізу необхідно знати прийоми сушіння твердих речовин та газів.

Тверді речовини сушать різними способами. Негігроскопічні кристалічні речовини, змочені рідиною, можна сушити за допомогою фільтрувального паперу: речовину насипають на один аркуш паперу, накривають другим і частим притисканням долоні вбирають папером вологу. Віджаті кристали насипають тонким шаром на сухий аркуш фільтрувального паперу, який кладуть на чисте скло, прикривають таким же аркушем і залишають сохнути. Іноді після сушіння на повітрі речовину ще витримують кілька годин у сушильній шафі при температурі 25 – 40⁰ С .

Речовини, які не змінюють свого складу при нагріванні, сушать в сушильній шафі при температурі 100-110⁰С або при легкому нагріванні в полум'ї пальника і помішуванні склянкою паличкою у фарфоровій чашці. Для сушіння краще брати невелику порцію речовини, поклавши її тонким шаром у фарфоровій чашці або на годинниковому склі.

Висушену речовину зберігають у герметично закритій банці або в бюксі, які поміщають у посудину з товстостінного скла - ексикатор. У нижню частину ексикатора кладуть речовину, яка добре вбирає вологу (безводний хлорид кальцію або концентровану сірчану кислоту). На верхній виступ нижньої частини ексикатора кладуть фарфоровий круг з отворами, на який ставлять посудину з сухою речовиною. Відкривають ексикатор не підняттям кришки вгору, а зміщенням її вбік по шліфу. Іноді ексикатор має вивідну трубку з краником. Відкачуванням повітря через вивідну трубку в ексикаторі одержують вакуум, що дає можливість прискорювати процес сушіння речовини.

У всіх випадках для встановлення вмісту вологи користуються зважуванням.

Скляний і фарфоровий посуд (пробірки, стакани, колби та інше) сушать у сушильній шафі. Сушильні шафи нагрівають газовими пальниками або електричним струмом.

Для сушіння газів, а також вбирання небажаних домішок (NH_3 ; CO_2) з них, гази пропускають крізь відповідні вбирачі (CaCl_2 , NaOH), вміщені в промивні склянки, осушувальні колонки або хлоркальцієві трубки різних конструкцій.

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

Дослід 1. Відбір точного об'єму рідини простою піпеткою(піпеткою Мора)

Для відбору піпеткою точного об'єму води із стаканчика її занурюють кінцем у воду. Через верхній кінець ротом або резиновою грушею обережно засмоктують воду так, щоб її рівень був вище кільцевої риски піпетки. Потім верхній кінець піпетки закривають вказівним пальцем і виймають піпетку із води. Піднімають її так, щоб кільцева риска була на рівні ока і трохи відкривши отвір піпетки дають воді по краплині стікати в посудину, поки її рівень не співпаде з рискою.

Нижній кінець заповненої піпетки вносять в пустий стакан, куди переносять вимірювальну рідину. Злегка, відкривши верхній отвір піпетки, воду виливають в посуд. При цьому піпетку тримають вертикально. Коли вся рідина стече, кінчиком піпетки торкаються до внутрішньої стінки посуду. Ні в якому разі не можна видувати останні краплі рідини з піпетки. Перед тим, як набрати в піпетку порцію розчину реактиву. Потрібно прополоскати її тим розчином, яким будуть наповнювати піпетку.

Дослід 2. Вимірювання об'єму рідини бюреткою

Бюретку закріплюють у вертикальному положенні в штативі за допомогою металевої лапки. Через лійку бюретку заповнюють розчином вище нульової позначки. Також заповнюють гумову трубку, слідкуючи, щоб в ній не залишилось повітря. Після цього обов'язково забирають лійку і випускають розчин до тих пір, поки нижній меніск його встановиться на нульовій позначці. Потім випускають із бюретки невеликий об'єм води і визначають його по зміні положення меніска. Відлік об'єму роблять з точністю до 0,01мл. Для цього на меніск потрібно дивитись так, щоб око було на рівні рідини, інакше відлік буде неточний. Для кращого відліку позаду бюретки ставлять білий папір (екран), завдяки якому голубувато-зелений меніск добре видно.

При титруванні потрібно виконувати наступні правила:

1) кожне титрування починають з нульової поділки шкали, так як при цьому краще всього компенсуються похибки калібрування бюретки;

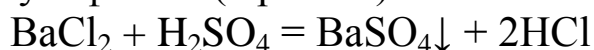
2) виливають розчин із бюретки не дуже скоро (3-4 краплі в сек.), інакше він буде невчасно стікати зі стінок і відлік буде невірним;

3) об'єм розчину, що використовується на титрування, не повинен перевищувати ємності однієї бюретки. Повторне її наповнення розчином і відлік об'єму сильно знижує точність відліку. Після роботи бюретку промивають водою.

Дослід 3. Осадження

Осадження - одна із важливих операцій гравіметричного аналізу.

Мета - перевести частину взятої для аналізу речовини в малорозчинну сполуку. Так, барій в сполуці барію визначають в формі сульфату барію, який осаджують з водяного розчину хлориду барію додаванням сульфатної (сірчаної) кислоти:



Піпеткою відмірюють 1мл розчину хлориду барію і переносять його в пробірку. Другою чистою сухою піпеткою відмірюють 1,5 - 2мл розчину сірчаної кислоти. Осадження ведуть, приливаючи розчин сірчаної кислоти в пробірку з хлоридом барію при постійному перемішуванні скляною паличкою. Повноту осадження перевіряють після відстоювання осаду і утворення над ним прозорого розчину. До нього обережно додають кілька крапель розчину осаджувача (сульфатної кислоти) - відсутність помутніння вказує на повноту осадження.

Дослід 4. Фільтрування осаду сульфату барію

Мета - відокремлення осаду від розчину, з якого він випав (маточний розчин).

Перед початком фільтрування вибирають фільтр необхідної щільності і розміру. Для фільтрування підбирають скляну лійку з кутом 60 і такого розміру, щоб фільтр не доходив до верхнього краю лійки на 5-10 мм.

Круглий фільтр згинають по діаметру, потім ще раз складають вдвоє. Фільтр розкривають, вкладають у лійку, розправляють і змочують дистильованою водою, щоб фільтр щільно прилягав до лійки. Між склом і папером не повинно бути повітря.

Лійку з фільтром закріплюють у штативі і підставляють під стакан для збирання фільтрату. Фільтрування осаду $BaSO_4$ проводять декантацією. Відстоюну рідину з осаду обережно зливають, намагаючись не скаламутити осад, щоб пори фільтру якомога довше не забивалися твердими частками і фільтрування проходило швидше.

Рідину наливають на фільтр тільки по скляній паличці, яку тримають похило. Кінець палички опускають до дна фільтра, але він не повинен торкатися його стінок. Не можна наповнювати фільтр рідиною до самого краю - рівень її повинен бути нижче краю паперу на 2-3 мм.

Фільтрування декантацією проводять до тих пір, поки можна зливати рідину з осаду. Після повної декантації починають промивати осад, що залишився в стакані.

Дослід 5. Промивання осаду сульфату барію

В пробірку з осадом доливають 4-5 мл води, перемішують осад, дають йому відстоятися і знову декантують. Декантацію проводять 2-3 рази і, нарешті, зливають на фільтр воду разом з осадом. Пробірку прополіскують 2-3 рази малими порціями води і зливають на фільтр.

Потім промивають скляну паличку, по якій зливали осад, при цьому не допускають втрат частин осаду - він повинен бути перенесений на фільтр кількісно.

Фільтрацію продовжують до тих пір, поки з носика лійки не перестануть стікати краплі води. Після цього приступають до заключного промивання осаду. Струменем із промивалки ополіскують верхній край фільтру, змиваючи осад в нижню його частину. В кінці роблять пробу на повноту промивання, тобто на повноту відсутності в рідині відмивної речовини - до декілька крапель води, стікаючих з лійки, додають краплю розчину хлориду барію. Відсутність помутніння вказує на повну промивання осаду.

Питання для контролю й самоперевірки

1. Об'єкт, предмет, завдання та методи аналітичної хімії.
2. Методологічні особливості аналітичної хімії.
3. Становлення аналітичної хімії в Україні.
4. Досягнення аналітичної хімії.
5. Поняття про стандарти.
6. Класифікація методів аналітичної хімії.
7. Основні тенденції розвитку аналітичної хімії.
8. Значення аналітичної хімії.
9. Дати визначення атома та атомних частинок (йон, катіон). Навести приклади катіонів.
10. Вказати, що лежить у основі поділу катіонів на аналітичні групи.
11. Назвати катіони та групові реактиви кожної аналітичної групи катіонів за кислотно-лужною класифікацією катіонів.
12. Охарактеризувати катіони кожної аналітичної групи.
13. Охарактеризувати умови дії групових реактивів на катіони.
14. Назвати катіони відновники.
15. Назвати катіони - окисники.
16. Написати формули і назвати солі, у складі яких є: а) катіони першої аналітичної групи; б) катіони другої аналітичної групи; в) катіони третьої аналітичної групи.
17. Назвати марки реактивів.
18. Навести схему аналізу фізичних і хіміко-аналітичних властивостей речовини.

ЗАНЯТТЯ № 2

Закон дії мас як теоретична основа аналітичної хімії. Теорія електролітичної дисоціації. Рівновага в розчинах кислот та основ

Питання для контролю й самоперевірки

1. Основні положення теорії електролітичної дисоціації.
2. Закон дії мас та його математичний запис.
3. Ступінь дисоціації, його значення.
4. Константа дисоціації (кислоти, основи), її значення.
5. Основні положення теорії сильних електролітів.
6. Активність йона.
7. Йонна сила розчину.
8. Значення теорії електролітичної дисоціації і теорії сильних електролітів для аналітичної хімії.
9. рН і рОН розчину та методи визначення.
10. Йонний добуток води і його значення.
11. рН і рОН розчину сильної кислоти та сильної основи.
12. рН і рОН розчину слабкої кислоти та слабкої основи.

ЗАНЯТТЯ № 3

Закон дії мас як теоретична основа аналітичної хімії. Процеси гідролізу в аналітичній хімії

Питання для контролю й самоперевірки

1. Гідроліз з позиції теорії електролітичної дисоціації.
2. Типи гідролізу солей.
3. Ступінь гідролізу.
4. Константа гідролізу.
5. Фактори, які впливають на гідроліз.
6. Шляхи посилення гідролізу.
7. Шляхи послаблення гідролізу.
8. Використання гідролізу в якісному аналізі.
9. Амфотерні гідроксиди.
10. Значення явища амфотерності в якісному аналізі.
11. Концентрація йонів водню та гідроксид йонів розчинів солей, що гідролізують.

ЗАНЯТТЯ № 4

Буферні розчини

Важливою кількісною характеристикою розчинів, являється активність йонів водню (a_{H^+}) (гідрогену), а для розбавлених розчинів – їх рівноважна концентрація.

Відомо, що вода дисоціює на йони водню (гідрогену) і гідроксильні йони в дуже незначній мірі:



При температурі 22⁰С в чистій дистильованій воді концентрація йонів водню дорівнює концентрації гідроксильних йонів:

$$[H^+] = [OH^-] = 10^{-7} \text{ моль/л}$$

Вода являється слабким електролітом і до рівняння (1) можна застосувати закон дії мас:

$$K_{H_2O} = \frac{[H^+][OH^-]}{[H_2O]}$$

Змінимо вираз константи хімічної рівноваги:

$$[H_2O] \cdot K_{H_2O} = [H^+] \cdot [OH^-] \quad (2)$$

При даній температурі H_2O і K_{H_2O} - сталі величини.

Отже ліву частину рівняння (2) як добуток двох сталих можна замінити константою J_{H_2O} . Тоді вираз (2) набуде вигляду:

$$J_{H_2O} = [H^+] \cdot [OH^-] \quad (3)$$

При температурі 22⁰С: $J_{H_2O} = [H^+] \cdot [OH^-] = 10^{-14}$

Отриманий вираз (3) слід розуміти так: як би не змінювалась концентрації H^+ і OH^- - йонів в воді чи розбавленому водному розчині, їх добуток залишається величиною сталою, що дорівнює 10^{-14} при 22⁰С і називається йонним добутком води. Зміна температури призводить до зміни J_{H_2O} .

Кислотність і лужність розчину можна кількісно охарактеризувати концентрацією H^+ - йонів:

Якщо $[H^+] = [OH^-] = 10^{-7}$ моль/л – середовище нейтральне,

$[H^+] > [OH^-]$ - середовище кисле,

$[H^+] < [OH^-]$ - середовище лужне.

На практиці частіше всього середовище розчину характеризують не концентрацією H^+ і OH^- - йонів, а водневим (рН) або гідроксильним (рОН) показником. Він являє собою від'ємний десятковий логарифм відповідно концентрації йонів водню, або гідроксил – йонів:

$$pH = - \lg [H^+]$$

$$pOH = - \lg [OH^-]$$

$$pH + pOH = 14$$

якщо $pH = 7$ середовище нейтральне;

$pH < 7$ середовище кисле;

$pH > 7$ середовище лужне.

Наприклад : концентрація йонів водню $[H^+] = 1,36 \cdot 10^{-8}$ моль/л.
знайти pH розчину.

$$pH = - \lg 1,36 \cdot 10^{-8} = -(\lg 1,36 + \lg 10^{-8}) = -(0,13 - 8) = 7,87.$$

Водневі йони впливають на фізіологічні і біохімічні процеси, на перебіг хімічних реакцій.

В природі, практиці існують буферні розчини, які перешкоджають зміні величини pH .

Буферні розчини – це такі розчини, pH яких не змінюється при розведенні цих розчинів водою або при додаванні до них невеликої кількості сильної кислоти або лугу.

Ця властивість буферних розчинів обумовлюється тим, що компоненти буферного розчину зв'язують H^+ - іони сильної кислоти або OH^- - іони лугу в малодисоційовані сполуки.

Буферні розчини складаються із суміші розчинів:

а) слабкої кислоти і солі, утвореної цією кислотою і сильною основою, наприклад, оцтової кислоти і оцтовокислого натрію



б) слабкої основи і солі, утвореної цією основою і сильною кислотою, наприклад, гідроксиду амонію і хлориду амонію



в) солей $Na_2HPO_4 + NaH_2PO_4$ - фосфатний буферний розчин.

В хімії найбільш частіше використовують буферні розчини з pH 3,7 – 9,3.

Назва буферного розчину	Склад буферного розчину	pH
Форміатний	0,1 н розчин мурашиної кислоти + 0,1 н розчин форміату натрію (1:1)	3,7
Ацетатний	0,1 н розчин оцтової кислоти + 0,1 н розчин ацетату натрію (1:1)	4,7
Фосфатний	0,1 н розчин гідрофосфату натрію + 0,1 н розчин дигідрофосфату (1:1)	6,8
Амонійний	0,1 н розчин гідроксиду амонію + 0,1 н розчин хлориду амонію (1:1)	9,3

Концентрацією йонів H^+ в буферній суміші, що складається із слабкої кислоти і її солі, знаходять по формулі:

$$[H^+] = K_{\text{кисл.}} \cdot c_{\text{кисл.}}/c_{\text{солі}} \quad (4)$$

де $K_{\text{кисл}}$ – константа дисоціації кислоти, що утворює буферний розчин; $c_{\text{кисл}}$ і $c_{\text{солі}}$ – концентрація кислоти і солі, що утворює буферний розчин.

Після логарифмування вираз (4) буде мати вигляд:

$$-\lg[H^+] = -\lg K_{\text{кисл}} - \lg (c_{\text{кисл.}}/c_{\text{солі}}) \quad (5)$$

В цьому рівнянні $-\lg[H^+] = \text{pH}$ (водневий показник),

$$-\lg K_{\text{кисл}} = \text{p}K_{\text{кисл}} \text{ (силовий показник кислоти).}$$

Після підстановки pH і pK в рівняння (5) отримуємо кінцевий вираз:

$$\text{pH} = \text{p}K_{\text{кисл}} - \lg (c_{\text{кисл.}}/c_{\text{солі}}) \quad (6)$$

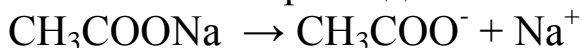
Таким чином, pH буферного розчину, що складається із слабкої кислоти і її солі, дорівнює різниці між силовим показником кислоти (табличне значення) і логарифмом відношення концентрацій кислоти і солі, що складають буферну суміш.

pH буферної суміші, що складається з слабкої основи і її солі, розраховують по формулі:

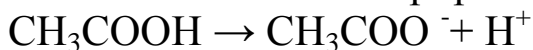
$$\text{pH} = 14 - \text{p}K_{\text{осн}} + \lg(c_{\text{осн.}}/c_{\text{солі}}) \quad (7)$$

Механізм буферної дії. Розглянемо його на прикладі ацетатного буферного розчину 0,1 М CH_3COOH + 0,1 М CH_3COONa .

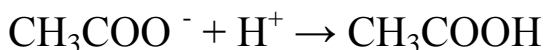
Ацетат натрію – сильний електроліт, в розбавленому водному розчині він повністю розпадається на йони:



Ступінь дисоціації оцтової кислоти незначний. В розчині оцтова кислота лише в незначній мірі розпадається на йони:

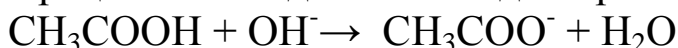


При додаванні невеликих об'ємів сильної кислоти ацетат – іони солі зв'язують йони H^+ кислоти в малодисоційовані молекули оцтової кислоти:



pH буферного розчину при цьому практично не змінюється.

Додавання лугу також не приводить до суттєвої зміни концентрації йонів водню в наслідок протікання реакції:



Здавалося би, що pH буферної суміші повинен змінюватися в процесі розбавлення буферної суміші водою. Але в розбавленому розчині зростає ступінь дисоціації молекул оцтової кислоти. За рахунок розбавлення водою концентрація H^+ - іонів в одиниці об'ємі з одного боку зменшується, а з іншого – збільшується за рахунок посилення дисоціації молекули оцтової кислоти. Тому pH залишається практично без змін при розбавленні буферного розчину водою.

Буферні розчини характеризуються буферною ємністю, тобто здатність протидіяти зміні величині pH при додаванні до них кислот або лугу.

Буферна ємність – кількість молів кислоти або лугу, яку необхідно додати до 1л буферного розчину, щоб змінити pH його на одиницю.

Чим вища концентрація розчинів, що складають буферну суміш, тим вища буферна ємність. Максимальна буферна ємність спостерігається у тих розчинах, які мають рівні концентрації слабкої кислоти і її солі, або слабкої основи і її солі, або кислоти і середньої солі.

Буферною ємністю володіють ґрунтові розчини, фізіологічні розчини.

Значення буферних розчинів.

Буферні розчини знаходять широке застосування у хімічному аналізі, експерименті, в хімічних процесах різних виробництв (при переробці молочних продуктів, плодів, овочів, при дубленні шкіри, при випіканні хліба, пивоварінні та ін.)

Зміною рН середовища користуються при вирішенні екологічних питань: очищення питної і промислової води, утилізації промислових відходів, газових викидів та ін.

В живій і неживій природі в процесі обміну речовин утворюються великі надлишкові кількості кислих і лужних продуктів обміну. При цьому постійність рН середовища забезпечується, насамперед, наявністю в ньому буферних систем. Так, буферні розчини підтримують постійний рН крові, лімфи і інших фізіологічних розчинів. За рахунок буферних розчинів підтримуються різні значення рН в різних частинах одного і того ж організму. Так, наприклад рН крові людини рівна 7.4; рН шлункового соку - 2, слини - 7, жовчі - 8.

Більшість ферментів функціонують також тільки у вузькому діапазоні значень рН. Відхилення від цього діапазону значно впливають на організм, визивають захворювання, приводять до порушення обміну речовин. В живих системах найбільш розповсюджені бікарбонатні і фосфатні білкові буферні розчини. Існуванням буферних розчинів пояснюється здатність організму споживати різноманітну їжу.

Буферними властивостями володіє також ґрунт. Він протидіє зовнішнім факторам, що змінюють рН ґрунтового розчину. За рахунок цього створюються сприятливі умови для розвитку сільськогосподарських культур. Використання рослинами добрив в значній мірі залежить від рН ґрунтового розчину. Рослинні організми нормально розвиваються тільки при певному середовищі ґрунтового розчину. Для кожної рослини встановлена найбільш оптимальна реакція середовища. Наприклад, для картоплі оптимальне середовище дорівнює 5, для жита - 5-6, пшениці - 5-7. В ґрунтах, в світі мінералів і гірських порід найбільш розповсюджені ацетатний і амонійний буферні розчини. Ґрунти володіють різною буферною ємністю. Ґрунтові буферні системи створюють сприятливі умови для розвитку рослин, більшість яких не переносять значних відхилень рН і можуть вегетувати тільки на ґрунтах, що мають необхідні для них кислотні - основні характеристики. При рН менше 3 і більше 9 протоплазма клітин в коренях листостеблових рослин сильно пошкоджується. Для

грунтових мікроорганізмів сприятливі діапазони рН значно менші, ніж для рослин. При підвищенні кислотності ґрунту життєдіяльність бактерій пригнічується, тому в кислих ґрунтах порушується мікробне розкладання органічних речовин, гниття затримується і відбувається накопичення амонію.

Приклади деяких природних буферних систем.

Буферна система	рН	Буферна система	рН
Кров людини	7,35...7,45	Молоко	6,6...6,9
Слина	6,35...6,85	Морська вода	8,0
Шлунковий сік	0,9	Томатний сік	4,3

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

Дослід 1. Приготування ацетатних буферних розчинів

Наливають в сім однакових пробірок при допомозі бюреток (або градуйованих піпеток) 0,1 н розчин CH_3COOH і CH_3COONa в кількостях вказаних в таблиці.

Таблиця 1. Ацетатні буферні розчини в різних співвідношеннях CH_3COOH і CH_3COONa

Найменування реактиву	Номера пробірок						
	1	2	3	4	5	6	7
Об'єм 0,1н розчину CH_3COOH , мл	9,8	9	8	5	3	1,5	0,2
Об'єм 0,1н розчину CH_3COONa , мл	0,2	1	2	5	7	8,5	9,8
Значення рН, знайдене в досліді							
Значення рН вираховане							

Розчини в пробірках розмішують й знаходять значення рН суміші для кожної пробірки, використовуючи універсальний індикаторний папір. Ці значення записують в таблицю. Далі вираховують рН суміші для кожної пробірки і порівнюють їх з найденими в досліді. Значення рН вираховані записують в таблицю.

Значення рН вираховують, користуючись формулою:

$$\text{pH} = -\lg [\text{H}^+],$$

де $[\text{H}^+]$ в свою чергу вираховується по формулі:

$$[\text{H}^+] = K_{\text{кисл.}} \cdot c_{\text{кисл.}}/c_{\text{солі}}$$

де $[\text{H}^+]$ – концентрація йонів гідрогену,

$K_{\text{кисл.}}$ – константа електролітичної дисоціації оцтової кислоти,

$c_{\text{кисл.}}$ і $c_{\text{солі}}$ – концентрація кислоти і солі, взятих для приготування буферної суміші, моль/л.

Приклад розрахунку концентрації H^+ - іонів і рН для суміші в пробірці №1:

1. Визначення концентрації кислоти, взятої для приготування буферної суміші:

В 1000 мл розчину міститься 0,1 моль кислоти

В 9,8-//- х моль кислоти

$$x = 9.8 \cdot 0.1 / 1000 = 0.98 \cdot 10^{-3} \text{ моль } \text{CH}_3\text{COOH}.$$

2. Визначення концентрації солі, взятої для приготування буферної суміші:

В 1000мл розчину міститься 0,1 моль солі

В 0,2 мл -//- х моль солі

$$x = 0,02 \cdot 10^{-3} \text{ моль } \text{CH}_3\text{COONa}.$$

3. Обчислення концентрації H^+ - іонів в пробірці №1:

$$[\text{H}^+] = K_{\text{кисл.}} \cdot c_{\text{кисл.}}/c_{\text{солі}}$$

$$[\text{H}^+] = 1,8 \cdot 10^{-5} \cdot (0.98 \cdot 10^{-3} / 0.02 \cdot 10^{-3}) = 88.2 \cdot 10^{-5}$$

4. Обчислення рН суміші в пробірці №1:

$$\text{pH} = -\lg 88,2 \cdot 10^{-5} = -(1,9 - 5) = 3,1$$

Дослід 2. Розбавлення буферних розчинів водою

Готують в трьох пробірках по 2 мл буферного розчину, при цьому беруть розчини кислоти і солі в тих співвідношеннях, як і в четвертій пробірці попереднього дослід.

Розчин в першій пробірці розбавляють водою в два рази, в другій – в три рази. Розчин в четвертій не розбавляють.

Визначають рН розчину в кожній із трьох пробірок універсальним індикаторним папірцем.

Результати дослідів заносять в таблицю 2:

Таблиця 2. Розбавлення буферних сумішей водою

Номер пробірки	Буферна суміш оцтова кислота : ацетат натрію (1:1)	Значення рН, знайдене в досліді
1.	2 мл буферної суміші + 2мл води	
2.	2мл буферної суміші + 4 мл води	
3.	2 мл буферної суміші (без розбавлення водою)	

Роблять висновок про зміну рН суміші в зв'язку з розбавленням суміші водою і пояснюють причини сталості значень рН при розбавленні.

Дослід 3. Дія кислот і лугів на буферні суміші

В три пробірки наливають по 1 мл ацетатного буферного розчину, користуючись вмістом пробірки 3 дослід.

В першу пробірку скляною паличкою або піпеткою додають 4 – 5 краплин 0,1 М розчину лугу, в другу 4 – 5 краплин 0,1 М розчину хлоридної кислоти, розчин в третій пробірці контрольний.

Визначають рН розчину в кожній із трьох пробірок універсальним індикаторним папірцем.

Результати дослідів заносять в таблицю 3.

Пояснити причини сталості рН в усіх трьох випадках з написанням відповідних рівнянь реакцій при додаванні кислоти, лугу і хімічних реакцій в контрольному досліді.

Таблиця 3. Дія кислот і лугів на буферні суміші.

Номер пробірки	Буферна суміш оцтова кислота : ацетат натрію (1:1)	Значення рН, найдене в досліді
1.	1 мл буферної суміші + 4-5 крапель 0,1 М розчину лугу NaOH	
2.	1мл буферної суміші + 4-5 крапель 0,1 М розчину HCl	
3.	1 мл буферної суміші (контрольний дослід)	

Дослід 4. Вивчення властивостей амонійного буферного розчину

В чотири пробірки відміряють піпеткою по 1 мл готового амонійного буферного розчину. В першу пробірку додають скляною паличкою або піпеткою 4-5 крапель 0,1 М розчину лугу, в другу 4-5 крапель 0,1 М розчину хлоридної кислоти, в третю – 2 мл води, розчин в четвертій пробірці – контрольний дослід.

Визначають рН суміші в кожній із чотирьох пробірок універсальним індикаторним папірцем.

Результати дослідів заносять в таблицю 4:

Таблиця 4. Дія кислот, лугів на буферні суміші, розбавлення їх водою.

Номер пробірки	Амонійна буферна суміш гідроксид амонію: хлорид амонію(1:1)	Значення рН, найдене в досліді
1.	1мл буферної суміші + 4-5 краплин 0,1М розчину лугу	
2.	1мл буферної суміші + 4-5 краплин 0,1 М розчину HCl	
3.	1 мл буферної суміші +2 мл води	
4.	1 мл буферної суміші	

Зверніть увагу на значення рН в кожному з 4-х випадків, зробіть висновки про сталість значень рН.

Поясніть причини буферної дії амонійного буферного розчину з написанням реакцій для кожного з 4-х випадків, починаючи написання реакцій з 4 дослідів.

Питання для контролю й самоперевірки

1. Основні положення теорії електролітичної дисоціації.
2. Закон дії мас та його математичний запис.
3. Ступінь дисоціації, його значення.
4. Константа дисоціації (кислоти, основи), її значення.
5. Основні положення теорії сильних електролітів.
6. Активність йону. Йонна сила розчину.
7. Значення теорії електролітичної дисоціації і теорії сильних електролітів для аналітичної хімії.
8. рН і рОН розчину та методи визначення. Йонний добуток води і його значення.
9. Буферні розчини та їх значення. Буферна ємність.
10. Кислоти і основи з позицій ТЕД.
11. Гідроліз з позиції теорії електролітичної дисоціації. Типи гідролізу солей.
12. Ступінь гідролізу. Константа гідролізу.
13. Фактори, які впливають на гідроліз.
14. Шляхи посилення гідролізу.
15. Шляхи послаблення гідролізу.
16. Використання гідролізу в якісному аналізі.
17. Амфотерні гідроксиди.
18. Значення явища амфотерності в якісному аналізі.

ЗАНЯТТЯ № 5

Закон дії мас і гетерогенні процеси в хімічному аналізі

Питання для контролю й самоперевірки

1. Гетерогенні системи. Добуток розчинності.
2. Правило добутку розчинності.
3. Умови утворення та розчинення осадів.
4. Розчинність осадів.
5. Вплив однойменних йонів на розчинність осадів.
6. Розчинність осадів у кислотах.
7. Осади кристалічні та некристалічні.
8. Перетворення одних малорозчинних електролітів в інші.

ЗАНЯТТЯ № 6

Вивчення реакцій на катіони I та II аналітичної групи

I АНАЛІТИЧНА ГРУПА КАТІОНІВ

До першої аналітичної групи катіонів відносяться йони K^+ , Na^+ , NH_4^+ .

Характеристика першої групи катіонів

1. Перша група немає групового реактиву.
2. Усі солі натрію, калію та амонію добре розчиняються у воді.
3. Гідрати оксидів натрію, калію та амонію також добре розчиняються у воді, причому КОН та NaOH є сильними лугами, а NH_4OH - слабкий луг.
4. Усі катіони цієї групи одновалентні.
5. Леткі солі натрію забарвлюють полум'я в яскраво-жовтий колір, а солі калію - у фіолетовий.
6. Для відкриття катіонів першої групи користуються спеціальними реактивами окремо для кожного катіону.

Катіони першої групи мають важливе значення в біохімічних процесах. Натрій хлорид NaCl - необхідна приправа до їжі, а його 0,9 - відсотковий розчин є фізіологічним розчином. NaCl використовують як консервант для багатьох харчових продуктів. Солі калію та натрію входять до складу молока. Натрій гідрокарбонат $NaHCO_3$ та амоній гідрокарбонат NH_4HCO_3 використовують у кондитерському виробництві. Солі амонію та амоніак утворюються підчас розкладу білкових речовин, наявність їх у м'ясних напівфабрикатах вказує на несвіжість продукту.

II АНАЛІТИЧНА ГРУПА КАТІОНІВ

До другої аналітичної групи катіонів належать йони: Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+}

Характеристика другої групи катіонів

1. Солі нітратної кислоти (нітрати) добре розчинні у воді.
2. Аргентум сульфат та меркурій (I) сульфат частково розчиняються у воді. Плюмбум (II) сульфат не розчиняється ні у воді, ні у кислотах.
3. Сульфідні не розчиняються в розведених кислотах.
4. Груповим реактивом на катіони другої групи є хлоридна кислота та її солі розчинні у воді (NaCl або KCl).

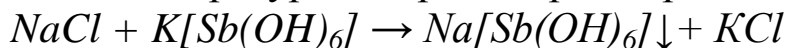
ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

I аналітична група катіонів

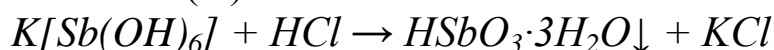
Реакції на катіони натрію Na^+

1. Реакція з гексагідроксостибіатом калію.

$\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$ в нейтральному або слабо лужному середовищі з розчинами солей натрію утворюють білий кристалічний осад гексагідроксостибіату (V) натрію, помітно розчинний у воді при кімнатній температурі та гарно – при нагріванні:



В кислому середовищі реактив розкладається і продукт розкладу випадає в осад з утворенням білого аморфного осаду метастибатної (V) кислоти:



Хід роботи. До 1 мл досліджуваного розчину NaCl в пробірці додають 3-5 крапель розчину реактиву $\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$, пробірку охолоджують під краном і потирають скляною паличкою по внутрішній стороні пробірки з розчином. Через деякий час з'являється дрібнокристалічний осад.

2. Реакція на забарвлення полум'я.

Легкі солі натрію забарвлюють безбарвне полум'я пальника в жовтий колір.

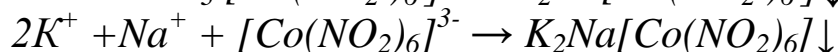
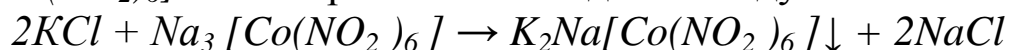
Хід роботи. Очищену ніхромову дротинку опустити в розчин солі натрію, або набрати трохи сухої солі і внести в полум'я. Спостерігати забарвлення.

Реакції катіону калію K^+

1. Реакція з гексанітрокобальтатом (III) натрію.

$\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ в нейтральному або оцтовокислому середовищі з йонами калію утворює жовтий дрібнокристалічний осад:

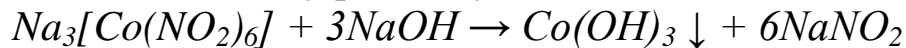
Хід роботи. До 3-5 крапель досліджуваного розчину солі калію, підкисленого оцтовою кислотою, додають 2 краплі реактиву $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$. Спостерігається випадіння осаду жовтого кольору.



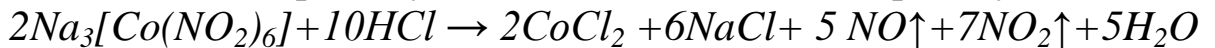
Проведенню, реакції заважають йони амонію.

Вміст пробірки разом з осадом розділити на 3 частини.

В першу пробірку додати 1-2 краплі розчину лугу. Спостерігається випадання темно-бурого аморфного осаду внаслідок розкладання надлишку реагенту:



В другу пробірку додати декілька крапель розчину HCl . В сильноокислому середовищі проходить розклад реактиву, внаслідок чого змінюється колір осаду і виділяються оксиди нітрогену:



В третю пробірку додати 1-2 краплі CH_3COOH . Ніяких змін не спостерігається.

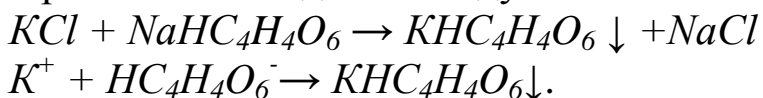
Перевірити, чи заважають йони NH_4^+ виявленню йону K^+ з гексанітрокобальтатом (III) натрію? До хлориду амонію додати $Na_3[Co(NO_2)_6]$. Що спостерігається?

Зробити висновок про умови виявлення йону за допомогою $Na_3[Co(NO_2)_6]$.

2. Реакція з гідротартратом натрію.

$NaHC_4H_4O_6$ з досить концентрованими солями калію в нейтральному або слабо оцтовокислому середовищі (бажано додати кілька крапель розчину CH_3COONa) утворює білий кристалічний осад гідротартрату калію.

Хід роботи. До 0,5 мл розчину солі калію додати 5 крапель розчину реагенту $NaHC_4H_4O_6$, охолоджуючи під краном пробірку, потерти скляною паличкою по внутрішній стінці пробірки. Спостерігається випадання осаду.



3. Реакція на забарвлення полум'я.

Леткі солі калію забарвлюють безбарвне полум'я в світло-фіолетовий колір. В присутності йонів натрію, які маскують це забарвлення, полум'я розглядають через синє кобальтове скло.

Хід роботи. Очищену ніхромову дротинку опустити в розчин солі калію, або набрати трохи сухої солі і внести в полум'я. Спостерігати забарвлення.

Реакції катіону амонію NH_4^+

1. Реакція з їдкими лугами. Їдкі луги при нагріванні з розчином солей амонію виділяють амоніак, який відчувається за запахом, а його пари забарвлюють червоний лакмус в синій колір.

Хід роботи. У пробірку налити 3-4 краплі розчину солі амонію і стільки ж розчину лугу KOH або NaOH . Нагріти вміст пробірки на водяній бані. До отвору піднести вологий червоний лакмусовий папірець, який за наявності NH_4^+ синіє. (Написати рівняння реакції).

2. Реакція з реактивом Несслера. Реактив Несслера $\text{K}_2[\text{HgI}_4] + \text{KOH}$ з йоном амонію утворює бурий осад, або жовтий розчин, залежно від концентрації.

Хід роботи. До 3-4 крапель будь-якої солі амонію додати такий самий об'єм реактиву Несслера: спостерігати утворення осаду червонувато-бурого кольору. (Написати рівняння реакції). Ця реакція дуже чутлива і нею можна виявити навіть сліди амоніаку (наприклад, у питній воді). Вона використовується для визначення NH_3 при псуванні м'яса.

Аналіз суміші катіонів першої групи

Одержати контрольний розчин на суміш катіонів першої групи.

На годинникове скло помістити краплю контрольного розчину і додати 1-2 краплі реактиву Несслера. випадання осаду червоно-бурого кольору вказує на присутність катіону амонію. Відкриття амонію можна провести і лугом. До 3-4 крапель контрольного розчину додати 4-5 крапель концентрованого розчину лугу. Суміш нагріти. Виділення амоніаку визначаємо за запахом, або за зміною кольору індикаторного папірця.

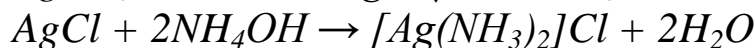
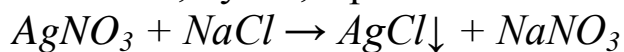
Якщо катіон амонію присутній, то його необхідно видалити. У тигель налити 8-10 крапель контрольного розчину і випарити, сухий залишок прожарити до повного видалення білого "димув". Перевірити повноту видалення за допомогою реактиву Несслера. Переконавшись, що амоніак видалений, сухий залишок розчинити у воді, додавши в тигель 8-10 крапель дистильованої води.

Добутий фільтрат розлити в дві пробірки. В одній виявити катіони K^+ (краще це зробити з допомогою гексанітро-III-кобальтату натрію), а в другій - катіони Na^+ (за допомогою калій гексагідроксостибіату).

II аналітична група катіонів

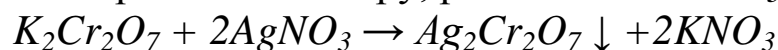
Реакції катіону срібла Ag^+

1. Реакція з розчинними галогенідами. Розчинні галогеніди та хлоридна кислота з солями срібла утворюють осад, які нерозчинні в воді, кислотах, лугах, а розчинні в NH_4OH :



Хід роботи. До 3-4 крапель розчину солі Ag^+ додати 2-3 краплі реактиву NaCl або HCl , або іншого розчинного галогеніду. Спостерігають за утворенням білого осаду. Перевіряють дію на осад гідроксиду амонію. (Написати рівняння реакцій в йонному вигляді).

2. Реакція з дихроматом калію. $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ утворює з Ag^+ осад цегляно-червоного кольору, розчинний в HNO_3 і NH_4OH :



Хід роботи. До 3-4 крапель розчину солі Ag^+ додати такий самий об'єм $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$. Спостерігають за утворенням осаду. (Написати рівняння реакції в йонному вигляді).

Реакції катіонів ртуті (I) Hg_2^{2+}

ВСІ РОЗЧИННІ СОЛІ РТУТІ ОТРУЙНІ !

1. Реакція з розчинними галогенідами.

Хлоридна кислота, або розчинні галогеніди з солями ртуті утворюють білий осад Hg_2Cl_2 (каломель).

Хід роботи. До 4-5 крапель розчину ртуті нітрату додати 4-5 крапель реактиву HCl . Спостерігають за утворенням білого осаду. Перевіряють дію на осад гідроксиду амонію. Які зміни відбуваються, чим це пояснюється? (Написати рівняння реакцій в молекулярному та йонному вигляді).

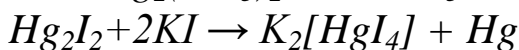
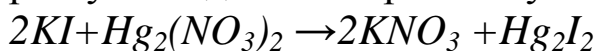
2. Реакція з дихроматом калію.

З $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ солі Hg_2^{2+} утворюють червоний осад при нагріванні, нерозчинний в розведеній нітратній кислоті.

Хід роботи. До 3-4 крапель розчину солі Hg_2^{2+} додати такий самий об'єм $K_2Cr_2O_7$. Спостерігають за утворенням осаду. (Написати рівняння реакції в молекулярному та йонному вигляді).

3. Реакції з йодидом калію.

Йодид калію утворює з йонами Hg_2^{2+} жовто-зелений осад Hg_2I_2 - який реагує з надлишком реактиву:



Хід роботи. До 3-4 крапель розчину солі Hg_2^{2+} додати такий самий об'єм йодиду калію. Спостерігають за утворенням осаду. (Написати рівняння реакції в йонному вигляді).

Реакції на катіон Pb^{2+}

1. Реакція з хлоридною (соляною) кислотою

HCl при взаємодії з йонами Pb^{2+} утворює білий кристалічний осад $PbCl_2$

Хід роботи. У пробірку налити 2-3 краплі розчину солі плюмбуму і стільки ж HCl . Спостерігати випадання осаду білого кольору. Додати 5-6 крапель дистильованої воли і нагріти. Спостерігати розчинення осаду в гарячій воді, потім охолодити розчин і спостерігати випадання осаду.

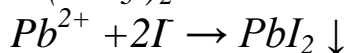
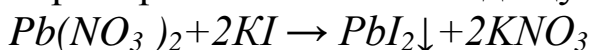
2. Реакція з лугами ($NaOH$, KOH).

Гідроксид натрію $NaOH$ (KOH) утворює з Pb^{2+} амфотерний гідроксид $Pb(OH)_2$.

Хід роботи. До 4-5 крапель солі свинцю додати 1 краплю розчину $NaOH$. Доказати амфотерність отриманого осаду $Pb(OH)_2$, подіявши на нього розчинами кислоти та лугу. Записати рівняння реакцій.

3. Реакція з йодидом калію. Йодид калію утворює а йонами Pb^{2+} жовтий осад.

Хід роботи. До 3-4 крапель розчину $Pb(NO_3)_2$ додати 3-4 краплі розчину KI до випадання осаду. Осад розділити на 4 частини. Випробувати дію на нього кислот (сильної та слабкої) і лугу. Що відбувається при додаванні надлишку лугу? Записати відповідні рівняння реакцій. Осад в 4-й пробірці перекристалізувати: додати до нього дистильованої води, прокип'ятити і охолодити. Утворюються характерні кристали "золотого дощу".



3. Реакція з дихроматом калію. З $K_2Cr_2O_7$ солі Pb^{2+} утворюють жовтий осад $PbCrO_4$.

Хід роботи. До 3-4 крапель розчину солі Pb^{2+} додати такий самий об'єм $K_2Cr_2O_7$. Спостерігають за утворенням осаду. (Написати рівняння реакції в молекулярному та йонному вигляді).

Аналіз суміші катіонів другої групи

У конічну колбу помістити досліджуваний розчин, додати 2н розчину хлоридної кислоти. Утворений осад хлоридів відцентрифугувати і промити холодною водою. Центрифугат і промивні води не використовують. Промитий осад обробити гарячою водою. Плюмбум хлорид переходить у розчин, а аргентум хлорид і меркурій (I) хлорид залишаються в осаді, який відцентрифугують. У центрифугаті відкривають катіон Pb^{2+} калій йодидом.

В осаді виявляють катіони Ag^+ і Hg_2^{2+} . Для цього до осаду додають краплями розчин амоніаку. Якщо присутні катіони Hg_2^{2+} осад почорніє. Аргентум хлорид під дією амоніаку переходить у розчин у вигляді комплексного амоніаку $[Ag(NH_3)_2]Cl$, а сіль $[HgNH_2]Cl$ і ртуть залишаються в осаді. Осад відокремлюють.

Центрифугат розділяють у дві пробірки, до однієї додають калій йодид, до другої - нітратну кислоту. За наявності йонів Ag^+ у першій пробірці випадає осад блідо-жовтого кольору аргентум йодиду AgI , у другій - осад білого кольору аргентум хлориду $AgCl$.

Питання для контролю й самоперевірки

1. Як класифікуються катіони за кислотно-лужною класифікацією?
2. Яким чином перевіряють повноту видалення солей амонію з досліджуваного розчину?
3. Складіть рівняння реакції термічного розкладання таких солей амонію: фосфату, гідрокарбонату, нітрату і броміду.
4. Напишіть формули малорозчинних солей Калію і Натрію. Які з них використовують для виявлення цих йонів у розчині?
5. Який реактив використовують для виявлення йонів K^+ мікрометодом? У чому суть цього методу?
6. Яка дробна реакція на йони Натрію є найчутливішою? Напишіть рівняння цієї реакції.
7. У який колір забарвлюють полум'я солі Натрію і Калію? Поясніть причину цього явища.

8. Назвіть біологічну роль та вміст в організмі катіонів Калію і Натрію.

9. Які сполуки катіонів другої аналітичної групи мають амфотерні властивості? Складіть рівняння реакції розчинення їх у кислотах і лугах.

10. Напишіть рівняння реакцій комплексоутворення, які використовують для аналізу катіонів другої аналітичної групи.

11. Які окисно-відновні реакції використовують для виявлення катіону Ag^+ ? Напишіть їх, складіть електронні рівняння цих реакцій, назвіть окисник і відновник.

ЗАНЯТТЯ № 7

Вивчення реакцій на катіони III аналітичної групи

Загальна характеристика

1. Усі катіони третьої аналітичної групи Ba^{2+} , Sr^{2+} , Ca^{2+} , двовалентні і безбарвні.

2. Розчиняються у воді хлориди і нітрати.

3. Розведена сульфатна кислота – груповий реактив на катіони третьої аналітичної групи, йон SO_4^{2-} утворює з ними осадки білого кольору. Розчинність сульфатів зменшується від кальцію, стронцію до барію.

4. Натрій карбонат або амоній карбонат осаджує з нейтральних розчинів катіони Ba^{2+} , Sr^{2+} , Ca^{2+} у вигляді осадів карбонатів білого кольору, що добре розчиняються у мінеральних кислотах.

Катіони Ca^{2+} знаходяться у молоці. У сирому молоці вміст кальцію дорівнює близько 0,12 %. Кількість молока у продуктах харчування визначають за вмістом кальцію.

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

III аналітична група катіонів

Реакції на катіони кальцію Ca^{2+}

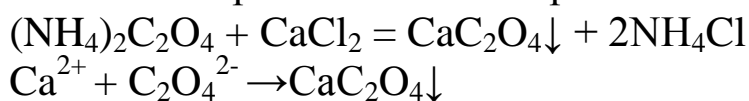
1. Реакція з сульфатами. Сульфати осаджують йон кальцію Ca^{2+} лише з концентрованих розчинів солей кальцію. Спостерігають утворення білого осаду CaSO_4 при нагріванні.

Хід роботи. До 5 крапель досліджуваного розчину CaCl_2 додають декілька крапель розчину Na_2SO_4 перемішують та спостерігають утворення осаду. Напишіть рівняння реакції в молекулярному та йонному вигляді.

2. Мікрокристалоскопічна реакція з сульфатною кислотою.

Хід роботи. До 1 краплі розчину солі кальцію на предметному склі додають 1 краплю розведеного розчину H_2SO_4 , злегка нагрівають до появи кайми по краях. Під мікроскопом видно голчасті кристали гіпсу, зібрані в пучки різної форми.

3. Реакція з оксалатом амонію. Оксалат амонію $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ з солями кальцію утворює дрібнокристалічний осад нерозчинений в оцтовій кислоті і розчинний в мінеральних кислотах:



Хід роботи. До декількох крапель досліджуваного розчину CaCl_2 додають таку ж кількість оксалату амонію, перемішують та спостерігають утворення осаду. Випробовують розчинність утвореного осаду в кислотах.

4. Реакція на забарвлення полум'я. Леткі солі кальцію забарвлюють безбарвне полум'я в цегляно – червоний колір.

Хід роботи. На ніхромову очищену дротинку набрати досліджуваної солі кальцію і внести в полум'я спиртівки. Спостерігати полум'я інтенсивно теракотового кольору.

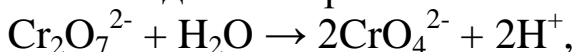
5. Реакція з амоній карбонатом $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$. Солі кальцію з карбонатом амонію утворюють білий осад.

Хід роботи. У пробірку налити 2-3 краплі розчину солі кальцію і стільки ж розчину $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$. Спостерігати випадання осаду білого кольору. Осад розділити у дві пробірки, до однієї додати хлоридну кислоту, а до другої – оцтову. Спостерігати розчинення осаду. Написати рівняння реакції у молекулярній та йонній формі.

Реакції на катіони барію Ba^{2+}

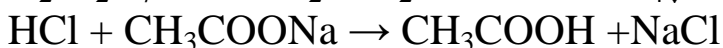
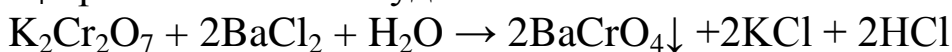
1. Реакція з дихроматом калію.

Дихромат калію $K_2Cr_2O_7$ з розчинними солями барію утворює жовтий осад $BaCrO_4$, тому що йони $Cr_2O_7^{2-}$ і CrO_4^{2-} у водному розчині знаходяться в рівновазі.



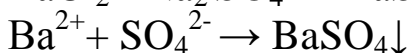
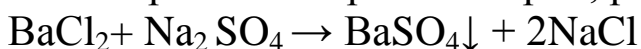
а $BaCrO_4$ менше розчинна сіль, ніж $BaCr_2O_7$, тому швидше випадає осад $BaCrO_4$.

Хід роботи. По 5 крапель досліджуваного розчину, що містить Ba^{2+} і розчину $K_2Cr_2O_7$ перемішують та додають розчин оцтовокислого натрію до переходу оранжевого кольору розчину в жовтий. Відбувається це завдяки зміні кислотності розчину (сильнокисле середовище змінюється на слабкокисле), в якому осад $BaCrO_4$ розчинятися не буде.



2. Реакція з сульфатами.

Сульфати з йонами Ba^{2+} утворюють білий дрібнокристалічний осад $BaSO_4$, нерозчинний в розведених кислотах та лугах (з концентрованою H_2SO_4 утворюється гідросульфат барію). $BaSO_4$ переводять у розчин при нагріванні з насиченим розчином карбонату натрію. Утворюється карбонат барію, розчинний в оцтовій кислоті.



Хід роботи. До 5 крапель досліджуваного розчину $BaCl_2$ додають декілька крапель розчину Na_2SO_4 перемішують та спостерігають утворення осаду.

3. Реакція з оксалатом амонію.

З оксалатом амонію $(NH_4)_2C_2O_4$ йон Ba^{2+} утворює білий осад, розчинний в мінеральних кислотах (окрім H_2SO_4) та оцтовій кислоті при нагріванні (написати рівняння реакцій).

Хід роботи. До декількох крапель досліджуваного розчину $BaCl_2$ додають таку ж кількість оксалату амонію перемішують та спостерігають утворення осаду. Випробовують розчинність утвореного осаду в кислотах.

4. Реакція на забарвлення полум'я. Леткі солі барію забарвлюють безкольорове полум'я в жовто-зелений колір.

Хід роботи. Очищену ніхромову дротинку опускають в розчин солі барію або набирають трохи сухої солі і вносять в полум'я. Спостерігають забарвлення полум'я.

Аналіз суміші катіонів I, II та III аналітичних груп

Виявлення NH_4^+ . До 0,5-1 мл розчину, що досліджується, додати 1-2 мл розчину KOH, суміш нагріти майже до кипіння. Амоніак, що виділяється, визначити за запахом або за допомогою червоного лакмусового папірця, змоченого водою (червоний колір змінюється на синій).

Відокремлення Pb^{2+} , Ag^+ , Hg_2^{2+} . До 2-3 мл розчину задачі додати 2 мл розведеної хлоридної кислоти. Осаду, що утворився, дати трохи відстоятися і перевірити на повноту осадження, додавши до розчину ще 2-3 краплини HCl. Осад відфільтрувати, прозорий фільтрат зібрати в пробірку і залишити для виявлення йонів, які в ньому знаходяться.

Осад: PbCl_2 , AgCl , Hg_2Cl_2 (PbCl_2 осаджується частково).

Розчин: NH_4^+ , K^+ , Na^+ , Ba^{2+} , Sr^{2+} , Ca^{2+} , Pb^{2+} (залишок).

Осад на фільтрі промити 3-4 рази хлоридною кислотою (промивну рідину відкинути).

Виявлення Pb^{2+} . Лійку з осадом помістити над чистою пробіркою. Осад на фільтрі обробити 3-5 мл гарячої води. (Воду нагріти до кипіння в іншій пробірці). До окремої порції одержаного розчину додати один із характерних реагентів на йони свинцю: йодид калію (реакція "золотого дощу") або розчин сульфатної кислоти (утворення білого осаду сульфату свинцю).

Виявлення Ag^+ . Лійку з осадом, що залишився, помістити над іншою чистою пробіркою. Осад на фільтрі обробити 2-3 мл розчину NH_4OH . До одержаного прозорого розчину додати розчин нітратної кислоти до кислої реакції середовища (останнє перевірити за допомогою синього лакмусового папірця). Утворення білого осаду (каламуті) свідчить про наявність йонів Ag^+ .

Виявлення Hg_2^{2+} . Почорніння осаду на фільтрі при обробці розчином амоніаку вказує на присутність йонів Hg_2^{2+} у досліджуваному розчині.

Відокремлення домішки Pb^{2+} . До фільтрату, одержаного після

відокремлення Pb^{2+} , Ag^+ , Hg_2^{2+} , додати краплями розчин амоніаку до лужної реакції середовища (перевірити рожевим лакмусовим папірцем) і потім ще 1-2 краплини. Осад, що утворився, відфільтрувати і відкинути. *Осад*: $\text{Pb}(\text{OH})_2$

Розчин: NH_4^+ , K^+ , Na^+ , Ba^{2+} , Sr^{2+} , Ca^{2+} .

Фільтрат використати для виявлення K^+ , Na^+ , Ba^{2+} , Sr^{2+} , Ca^{2+} .

Виявлення K^+ . 2-3 мл одержаного після відокремлення $\text{Pb}(\text{OH})_2$ фільтрату помістити у фарфорову чашку, випарити досуха на пісочній бані, потім чашку із залишком прожарити на відкритому полум'ї пальника до припинення виділення білого диму і ще 1-2 хвилини. Після охолодження чашки до сухого залишку додати 1-2 мл дистильованої води і перемішати паличкою. 1-2 краплини одержаного розчину помістити на скляну пластинку і перевірити повноту видалення NH_4^+ реактивом Несслера. При негативній реакції на йони амонію 1-2 краплини прозорого розчину із фарфорової чашки помістити на скляну пластинку і для виявлення йонів калію додати 2-3 краплини розчину гексанітрокобальтату (III) натрію. Утворення жовтого осаду свідчить про наявність йонів калію в досліджуваному розчині.

Виявлення Na^+ . Краплину прозорого розчину з фарфорової чашки помістити на скляну пластинку і додати 2-3 краплини розчину гексагідроксостибіату калію. При наявності в досліджуваному розчині йонів натрію утворюється білий осад.

Виявлення Ba^{2+} , Sr^{2+} , Ca^{2+} . До частини фільтрату, який залишився після відокремлення $\text{Pb}(\text{OH})_2$, додати 2-3 мл розчину карбонату амонію $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, суміш трохи нагріти. Перевірити повноту осадження додавши ще 1-2 краплини розчину $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$. Осад відфільтрувати (фільтрат відкинути).

Осад: BaCO_3 , SrCO_3 , CaCO_3 .

Лійку з осадом помістити над чистою пробіркою, осад на фільтрі обробити 3-4 мл оцтової кислоти CH_3COOH . В одержаному розчині виявити йони Ba^{2+} , Sr^{2+} і Ca^{2+} .

Виявлення Ba^{2+} . До 1-2 мл одержаного розчину додати 3-4 краплини ацетату натрію CH_3COONa і розчин дихромату калію $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ до забарвлення рідини над осадом в оранжевий колір, що свідчить про наявність надлишку реактиву.

Осад: BaCrO_4 (жовтого кольору).

Розчин: Sr^{2+} , Ca^{2+} .

Осад відфільтрувати і відкинути. Фільтрат дослідити на вміст Sr^{2+} і Ca^{2+} .

Виявлення Sr^{2+} . До 1 мл одержаного прозорого фільтрату додати 1 мл гіпсової води (насичений розчин сульфату кальцію CaSO_4). Суміш нагріти до кипіння і дати постояти 5-10 хвилин. Випадає білий дрібнокристалічний осад, що свідчить про наявність стронцію в розчині.

Виявлення Ca^{2+} . До 1 мл розчину, одержаного після розчинення осадів карбонатів BaCO_3 , SrCO_3 , CaCO_3 в оцтовій кислоті CH_3COOH , додати 2 мл розчину сульфату амонію $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$.

Осад: BaSO_4 , SrSO_4 , CaSO_4 (частково).

Розчин: $(\text{NH}_4)_2 [\text{Ca}(\text{SO}_4)_2]$

Осад відфільтрувати і відкинути. До прозорого фільтрату додати 0,5-1 мл розчину оксалату амонію $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ або 1-2 краплини розчину амоніаку і 0,5-1 мл розчину гексаціаноферату (II) калію $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. Утворення білих осадів у першому і другому випадках свідчить про наявність йонів кальцію в досліджуваному розчині.

Питання для контролю й самоперевірки

1. Назвати малорозчинні солі катіонів I, II та III аналітичних груп.
2. Назвіть найхарактерніший реактив на йони Ba^{2+} . Чи відомий такий реактив на йони Ca^{2+} ?
3. Як відокремити йони Ba^{2+} від інших катіонів третьої аналітичної групи?
4. На якій реакції ґрунтується відокремлення катіонів Ca^{2+} від катіонів Sr^{2+} ?
5. Як практично виконують пробу на повноту осадження того чи іншого катіона?
6. Користуючись таблицею добутку розчинності (ДР) малорозчинних електролітів назвіть найменш розчинну сіль Кальцію і Барію.
7. У який колір забарвлюють полум'я леткі солі катіонів третьої аналітичної групи? Чим це пояснюється?
8. Як перетворити сульфати кальцію і барію на карбонати? Для чого здійснюють таке перетворення в систематичному аналізі катіонів третьої аналітичної групи?
9. Який реагент слід використати, щоб розчинити осад:
 - а) хлориду свинцю;
 - б) йодиду ртуті (I);
 - в) сульфіді срібла;
 - г) хромату свинцю;
 - д) сульфату барію;
 - е) оксалату кальцію ?

10. Який реагент слід використати, щоб відділити:

- а) йони кальцію від йонів стронцію;
- б) йони амонію від йонів калію;
- в) йони барію від йонів кальцію;
- г) йони свинцю від йонів барію;
- д) йони срібла від йонів кальцію;
- е) йони свинцю від йонів срібла і ртуті (I) ?

ЗАНЯТТЯ № 8

Окисно-відновні процеси в хімічному аналізі

Питання для контролю й самоперевірки

1. Суть реакцій окиснення-відновлення.
2. Кількісна характеристика окисно-відновних реакцій.
3. Константа рівноваги оксредреакції.
5. Напрямок окисно-відновних реакцій.
6. Використання окисно-відновних реакцій в якісному аналізі.
7. Відновники та окисники в якісному аналізі.
8. Роль середовища в окисно-відновних реакціях.
9. Суть методу електронного та електронно-іонного балансу.

ЗАНЯТТЯ № 9

Закон дії мас та процеси комплексоутворення в хімічному аналізі

Питання для контролю й самоперевірки

1. Дати визначення координаційних сполук. Навести приклади.
2. Будова координаційних сполук.
3. Номенклатура координаційних сполук.
4. Константа нестійкості комплексної сполуки та її значення у практиці якісного аналізу.
5. Способи одержування координаційних сполук.
6. Реакції за участю координаційних сполук.
7. Значення координаційних сполук у якісному аналізі.
8. Шляхи руйнування комплексних сполук.

ЗАНЯТТЯ № 10

Вивчення реакцій на катіони IV аналітичної групи

Загальна характеристика

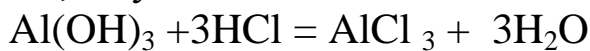
1. До четвертої групи належать катіони Zn^{2+} , Al^{3+} , Sn^{2+} , Sn^{4+} , $As(III)$, $As(V)$, що утворюють амфотерні гідроксиди (за винятком Арсену).

2. Груповим реактивом на ці катіони є надлишок їдкого лугу.

3. Амфотерні гідроксиди утворені катіонами четвертої групи, здатні дисоціювати в розчині як основи і як кислоти:



4. Кислоти зменшують дисоціацію амфотерних гідроксидів як кислоти, а луги – як основ:

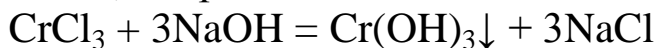


5. Алюмінати і хроміти стійкі тільки в присутності надлишків лугу.

6. Більшість солей катіонів четвертої групи гідролізуються:



7. Для всіх катіонів четвертої групи (за винятком Арсену) характерна реакція з їдкими лугами при цьому утворюється гідроксиди, що розчиняються в надлишку реактиву:



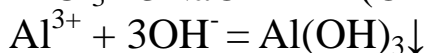
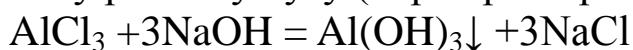
ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

IV аналітична група катіонів

Реакції на катіони алюмінію Al^{3+}

1. Реакція з лугами. Луги (KOH, NaOH) виділяють з розчинів солей алюмінію аморфний білий осад.

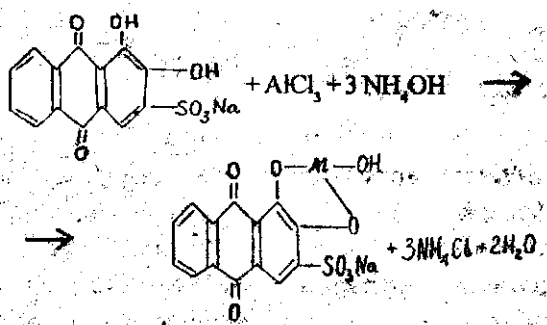
Хід роботи. До 4-5 крапель солі алюмінію додати 1 краплю розчину NaOH. Осад, що утворився розчиняється як у кислоті, так і в надлишку розчину лугу (перевірити розчинність осаду в кислотах).



2. Реакція з NH_4OH . Гідроксид амонію осаджує йон алюмінію у вигляді гідроксиду, який нерозчинний в надлишку гідроксиду амонію.

Хід роботи. До 4-5 крапель солі алюмінію додати декілька крапель розчину NH_4OH . Перевірити розчинність осаду в гідроксиді амонію. Написати рівняння реакції в молекулярному та йонному виглядах.

3. Утворення алізаринового лаку. Органічний реактив – 1,2 – діоксіантрахіон (алізарин) утворює в алюміній гідроксидом внутрішньо комплексну сполуку яскраво – червоного забарвлення, яку називають «алізариновим лаком».

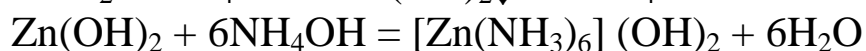
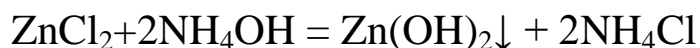
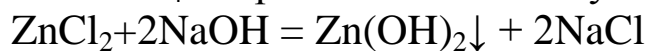


Хід роботи. До 1-2 крапель досліджуваного розчину солі алюмінію на фільтрувальному папері додати 2 краплі 0,1% спиртового розчину алізарину і кілька крапель гідроксиду амонію, нагріти над електроплиткою та додати декілька крапель оцтової кислоти. В присутності алюмінію фіолетове забарвлення переходить в цегляно – червоне.

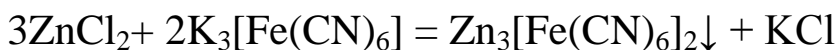
Реакції катіонів цинку Zn^{2+}

1. Реакція з лугами та NH_4OH . Луги та NH_4OH осаджують Zn^{2+} у вигляді білого осаду $\text{Zn}(\text{OH})_2$, який розчинний в надлишку осаджувачів.

Хід роботи. До 5 крапель розчину солі цинку обережно додають розчин NH_4OH . Спочатку утворюється осад, який при дальшому додаванні NH_4OH розчиняється знову.



2. Реакція з червоною кров'яною сіллю (калію гексаціанофератом (III)). Гексаціаноферат (III) калію $K_3[Fe(CN)_6]$ з йонами цинку утворює буро – жовтий осад:



Хід роботи. До 5 крапель розчину солі цинку обережно додають розчин $K_3[Fe(CN)_6]$. Утворюється осад бурого-жовтого кольору. Написати рівняння реакції в молекулярному та йонному виглядах.

Реакція катіона Cr^{3+}

1. Реакція з лугами $NaOH$ або KOH .

Хід роботи. У пробірку налити 3-4 краплі розчину солі хрому, додати 1-2 краплі розчину лугу. Спостерігати випадання гідроксиду хрому сіро-зеленого кольору. Розділити на дві частини і дослідити на розчинність в HCl і надлишку лугу. Написати рівняння реакцій.

2. Реакція з пероксидом водню (H_2O_2).

Хід роботи. До досліджуваного розчину солі хрому об'ємом 0,5 мл додають концентрований луг об'ємом 2-3 мл, перемішують і краплями приливають пероксид водню об'ємом 1-2 мл. Утворену суміш нагрівають до кипіння. Розчин забарвлюється у жовтий колір.

3. Реакція з $KMnO_4$

Хід роботи. До досліджуваного розчину солі хрому об'ємом 0,5 мл додають 7-8 крапель 2н розчину сульфатної кислоти 0,1н розчин перманганату калію об'ємом 2 мл і нагрівають суміш 4-5 хв. У присутності хрому розчин забарвлюється в оранжевий колір.

Питання для контролю й самоперевірки

1. Які катіони відносять до четвертої аналітичної групи, і чим вони відрізняються від катіонів інших аналітичних груп?
2. Напишіть рівняння електролітичної дисоціації гідроксидів цинку й алюмінію.
3. Які окисно-відновні реакції використовують для виявлення катіонів Хрому? Напишіть їх у йонному вигляді.
4. До якого типу комплексних сполук відносять "алізариновий лак", і яка будова цього комплексу?

ЗАНЯТТЯ № 11

Вивчення реакцій на катіони V та VI аналітичної групи

V АНАЛІТИЧНА ГРУПА КАТІОНІВ

Загальна характеристика

1. До катіонів п'ятої аналітичної групи належать Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mg^{2+} , Mn^{2+} , Bi^{3+} , Sb(III) , Sb(V) .

2. Катіони п'ятої аналітичної групи Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mg^{2+} , Mn^{2+} , Bi^{3+} взаємодіють з лугами з утворенням аморфних осадів гідроксидів, Sb(III, V) – осадів відповідних кислот. Усі осадки, крім Fe(OH)_2 та Fe(OH)_3 , білого кольору. Осад Fe(OH)_3 має червоно-буре забарвлення, Fe(OH)_2 – блідо-зелене. Осадки Fe(OH)_2 , Fe(OH)_3 , Mn(OH)_2 , Mg(OH)_2 , Bi(OH)_3 нерозчинні в надлишку NaOH . Щойно осаджені HSbO_2 і HSbO_3 добре розчинні у надлишку NaOH . Усі осадки добре розчинні в хлоридній кислоті, в нітратній розчинні всі, за винятком HSbO_2 і HSbO_3 . Осадки Fe(OH)_2 та Mn(OH)_2 окиснюються киснем повітря та набувають з часом бурого забарвлення.

3. Груповим реактивом на ці катіони є надлишок NH_4OH . Амоній гідроксид з катіонами п'ятої аналітичної групи взаємодіє аналогічно NaOH і утворює з ними такі самі осадки гідроксидів. Осадки Fe(OH)_3 , Bi(OH)_3 , HSbO_2 і HSbO_3 не розчиняються в надлишку NH_4OH . Mn(OH)_2 , Mg(OH)_2 та Fe(OH)_2 розчином NH_4OH осаджуються не повністю; у присутності солей амонію розчинність цих осадків значно підвищується.

VI АНАЛІТИЧНА ГРУПА КАТІОНІВ

Загальна характеристика

1. До катіонів шостої аналітичної групи належать Cu^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Hg^{2+} , Cd^{2+} .

2. Їдкі луки KOH , NaOH з катіонами Cu^{2+} , Cd^{2+} , Ni^{2+} утворюють аморфні осадки гідроксидів, з катіоном Hg^{2+} – оксид, з катіоном Co^{2+} – основні солі:



Усі ці осади розчиняються в мінеральних кислотах і в надлишку амоніаку з утворенням комплексних амоніакатів, сполуки меркурію (II) розчиняються в концентрованому розчині амоніаку тільки у присутності амоній хлориду.

3. Груповим реактивом на ці катіони є надлишок NH_4OH . Амоній гідроксид у невеликій кількості з катіонами шостої аналітичної групи взаємодіє аналогічно NaOH і утворює з ними такі самі осади гідроксидів. При дії надлишку NH_4OH осади розчиняються з утворенням комплексних амоніакатів, сполуки меркурію (II) розчиняються в концентрованому розчині амоніаку тільки у присутності амоній хлориду.

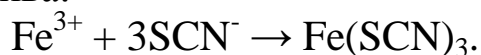
ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

V аналітична група катіонів

Реакції катіону Fe^{3+}

1. Реакція з тіоціанатом (роданідом) амонію.

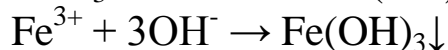
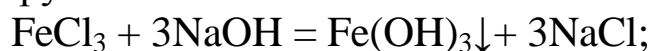
Роданіди з солями трьохвалентного заліза утворюють розчинні комплекси криваво-червоного кольору. Це реакція специфічна і дуже чутлива.



Хід роботи. До декількох крапель досліджуваного розчину Fe^{3+} додати 2-3 краплі роданіду амонію. Спостерігати зміну забарвлення. Написати рівняння реакції в молекулярному та йонному виглядах.

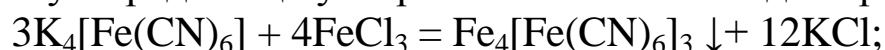
2. Реакція з лугами.

Їдкі луги та амоніак з Fe^{3+} утворюють гідроксид червоно-бурого кольору:



Хід роботи. До декількох крапель досліджуваного розчину Fe^{3+} додати 2-3 краплі лугу (NaOH , KOH). Спостерігають за утворенням осаду. Вивчити відношення осаду до сильних кислот і лугів.

3. Реакція з жовтою кров'яною сіллю (калію гексаціанофератом (II)). Гексаціаноферат-II калію з йоном Fe^{3+} в кислому середовищі утворює темно-синій осад «берлінської лазурі»:



Хід роботи. До 4-5 крапель досліджуваного розчину FeCl_3 додати 2-3 краплі HCl та 3-4 краплі реактиву ($\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$). Спостерігають за утворенням осаду „берлінської лазурі”. Запишіть рівняння в повному та скороченому йонних виглядах.

Реакції катіону Fe^{2+}

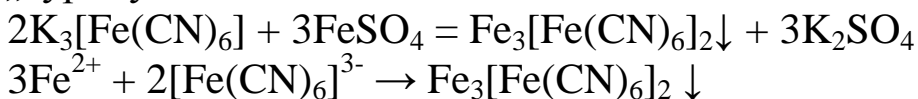
1. Реакція з лугами.

З лугами Fe^{2+} утворює осад брудно-зеленого кольору, який окиснюється поступово буріє, утворюючи $\text{Fe}(\text{OH})_3\downarrow$



Хід роботи. До декількох крапель досліджуваного розчину додати 2-3 краплі лугу (NaOH , KOH). Спостерігають за утворенням осаду. Вивчити відношення осаду до сильних кислот і лугів.

2. Реакція з червоною кров'яною сіллю (калію гексаціанофератом (III)). Гексаціаноферат-III калію з іоном Fe^{2+} в нейтральному або слабо кислому середовищі утворює темно-синій осад „турнбулевої сині”.



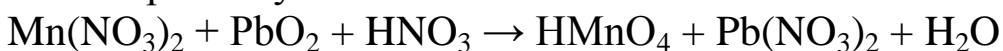
Хід роботи. До 3-4 крапель розчину солі двовалентного феруму додати 2 - 3 краплі HCl (до призупинення гідролізу) та 2-3 краплі реактиву ($\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$). Спостерігають за утворенням осаду „турнбулевої сині”.

Реакції катіону мангану Mn^{2+}

1. Реакція з сильними окисниками.

Сильні окисники PbO_2 з HNO_3 (1:1) після кип'ятіння окиснюють Mn^{2+} до MnO_4^- фіолетового кольору. Йони хлору (Cl^-) та відновники заважають реакції.

Хід роботи. В пробірку поміщають трохи PbO_2 , додають 2-3 мл HNO_3 (1:1), суміш нагрівають до кипіння і зразу ж додають 1 краплю (не більше) досліджуваного розчину солі мангану і ще раз нагрівають до кипіння. Після відстоювання спостерігається малинове забарвлення розчину.



(Розібрати реакцію як окисно-відновну та розставити коефіцієнти).

2. Реакція з червоною кров'яною сіллю (калію гексаціанофератом (III)). Гексаціаноферат (III) калію $K_3[Fe(CN)_6]$ з іоном Mn^{2+} утворює бурий осад, розчинний в соляній кислоті.

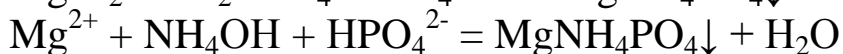
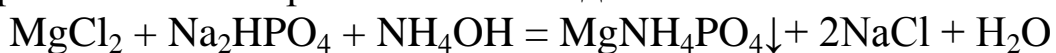
Хід роботи. До 3-4 крапель розчину солі Mn^{2+} додати 2 - 3 краплі реактиву ($K_3[Fe(CN)_6]$). Спостерігати за утворенням бурого осаду.

(Написати рівняння реакції в молекулярному та йонному виглядах).

Реакції катіону магнію Mg^{2+}

1. Реакція з гідрогенфосфатом натрію.

З гідрогенфосфатом натрію в присутності гідроксиду амонію і хлориду амонію в нейтральному або слабо лужному середовищі утворюється білий кристалічний осад:



Хід роботи. До 5 крапель розчину солі магнію додати 2 краплі розчину NH_4Cl і 4 краплі розчину Na_2HPO_4 , а потім NH_4OH до появи стійкого запаху амоніаку. Спостерігайте утворення осаду.

2. Реакція з магнезоном-I (п-нітробензол-азорезорцин).

Лужний розчин магнезону-I з йонами магнію утворює колоїдний розчин або осад, який забарвлюється в голубий колір, внаслідок адсорбції реактиву на поверхні гідроксиду магнію. Досліджуваний розчин повинен мати лужне середовище. Чутливість реакції 0,5 мг Mg^{2+} .

Хід роботи. До 5 крапель нейтрального або слабколужного розчину солі магнію додати 2 краплі розчину магнезону. Спостерігайте зміну забарвлення.

VI аналітична група катіонів

Реакції катіону Cu^{2+}

1. Реакція з гідроксидом амонію. Реагент - гідроксид амонію - NH_4OH утворює з катіоном Cu^{2+} спочатку зеленуватий осад основної солі $(CuOH)_2SO_4$:



Осад розчиняється в надлишку реагенту з утворенням темно-синього комплексу $[Cu(NH_3)_4]SO_4$. Сумарне рівняння:



Хід роботи. До розчину CuSO_4 (2-3 краплі) додати 1-2 краплі розчину NH_4OH . Що спостерігаємо? Додати надлишок реагенту, записати спостереження.

2. Реакція з лугами (NaOH , KOH). Реагент - гідроксид натрію NaOH , (KOH) утворює з Cu^{2+} голубуватий осад.

Хід роботи. До 4-5 крапель розчину солі міді додати 6-7 крапель розчину NaOH . Записати рівняння реакцій.

3. Відновлення йону Cu^{2+} до вільної міді.

Хід роботи. В розчин CuSO_4 помістити декілька кусочків заліза (цвях, скріпка). Залізо швидко покриється бурим нальотом вільної міді. Записати рівняння реакції.

4. Реакція з жовтою кров'яною сіллю (калію гексаціанофератом (II)). Реагент $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ з йонами міді утворює червоно-бурій осад, розчинний у лугах та NH_4OH (написати рівняння реакції між сіллю міді та гексаціанофератом (II) калію).

Хід роботи. До 3-4 крапель розчину солі міді додати такий самий об'єм $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. Спостерігають за утворенням осаду. (Написати рівняння реакції в молекулярному та йонному вигляді).

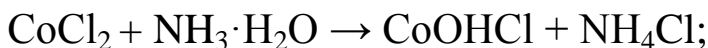
Випробувати розчинність осаду в кислотах і розчині амоній гідроксиду.

5. Реакція на забарвлення полум'я. Леткі солі міді забарвлюють безбарвне полум'я в зелений колір.

Хід роботи. На ніхромову очищену дротинку набрати досліджуваної солі міді і внести в полум'я спиртівки. Спостерігати забарвлення полум'я.

Реакції катіонів кобальту Co^{2+}

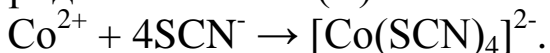
1. Дія групового реактиву (NH_4OH). Розчин амоній гідроксиду осаджує з розчинів солей Кобальту(II) синій осад основної солі $\text{Co}(\text{OH})_2$, який розчиняється в надлишку реактиву з утворенням кобальт аміакату:



Утворена сполука нестійка і під дією кисню поступово переходить у хлоропентаамінокобальт(II)хлорид $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Cl}]\text{Cl}_2$ вишнево-червоного кольору.

Хід роботи. До 3-4 крапель розчину солі кобальту(II) додають таку саму кількість розчину амоній гідроксиду. Спостерігають утворення синього осаду, який розчиняється при добавлянні до нього надлишку реактиву.

2. Реакція з амоній тіоціанатом. Амоній тіоціанат (роданід) NH_4SCN утворює з йонами кобальту(II) комплексний тетрароданокобальтат(II)-йон синьо-блакитного кольору:

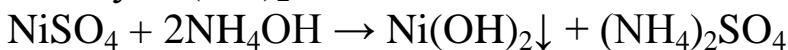


Чутливість цієї реакції 0,5 мкг, але йони Cu^{2+} та Fe^{3+} перешкоджають визначенню.

Хід роботи. До 2-3 крапель розчину солі кобальту (II) додають таку саму кількість розчину реактиву NH_4SCN , 1 мл амілового спирту і суміш добре перемішують. Спостерігають забарвлення верхнього шару спирту в синьо-блакитний колір.

Реакції катіону Ni^{2+}

1. Реакція з гідроксидом амонію. Реагент - гідроксид амонію - NH_4OH утворює з катіоном Ni^{2+} спочатку світло-зеленуватий осад гідрооксиду $\text{Ni}(\text{OH})_2$:



Осад розчиняється в надлишку реагенту з утворенням яскраво-синього комплексу $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]\text{SO}_4$. Сумарне рівняння:



Хід роботи. До розчину NiSO_4 (2-3 краплі) додати 1-2 краплі розчину NH_4OH . Що спостерігаємо? Додати надлишок реагенту, записати спостереження.

2. Реакція з диметилгліоксимом(H_2Dm). Диметилгліоксим утворює з катіонами Ni^{2+} яскраво рожевий осад, розчинний у мінеральних кислотах та лугах, проте погано розчинний в NH_4OH .

Хід роботи. На смужку фільтрувального паперу нанести 1 краплину розчину солі Ni^{2+} , 2 краплини розчину NH_4OH та 2-3 краплини розчину H_2Dm . З'являється червоне забарвлення.

Питання для контролю й самоперевірки

1. Які ступені окиснення проявляє Залізо у своїх сполуках? Який ступінь окиснення найбільш характерний для Заліза?
2. Які катіони входять до складу п'ятої аналітичної групи? Що є груповим реагентом на катіони?
3. Якими властивостями характеризуються катіони п'ятої аналітичної групи?
4. Які ви знаєте реакції для відкриття йонів Fe^{2+} ?
5. Які ви знаєте реакції для відкриття йонів Fe^{3+} ?
6. Які ви знаєте реакції для відкриття йонів Mn^{2+} ?
7. Які ви знаєте реакції для відкриття йонів Mg^{2+} ?
8. Які ви знаєте реакції для відкриття йонів Bi^{3+} ?
9. Дією яких реактивів можна окиснити йон Mn^{2+} в йон MnO_4^- ?
Яких умов треба дотримуватися при виконанні реакції?
10. Які катіони п'ятої групи мають змінний ступінь окислення?
11. З якою метою може бути проведена реакція гідролізу солей Бісмута в ході аналізу?
12. Як виділити Магній з осаду гідроксидів катіонів п'ятої групи?
13. З якою метою в ході аналізу додають пероксид водню?
14. Які сполуки катіонів п'ятої групи застосовують в медицині, агрохімії, біології?
15. Які катіони належать до шостої аналітичної групи? Що являється груповим реагентом цієї групи? Напишіть рівняння реакцій взаємодії їдких лугів з катіонами Cu^{2+} , Cd^{2+} , Ni^{2+} , Hg^{2+} , Co^{2+} .
16. Напишіть рівняння реакцій взаємодії солей міді (II) з сірководнем, сульфідом амонію, амоній гідрооксидом, їдким лугом, йодидом калію.
17. Напишіть рівняння дисоціації таких комплексних сполук: $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4](\text{OH})_2$, $(\text{NH}_4)_2[\text{Co}(\text{SCN})_4]$, $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4$. Назвіть ці сполуки.
18. Напишіть рівняння реакції взаємодії солей кобальту (II) з тіоціанатом амонію, їдким лугом, гідроксидом амонію. Виявлення сполук кобальту сухим способом (утворення перлів).
19. Напишіть рівняння реакції взаємодії солей ніколу (II) з сульфідом амонію, їдким лугом, амоніаком, реактивом Чугуєва

(диметилгліоксимом).

20. На розчин катіонів шостої групи подіяли концентрованим розчином амоніаку. Про присутність або відсутність якого катіону можна судити по кольору отриманого розчину?

21. З якою метою при проведенні реакції виявлення йонів Co^{2+} тіоціанатом амонію застосовують органічні речовини?

22. Як можна виявити йони Ni^{2+} за допомогою диметилгліоксиму у присутності йонів Fe^{2+} ?

ЗАНЯТТЯ № 12

Аналіз суміші катіонів IV - VI аналітичних груп

Досліджуваний розчин (задача) може бути прозорим, а може містити осад (залежно від кислотності середовища).

Якщо розчин задачі містить осад, то для виявлення всіх катіонів беруть розчин разом з ним.

Дробні реакції

Виявлення Fe^{2+} . Цю реакцію проводять у першу чергу, оскільки Fe^{2+} легко окиснюється киснем повітря до Fe^{3+} .

До 0,5 мл розчину задачі додати кілька краплин HCl та 1 мл розчину $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. Поява темно-синього осаду вказує на наявність Fe^{2+} .

Виявлення Mn^{2+} . До 1-2 краплин розчину задачі додати 5-6 мл HNO_3 та невеличку дрібку сухого бісмутату натрію NaBiO_3 . Поява рожево-фіолетового забарвлення свідчить про наявність Mn^{2+} у розчині.

Виявлення Hg^{2+} . До 1 мл розчину задачі додати 0,5 мл HNO_3 . У розчин внести мідну пластинку і через 1-2 хвилини промити її проточною водою та витерти насухо фільтрувальним папером (після цього добре вимити руки!). Поява на пластинці блискучої плями свідчить про наявність йонів ртуті в розчині.

Виявлення As (III, V). До 1 мл розчину задачі додати 10-12 краплин концентрованої HNO_3 . Суміш у пробірці прокип'ятити протягом 1-2 хвилин (обережно!). Після цього додати 5-6 краплин молібденової рідини, нагріти до кипіння та залишити на 5-10 хвилин. Утворення яскраво-жовтого осаду вказує на наявність арсену в розчині.

Виявлення Fe^{3+} . До 0,5 мл розчину задачі додати кілька

краплин HNO_3 та 1 мл роданіду амонію NH_4SCN або калію KSCN . Забарвлення розчину в насичено-червоний колір свідчить про наявність Fe^{3+} .

Виявлення Al^{3+} . Див. краплинний варіант реакції алюмінію з алізарином (стор. 52). Результат не можна вважати достовірним, необхідна перевірка при систематичному ході аналізу.

Виявлення Sn (II, IV). До 2 мл розчину задачі додати 3-4 краплини концентрованої HCl та залізні ошурки, прокип'ятити суміш протягом 1-2 хвилин. Після охолодження суміші додати лужний розчин диметилгліоксиму H_2Dm до лужної реакції середовища (перевірити лакмусовим папірцем) і потім ще 1 мл. Додати HCl до кислої реакції середовища (перевірити лакмусовим папірцем). Потім додати 1 мл бутилового (або ізобутилового) спирту і збовтати вміст пробірки. У присутності олова органічний шар (верхній) набуває червоного кольору. Для порівняння провести "сліпий" дослід.

Виявлення Cu^{2+} . До 0,5 мл розчину задачі додати 2-3 краплини HCl та 10-12 краплин розчину $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. Суміш залишити на 2-3 хвилини. Утворення червоно-бурого осаду свідчить про наявність Cu^{2+} у розчині. Результат не можна вважати достовірним, необхідна перевірка при систематичному ході аналізу.

Виявлення Sb (III, V). До 1-2 мл розчину задачі додати 1-2 краплини концентрованої HCl та 3-4 краплини розчину SnCl_2 . Після цього додавати краплинами (!) 10%-ний розчин нітриту натрію NaNO_2 , поки не зникне бурувате забарвлення, що спочатку утворюється, і ще 1-2 краплини. Розчин залишити на 2-3 хвилини, а потім, щоб позбутися лишку NaNO_2 , додавши до нього невеликими порціями суху сечовину $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$, поки розчин не перестане пінитись. Суміш розбавляють водою до 5-6 мл, додають 2-3 краплини 0,2%-ного розчину метилового фіолетового та 1 мл толуолу. Суміш перемішують. У присутності стибію органічний шар (верхній) набуває синього кольору. Для порівняння провести "сліпий" дослід.

Виявлення Ni^{2+} :

а) на смужку фільтрувального паперу нанести 1 краплину розчину задачі, 2 краплини насиченого розчину фосфату амонію $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4$ (для зв'язування йонів, які заважають) і на периферію плями нанести 1-2 краплини спиртового розчину диметилгліоксиму. У присутності Ni^{2+} з'являється рожеве забарвлення;

б) до 0,5 мл розчину задачі додати 2-3 мл розчину $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4$ та 2-3 краплини розчину NH_4OH , добре перемішати скляною паличкою, а потім обережно (!) по стінці пробірки додати 1-1,5 мл спиртового

розчину диметилглюксиму (не перемішувати!). Утворення у верхній частині суміші яскраво-рожевого осаду свідчить про наявність Ni^{2+} у розчині.

Виявлення Co^{2+} :

а) до 0,5 мл розчину задачі додати таку саму кількість за об'ємом тіосечовини і трохи NH_4F . Суміш у пробірці струшувати 1-2 хвилини, дати відстоятись, а потім обережно по стінці пробірки додати 10-15 краплин роданіду амонію NH_4SCN в аміловому спирті (не перемішувати!). У присутності Co^{2+} шар амілового спирту набуває синього кольору;

б) на смужку фільтрувального паперу нанести 1 краплину розчину задачі, 2 краплини насиченого розчину фосфату амонію $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4$ (для зв'язування йонів, які заважають) і на периферію плями нанести 1-2 краплини розчину α -нітросо- β -нафтолу. У присутності Co^{2+} з'являється червоне забарвлення.

Відокремлення та виявлення Zn^{2+} , Cr^{3+} , Al^{3+} . До 1 мл розчину задачі додати 5-6 мл розчину NaOH і суміш добре перемішати скляною паличкою. Далі додавати (краплинами!) 10-12 краплин пероксиду водню H_2O_2 , поки не припиниться бурхлива реакція. Після цього суміш знову перемішати і нагрівати 1 хвилину. Додавання H_2O_2 і нагрівання повторити ще 2-3 рази, осад $\text{Fe}(\text{OH})_3$, $\text{MnO}(\text{OH})_2$, $\text{Mg}(\text{OH})_2$, $\text{Bi}(\text{OH})_3$, $\text{Cu}(\text{OH})_2$, HgO , $\text{Ni}(\text{OH})_2$, $\text{Co}(\text{OH})_3$ відфільтрувати та відкинути.

Фільтрат CrO_4^{2-} , $\text{Zn}(\text{OH})_4^{2-}$, $\text{Al}(\text{OH})_4^-$, $\text{Sb}(\text{V})$, $\text{As}(\text{V})$, $\text{Sn}(\text{IV})$ зібрати в чисту пробірку, використати для виявлення Cr^{3+} , Zn^{2+} , Al^{3+} .

Виявлення Cr^{3+} . На смужку фільтрувального паперу нанести 1 краплину розчину бензидину і в центр плями - 1 краплину отриманого фільтрату. Поява насичено-синього забарвлення вказує на наявність хрому в розчині.

Виявлення Zn^{2+} . До 1-2 мл фільтрату додати 3-4 краплини розчину сульфід натрію. Поява каламуті білого кольору свідчить про наявність цинку в розчині.

Виявлення Al^{3+} . Для виявлення Al^{3+} необхідно попередньо видалити з отриманого фільтрату *стибій* та *станум*, що заважають виявленню. Для цього до 2-3 мл фільтрату додати краплинами(!) HNO_3 до кислої реакції середовища (перевірити лакмусовим папірцем) і потім ще 5-6 краплин. Осад відфільтрувати і відкинути. Фільтрат використати для виявлення Al^{3+} .

Осад: H_3SbO_4 , H_2SnO_3 .

Фільтрат: Al^{3+} , Zn^{2+} , $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$, AsO_4^{3-} .

До 2 мл цього фільтрату додати краплинами (!) розчин NaOH до лужної реакції середовища (перевірити лакмусовим папірцем) і потім ще 1 мл. До отриманого розчину додати сухий NH_4Cl до насичення. Вміст пробірки трохи підігріти. Утворення невеликого білого аморфного осаду свідчить про наявність Al^{3+} .

Відокремлення та виявлення Mg^{2+} , Bi^{3+} , Cu^{2+} . До 1-2 мл розчину задачі додати 3-4 мл концентрованого розчину NH_4OH і суміш добре перемішати паличкою. Далі по краплині (!) додати 10-12 краплин пероксиду водню H_2O_2 , поки не припиниться бурхлива реакція. Суміш перемішати паличкою і нагрівати 1 хвилину. Додавання H_2O_2 і нагрівання повторити ще 2-3 рази.

Осад: $\text{Mg}(\text{OH})_2$, $\text{Bi}(\text{OH})_3$, $\text{Fe}(\text{OH})_3$, $\text{Al}(\text{OH})_3$, $\text{MnO}(\text{OH})_2$, NH_2HgCl , H_2SbO_4 , H_2SnO_3 відфільтрувати і використати для виявлення Mg^{2+} та Bi^{3+} .

Фільтрат: $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$, $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$, $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$, $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{3+}$, AsO_4^{3-} , CrO_4^{2-} зібрати в чисту пробірку й використати для виявлення Cu^{2+} .

Виявлення Mg^{2+} . Осад на фільтрі промити тричі дистильованою водою. Лійку з осадом помістити над чистою пробіркою, осад на фільтрі обробити 3-4 мл насиченого розчину NH_4Cl (приготувати в окремій пробірці). До отриманого *прозорого* та *безбарвного* розчину додати 1-2 краплини розчину NH_4OH і потім 3-4 краплини розчину гідрофосфату натрію Na_2HPO_4 . Поява білого осаду свідчить до наявність магнію.

Виявлення Bi^{3+} . Частину осаду, який залишився на фільтрі, перенести за допомогою скляної палички в чисту пробірку і розчинити у невеликій кількості HCl (додавати краплинами!). В отриманому розчині перевірити наявність Bi^{3+} :

а) до 0,5 мл розчину додати 3-4 краплини розчину SnCl_2 для відновлення Fe^{3+} до Fe^{2+} , потім по краплині(!) додати 5-6 краплин розчину йодиду калію KI . Поява чорного осаду, який розчиняється у надлишку KI з утворенням оранжевої розчинної комплексної сполуки KBiI_4 , свідчить про наявність Bi^{3+} ;

б) до 0,5 мл розчину додати 4-5 краплин розчину тартрату натрію $\text{Na}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$ і дрібку сухої тіосечовини $\text{SC}(\text{NH}_2)_2$. Поява червоно-оранжевого забарвлення свідчить про наявність Bi^{3+} .

Виявлення Cu^{2+} . На скляну пластинку помістити 1-2 краплини підкисленого фільтрату і декілька краплин розчину $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. Дати суміші постояти 2-3 хвилини. Утворення червоно-бурого осаду свідчить про наявність міді.

Питання для контролю й самоперевірки

1. Який реагент слід використати, щоб виявити:
 - а) йони Zn^{2+} у присутності Al^{3+} ;
 - б) йони Ni^{2+} у присутності Cu^{2+} , Co^{2+} , Hg^{2+} ;
 - в) Hg^{2+} у присутності Co^{2+} та Ni^{2+} ;
 - г) Cu^{2+} у присутності Fe^{3+} ;
 - д) Fe^{3+} у присутності інших катіонів V аналітичної групи;
 - е) Hg^{2+} у присутності інших катіонів IV, V та VI аналітичних груп;
 - є) Mn^{2+} у присутності інших катіонів IV, V та VI аналітичних груп?
2. Який реагент слід використати, щоб відділити:
 - а) йони Zn^{2+} від Al^{3+} ;
 - б) йони Cr^{3+} від Zn^{2+} ;
 - в) Zn^{2+} від Hg^{2+} та Cu^{2+} ?
3. Який реагент слід використати, щоб:
 - а) відокремити Mg^{2+} із суміші осадів $Mg(OH)_2$, $Fe(OH)_3$, $MnO(OH)_2$;
 - б) розчинити осад $Cr(OH)_3$;
 - в) розчинити осад $Ni(OH)_2$;
 - г) розчинити осад NH_2HgO ;
 - д) не розчинився осад ZnS ;
 - е) не розчинився осад $Cu_2[Fe(CN)_6]$?
4. Який реагент слід використати, щоб виявити:
 - а) Cu^{2+} у присутності інших катіонів VI аналітичної групи;
 - б) Sn (II, IV) у присутності інших катіонів IV, V та VI аналітичних груп;
 - в) Bi^{3+} у присутності інших катіонів IV, V та VI аналітичних груп;
 - г) As (III, V) у присутності інших катіонів IV, V та VI аналітичних груп?

ЗАНЯТТЯ № 13

Аніони. Аналіз сухої солі

АНІОНИ

Загальна характеристика

Загальноприйнятої класифікації аніонів на групи немає. Згідно розчинності барієвих та срібних солей аніони ділять на 3 групи.

№ групи	Аніони	Груповий реагент	Розчинність солей
1.	SO_4^{2-} , CO_3^{2-} , PO_4^{3-}	BaCl_2 або $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$	Соли барію нерозчинні
2.	Cl^- , Br^- , I^-	AgNO_3	Соли срібла нерозчинні
3.	NO_3^- , NO_2^- , CH_3COO^-	Відсутній	Більшість солей, в тому числі барію та срібла нерозчинні

В більшості випадків аніони не заважають відкриттю один одного і в суміші їх можна відкривати дробним методом.

Груповим реактивом першої групи є BaCl_2 , другої – AgNO_3 , а групового реактиву на третю групу немає.

Групові реактиви практично слугують не для відділення однієї групи від іншої, а для попереднього визначення.

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

I група аніонів

Груповим реактивом на першу групу є BaCl_2 .

Реакції на аніон SO_4^{2-}

1. Реакція з груповим реактивом BaCl_2 . Груповий реактив BaCl_2 осаджує аніони першої групи, в тому числі і йон SO_4^{2-} в нейтральному або слабколужному середовищі.

Хід роботи. До 3-4 крапель розчину натрій сульфату додати таку ж кількість BaCl_2 . Спостерігайте за змінами. Написати рівняння реакції в молекулярному та йонному вигляді.

Реакції аніону CO_3^{2-}

1. Реакція з кислотами. Оцтова кислота та мінеральні кислоти виділяють із розчинів, що містять йони CO_3^{2-} , вуглекислий газ:



Хід роботи. До 1мл. розчину натрій карбонату додати (по одній) 3-4 краплини HCl . Спостерігайте виділення дрібних бульбашок газу при струшуванні. Виявленню CO_3^{2-} заважають SO_3^{2-} , S^{2-} , NO_2^- .

2. Реакція з $BaCl_2$. Хлорид барію з CO_3^{2-} дає білий осад – $BaCO_3$. Осад розчинний в мінеральних та оцтовій кислотах.

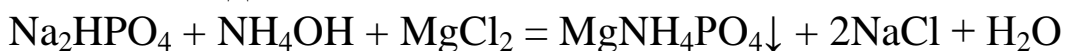
Хід роботи. До 3-4 крапель розчину натрій карбонату додати таку ж кількість $BaCl_2$. Спостерігайте за утворенням осаду. Визначте розчинність осаду в кислотах. Написати рівняння реакції в молекулярному та йонному вигляді.

3. Реакція і аргентум нітратом. Аргентум нітрат осаджує карбонат йони з розчинів у вигляді білого осаду аргентум карбонату. Осад легко розчиняється в нітратній кислоті з одночасним виділенням карбон (IV) оксиду.

Хід роботи. До 5 крапель розчину натрій карбонату додати таку ж кількість $AgNO_3$. Отриманий осад розділити у дві пробірки і випробувати на розчинення в розбавленій нітратній кислоті та розчині амоніаку. Написати рівняння реакції в молекулярному та йонному вигляді.

Реакції фосфат-іону PO_4^{3-}

1. Реакція і магнезіальною сумішшю. Солі магнію в присутності NH_4OH і NH_4Cl з йоном PO_4^{3-} дають білий кристалічний осад:



Хід роботи. До 3 крапель розчину магній хлориду додають 2 краплі 2М розчину амоніаку, 4 краплі розчину амоній хлориду і 2 краплі розчину амоній фосфату. Спостерігають випадіння білого осаду. Перевіряють розчинність отриманого осаду в кислотах. Написати рівняння реакції в молекулярному та йонному вигляді.

2. Реакція з молібденовою рідиною. Молібденова рідина (суміш молібдату амонію $(NH_4)_2MoO_4$ та HNO_3) осаджує фосфат-іони у вигляді жовтого кристалічного осаду амоній фосформолібдату.

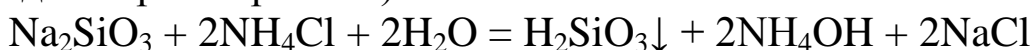
Хід роботи. До 1 мл нагрітої молібденової рідини додати 2 краплі досліджуваного розчину - з'являється жовте забарвлення, або такий же осад. Написати рівняння реакції в молекулярному та йонному вигляді.

Реакції силікат-іону SiO_3^{2-}

1. Реакція BaCl_2 . BaCl_2 з іоном SiO_3^{2-} утворює білий осад, який кислоти розкладають, виділяючи драглистий осад силіцієвої (кремнієвої) кислоти (написати рівняння реакції).

Хід роботи. До 3-4 крапель розчину Na_2SiO_3 додати таку ж кількість BaCl_2 . Спостерігайте за виділенням осаду кремнієвої кислоти. Написати рівняння реакції в молекулярному та йонному вигляді.

2. Реакція NH_4Cl . Хлорид амонію виділяє з розчинів, що містять йони SiO_3^{2-} аморфний осад силіцієвої кислоти (реакція краще проходить при нагріванні):



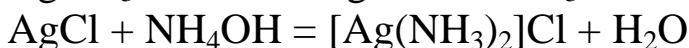
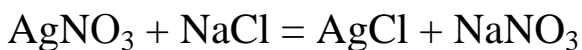
Хід роботи. До 2мл розчину, що містить йони SiO_3^{2-} додати дрібку сухого NH_4Cl . Суміш злегка нагріти. З'являється желеподібний осад.

Аніони другої групи

Груповим реактивом на другу групу є AgNO_3 в нітратній (азотній) кислоті.

Реакції аніону Cl^-

1. Реакція з AgNO_3 . Азотнокисле срібло з хлорид-іоном утворює осад, нерозчинний в кислотах і лугах, але розчинний в надлишку NH_4OH .



Хід роботи. До 3-4 крапель розчину NaCl додати таку ж кількість AgNO_3 . Спостерігайте за випадінням осаду. Випробуйте розчинність осаду в NH_4OH . Додайте концентрованої HNO_3 . Зробіть висновки. Написати рівняння реакції в молекулярному та йонному вигляді.

2. Реакція і KMnO_4 . Перманганат-іон окиснює Cl^- в кислотному середовищі до вільного хлору, а сам відновлюється до Mn^{2+} .

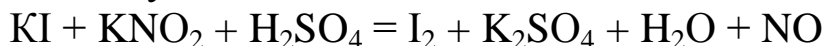


(розібрати реакцію як окисно-відновну)

Хід роботи. В пробірку наливають трохи KMnO_4 , 6-8 крапель розчину NaCl і стільки ж концентрованої H_2SO_4 . Суміш обережно нагрівають під тягою. Виділяється хлор, який виявляють по посинінню йод-крохмального паперу над пробіркою. (Відчувається також запах хлору).

Реакція аніону I^-

1. Реакція з KNO_2 . В кислому середовищі KI окиснюється до вільного йоду:



Хлорид-іон та бромід-іон нітритом калію не окиснюються.

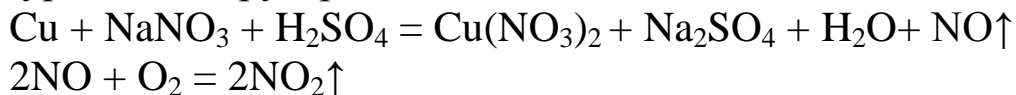
Хід роботи. До 3-4 крапель розчину KI додати стільки ж розведеної H_2SO_4 та 8-10 крапель органічного розчинника та 3-4 краплі розчину KNO_2 . Суміш помішати та спостерігати зміну забарвлення органічного розчинника. Запишіть рівняння реакції, розберіть її як окисно-відновну, вкажіть процеси окиснення та відновлення, окисник та відновник.

Третя група аніонів

До третьої групи аніонів відносяться NO_3^- і NO_2^- , CH_3COO^- . Групового реактиву немає.

Реакція аніону NO_3^-

1. Реакція з міддю і H_2SO_4 . В сульфатнокислому середовищі мідь відновлює NO_3^- до $\text{NO}\uparrow$, який на повітрі окиснюється до $\text{NO}_2\uparrow$ - газу бурого кольору з різким запахом.



Хід роботи. До 4-5 крапель розчину NaNO_3 додати 5-6 крапель концентрованої H_2SO_4 і ввести кусочок міді та нагріти під тягою. Виділяється бурий газ NO_2 . Запишіть рівняння реакції, розберіть її як окисно-відновну, вкажіть процеси окиснення та відновлення, окисник та відновник.

2. Реакція з дифеніламіном. Дифеніламін окиснюється йонами NO_3^- до темно-синього кольору.

Хід роботи. На предметне скло помістити 2-3 краплі розчину дифеніламіну, 3-5 крапель концентрованої H_2SO_4 і 2 краплі розчину $NaNO_3$, з'явиться синє забарвлення.

3. Реакція з антипірином. До двох крапель розчину нітрату обережно додати краплю 5% водного розчину антипірину, 3 краплі концентрованої сульфатної кислоти і обережно перемішати. Спостерігайте світло-червоне забарвлення розчину.

Реакції аніону NO_2^-

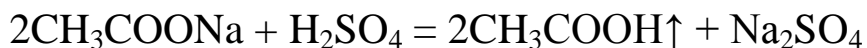
1. Реакція з KI. KI в кислому середовищі окиснюється йонами NO_2^- до I_2 , а NO_2^- відновлюється до $NO\uparrow$.

Хід роботи. До 4-5 крапель розчину KNO_2 додати стільки ж розчину KI і 3-4 краплі Na_2SO_4 . Виділяється вільний йод, який забарвлює розчин в жовтий або бурий колір. Запишіть рівняння реакції, розберіть її як окисно-відновну, вкажіть процеси окиснення та відновлення, окисник та відновник.

2. Реакція з антипірином. До 5 крапель водного розчину антипірину додати 2 краплі розчину нітриту та 1-2 краплі концентрованої сульфатної кислоти, перемішати і спостерігати появу яскраво-зеленого забарвлення нітроантипірину.

Реакції аніону CH_3COO^-

1. Реакція з H_2SO_4 . Сульфатна кислота із сухих оцтовокислих солей виділяє оцтову кислоту, яку можна розпізнати за характерним запахом:



Хід роботи. 2-3мл розчину, що містить йони CH_3COO^- , внести до фарфорової чашки та випарувати досуха. До сухого залишку додати 5-6 краплин H_2SO_4 . Поява характерного запаху оцтової кислоти свідчить про наявність йонів CH_3COO^- у досліджуваному розчині.

Питання для контролю й самоперевірки

1. Які аніони належать до:
 - а) I аналітичної групи;
 - б) II аналітичної групи;
 - в) III аналітичної групи.
2. Вкажіть групові реактиви на аніони та умови їх використання.
3. Написати рівняння характерних реакцій аніона. Вказати умови, ознаки, тип реакцій, заважаючі йони. Охарактеризувати аналітичні ознаки одержаних сполук (агрегатний стан, забарвлення, розчинність у воді, кислотах, лугах, сила електроліту, кислотно-основні і окисно-відновні властивості, здатність гідролізувати).

ЗАНЯТТЯ № 14

Аналіз суміші аніонів I, II та III аналітичних груп

Виявлення SO_4^{2-} . До 1-2 мл досліджуваного розчину (задачі) додати 10 краплин HCl та 3-4 краплини розчину BaCl_2 . Поява білого осаду свідчить про наявність SO_4^{2-} .

Виявлення S^{2-} . До 1 мл розчину задачі додати 2-3 краплини HCl , 8-10 краплин розчину $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$. У присутності S^{2-} у розчині з'являється жовтий осад.

Виявлення SO_3^{2-} . Якщо в задачі виявлено йони S^{2-} , то до 1 мл розчину задачі додати 2 мл розчину $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$. Дати суміші постояти 3 хвилини. Осад, що містить SrSO_3 , відфільтрувати через щільний фільтр, промити 3-4 рази водою. Лійку з осадом помістити над чистою пробіркою і розчинити осад в 1-2 мл HCl . 10-12 краплин отриманого розчину додати по краплині(!) до 2-3 мл розчину йодної води. У присутності SO_3^{2-} йодна вода знебарвлюється.

Якщо у задачі не виявлено йонів S^{2-} , тоді для виявлення йонів SO_3^{2-} до 2-3 мл розчину йодної води додати краплинами(!) розчин задачі (10-12 краплин).

Виявлення CO_3^{2-} . Якщо в задачі виявлено йони SO_3^{2-} чи S^{2-} , тоді до 2-3 мл розчину задачі додати по краплині(!) розчин I_2 до появи світло-жовтого забарвлення, яке не зникає з часом. Після цього додавати по одній(!) 3-4 краплини HCl . Після додавання кожної краплини HCl пробірку з розчином злегка струшують. У присутності CO_3^{2-} спостерігається виділення дрібних бульбашок газу.

Якщо в задачі немає йонів SO_3^{2-} та S^{2-} , тоді для виявлення йонів CO_3^{2-} до 2-3 мл задачі додають по одній(!) 3-4 краплини HCl .

Виявлення SiO_3^{2-} . До 2-3 мл розчину задачі додати дрібку сухого NH_4Cl . Суміш підігріти. У присутності SiO_3^{2-} з'являється желеподібний осад.

Виявлення PO_4^{3-} . До 1 мл розчину задачі додати 8-10 краплин концентрованої HNO_3 . Суміш прокип'ятити протягом 1 хвилини, потім додати 5-6 мл молібденової рідини і залишити на 5 хвилин. У присутності PO_4^{3-} з'являється яскраво-жовтий осад. Якщо в задачі були виявлені йони SiO_3^{2-} , то, перш ніж додавати молібденову рідину, до неї слід додати 10-12 краплин розчину або дрібку сухої винної кислоти $\text{H}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$.

Виявлення F^- . 3-4 мл розчину задачі внести до порцелянової чашки і випарювати досуха. Сухий залишок перенести пробірку, додати 3-4 краплини концентрованої H_2SO_4 . Через 1-2 хвилини пробірку сполоснути водою (обережно!). У присутності F^- скло пробірки стає "матовим".

Виявлення I^- та Br^- . До 1-2 краплин(!) розчину задачі, що знаходиться в пробірці, додати 1 мл води, 2-3 краплини H_2SO_4 та 1-1,5 мл бензену або толуолу. Після цього окремими порціями по 3-5 краплин додавати хлорну воду, при цьому після додавання кожної порції пробірку струшувати. Якщо в задачі є йони I^- , то після додавання перших порцій хлорної води верхній шар (бензол) набуває рожево-фіолетового кольору. Додавання хлорної води продовжувати, поки зникне рожево-фіолетове забарвлення бензольного шару. Після цього, якщо в задачі є також і йони Br^- , наступна порція хлорної води призведе до забарвлення бензенового шару в жовтий або жовто-бурий колір. Якщо ж у задачі йонів I^- немає, а є лише йони Br^- , то жовте або жовто-буре забарвлення бензенового шару з'являється після додавання вже перших порцій хлорної води.

Виявлення Cl^- . До 2-3 мл розчину задачі додати 8-10 краплин HNO_3 та 2-3 мл розчину AgNO_3 . Розчин залишити для відстоювання (або трішки підігріти) і перевірити на повноту осадження, додаючи ще 2-3 краплини розчину AgNO_3 . Осад відфільтрувати, промити на фільтрі 3-4 рази азотною кислотою та використати для виявлення йонів Cl^- . Фільтрат і промивну рідину відкинути.

Осад: AgI , AgBr , AgCl , Ag_2S .

Лійку з осадом вставити в чисту пробірку й осад на фільтрі обробити 2-3 мл розчину $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$. До отриманого розчину, який повинен бути прозорим та безбарвним, додати:

а) HNO_3 до кислої реакції середовища (перевірити лакмусовим папірцем). У присутності Cl^- з'являється каламуть білого кольору;

б) 3-4 краплини розчину KI. Поява блідо-жовтого осаду вказує на присутність хлорид-іонів у розчині.

Виявлення NO_2^- . До 1 мл розчину задачі додати 5-6 краплин розчину KI, 1-1,5 мл бензену та 3-5 краплин оцтової кислоти CH_3COOH . Суміш перемішати збовтуванням. У присутності NO_2^- органічний шар набуває рожево-фіолетового забарвлення.

Виявлення NO_3^- . Якщо в задачі виявлено йони NO_2^- , то їх треба видалити, перш ніж приступати до виявлення NO_3^- . Для цього до 2-3 мл розчину задачі додати дрібку сухого хлориду амонію NH_4Cl або дрібку сечовини $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$. Розчин прокип'ятити. Додавання хлориду амонію або сечовини та кип'ятіння розчину повторити 2-3 рази. Одну краплину розчину, що не містить NO_2^- , помістити на стінку пробірки і додати 2-3 краплини розчину дифеніламіну в концентрованій H_2SO_4 . У присутності NO_3^- з'явиться насичене синє забарвлення.

Якщо йони NO_2^- у задачі не виявлені, тоді для виявлення NO_3^- одну краплину розчину задачі помістити на стінку пробірки і додати 2-3 краплини розчину дифеніламіну в концентрованій H_2SO_4 .

Виявлення CH_3COO^- .

а) 2-3 мл розчину задачі внести до порцелянової чашки і випарити досуха. До сухого залишку додати 5-6 краплин H_2SO_4 . Поява характерного запаху свідчить про наявність йонів CH_3COO^- ;

б) до 2-3 мл розчину задачі додати 3-4 мл розчину AgNO_3 , залишити суміш на певний час для відстоювання (або трішки підігріти) і перевірити на повноту осадження, додавши ще 2-3 краплини розчину AgNO_3 . Осад відфільтрувати і відкинути. Фільтрат використати для виявлення CH_3COO^- .

Осад: Ag_2CO_3 , Ag_2SO_3 , Ag_3PO_4 , Ag_2SiO_3 , AgI , AgBr , AgCl , Ag_2S .

Фільтрат: CH_3COO^- , NO_3^- , NO_2^- , SO_4^{2-} .

До 1 мл отриманого фільтрату додати 3-4 краплини розчину FeCl_3 , потім 1-2 мл води і суміш підігріти. У присутності CH_3COO^- спочатку з'явиться темно-червоне забарвлення, а потім, після нагрівання, - червоно-бурий осад.

Питання для контролю й самоперевірки

1. Вкажіть групі реактиви на аніони та умови їх використання.
2. Написати рівняння характерних реакцій аніона. Вказати умови, ознаки, тип реакцій, заважаючі йони. Охарактеризувати аналітичні ознаки одержаних сполук (агрегатний стан, забарвлення, розчинність

у воді, кислотах, лугах, сила електроліту, кислотно-основні і окисно-відновні властивості, здатність гідролізувати).

3. Запропонувати схему розділення суміші двох аніонів, написати рівняння хімічних реакцій. Вказати умови, ознаки, тип реакцій, заважаючі йони. Охарактеризувати аналітичні ознаки одержаних сполук (агрегатний стан, забарвлення, розчинність у воді, кислотах, лугах, сила електроліту, кислотно-основні і окисно-відновні властивості, здатність гідролізувати):

а) CO_3^{2-} в присутності SO_3^{2-} ;

б) S^{2-} в присутності SO_3^{2-} ;

в) Br^- в присутності I^- ;

г) PO_4^{3-} в присутності SiO_3^{2-} ;

д) PO_4^{3-} в присутності I^- ;

е) Cl^- в присутності Br^- та I^- ;

ж) NO_3^- в присутності NO_2^- .

ЗАНЯТТЯ № 15

Аналіз індивідуальної речовини

Аналіз солі проводиться у вигляді відкриття катіонів та аніонів. Спочатку речовину подрібнюють і розчиняють у воді. Для проведення аналізу приблизно 0,5г речовини розчиняють в 10 мл води.

Попередні дослідження. Із сухим зразком проби можна виконати реакції забарвлення полум'я. Для цього платинову(ніхромову) дротинку після очищення занурюють у концентровану хлоридну кислоту і прожарюють у полум'ї газового пальника. Нагріту дротинку вносять у порошок проби, а потім знову у верхню частину полум'я. Жовте забарвлення свідчить про наявність у пробі Натрію, фіолетове - Калію, карміново-червоне - Стронцію, цегляно-червоне - Кальцію, жовто-зелене - Барію, зелене - Купруму. Слід пам'ятати, що полум'я забарвлюється тільки під час нагрівання летких хлоридів металів, і за результатами попередніх досліджень не можна робити остаточних висновків.

Насамперед слід звернути увагу на забарвлення досліджуваного розчину. Воно свідчить про можливу наявність таких іонів, як Cr^{3+} , солі якого забарвлюють розчин у зелений колір, Fe^{2+} - у блідо-зелений. Fe^{3+} - у жовто-коричневий. Cu^{2+} - у блакитний, Co^{2+} - у яскраво-рожевий. Ni^{2+} - у яскраво-зелений.

За допомогою лакмусу або універсального індикаторного папірця визначають реакцію середовища досліджуваного розчину. Якщо реакція кислотна, можна зробити висновок про наявність кислій солі (NaH_2PO_4) або солей слабких основ і сильних кислот, які гідролізують. Лужна реакція свідчить про наявність солей слабких кислот і сильних основ.

Деякі катіони часто з'єднуються лише з певними аніонами, що спрощує виявлення аніонів. Наприклад, якщо суха речовина розчинилась в розведеній HCl , HNO_3 і при цьому виявлені катіони Ba^{2+} чи Pb^{2+} , то можна вважати, що речовина не містить аніону SO_4^{2-} , а якщо в нейтральному або слабколужному розчині є Ba^{2+} , то аніони першої групи відсутні, коли ж в розчині без осаду знайдено Ag^+ , то аніони другої групи відсутні.

Встановлення групи катіона. На окрему порцію досліджуваного розчину діють розчином натрій карбонату. Якщо в результаті осад не утворюється, це означає, що наявні лише катіони першої аналітичної групи – K^+ , Na^+ , NH_4^+ . Якщо натрій карбонат утворює осад, то в розчині можуть бути катіони інших аналітичних груп. Для підтвердження цього до окремих порцій досліджуваного розчину послідовно додають групові реактиви, починаючи з хлоридної кислоти, далі додають сульфатну кислоту, розчин натрій гідроксиду й амоній гідроксиду.

Катіони другої аналітичної групи Ag^+ , Hg_2^{2+} , Pb^{2+} виявляють $2M$ розчином хлоридної кислоти. Утворення білого осаду означає, що катіон невідомої речовини належить до другої аналітичної групи.

Для виявлення катіонів третьої аналітичної групи Ba^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+} , використовують розчин сульфатної кислоти. Для повнішого осадження йонів Ca^{2+} до суміші додають етанол.

Катіони четвертої аналітичної групи Cr^{3+} , Zn^{2+} , Al^{3+} виявляють за допомогою їдких лугів KOH або NaOH , які утворюють осаді відповідних гідроксидів, розчинних у надлишку реактиву. Якщо осад не розчиняється в надлишку їдких лугів, це свідчить про наявність катіонів п'ятої аналітичної групи – Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Mg^{2+} .

Нарешті, випробовують розчинність осаду в розчині амоній гідроксиду. Якщо цей осад розчиняється в розчині амоніаку, це означає, що катіон невідомої речовини належить до шостої аналітичної групи – Cu^{2+} , Hg^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} .

Виявлення катіона. Для виявлення в невідомій речовині катіона, що належить до першої аналітичної групи, насамперед виконують реакцію з реактивом Несслера, оскільки йони амонію перешкоджають виявленню йонів Na^+ або K^+ . Якщо осад не випав, то в розчині наявні йони Na^+ або K^+ які виявляють індивідуальними реакціями.

Катіони другої аналітичної групи виявляють за осадом хлоридів, отриманих у результаті дії групового реактиву. Цей осад відокремлюють центрифугуванням, промивають водою і виявляють у ньому катіони Ag^+ , Hg_2^{2+} , Pb^{2+} .

Виявлення катіона третьої аналітичної групи розпочинають з йонів Ba^{2+} (див. реакцію з дихроматом калію). Якщо жовтий осад не випав, то в розчині наявні йони Ca^{2+} або Sr^{2+} (тоді проводять характерні реакції на дані катіони).

Якщо розчин невідомої речовини має зелений колір, то припускають наявність у ньому йонів Cr^{3+} з четвертої аналітичної групи. Виконують індивідуальну реакцію з сильними окисниками (H_2O_2 або перманганатом калію). Індивідуальними реакціями виявляють йони Al^{3+} (реакція з алізарином) та Zn^{2+} (реакція з жовтою кров'яною сіллю).

Йони п'ятої аналітичної групи виявляють реакціями: Fe^{2+} - реакцією з червоною кров'яною сіллю; Fe^{3+} - реакцією з жовтою кров'яною сіллю або реакцією з калій тіоціанатом; Mn^{2+} - реакцією з плюмбум (IV) оксидом. Якщо ці йони не виявлені, то реакцією з натрій гідрогенфосфатом виявляють йон Mg^{2+} .

Під час виявлення йонів шостої аналітичної групи доцільно звернути увагу на колір розчину. Якщо розчин яскраво-рожевий, то наявні йони Co^{2+} , якщо блакитний. - йони Cu^{2+} , якщо ж яскраво-зелений. - йони Ni^{2+} . Відповідними індивідуальними реакціями виявляють катіони шостої аналітичної групи (див. реакції катіонів шостої аналітичної групи).

Виявлення аніона залежить від наявності катіона невідомої речовини. Якщо катіон невідомої речовини не належить до групи важких металів (тобто це Магній або катіони першої чи третьої аналітичних груп), то виявлення аніона виконують безпосередньо в окремих порціях досліджуваного розчину. За допомогою групових реактивів барій хлориду BaCl_2 і аргентум нітрату AgNO_3 за наявності нітратної кислоти встановлюють, до якої аналітичної групи належить

аніон. Випадання осаду з барій хлоридом свідчить про наявність аніона першої аналітичної групи. Якщо барій хлорид не утворив осаду з досліджуваним розчином, то його випробовують дією аргентум нітрату за наявності нітратної кислоти. Випадання білого осаду свідчить про наявність аніона другої аналітичної групи.

Якщо осад з жодним груповим реактивом не утворюється, то аніон невідомої речовини належить до третьої групи.

Для виявлення аніона першої аналітичної групи випробовують розчинність солі Барію цього аніона в мінеральних кислотах (HNO_3 , HCl). Якщо осад не розчиняється, можна зробити висновок про наявність сульфат-іонів. Якщо ж осад розчиняється в мінеральних кислотах і при цьому спостерігається виділення бульбашок газу, то в складі невідомої речовини є карбонат-іони. Аніони SO_3^{2-} , PO_4^{3-} , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ виявляють індивідуальними реакціями.

Для виявлення аніона другої аналітичної групи досліджують осад, отриманий взаємодією досліджуваного розчину з аргентум нітратом AgNO_3 . Звертають увагу на колір осаду і випробовують розчинність його в розчині амоніаку, натрій тіосульфату або амоній карбонату. Індивідуальними реакціями підтверджують наявність передбачуваного аніона.

Аніони третьої аналітичної групи NO_2^- чи NO_3^- виявляють індивідуальними реакціями.

Якщо катіон невідомої речовини належить до групи важких металів, його потрібно видалити за допомогою натрій карбонату. Для цього до 2 мл досліджуваного розчину додають розчин натрій карбонату до повного виділення осаду. Суміш нагрівають на водяній бані 5-7 хв., перевіряють на повноту осадження і центрифугують. Отриманий центрифугат ділять на дві нерівні частини. Осад відкидають. До меншої частини центрифугату додають ацетатну кислоту, доводячи реакцію середовища до нейтральної ($\text{pH}=7$; перевіряють універсальним індикаторним папірцем). У цьому розчині виявляють аніони NO_2^- і NO_3^- . До більшої частини центрифугату додають розбавлену нітратну кислоту, доводячи реакцію середовища до слабкокислотної. В окремій пробі такого центрифугату за допомогою групових реактивів встановлюють групу аніона (як зазначено вище). Виявляють аніон із встановленої аналітичної групи відповідними індивідуальними реакціями.

ЗАНЯТТЯ № 16

Основні гравіметричні прилади. Аналітичні ваги (терези)

Ваги і зважування. Для вимірювання маси об'єктів, які аналізують, використовують ваги. Ваги - це точний вимірювальний прилад. Аналітичні ваги призначені для порівняння маси зважуваних предметів з відомою масою гир. У хіміко-аналітичних лабораторіях для проведення кількісного аналізу використовують ваги різного призначення, які відрізняються не лише конструкційними особливостями, а й допустимим навантаженням, точністю, чутливістю, ціною поділок і т. п. У зв'язку з цим лабораторні ваги поділяють на: технохімічні, аналітичні, напівмікроаналітичні, мікроаналітичні тощо.

Технохімічні ваги дозволяють зважувати з точністю до 0,01 г з граничним навантаженням до 1 кг. Цими вагами користуються також при вивченні загальної і неорганічної хімії.

Аналітичні ваги - це найточніший і найнеобхідніший прилад для проведення кількісних визначень. Аналіз завжди починають із взяття наважки, тобто відважування певної порції речовини, яку аналізують. Гравіметричне визначення закінчується також зважуванням.

Точність звичайного аналізу не перевищує десятих часток процента. Для аналізу з навчальною метою беруть наважки кілька десятих часток грама, бо робота з великою масою речовини потребує багато часу і витрат реактивів.

Аналітичні ваги ВЛА-200 М. Марка ваг означає, що ці ваги лабораторні аналітичні, демпферні, з вейтографом, з максимальним навантаженням 200 г (рис. 1). Головного робочою частиною ваг є коромисло. Посередині до коромисла прикріплена довга стрілка з мікрошкалою (8). Коромисло по середині має тригранну агатову призму, повернуту одним своїм ребром униз (5). Цією призмою коромисло спирається на ретельно відполіровану агатову пластинку, закріплену зверху на колонці (3) ваг. Це точка опори в центрі. На кінцях коромисла теж є тригранні агатові призми, повернуті одним ребром угору. На ці призми надіваються серги (сережки) своїми агатовими площадками. На серги підвішуються на довгих дужках чашки (1, 9) ваг з демпферами (2, 10). Призми і опорні площадки виготовляють з агату, бо цей мінерал володіє дуже великою твердістю, негігроскопічний і стійкий до дії пари і дихлору (стійкий

до дії пари фторидної кислоти).

Точність роботи ваг залежить від того, на скільки добре відполіровані площадки для опори призм. Робочі ребра всіх трьох призм повинні знаходитися в горизонтальній площині, бути строго паралельними одна одній і перпендикулярними до площини коромисла. З часом від роботи ваг призми і поверхні робочих площадок поступово зношуються і точність роботи ваг знижується.

Аналітичні ваги змонтовані на базисній дошці, яка зроблена з мармуру чи скла. Для захисту від пилу, повітряних потоків і т. п. ваги поміщені в застклений футляр з двома боковими дверцятами і підйомною передньою стінкою.

Базисна дошка (13) тримається на двох установочних гвинтах і ніжці. Під них підкладаються металічні підставки з напівсферичними заглибленнями в центрі. За допомогою установочних гвинтів або регулюючих ніжок (16) базисна дошка встановлюється в горизонтальне положення, яке перевіряють за шаровим рівнем, закріпленому на ній.

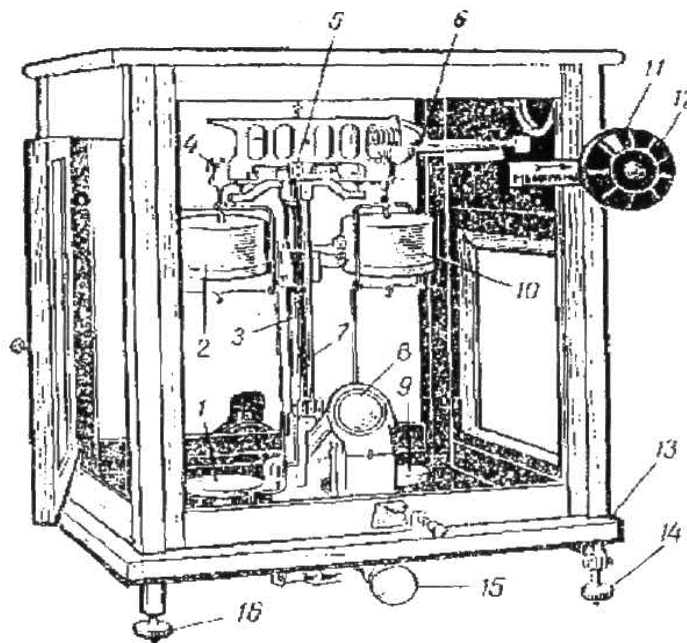


Рис. 1 . Демперні ваги:

- | | |
|-------------------------------|--------------------|
| 1, 9 – чашки; | 2, 10 – демпфери; |
| 3 – колонка; | 4 – сідла; |
| 5 – середня призма коромисла; | 7 – стрілка; |
| 6 – рычаги; | 11 – великий лімб; |
| 8 – оптична шкала; | 13 – основа; |
| 12 – малий лімб; | 15 – аретир |
| 14, 16 – регулюючі ніжки; | |

Демпфери. Демпфер (2, 10) - це порожнистий алюмінієвий циліндр, зверху закритий кришкою, а знизу відкритий. Він підвішений до серги і знаходиться над чашкою ваг (1, 9). Цей циліндр входить у другий циліндр, більшого діаметра, відкритий зверху і закритий знизу. Циліндр закріплений нерухомо на колонці ваг. При

опусканні плеча коромисла рухомий циліндр всувається в нерухомий, повітря в циліндрі стискується і, виходячи через вузький зазор між стінками циліндрів, гальмує рух коромисла. Одночасно на другому боці коромисла другий демпфер чинить протилежно напрямлену дію. В результаті такого гальмування коливання коромисла швидко затухають.

Пристосування для переміщення гир. На правій серзі перпендикулярно коромислу горизонтально закріплена планка, яка слугує для підвішування на неї дрібних гирок від 10 до 990 мг. Кожна гирка підвішена на спеціальному кріючку. За допомогою системи важелів (6) гирки навішуються на планку поворотом двох лімбів, які знаходяться зовні на правому боці футляру ваг. На великому (зовнішньому) лімбі нанесені поділки 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, які відповідають 0, 100, 200, 300, і т. д. мг. На малому (внутрішньому) лімбі нанесені цифри, які означають десятки мг - 0, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90 мг. Отже, при повороті великого лімба відбувається накладання чи знімання сотень міліграм, а при повороті малого лімба - накладання або зняття десятків міліграм. Поворот лімбів здійснюється незалежно один від одного.

Вейтограф. Лампа нажарювання, яка включається і виключається автоматично при відкритті і закритті аретуру (15) освічує через металічну трубку прозору мікрошкалу, прикріплену до стрілки ваг. Шкалу називають мікрошкалою, бо її поділки дуже дрібні і побачити їх без збільшення не можна. Мікрошкала знаходиться у фокусі об'єктиву. Промінь світла, пройшовши крізь мікрошкалу і об'єктив, а потім відбившись від двох дзеркал, попадає на матовий екран. На екрані з'являється збільшене зображення мікрошкали. Працюючий аналітик спостерігає не переміщення стрілки, а переміщення шкали відносно лінії, яка є на матовому екрані.

Мікрошкала вейтографа (8) вправо і вліво від нуля розділена на 10 великих поділок (рис. 2). Поділки пронумеровані вправо від +1 до +10, а вліво від -1 до -10. Кожна велика поділка шкали розбита на 10 малих поділок: ціна поділки дорівнює 0,1 мг (0,0001 г). Чутливість ваг відрегульована таким чином, щоб за навантаження однієї чашки ваг 10 мг стрілка мікрошкали відхилялась від нульової точки точно на десять поділок. Точність відліку за шкалою дорівнює 0,1 мг. Точність роботи ваг становить 0,2 мг. Для включення освітлювача в мережу змінного струму до ваг додається трансформатор, який понижує напругу від 220 до 6 В.



Рис. Мікроскала вейтографа.

Аретир. Для зменшення зносу головних робочих частин ваги наділені аретиром (15). Аретир піднімає коромисло ваг і знімає навантаження з призм. При цьому серги, на яких підвішені чашки ваг з демпферами, теж піднімаються спеціальними тарілочками і утримуються від розкачування. У неробочому стані ваги завжди повинні бути аретованими, тобто аретир повинен бути опущеним. Поворотний стержень аретиру, який закінчується диском, прикріплений до нижньої поверхні базисної дошки; з ним зв'язане включення вейтографа. Повертати його необхідно плавно, обережно, так як робочі частини ваг сильно зношуються від поштовхів і різних рухів.

Гирі(важки). До ваг додається комплект гир, поміщений у спеціальний футляр у певній послідовності. Набір гир найчастіше включає такі гирі: 100, 50, 20, 20, 10, 5, 2, 2, 1 г. Гирі виготовлені з латуні і електролітично покриті зверху тонким шаром золота або платини (гирі 1-го класу), нікелю або хрому для захисту від корозії. До набору додається пінцет з роговими наконечниками, яким і необхідно брати гирі для користування.

Всі зважування при виконанні аналізу повинні проводитися на одних і тих вагах з використанням одного й того ж комплекту гир. Це необхідно тому, що поправки до гир у різних наборах різні за величиною і за знаком, і тому при зважуванні на різних вагах і з різними гирами можлива видима різниця в результатах зважування одного й того ж предмету.

Встановлення ваг і правила поводження з ними. На аналітичні ваги мають шкідливий вплив: механічні коливання, різкі зміни температури, забрудненість повітря парами і газами, які викликають корозію металів (пари кислот, лугів, дихлору, гідроген сульфід та ін.). Для усунення шкідливого впливу цих факторів ваги встановлюють у окремому приміщенні - гравіметричній кімнаті, призначення якої лише для виконання зважувань. Для усунення впливу механічних коливань ваги розміщують на спеціальних столиках, закріплених за допомогою металічних кронштейнів на капітальних стінах. Якщо ж капітальній стіні передаються коливання двигунів великої потужності, електромоторів, пресів, молотів, потягів, які проходять мимо будинку і т. п., то ваги встановлюють на м'які гумові амортизуючі підкладки.

Дошка столу для ваг виготовляється з дерева твердої породи або

з мармуру. Кожні ваги встановлюються на окремому столику. Не можна розміщувати аналітичні ваги близько опалювальної системи, Не можна допускати, щоб на ваги падало пряме сонячне світло. Гравіметрична кімната повинна бути захищена від проникнення шкідливо діючих парів і газів.

Правила поводження з аналітичними вагами. Аналітичні ваги – це точний фізичний прилад, який вимагає обережного поводження і доброго уходу. Щоб ваги довго працювали, слід дотримуватися таких правил.

1. Перед зважуванням необхідно перевірити стан ваг, шматочком бархату, замші чи м'якою щіточкою зняти пил з чашок і встановити нульову точку.

2. Ніколи не треба навантажувати ваги зверх устанавленого навантаження. Якщо маса предмета сумнівна, то його необхідно попередньо зважити на технохімічних вагах.

3. Перш, ніж ставити предмет па чашку ваг, необхідно переко-натися, що немає забруднення на його зовнішній поверхні. Не можна ставити на чашки забруднені або вологі предмети, не можна розсипати і розливати нічого всередині шафи ваг.

4. Не зрушувати ваги з того місця, на якому вони стоять, при відкритому аретиру до ваг не можна доторкатися.

5. Ставити предмети чи гирі на чашки ваг або знімати їх можна лише після попереднього аретування ваг. Повертати аретир необхідно повільно і обережно.

6. На чашки ваг не можна ставити гарячі або холодні предмети. Предмет, який зважують, повинен охолодитися або нагрітися до температури ваг.

7. Не можна класти зважуванні предмети безпосередньо на чашку ваг, зважувати на листку паперу і т.п. Зважування речовин необхідно виконувати у спеціальному посуді - в тиглі, на годинниковому склі, у бюксі, лодочці, пробірці тощо.

8. При зважуванні необхідно користуватися лише боковими дверцями ваг, передні дверці повинні бути весь час закритими.

9. Гирі необхідно брати лише пінцетом і ставити на праву чашку ваг (в центр), а предмет, який зважують, класти на ліву чашку. Гирі можуть знаходитися тільки у футлярі у своєму гнізді або на чашці ваг.

10. Результати зважування необхідно записувати за порожніми гніздами у футлярі комплекту гир, перевіряючи потім при переносі в нього гир.

11. Зважувати речовини, які гігроскопічні, леткі або виділяють їдку пару, можна лише в герметично закритому посуді (приклад: у бюксі).

12. Всі зважування виконувати на одних і тих же вагах, користуючись одними й тими гирками.

13. Після закінчення зважування ваги необхідно аретувати (аретир опустити), дверці закрити, малий і великий лімби поставити на нульове положення, освітлювач виключити за допомогою штепсельної вилки.

14. Не можна спиратися на столик, на якому стоять ваги, перешкоджати працюючому на вагах сторонніми розмовами.

Зважування на аналітичних вагах ВЛА-200М. Ваги включають у освітлювальну мережу змінного струму (220 В) за допомогою штепсельної вилки через трансформатор. Не відкриваючи дверець шафи ваг, при нульовому положенню лімбів плавно повертають диск аретиру до кінця. При цьому лампа освітлювача включається і на екрані вейтографа з'являється зображення мікрошкали. Коливання стрілки швидко зупиняються: нуль шкали повинен збігтися з вертикальною лінією на екрані. Якщо такого збігу не відбулося, необхідно поворотом головки коректора сумістити лінію з нулем мікрошкали. Після цього, відкриваючи і закриваючи аретир, переконуються, що стрілка зупиняється на нулі, збігаючись з указником вейтографа. Вся ця операція називається встановленням точки нуля.

На середину лівої чашки ваг поміщають предмет, який зважують. На середину правої чашки за допомогою пінцета поміщають гирку, попередньо допускаючи, що маса її важча за зважуваний предмет, і плавно відкривають аретир, щоб було видно невелике відхилення стрілки. Якщо мікрошкала при цьому переміщується на екрані вправо, то це означає, що гирка перетягує. У цьому випадку закривають аретир і замість неї ставлять меншу за порядком гирку і знову опускають аретир. Так продовжують до тих пір, поки не знайдуть масу з точністю до 1 г (з нестачею).

Далі накладають дрібні кільцеві гирки поворотом великого лімба. Для цього при закритому аретирі повертають лімб проти годинникової стрілки через одну поділку, встановлюючи цифри лімба напроти стрілки - вказівника міліграмів. Лімб можна повертати в будь-якому напрямі. Після кожного накладання кільцевих гир відкривають аретир і спостерігають відхилення стрілки. Якщо навантаження виявилось великим, лімб повертають на одну поділку у

зворотньому напрямі. Потім накладають гирі за допомогою малого лімба в точно такому ж порядку, як і великим лімбом. Накладають і знімають кільцеві гирки плавним поворотом лімбів при закритому аретирі.

Дрібні гирки накладають до тих пір, поки відхилення стрілки не перестануть виходити за цифру +10 (або 10) мікрошкали. Після цього чекають повного зупинення стрілки. На світловому екрані виконують відлік за мікрошкалою і записують результат зважувань. Великі поділки мікрошкали відповідають третьому, а дрібні четвертому знаку після коми. Відлік за шкалою зі знаком "+" додають, а зі знаком "-" - віднімають при підсумовуванні результатів зважування.

Приклад: при зважуванні тигля стан рівноваги був досягнутий при наступних гирках і показах мікрошкали: на праву чашку ваг було поміщено 6 г, покази великого лімба 7, покази малого лімба 40, на екрані мікрошкали була велика поділка 5 і після неї ще 8 малих поділок.

Тоді маса тигля дорівнює:

$$6,0000 \text{ г} + 0,7000 \text{ г} + 0,0050 \text{ г} + 0,0008 \text{ г} = 6,7458 \text{ г}.$$

Якщо ж з тими самими гирами і показами лімбів відлік за мікрошкалою дорівнював -0,0026, то маса тигля буде дорівнювати:

$$6,0000 \text{ г} + 0,7000 \text{ г} + 0,0400 \text{ г} - 0,0026 \text{ г} = 6,7374 \text{ г}.$$

Після закінчення роботи з вагами при закритому аретирі обидва лімби приводять у нульове положення, приймають гирі з чашок ваг у футляр, знімають предмет, який зважували, і перевіряють нульову точку ненавантажених ваг. Якщо вказівник екрану не збігається з нулем мікрошкали, необхідно за допомогою коректора досягти збігання їх і знову зважити предмет.

Догляд за вагами і гирами. Після закінчення роботи чашки ваг знімають і протирають шматочком замші чи бархату. Знявши чашки, протирають базисну дошку, видаляючи пил, просипані порошки, потім одівають чашки на свої місця. На футляр ваг надівають чохол із щільної тканини. Один раз на тиждень чашки протирають шматочком замші чи бархату, змоченої етанолом. Один раз на тиждень всі гирі виймають зі своїх гнізд, ставлять на скляну пластинку і протирають шматочком бархату чи замші, змоченої етанолом. Гнізда футляру чистять щіткою.

При правильному поводженні з вагами і нормальній праці на них - один раз на рік запрошують вагового майстра для огляду і перевірки ваг. Майстер повинен провести профілактичний ремонт, чистку, перевірку регулювання і чутливості ваг.

Нульова точка. Чутливість, стійкість і точність ваг

Збігання риски екрану з нульовою поділкою мікрошкали стрілки ваг після зупинення коливань називається нульовою точкою, якщо ваги ненавантажені. У випадку навантажених ваг збіг називається точкою рівноваги. При зважуванні звичайно добиваються збігання обох указаних точок, так як це говорить про рівність навантажень на обидві чашки ваг.

Чутливість ваг. Визначається за відхиленням стрілки від нульової точки при збільшенні навантаження на 1 мг. Чим більше відхилення стрілки при цьому, тим більша чутливість ваг. Звичайно нормальна чутливість дорівнює 0,3 мг на одну поділку шкали при навантаженні до 10 г. Зі збільшенням навантаження чутливість понижується і при 100 г становить 0,5 мг на одну поділку шкали.

Стійкість ваг. Під стійкістю ваг розуміють здатність коромисла ваг, виведеного зі стану рівноваги, знову повертатись у стан рівноваги. При повторному зважуванні одного й того ж предмету з невідомою масою ваги повинні давати одні й ті ж покази. Для збереження стійкої рівноваги центр ваги ваг повинен знаходитись нижче їх точки опори. Чим він буде нижче, тим більш стійкими будуть ваги, але зате вони будуть менш чутливими. Положення центра ваги може змінюватись за допомогою балансирної гайки, яка знаходиться на стрілці.

Точність і правильність ваг. Під точністю ваг розуміють величину розходжень у результатах зважувань одного й того ж предмету. Чим менша різниця в результатах повторних зважувань, тим точніше працюють ваги. Точність аналітичних ваг дорівнює 0,0002 г. Це значить, що результат другого зважування одного й того ж предмету не повинен відрізнятись від першого зважування більше, ніж на 0,0002 г.

Під правильністю ваг розуміють значення розходжень між результатом зважування і істинною масою тіла. Для одержування правильних результатів зважування необхідно: 1) щоб плечі коромисла ваг були рівними між собою (відстані між призмою і ребрами обох бокових призм); 2) щоб маси обох плеч коромисла разом з чашками були однаковими.

ГРАВІМЕТРИЧНИЙ АНАЛІЗ

Метою гравіметричного аналізу є визначення масової частки (найчастіше у%) елементної речовини в будь-якій речовині або в суміші речовин чи складних систем.

У гравіметричному аналізі використовують фізичні або хімічні процеси (хімічні реакції).

На фізичних процесах ґрунтуються фізичні методи кількісного аналізу. Це методи відгонки прямі і непрямі, методи сублімації (або возгонки), виділення, висушування тощо. Методами висушування (відгонки) визначають леткі компоненти речовин, наприклад, вміст кристалізаційної води у кристалогідратах. Цей метод використовують тоді, коли кристалогідрат за нагрівання не зазнає інших хімічних змін, крім виділення води.

В основі хімічних методів кількісного аналізу лежать хімічні процеси. Це, в основному, метод осадження. Практично найчастіше використовують метод осадження, що ґрунтується на великій кількості добре вивчених реакцій осадження. Суть методу у чому, що визначувану речовину при взаємодії її з відповідним реактивом переводять у малорозчинну сполуку. Останню відокремлюють, висушують, прожарюють до сталої маси і зважують. У методах осадження використовують неорганічні і органічні реагенти - осаджувачі.

Основні операції гравіметричного аналізу та послідовність їх виконання

1. Відбір аналітичної середньої проби.
2. Вибір осаджувача.
3. Розрахунок наважки речовини, яку аналізують.
4. Взяття наважки речовини, яку аналізують.
5. Переведення наважки речовини, яку аналізують, у розчин.
6. Розрахунок наважки, взяття і приготування розчину осаджувача.
7. Підготовка розчинів речовини, яку аналізують, і осаджувача до осадження.
8. Осадження - одержування форми осадження речовини, яку визначають.
9. "Дозрівання" осаду.
10. Вибір промивної рідини.
11. Відокремлення осаду від маточного розчину (декантація, промивання осаду, фільтрування).
12. Одержання гравіметричної форми: а) висушування без нагрівання, б) висушування при слабкому нагріванні, в) висушування, обвуглювання і прожарювання.
13. Зберігання і зважування осаду.
14. Розрахунки.
15. Перевірка точності визначення.

Відбір аналітичної (середньої) проби. Прийоми і порядок відбору проб регламентуються державними стандартами.

Вибір осаджувача. Осаджувач беруть таким, щоб він з компонентом, який кількісно визначають, утворював осад з найменшим значенням константи - добутку розчинності і найбільшим абсолютним значенням зміни енергії Гіббса; форма цього осаду зручна для аналізу; осаджувач легкий при прожарюванні.

У тих випадках, коли необхідно відокремити один йон від інших, то критерієм вибору реактиву і умов проведення реакції є вибірковість осадження цього йона вибраним реактивом і відсутність співосадження інших йонів.

Вияснюють принципову можливість проходження реакції осадження з вибраним осаджувачем, тобто розраховують термодинамічні функції, приклад: значення енергії Гіббса.

Практично для кількісного визначення методом осадження використовують хімічні реакції утворення малорозчинних електролітів з $DP < 10^{-8}$ (бінарний осад), $DP < 10^{-12}$ (тринарний осад), $DP < 10^{-20}$ (пентарний осад) тощо.

Розрахунок наважки речовини, яку аналізують. Для розрахунку наважки важливо знати форму осадів. Зокрема, у практиці гравіметричного аналізу використовують кристалічні і аморфні осад.

Для кристалічних осадів маса гравіметричної форми повинна бути близько 0,5 г, а для аморфних – 0,1 г.

Тоді наважку сухої речовини, яку визначають ($m_{\text{визн}}(X)$, г, за умови, що речовина хімічно чиста), для одного визначення розраховують за формулою;

$$m_{\text{визн}}(X) = 0,5 F, \quad m_{\text{визн}}(X) = 0,1 F,$$

де 0,5 - передбачена маса гравіметричної форми для випадку кристалічних, а 0,1 - аморфних осадів,

F - аналітичний (гравіметричний) фактор або множник (відношення добутків молярних мас на стехіометричні коефіцієнти визначуваної речовини і її гравіметричної форми):

$$F = M_{\text{визн}}(X) a / M_{\text{грав форми}}(X) b,$$

де a і b - стехіометричні коефіцієнти визначуваної речовини і її гравіметричної форми.

Значення F обчислюють або беруть з довідника.

Переведення наважки речовини, яку аналізують, у розчин

Переведення наважки в розчин ґрунтується на здатності речовини повністю розчинитися в одному з розчинників (у воді, кислотах, лугах, органічних розчинниках тощо) на холоді чи за нагрівання.

Наважку розчиняють у хімічному стакані, куди поміщають скляну паличку з гумовим наконечником так, щоб наконечник був зовні.

Розрахунок, взяття і приготування розчину речовини осаджувача

Розрахунок осаджувача ведуть зі врахуванням:

- а) наважки речовини, яку визначають;
- б) агрегатного стану осаджувача (суха речовина чи розчин);
- в) стехіометрії взаємодії з речовиною, яку аналізують;
- г) форми осадження (Див.таблицю).

Наважку сухого осаджувача розраховують за формулою:

$$m_{\text{визн}}(X) = 1,5 m_{\text{визн}}(X) M_{\text{осадж}}(X) a / M_{\text{визн}}(X) b$$

де 1,5 - коефіцієнт, який визначає надлишок осаджувача;

a і b - стехіометричні коефіцієнти речовини, яку визначають, і її гравіметричної форми.

Підготовка розчинів речовин, яку аналізують, і осаджувача до осадження (визначається природою форми осадження)

Одержування форми осадження речовини, яку визначають.

Таблиця Умови осадження за М.О. Тананаєвим

Складові умов осадження	Тип осаду	
	Кристалічний	Аморфний
Наважка $n(f_{\text{екв}}(x)x)$, моль	0,01	0,005
Об'єм розчинника, см^3	80-120	10
Кількість осаджувача	Стехіометричний або півтора кратний надлишок	Півтора кратний надлишок
Температура, $^{\circ}\text{C}$	100	100
Об'єм осаджувача, см^3	50	2-5
Швидкість осадження	Повільне осадження (мала швидкість)	Швидке осадження (велика швидкість)

Найзручніші для кількісного аналізу крупнокристалічні і щільні аморфні осадки, оскільки вони легко фільтруються, промиваються і менше співосаджують домішки. Умови одержування таких осадків показані в таблиці.

Щоб осад був чистим, завжди вибирають певний порядок і швидкість додавання розчинів. Зокрема, для одержування осаду без сторонніх катіонів осадження ведуть так, щоб більша частина осаду утворилась у присутності надлишку катіона, який осаджують.

Щоб позбутися домішок сторонніх аніонів, осадження ведуть у присутності надлишку аніона, який осаджують.

Дозрівання осаду. Кристалічні осади відфільтровують тільки після повного охолодження розчину. При стоянні розчину з осадом спостерігається "дозрівання" осаду - ріст кристалів, частинки осаду збільшуються і одержують чистіші осади. При цьому відбувається часткове звільнення осаду від захоплених ним з розчину сторонніх йонів. Така картина буде спостерігатися тоді, коли домішки з осадом хімічно не взаємодіють.

Тому після осадження доцільно витримати розчин, у якому випав кристалічний осад, у теплі протягом кількох годин, а потім вже повільно охолоджувати і фільтрувати.

Аморфні осади, на відміну від кристалічних, не витримують після осадження, а одразу переносять на фільтр, фільтрують і промивають. Для полегшення відфільтровування аморфного осаду, після осадження з концентрованого розчину, останній розводять гарячою дистильованою водою до 100-150 см³. Осадження з концентрованих розчинів дозволяє одержати дуже щільні осади, які добре відокремлюються фільтруванням.

Вибір промивної рідини. Рідину для промивання осадів вибирають, виходячи із властивостей осаду. Найчастіше промивною рідиною використовують дистильовану воду, до якої, додають невелику кількість речовин, які понижують розчинність осаду або перешкоджають його пептизації, але леткі при прожарюванні. При визначенні катіонів, які осаджують у вигляді кристалічних осадів, промивання проводять розбавленим розчином амонійних солей, які мають з осадом спільний йон. Приклад: CaC_2O_4 промивають розчином $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ з масовою часткою речовини 1%. MgNH_4PO_4 - розчином $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ з масовою часткою речовини 0,5-1,0% або насиченим розчином форми осадження.

Аморфні осади (метал гідроксиди, сульфіді, приклад: NiS тощо, які легко пептизуються) промивають розбавленими розчинами електролітів, які перешкоджають пептизації. Приклад: NH_4NO_3 , NH_4Cl . Останні летять при прожарюванні осаду. Осад звільняється від сторонніх речовин більш ефективно, якщо його промивати багато разів малими порціями промивної рідини.

Відокремлення осаду від маточного розчину. Для відокремлення осадів використовують паперові безпопельні фільтри, які майже не мають залишку після спалювання. Звичайно, їх маса дуже мала, тому нею нехтують. Паперові фільтри є:

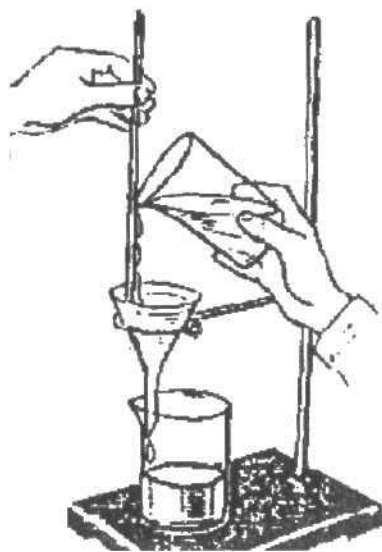
1) синя (зелена, блакитна) смужка - баритові (для відокремлення дрібнокристалічних осадів);

- 2) біла смужка (для відокремлення крупнокристалічних осадів);
- 3) рожева (чорна, червона) смужка (для відокремлення аморфних осадів).

Розмір фільтра повинен бути таким, щоб осад займав $1/3$ ємкості згорнутого фільтра. Край фільтра повинен бути на 5-7 мм нижче краю лійки.

Іноді використовують скляні фільтри або фільтруючі тиглі.

Лійку з фільтром поміщають у кільце штатива так, щоб зрізаний кінець лійки торкався стінки стакану. Рідину на фільтр зливають по скляній паличці, якою перемішували у процесі осадження. Для цього, не перемішуючи осад, обережно виймають паличку зі стакану і тримають її у вертикальному положенні над лійкою так, щоб нижній кінець палички близько підходив до щільної частини фільтра, але не торкався її (рис.).



Правою рукою тримають стакан з рідиною і, торкаючись палички носиком стакану, обережно зливають рідину на фільтр, наповнюючи $2/3$ його місткості. Паличку за кожним разом опускають у стакан і чекають, поки вся рідина профільтрується, після чого знову наливають рідину на фільтр.

Після переносу на фільтр всієї рідини над осадом, проводять промивання осаду декантацією. Для цього до осаду доливають невеликий об'єм промивної рідини, перемішують, дають осад осісти на дно стакану і обережно, не перемішуючи осад, зливають рідину з осаду по паличці на фільтр. Так поступають 4-6 разів. Після декантації осад кількісно переносять на фільтр. Тому осад перемішують з $8-10 \text{ см}^3$ промивної рідини і зразу переносять по паличці на

фільтр. Так поступають кілька разів, поки весь осад кількісно перенесуть на фільтр. Частинки осаду, які пристали до стінок стакану, змивають струменем води чи промивної рідини з промивалки, а потім старанно витирають всю внутрішню поверхню стакану маленькими шматочками безпопельного фільтра за допомогою скляної палички з гумовим наконечником. Для цього промивною рідиною обережно споліскують над стаканом паличку, на якій є залишки осаду, беруть маленький шматочок безпопельного фільтра і протирають ним паличку, знімаючи частинки осаду, і цей шматочок фільтра приєднують до осаду на фільтрі. Перевертають паличку і за допомогою гумового наконечника і невеликих порцій промивної рідини протирають дно і стінки стакану, звільняючи осад, який пристав до дна і стінок стакану, і переносячи його на фільтр.

Стакан і паличку споліскують промивною рідиною, зливаючи її на фільтр з осадом. Потім стакан і скляну паличку уважно розглядають на світлі і, якщо на них виявлені залишки осаду, операцію повторюють. Якщо весь осад перенесений на фільтр, то його промивають на фільтрі до повного видалення домішок. Для цього струмінь промивної рідини направляють у лійку, обводячи нею край фільтра, осад обережно змивають вниз. Промивання фільтра починають з верхнього краю фільтрувального паперу.

Не можна переривати процес промивання осаду, оскільки залишений осад стає твердим, тріскається і тоді його не можна повністю промити. Для перевірки повноти промивання осаду у пробірку або на годинникове скло беруть 1-2 краплі фільтрату з промивної рідини і виконують чутливу якісну реакцію одного з тих йонів, які повинні бути відмиті від осаду. Промивання осаду закінчують, якщо реакція перевірки негативна.

Одержання гравіметричної форми. Промитий осад висушують у сушильній шафі за температури близько 100 °С, накривши лійку з осадом листком паперу, який у кількох місцях проколотий гострим кінцем скляної палички. Лійку з фільтром ставлять вертикально в отвір, який є в полиці сушильної шафи, або в горло конічної колби, щоб лійка не перевернулася.

Після висушування фільтр виймають з лійки, складають (як показано на рис.), поміщають у тигель зі встановленою масою і проводять обвуглювання (рис.). (Масу тигля встановлюють завчасно, прожарюючи його в муфельній печі за тієї температури, за якої будуть прожарювати осади, після чого його охолоджують у ексикаторі.

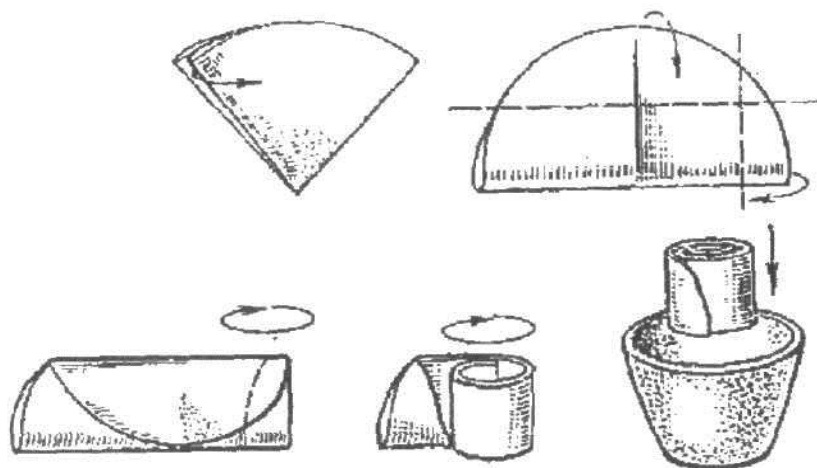


Рис. Складання фільтра з осадом.

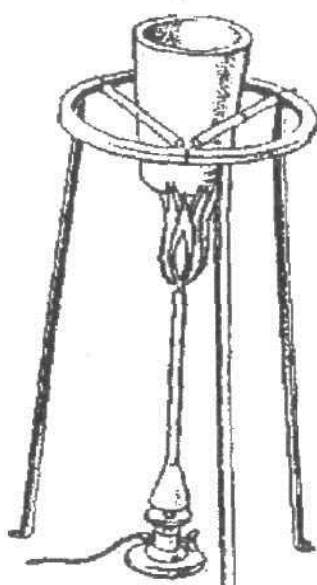


Рис. Обвуглювання фільтра.

Для обвуглювання тигель з осадом поміщають у фарфоровий трикутник у похилому положенні над пальником, щоб забезпечити доступ діоксигену повітря. Полум'я пальника роблять таким, щоб при легкому нагріванні краєм полум'я папір фільтра тлів, а не згорав (рис).

Після обвуглювання осад прожарюють у муфельній печі до сталої маси. Температура, необхідна для одержування бажаного продукту, залежить від природи осаду. Мета прожарювання: видалення розчинника і летких електролітів, які осіли разом з осадом, розклад осаду з утворенням продуктів відомого складу.

Перше прожарювання тигля триває 40-45 хв, друге - 20-25 хв, третє - 10-15 хв. При одержанні близьких результатів маси тигля (різниця не повинна перевищувати 0,0004 г) тигель вважають Доведеним до сталої маси. Під час роботи тигель повинен знаходитися в ексікаторі або на чашці ваг.

Зберігання і зважування осаду. Прожарений осад охолоджують у ексикаторі поряд з вагами і зважують. Ексикатор - це спеціальний посуд, який використовують для захисту предметів від поглинання вологи з повітря. У нижній частині ексикатора знаходиться осушуюча речовина. Ексикатор має притерту кришку і щоб відкрити або закрити ексикатор, кришку, шліф якої змазаний вазеліном, зсувають у бік. Якщо в ексикатор поміщають сильно нагрітий тигель, то не слід зразу щільно закривати його. Треба злегка зсунути кришку для виходу повітря, а потім уже щільно закрити його. Тигель охолоджують у ексикаторі до температури гравіметричної кімнати.

Розрахунки. Вміст речовини (г чи %), яку визначають, розраховують за формулою:

$$m_{\text{визн}}(\text{X}) = m_{\text{грав форми}}(\text{X}) \cdot F,$$
$$w(\%) (\text{X})_{\text{визн}} = [m_{\text{грав форми}}(\text{X}) \cdot F / m_{\text{аналіз}}(\text{X})] \cdot 100\%,$$

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

Визначення вмісту заліза в сульфаті заліза (III)

Залізо (III) осаджують при дії надлишку амоніаку і отриманий гідроксид $\text{Fe}(\text{OH})_3$, прожарюють до Fe_2O_3 (вагова форма).



Хід роботи. До розчину, що аналізують - $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$, додають 2-3 мл HNO_3 , нагрівають майже до кипіння і осаджують гідроксид заліза, повільно додаючи з бюретки NH_4OH (1 : 1) при безперервному перемішуванні до стійкого запаху амоніаку. Осад $\text{Fe}(\text{OH})_3$ відфільтровують і промивають гарячою водою до повного видалення SO_4^{2-} (контролюють за реакцією з BaCl_2). Фільтр з осадом переносять до прожареного і зваженого тигля, ставлять його на 20-30 хв. до сушильної шафи, потім прожарюють протягом 60 хв. у муфельній печі при 900-1000 °С до постійної маси. Охолоджують у ексикаторі, зважують і за масою Fe_2O_3 розраховують кількість заліза в грамах.

Питання для контролю й самоперевірки

1. Суть гравіметричного методу.
2. Закони, на яких базується гравіметричний аналіз.
3. Назвати типи хімічних реакцій, які використовуються у гравіметричному аналізі.
4. Значення та недоліки гравіметричного аналізу.
5. Навести приклади використання гравіметричного аналізу.
6. Проба, види проб, поняття про представництво проби.
7. Середня проба, її відбір.
8. Методика відбору проби рідких і твердих речовин.
9. Наважка речовини та її величина.
10. Поняття про аналітичний фактор. Навести приклади.
11. Класифікація гравіметричного аналізу за величиною наважки.
12. Суть методу осадження. Форма осадження і вимоги до неї.
13. Гравіметрична форма і вимоги до неї. Шляхи одержування гравіметричної форми.
14. Вимоги до осаджуванана в кількісному аналізі.
15. Осаджувачі в кількісному аналізі.
16. Основні операції гравіметричного аналізу.
17. Фільтри та їх види.

ЗАНЯТТЯ № 17

Способи визначення вмісту визначуваної речовини в титриметричному аналізі. Обчислення в титриметричному аналізі

Поняття титрованих, стандартних, стандартизованих розчинів

В титриметрії використовують титровані розчини, концентрація яких точно відома. Ці розчини називають титрантами.

Концентрацію розчинів у титриметричному аналізі виражають кількістю речовини еквівалента в 1 м³ розчину (ІЮПАК). Основною одиницею кількості речовини в СІ є моль.

Молярна концентрація позначається символом "с" - це кількість речовини (X) у молях (n(X)), що міститься в розчині (в системі), поділена на об'єм (V) цього розчину (цієї системи).

Форма запису:

$$c(X) = n(X) : V(X \text{ (р-н)}) = [m(X) : M(X)] : V(X \text{ (р-н)}) ,$$

де V(X (р-н)) - об'єм водного розчину цієї речовини, далі буде як V(X).

У СІ основною одиницею молярної концентрації є моль/м³. Для практики рекомендовано використовувати моль/дм³ (похідна СІ) або моль/л (похідна, несистемна). Допускається також позначення «М» розчину.

Молярна концентрація речовини еквівалента - це відношення кількості речовини еквівалента ($n(f_{\text{екв}}(X)X)$) у розчині (в системі) до об'єму цього розчину (об'єму цієї системи).

$$\text{Форма запису: } c(f_{\text{екв}}(X)X) = n(f_{\text{екв}}(X)X) / V(X)$$

ІЮПАК рекомендує розчин, що містить 1 моль речовини еквівалента $f_{\text{екв}}(X)X$ у 1 дм³ або в 1 л, називати "нормальним" розчином цієї речовини. Одиницею вимірювання концентрації "нормального" розчину є моль/м³, а для практичного використання моль/дм³ або моль/л. Використання терміну "нормальний" має сенс лише тоді, коли фактор еквівалентності менший за одиницю. Якщо фактор еквівалентності дорівнює одиниці, доцільно використовувати термін "молярний".

У титриметричному аналізі використовують також розчини, концентрацію яких виражають у вигляді титру. Титр розчину - це маса речовини X, що міститься в 1 см³ або 1 мл розчину. Позначення: T(X), виражають у г/см³ (г/мл) і обчислюють до чотирьох значущих цифр. Нулі, що стоять спереду, десяткового дробу у виразі, приклад: T(HCl) = 0.004586 г/см³ не є значущими, а лише показують, на якому місці стоїть перша значуща цифра.

Розчини в титриметричному аналізі поділяють: 1) за способом приготування розчинів; 2) за призначенням розчинів.

За способом приготування розчинів розрізняють первинні стандартні розчини (розчини з приготуванням титром) і вторинні стандартні розчини або стандартизовані (розчини зі встановленим титром). Первинні стандартні розчини або розчини з приготуванням титром готують розчиненням точної наважки первинної стандартної речовини (вихідної речовини) і розбавленням одержаного розчину до певного об'єму, тобто одержують розчин з точно відомою концентрацією реагенту.

Для приготування первинних стандартних розчинів використовують первинні стандартні речовини і мірні колби.

Вимоги до первинних стандартних речовин: кваліфікація (марка речовини) "х.ч.", стійкі на повітрі і в розчині, мають хімічну формулу, яка відповідає хімічному складу речовини, велика молярна маса речовини еквівалента, добре розчиняються у воді, форма речовини зручна для взяття наважки.

Первинні стандартні розчини готують із речовин: $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, Na_2CO_3 , $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, KCl , NaCl , $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$, $(\text{CH}_2\text{COOH})_2$ тощо.

Концентрацію первинного стандартного розчину розраховують, виходячи з маси первинної стандартної речовини і об'єму приготовленого розчину.

Вторинні стандартні розчини або стандартизовані (розчини з установленим титром) - це розчини, концентрацію яких установлюють за первинними стандартними розчинами. Вторинні стандартні розчини готують з речовин HCl , H_2SO_4 , NaOH , KOH , $\text{Ba}(\text{OH})_2$, $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ тощо.

Іноді дія стандартизації використовують вторинні стандартні розчини, тобто стандартизовані розчини речовин, які взаємодіють з титрантом. Наприклад, стандартизацію розчину хлоридної кислоти можна проводити за стандартизованим розчином натрій гідроксиду.

Стандартизація - це процес знаходження концентрації активного реагенту у розчині, який здійснюється титруванням відомої кількості речовини. Розчин з точно відомою концентрацією хімічно активної речовини або з точно відомим титром називається стандартним.

За призначенням розчини є установочні (для стандартизації) і робочі (для визначення концентрації невідомої речовини), титранти.

Обчислення в титриметричному аналізі

1. Наважки речовини $m(\text{X})$ за відомим титром $T(\text{X})$ розчину:

$$m(\text{X}) = T(\text{X}) \cdot V(\text{X}(p)),$$

де $V(\text{X}(p))$ - об'єм водного розчину цієї речовини X , далі як $V(\text{X})$.

2. Титру розчину за наважкою речовини:

$$T(\text{X}) = m(\text{X}) : V(\text{X})$$

3. Молярної концентрації речовини еквівалента за титром розчину:

$$c(f_{\text{екв}}(\text{X})\text{X}) = [T(\text{X}) \cdot 1000] : M(f_{\text{екв}}(\text{X})\text{X})$$

Обчислення в титриметричному аналізі можна проводити різними способами, але з використанням рівнянь хімічних реакцій і формул, з точністю до чотирьох значущих цифр після коми, не рахуючи нулі спереду.

Питання для контролю й самоперевірки

1. Поясніть суть та основні операції титриметричного аналізу.
2. Сформулюйте і запишіть закон еквівалентів.
3. Умови титриметричного аналізу.
4. Назвіть методи титриметричного аналізу за принципом виконання операцій.

5. Вкажіть методи титриметричного аналізу за типом аналітичної реакції.
6. Поняття про молярну концентрацію речовини і молярну концентрацію речовини еквівалента у розчині та їх розрахунки.
7. Поняття про титр розчину, титр робочого розчину за аналізованою речовиною та їх розрахунки.
8. Вимірювальний посуд та його призначення.
9. Калібрування та перевірка вимірювального посуду.
10. Первинні стандартні речовини та вимоги до них.
11. Первинні стандартні і стандартизовані розчини. Вихідні і робочі (титранти) розчини в титриметричному аналізі.
12. Стандарт-титри в титриметричному аналізі.
13. Поняття про поправочний коефіцієнт та його значення.
14. Способи визначення вмісту визначуваної речовини в титриметричному аналізі.
15. Обчислення в титриметричному аналізі.
16. Способи представлення результатів аналізу в титриметричному аналізі.

ЗАНЯТТЯ № 18

Виготовлення робочих розчинів методу нейтралізації

Кисотно-основне титрування (протолітометрія)

Кисотно-основне титрування (протолітометрія) ґрунтується на реакціях переносу протонів (Брьонстед - Лоурі) або електронних пар (Льюїс) від однієї реагуючої частинки до іншої частинки, присутньої у розчині.

Основна реакція методу:



Перебіг реакцій кислотно-основної взаємодії обумовлений сталістю йонного добутку води за сталої температури.

Реакції кислотно-основної взаємодії характеризуються великою швидкістю і проходять строго стехіометрично.

Методом кислотно-основного титрування можна визначати основні класи неорганічних сполук (оксиди, гідроксиди (основні, кислотні), солі (середні, гідроген- та основні (оксидо- і гідроксидо-), які гідролізують з утворенням гідроген(1+)-катіонів чи гідроксил-аніонів), неосновні класи неорганічних сполук, зокрема ті сполуки,

водні розчини яких мають кислотні властивості (приклад: гідроген хлорид - HCl) та їх солеподібні сполуки, а також органічні сполуки електроліти (органічні кислоти, основи і їх солі) та неелектроліти (приклад: етилацетат, сечовина, нітрили тощо).

Робочими розчинами в методі кислотно-основної взаємодії є розчини кислотних гідроксидів (наприклад, H₂SO₄) та речовин з кислотною властивістю водних розчинів їх (наприклад, HCl) кислот і сильних основних гідроксидів (наприклад, NaOH, KOH) - лугів. Тому розрізняють ацидиметричне (титрант кислота) і алкаліметричне (титрант луг) титрування.

Титрантами в ацидиметричному титруванні є водні розчини хлоридної кислоти з молярною концентрацією 1 моль/дм³; 0,5 моль/дм³; 0,1 моль/дм³; 0,01 моль/дм³ і розчини сульфатної(VI) кислоти з молярною концентрацією речовини еквівалента 1 моль/дм³; 0,1 моль/дм³; 0,01 моль/дм³ ($f_{\text{екв}}(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1/2$).

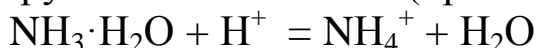
В алкаліметричному титруванні титрантами є водні розчини NaOH і KOH з молярною концентрацією речовини 1 моль/дм³; 0,5 моль/дм³; 0,1 моль/дм³ і 0,01 моль/дм³. Рідше використовують розчини барій дигідроксиду Ba(OH)₂.

Ацидиметричне титрування:

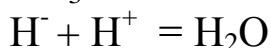
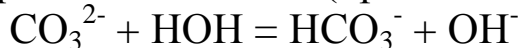
1) титрують сильні основи (приклад: NaOH, KOH, Ba(OH)₂ тощо):



2) титрують слабкі основи (приклад: NH₃·H₂O):



3) титрують солі неорганічних і органічних кислот, які гідролізують з утворенням OH⁻-іонів (приклад: Na₂CO₃, NaHCO₃, CH₃COONa тощо):

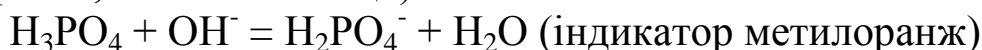


Алкаліметричне титрування:

1) титрують сильні кислоти (приклад: HCl, H₂SO₄, HNO₃ тощо):



2) титрують слабкі кислоти (приклад: фосфатна(V), етанова, тартратна, оксалатна тощо):



3) титрують солі, які гідролізують з утворенням гідроген(1+)-іонів (приклад: NH₄Cl тощо):



4) титрують гідроген-солі (приклад: NaH₂PO₄, Na₂HPO₄ тощо):

$$\text{H}_2\text{PO}_4^- = \text{HPO}_4^{2-} + \text{H}^+$$

$$\text{H}_2\text{PO}_4^- + \text{OH}^- = \text{HPO}_4^{2-} + \text{H}_2\text{O} \text{ (індикатор фенолфталеїн),}$$

$$2\text{HPO}_4^{2-} + 2\text{OH}^- + 3\text{Ca}^{2+} = \text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2 + 2\text{H}_2\text{O} \text{ (індикатор фенолфталеїн).}$$

Прийоми кислотно-основного титрування: пряме, зворотне або обернене (титрування залишку), титрування замісника.

Способи виконання операцій: а) піпеткування; б) окремих наважок.

Первинними стандартними (установочними, вихідними) речовинами в кислотно-основному титруванні використовують $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ динатрій тетраборат(III)-вода (1/10), $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ - оксалатна (щавлева) кислота-вода(1/2), Na_2CO_3 - натрій карбонат, $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ - динатрій оксалат, $(\text{CH}_2\text{COOH})_2$ - янтарна кислота (сухі речовини або їх водні розчини).

У методах кислотно-основного титрування точка еквівалентності не супроводжується видимим зовнішнім ефектом. Тому для визначення точки еквівалентності використовують індикатори або фізико-хімічні методи.

Індикатори в кислотно-основному титруванні - це органічні сполуки, які змінюють свою будову і фізичні властивості (колір) залежно від зміни величини рН середовища. Тому такі індикатори називають кислотно-основними або рН-індикаторами (приклад: лакмус, фенолфталеїн, метиловий оранжевий, метилчервоний).

Кислотно-основні індикатори характеризуються інтервалом переходу індикатора та показником титрування.

Інтервал значень рН, у якому зі зміною рН помітно змінюється колір індикатора, називається інтервалом переходу індикатора. Інтервал переходу індикатора дорівнює приблизно

$$\text{pH} = \text{pK}_{\text{інд}} \pm 1.$$

Інтервал переходу індикатора не можна вважати цілком точною характеристикою його, оскільки він залежить від різної інтенсивності забарвлення обох форм індикатора та від чутливості ока аналітика до різних кольорів. Але знання інтервалу переходу індикатора необхідне для правильного вибору індикатора при кислотно-основному титруванні.

Індикатори, які змінюють забарвлення в кислому середовищі, називають сильними. Такі індикатори в дуже розбавлених водних розчинах відносно сильно дисоціюють і тому забарвлені в колір йонної форми. Наприклад, метилоранжевий, метилфіолетовий тощо.

Індикатори з інтервалом переходу при $pH > 7$ називають слабкими. Наприклад, фенолфталеїн, тимолфталеїн тощо. Фенолфталеїн - це багатоосновна органічна кислота, тому знебарвлюється в концентрованих розчинах лугу.

У методі кислотно-основного титрування зручніше характеризувати індикатор показником титрування. Показник титрування (позначення pT) - це те значення pH у межах інтервалу переходу індикатора, при якому спостерігається різка зміна забарвлення індикатора. При титруванні аналітик додає робочий розчин доти, поки помітить різку зміну забарвлення індикатора. Таким чином, величина pT індикатора визначає значення pH у титрованому розчині в кінці титрування.

Як і інтервал переходу індикатора, показник титрування індикатора не є точною характеристикою його і за звичайних умов спостереження визначається з точністю до 0,3.

Величина pT індикатора близька до $pK_{\text{Инд}}$ і знаходиться приблизно всередині інтервалу переходу цього індикатора. Якщо індикатор двоколірний (наприклад, метилоранжевий), то величина pT індикатора мало залежить від концентрації індикатора, оскільки зміна забарвлення обумовлена різкою зміною співвідношення молекулярної і йонної форм індикатора, які мають різний колір.

Якщо індикатор одноколірний (наприклад, фенолфталеїн), молекулярна форма якого безбарвна, а йонна - забарвлена в червоний колір, то показник титрування, а також інтервал переходу індикатора значною мірою залежать від концентрації індикатора. Тому для виявлення точки еквівалентності в методі кислотно-основного титрування за допомогою індикатора фенолфталеїну беруть 2-3 краплі індикатора.

Нижче наводяться значення pT для найбільш вживаних індикаторів: лакмус - 7, метилоранжевий - 4, фенолфталеїн - 9 (1-2 краплі розчину фенолфталеїну з масовою часткою речовини 0,10%).

Вимоги до індикаторів кислотно-основного титрування: видиме забарвлення індикатора за невеликої кількості його, забарвлення індикатора різко змінюється в невеликому інтервалі значень pH , зміна забарвлення індикатора повинна бути оборотною.

Правила вибору індикатора

Індикатор повинен бути таким, щоб pT його був як можна ближчим до значення pH розчину в точці еквівалентності (Т.Е.). Приклад: вибрати індикатор при титруванні сильної основи, наприклад, $NaOH$ сильною кислотою, HCl .

Алгоритм мислення

1) Запис рівняння хімічної реакції між сильною основою і сильною кислотою: $\text{NaOH} + \text{HCl} = \text{NaCl} + \text{H}_2\text{O}$

2) Аналіз утворених продуктів хімічної реакції

(У результаті титрування утворюється сіль NaCl, яка не гідролізує і тому рН розчину не змінюється. Отже, рН розчину у Т. Е. теоретично дорівнює 7).

3) Аналіз умов титрування. Титрування виконується за звичайних умов (у присутності карбон діоксиду (CO_2), тому практично величина значення рН розчину дещо менша, ніж 7, оскільки у розчині присутня карбонатна кислота (H_2CO_3), як наслідок розчинення карбон діоксиду).

4) Вибір індикатора, рТ якого якомога близький до величини рН у Т.Е. У цьому випадку найбільш придатний індикатор лакмус (рТ = 7), але у зв'язку з присутністю в розчині карбонатної кислоти доцільно взяти індикатор метиловий оранжевий з рТ = 4.

Умови титрування:

1) титрують завжди з одним і тим же індикатором;

2) для титрування беруть завжди одну й ту ж кількість крапель індикатора;

3) титрують завжди до одного й того ж кольору індикатора в усіх паралельних дослідах;

4) дотримуються одного й того ж порядку титрування (доцільно титрувати від основи до кислоти, від жовтого кольору індикатора, наприклад, метилового оранжевого, до рожевого).

Практичне використання методу кислотно-основного титрування

Методи кислотно-основного титрування характеризуються високою точністю; погрішність рядових визначень становить 0.10-0.20%. Робочі розчини стійкі за звичайних умов. Для визначення Т.Е. є набір різноманітних рН-індикаторів, а також розроблені різні фізико-хімічні методи визначення Т.Е. Тому методи кислотно-основного титрування мають широке практичне використання, зокрема:

а) для приготування стандартних розчинів кислот і основ;

б) для визначення вмісту кислот, основ і солей у розчинах;

в) для визначення кислотності чи лужності ґрунту, кислотності хліба і молока тощо.

Для роботи використовують стандартні розчини кислот і сильних основ (лугів).

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

Дослід 1. Виготовлення робочого розчину бури

Бура кристалізується з водою. При зберіганні вона може втрачати певну кількість води. Тому цю речовину треба перекристалізувати навіть тоді, коли за чистотою препарат цілком придатний для роботи.

Для добування бури $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ звичайно препарат розчиняють до насичення при температурі $55\text{-}60^\circ\text{C}$ (при 60°C в 50 мл води розчиняється 10 г безводної бури або приблизно 23 г $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$). Перекристалізація при вищій температурі недопустима, тому що при високій температурі з розчину виділятиметься суміш десятиводного гідрату з п'ятиводним і препарат не матиме певного складу. Насичений при $55\text{-}60^\circ\text{C}$ розчин фільтрують і охолоджують. Для прискорення кристалізації розчин помішують скляною паличкою. При цьому виділяються дрібні кристали (повільна кристалізація призводить до виділення великих кристалів, які завжди містять маточний розчин).

Кристали бури відфільтровують, промивають 2-3 рази холодною водою, віджимають між аркушами фільтрувального паперу і висушують на повітрі. Висушування вважається закінченим, якщо при перемішуванні дрібні кристали не пристають до поверхні скляної палички. Сухий препарат зберігають у склянках з притертими пробками.

Дослід 2. Виготовлення робочого розчину хлоридної кислоти

З концентрованої хлоридної (соляної) кислоти приготровляють приблизно 0,1 н. розчин. Для приготування 1 л 0,1 н. розчину соляної кислоти треба взяти такий об'єм концентрованої кислоти, в якому міститься 3,65 г хлороводню. З таблиць відомо, що концентрована соляна кислота з густиною $1,19 \cdot 10^3 \text{ кг/м}^3$ містить 37,2% хлороводню. Знаходимо, скільки грамів такої кислоти треба взяти, щоб вміст хлороводню становив 3,65 г:

$$100 \text{ г} \text{—} 37,2$$

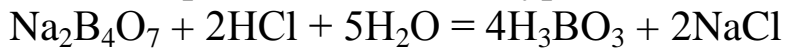
$$x \text{—} 3,65; \quad \text{звідки } x = 9,81 \text{ (г)},$$

Знаючи густину соляної кислоти, знаходимо її об'єм (V):

$$V = m/M = 9,81/1,19 = 8,25 \text{ мл}$$

Відміряють циліндром 8,25 мл концентрованої соляної кислоти, розводять приблизно до 1 л водою і розчин перемішують. Концентрацію цього розчину встановлюють за бурою.

Рівняння реакції взаємодії бури з соляною кислотою:



Згідно з цим рівнянням молярна маса речовини еквівалента бури: $M(1/2\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = 1/2 \cdot 381,42 = 190,71$ г/моль

Для встановлення нормальності робочого розчину соляної кислоти цілком досить 250 мл 0,1 н. розчину бури. Наважку (g) бури для приготування такого розчину обчислюють так:

$$g = M(1/2\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) : (10 \cdot 4) = 4,7677 \text{ г}$$

На аналітичних терезах зважують 4,7677 г бури, переносять її у мірну колбу на 250 мл і розчиняють у воді. Потім доводять водою до риски і добре перемішують. Треба пам'ятати, що бура досить погано розчиняється в холодній воді, тому краще перенести наважку в стакан і розчинити в гарячій воді, розчин перенести у мірну колбу на 250 мл, добре промити стакан і цю воду злити у мірну колбу. Розчин у мірній колбі розводять, охолоджують до кімнатної температури, доводять до риски водою і перемішують.

Приготовлений розчин бури використовують для встановлення нормальності робочого розчину соляної кислоти. Якщо для приготування розчину бури було взято точно 4,7677 г сухої солі, то концентрація розчину дорівнює 0,1000н.

Вихідні речовини треба зважувати з точністю до $\pm 0,0001$ г, а молярну концентрацію речовини еквівалента розчину обчислювати з точністю до четвертого десяткового знака.

Щоб установити молярну концентрацію речовини еквівалента соляної кислоти, беруть три конічні колби на 150—200 мл і в кожену з них піпеткою вводять по 25 мл приготовленого розчину бури і по 1—2 краплини індикатора — метилового червоного або метилоранжу. Розчин титрують приготовленим робочим розчином соляної кислоти. З трьох результатів беруть середній, якщо ці результати відрізняються між собою не більш як на 0,1 мл. У противному разі титрування бури соляною кислотою повторюють.

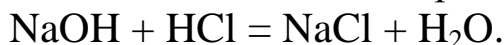
Дослід 3. Приготування і встановлення молярної концентрації речовини еквівалента робочого розчину лугу.

Гідроксиди натрію і калію завжди містять домішки води й карбонату, кількість яких залежить головним чином від умов виготовлення і зберігання препаратів. Тому, виходячи з наважки, не можна приготувати розчин лугу точної концентрації. Щоб приготувати робочий розчин лугу, обчислюють, скільки грамів гідроксиду натрію треба взяти, щоб приготувати 1 л 0,1 н. розчину:

$$g = M(\text{NaOH})/10 = 40/10 = 4 \text{ г}$$

На технічних терезах зважують 4,5—5 г гідроксиду натрію, обмивають наважку спочатку простою, а потім 1—2 рази дистильованою водою, щоб відмити від соди, яка утворюється на поверхні кристалів при зберіганні реактиву, і розчиняють в 1 л дистильованої води.

Для встановлення нормальності робочого розчину лугу можна використати титрований розчин соляної кислоти. Луг взаємодіє з соляною кислотою за таким рівнянням:



В цьому випадку, як зазначалось вище, можна використовувати як сильні, так і слабкі індикатори. Але, в зв'язку з тим, що луги завжди містять домішки соди, краще використовувати сильний індикатор.

Щоб установити молярну концентрацію речовини еквівалента лугу, беруть три конічні колби на 150—200 мл і в кожному з них піпеткою вводять по 25 мл титрованого розчину соляної кислоти, додають 1-3 краплі метилового оранжевого і титрують лугом. Обчислюють молярну концентрацію речовини еквівалента робочого розчину лугу за формулою:

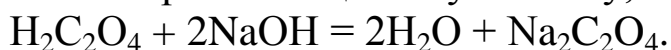
$$N_{\text{NaOH}} = V_{\text{HCl}} \cdot N_{\text{HCl}} / V_{\text{NaOH}}.$$

Дослід 4. Виготовлення робочого розчину щавлевої кислоти

Щоб добути чисту щавлеву кислоту ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), приготують її насичений розчин у гарячій воді. Розчин, якщо потрібно, фільтрують, і фільтрат швидко охолоджують. Виділені кристали відфільтровують, промивають 1-2 рази холодною водою і віджимають між аркушами фільтрувального паперу і висушують на повітрі. Висушування вважається закінченим, якщо при перемішуванні дрібні кристали не пристають до поверхні скляної палички. Сухий препарат зберігають у склянках з притертими пробками.

Дослід 5. Встановлення молярної концентрації речовини еквівалента робочого розчину лугу

Для встановлення нормальності робочого розчину лугу дослід 3 можна використати щавлеву кислоту, яка взаємодіє з лугом:



З цього рівняння видно, що молярна маса речовини еквівалента щавлевої кислоти дорівнює половині її молярної маси, тобто

$$M(1/2\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 1/2 \cdot 126,07 = 63,03 \text{ г/моль}$$

Для встановлення нормальності робочого розчину лугу досить приготувати 250 мл 0,1 н. розчину щавлевої кислоти. Зважують $63,03/(10 \cdot 4) = 1,5706\text{г}$

перекристалізованої і висушеної на повітрі щавлевої кислоти, переносять у мірну колбу на 250 мл, розчиняють в очищеній від вуглекислого газу воді, розводять водою до риски і добре перемішують.

Щавлева кислота належить до слабких кислот ($K_1=6,5 \cdot 10^{-2}$; $K_2=6,1 \cdot 10^{-5}$), тому наприкінці титрування розчин матиме лужну реакцію. Отже, при титруванні щавлевої кислоти лугом треба брати слабкий індикатор ($pT > 7$). Значення рН розчину в точці еквівалентності обчислюють за формулою:

$$pH = 7 + \frac{1}{2} pK_2 + \frac{1}{2} \lg c_c.$$

При титруванні 0,1н розчину щавлевої кислоти концентрація солі наприкінці титрування дорівнюватиме приблизно 0,05 н. Тому

$$pH = 8,45.$$

Для титрування найкраще взяти фенолфталеїн ($pT = 9$).

Відбирають 25 мл щавлевої кислоти і титрують лугом у присутності фенолфталеїну до появи блідо малинового забарвлення. Титрування виконують 3 рази, розрахунки ведуть за середнім об'ємом за формулою:

$$N_{\text{лугу}} = V_{\text{кислоти}} \cdot N_{\text{кислоти}} / V_{\text{лугу}}.$$

Питання для контролю й самоперевірки

1. Сформулюйте і запишіть закон еквівалентів.
2. Поняття про молярну концентрацію речовини і молярну концентрацію речовини еквівалента у розчині та їх розрахунки.
3. Класифікація методів кислотно-основного титрування залежно від титранту.
4. Алкаліметричне титрування, його суть, робочі і вихідні розчини.
5. Ацидиметричне титрування, його суть, робочі і вихідні розчини.
6. Поняття про Т.Е.
7. Індикатори методів кислотно-основного титрування, їх параметри. Правила вибору індикатора.
8. Криві титрування та їх значення. Вигляд кривих при титруванні розчину НС1 розчином NaOH або KOH чи навпаки.
17. Неводне титрування та його використання.

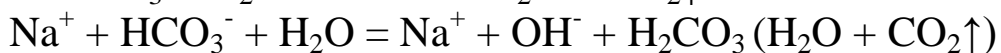
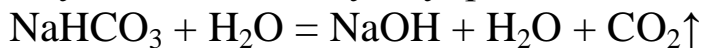
ЗАНЯТТЯ № 19

Визначення вмісту гідрокарбонату натрію в питній соді ацидиметричним титруванням

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

Питна сода може містити різні домішки (хлорид натрію, сульфат натрію). Тому при встановленні якості препаратів соди визначають вміст гідрокарбонату натрію.

Визначення вмісту гідрокарбонату натрію в питній соді базується на тому, що у водному розчині гідрокарбонат натрію гідролізуються і має лужну реакцію:



При титруванні такого розчину робочим розчином хлоридної (соляної) кислоти у точці еквівалентності в ньому залишається вугільна кислота:



Тому в цьому випадку використовують індикатор метиловий оранжевий.

Для аналізу беруть питну соду, що є у продажі, обчислюють, яка наважка необхідна для виготовлення 250 мл 0,1 н розчину. Маса речовини еквівалентна гідрокарбонату натрію дорівнює його молярній масі, тобто 84,02 г/моль. Отже, для виготовлення 0,1 н розчину соди об'ємом 250 мл зважують $84,02 \cdot 0,1 \cdot 250 / 1000 = 2,1005$ г NaHCO_3

На практиці роблять так: спочатку зважують на технічних терезах 2,1г соди, а потім на аналітичних терезах з точністю до 0,0001 г. Наважку переносять у мірну колбу на 250 мл і розчиняють у дистильованій воді, доводячи до риски рівень рідини у колбі. Відбирають у конічну колбу місткістю 150-200 мл 25 мл виготовленого розчину питної соди, додають 2-3 краплі метилового оранжевого і титрують робочим розчином соляної кислоти. З трьох титрувань беруть середній результат і роблять обчислення:

1. Обчислюють нормальність виготовленого розчину соди:

$$N_{\text{NaHCO}_3} = V_{\text{HCl}} \cdot N_{\text{HCl}} / V_{\text{NaHCO}_3}$$

2. Обчислюють титр розчину соди, тобто масу соди в г у розчині об'ємом 1 мл:

$T_{\text{NaHCO}_3} = N_{\text{NaHCO}_3} \cdot M_{\text{екв}}(\text{NaHCO}_3)/1000$, г/мл,
де $M_{\text{екв}}(\text{NaHCO}_3)$ – молярна маса речовини еквіваленту гідрокарбонату натрію, яка дорівнює його молярній масі, тобто 84,02 г/моль.

3. Обчислюють масу соди в грамах у 250 мл виготовленого розчину:

$$B = T \cdot 250.$$

4. Обчислюють масову частку гідрокарбонату натрію в питній соді, виходячи з наважки:

$$W_{\text{NaHCO}_3} = B/g \cdot 100\%$$

ЗАНЯТТЯ № 20

Визначення вмісту оцтової кислоти

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

Розчин задачі у мірній колбі ємністю 250 мл розводять водою до риски і перемішують. Відбирають 20(25) мл цього розчину, переносять у конічну колбу для титрування, додають 2-3 краплини фенолфталеїну і титрують робочим розчином їдкого натру до появи рожевого забарвлення, яке не зникає. Кількість оцтової кислоти в грамах розраховують за такою формулою:

$$B = \frac{N_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}} \cdot M_{\text{Екв}} \cdot 250}{1000 \cdot V_A},$$

де N_{NaOH} – концентрація робочого розчину гідроксиду натрію, V_{NaOH} – об'єм розчину в мл., що пішов на титрування, $M_{\text{Екв}}$ – молярна маса еквівалента оцтової кислоти, 250 – загальний об'єм задачі. V_A – об'єм розчину, взятий на одне титрування.

Питання для контролю й самоперевірки

1. Для чого використовують індикатори в титриметричному аналізі?
2. Як відрізняються поняття інтервал переходу і показник титрування індикатора?
3. В який колір забарвлені молекулярна та йонна форми індикаторів: метилового оранжевого, метилового червоного, лакмусу, фенолфталеїну?

4. Яку масу 10%-ного розчину бури треба взяти, щоб приготувати 2 л 0,025 н розчину?
5. Який об'єм 92%-ного розчину сульфатної кислоти ($\rho=1,824 \text{ г/см}^3$) треба взяти для приготування 5 мл 0,01 н розчину цієї кислоти?
6. Чому дорівнює молярна маса еквіваленту H_3PO_4 при титруванні їдким лугом:
- з метиловим оранжевим ($\text{pT}=4$);
 - з фенолфталеїном ($\text{pT}=9$).
7. Визначте, які з наведених нижче сумішей речовин, що містяться в розчинах, мають буферні властивості:
- $\text{CH}_3\text{COONa} + \text{NaCl}$;
 $\text{NH}_4\text{Cl} + \text{HCl}$;
 $\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{NaOH}$;
 $\text{NaHSO}_3 + \text{NaOH}$;
 $\text{H}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 + \text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$.
8. Розрахуйте молярну концентрацію речовини еквівалента розчинів:
- хлоридної кислоти з титром 0,00294 г/мл;
 - сульфатної кислоти з титром 0,00294 г/мл;
 - бури з титром 0,00572 г/мл.
9. Яку молярну концентрацію має розчин гідроксиду кальцію з титром 0,080 г/мл?
10. Розрахуйте титри:
- 0,05 н та 0,05 моль/л розчинів бури;
 - 0,08 н розчину фосфорної кислоти, якщо його нормальну концентрацію встановлено титруванням:
 - з фенолфталеїном ($\text{pT}=9$);
 - з метилоранжем ($\text{pT}=4$)?
11. Розрахувати, який об'єм 0,2 моль/л розчину їдкого лугу буде витрачено на титрування 15 мл 0,09 моль/л розчину сульфатної кислоти.

ЗАНЯТТЯ № 21

Методи окиснення – відновлення (оксредметрії)

Питання для контролю й самоперевірки

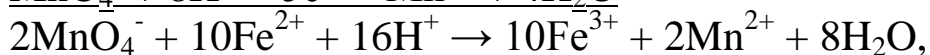
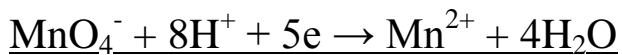
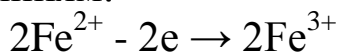
- Суть окисно-відновного титрування (оксредметрії).
- Основні критерії напрямку і глибини проходження окисно-відновної реакції.

3. Основні види окисно-відновного титрування (оксредметрії).
4. Напишіть рівняння хімічних реакцій, які лежать у основі методів окисно-відновного титрування (оксредметрії).
5. Поняття про еквівалент речовини в реакціях окиснення-відновлення.
6. Особливості реакцій окиснення-відновлення.
7. Вимоги до реакцій, які використовують у окисно-відновному титруванні.
8. Суть титрування калій тетраоксоманганатом(VII) KMnO_4 (перманганатометрія).
9. Окисно-відновний потенціал калій тетраоксоманганату (VII) KMnO_4 . Умови титрування калій тетраоксоманганатом(VII) KMnO_4 .
10. Стандартні (вихідні) речовини при титруванні калій тетраоксоманганатом(VII) KMnO_4 .
11. Приготування розчину калій тетраоксоманганату(VII) KMnO_4 .
12. Методи титрування відновників калій тетраоксоманганатом(VII) KMnO_4 .
13. Методи титрування окисників калій тетраоксоманганатом(VII) KMnO_4 .

ЗАНЯТТЯ № 22

Визначення феруму (заліза) (II) в розчині солі Мора методом перманганатометрії

Метод ґрунтується на взаємодії солей заліза (II) у кислому середовищі з робочим розчином перманганату калію за таким рівнянням:



або в молекулярній формі:

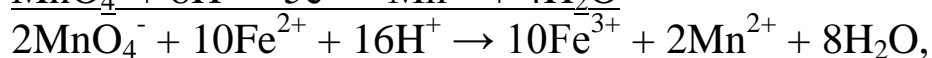
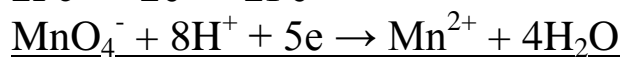
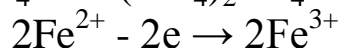
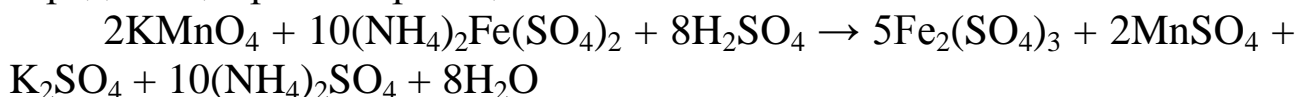


Метод застосовується для визначення заліза в рудах, силікатах і шлаках з великим його вмістом. Данні матеріали обробляють кислотами для переведення заліза в розчин. При цьому утворюється розчин заліза (III). Перед титруванням розчином перманганату калію залізо (III) відновлюється до заліза (II) розчинами відновників (наприклад розчином хлориду стануму(олова) (II)).

Під час титрування розчину солі заліза (II) перманганатом калію у точці еквівалентності забарвлення змінюється від жовтого (внаслідок збільшення вмісту йонів Fe^{3+}) до рожевого. Цей перехід оком сприймається нечітко. Тому перед титруванням до розчину додають ортофосфатну кислоту, яка з йонами Fe^{3+} утворює безбарвний фосфатний комплекс):



Визначення вмісту Fe в розчинах солі Мора вважають одним із найважливіших застосувань перманганатометрії. Сіль Мора має склад: $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ або $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. При титруванні перманганатом калію розчину цієї солі в кислому середовищі протікає реакція:



В даному випадку еквівалентна маса солі Мора дорівнює її молярній масі. Тому еквівалентна маса заліза дорівнює 55,85 г/моль.

Визначення вмісту заліза має велике практичне значення, так як солі Мора використовують у сільському господарстві.

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

ДОСЛІД 1.

В мірну колбу місткістю 100 мл відміряють трошки (близько 2 мл) розчину солі Мора, доводять розчин дистильованою водою до мітки.

Отриманням розчином промивають піпетку, переносять 10 мл розчину у конічну колбу місткістю 250 мл, підкислюють розчин 8-10 мл 2н H_2SO_4 і на холоді (при нагріванні Fe^{2+} окиснюється киснем повітря до Fe^{3+}) титрують розчином перманганату калію поки не з'явиться рожеве забарвлення, яке не змінюється протягом 2-3 хвилин. Визначення повторюють, відбираючи з мірної колби нові порції розчину. Знаходять середнє значення та розраховують кількість грамів заліза в досліджуваному розчині, виконуючи розрахунки з такої послідовності:

$$N_{\text{солі Мора}} = (N_{\text{KMnO}_4} \cdot V_{\text{KMnO}_4}) / V_{\text{солі Мора}}$$

де N_{KMnO_4} і V_{KMnO_4} - нормальність і об'єм перманганату калію, витраченого на титрування; $V_{\text{солі Мора}}$ -- об'єм розчину солі Мора.

Приклад. Припустимо, що на титрування 10,00 мл розчину солі Мора пішло в середньому 12,50 мл 0,05181н розчину перманганату калію. Тоді нормальна концентрація розчину солі Мора:

$$N_{\text{солі Мора}} = 0,05181 \cdot 12,50 / 10,00 = 0,0676.$$

Множенням нормальної концентрації на еквівалентну масу заліза, що дорівнює молярній масі атомів (55,85 г/моль), ми знаходимо вміст заліза в 1л розчину:

$$Q = N_{\text{солі Мора}} \cdot M_{\text{екв}}(\text{Fe}),$$

де Q - вміст заліза в 1л розчину, г

$M_{\text{екв}}(\text{Fe})$ - еквівалентна маса заліза, що дорівнює молярній масі атомів.

Але аналізувалися лише 100 мл розчину. Вміст заліза в них буде визначатися за формулою:

$$g = N_{\text{солі Мора}} \cdot M_{\text{екв}}(\text{Fe}) \cdot 0,1;$$

де g - вміст заліза в 100 мл розчину, г

В наведеному вище прикладі вміст заліза у 100 мл розчину солі Мора дорівнює:

$$g = 0,06476 \cdot 55,85 \cdot 0,1 = 0,1615 \text{ г}$$

ДОСЛІД 2.

Наважку солі Мора, зважену на аналітичних терезах і розраховану для виготовлення 0,1н розчину, розчиняють у мірній колбі місткістю 100 мл у невеликому об'ємі води, підкисленої (для запобігання гідролізу) сульфатною кислотою, і розводять розчин дистильованою водою до риски. Відбирають виготовлений розчин солі Мора об'ємом 25 мл у конічну колбу місткістю 250 мл, додають до розчину захисну суміш об'ємом 15 мл. Цю суміш готують так: розчиняють сіль $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ масою 70 г у 500 мл води, додають 125 мл 85% ортофосфатної кислоти і розчин розводять водою до об'єму 1л (суміш додають для кращого спостереження точки еквівалентності). Досліджуваний розчин розводять у два рази водою і титрують робочим розчином перманганату калію, поки не з'явиться рожеве забарвлення, яке не зникає протягом 2-3 хв. Визначення повторюють, відбираючи з мірної колби нові порції розчину. Масову частку заліза (II) в солі обчислюють за формулою:

$$w_{\text{Fe}} = [(N_{\text{KMnO}_4} \cdot V_{\text{KMnO}_4} \cdot M_{\text{екв}}(\text{Fe})) / 1000 \cdot g] \cdot 100\% = [(N_{\text{KMnO}_4} \cdot V_{\text{KMnO}_4} \cdot M_{\text{екв}}(\text{Fe})) / 10 \cdot g]\%,$$

де N_{KMnO_4} та V_{KMnO_4} - нормальність і об'єм перманганату калію, витраченого на титрування;

$M_{\text{екв}}(\text{Fe})$ - еквівалентна маса заліза, що дорівнює молярній масі атомів; g- наважка солі в грамах.

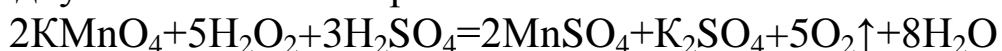
Питання для контролю й самоперевірки

1. Суть титрування калій тетраоксоманганатом(VII) KMnO_4 (перманганатометрія).
2. Окисно-відновний потенціал калій тетраоксоманганату(VII) KMnO_4 .
3. Умови титрування калій тетраоксоманганатом(VII) KMnO_4 .
4. Стандартні (вихідні) речовини при титруванні калій тетраоксоманганатом(VII) KMnO_4 .
5. Приготування розчину калій тетраоксоманганату(VII) KMnO_4 .
6. Методи титрування відновників калій тетраоксоманганатом(VII) KMnO_4 .
7. Методи титрування окисників калій тетраоксоманганатом(VII) KMnO_4 .
8. Назвіть окисники і відновники, які визначають титруванням калій тетраоксоманганатом(VII) KMnO_4 .
9. Правила роботи з бюреткою при титруванні калій тетраоксоманганатом(VII) KMnO_4 .
10. Недоліки і проблеми при титруванні калій тетраоксоманганатом(VII) KMnO_4 .
11. Поясніть роль середовища і електронну будову молекул тих кислот, які можна використовувати в окисно-відновному титруванні (оксредметрії) для створення середовища.

ЗАНЯТТЯ № 23

Перманганатометричне визначення пероксиду водню

У цьому методі використовуються відновні властивості пероксиду водню. Реакція між пероксидом водню та перманганатом калію відбувається за таким рівнянням:



ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

Розчин задачі в мірній колбі на 100 мл розбавляють дистильованою водою до мітки і перемішують. Відбирають піпеткою 20(25) мл цього розчину, переносять у колбу для титрування, доливають 10-15 мл сульфатної кислоти (1:4) і титрують робочим розчином перманганату (без нагрівання) до появи рожевого забарвлення, яке не зникає протягом 1 хв. Кількість пероксиду в грамах розраховують за формулою:

$$B = \frac{N_{KMnO_4} \cdot V_{KMnO_4} \cdot M_{E_{кв}} \cdot 100}{1000 \cdot V_A},$$

де N_{KMnO_4} – концентрація робочого розчину перманганату калію,
 V_{KMnO_4} – об'єм розчину в мл., що пішов на титрування,
 $M_{E_{кв}}$ – молярна маса еквівалента пероксиду водню,
 100 – загальний об'єм задачі.
 V_A – об'єм розчину задачі, взятий на одне титрування.

ЗАНЯТТЯ № 24

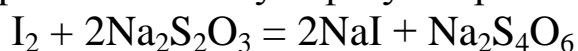
Йодометричне визначення іонів міді

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

До розчину задачі в мірній колбі ємністю 100 мл додають 3-5 мл 2н оцтової кислоти, доливають дистильованою водою до мітки і перемішують. Відбирають піпеткою 20-25 мл цього розчину в конічну колбу на 250 мл, додають 10-15 мл йодиду калію. При цьому відбувається така реакція:



Вміст колби добре перемішують. Через 2-3 хв йод, що виділився, титрують робочим розчином тіосульфату натрію:



Після того, як буре забарвлення розчину стане світлішим, доливають 2-3 мл розчину крохмалю і продовжують титрувати доти, поки одна краплин розчину тіосульфату не змінить колір розчину з темно-синього на жовто-білий (осад йодистої міді).

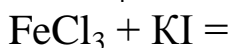
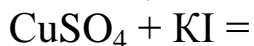
Кількість іонів міді в розчині задачі, виражену в грамах, обчислюють за формулою:

$$B = \frac{N_{Na_2S_2O_3} \cdot V_{Na_2S_2O_3} \cdot M_{E_{кв}} \cdot 100}{1000 \cdot V_A},$$

де $N_{Na_2S_2O_3}$ – концентрація робочого розчину тіосульфату натрію,
 $V_{Na_2S_2O_3}$ – об'єм розчину в мл., що пішов на титрування,
 $M_{E_{кв}}$ – молярна маса еквівалента міді,
 100 – загальний об'єм задачі.
 V_A – об'єм розчину, взятий на одне титрування (аліквотна частина).

Питання для контролю й самоперевірки

1. Складіть рівняння реакцій, що відбуваються між такими речовинами, та вкажіть молярні маси їх еквівалентів:



2. Яким чином можна передбачити можливість проходження реакції в потрібному напрямку?

3. Укажіть властивості стандартного окисно-відновного потенціалу.

4. Які індикатори використовуються в методах окиснення - відновлення?

5. Які відновники застосовують для попереднього відновлення визначуваних елементів?

6. Назвіть особливості перманганатометричного та йодометричного методів визначення речовин.

7. Наведіть формулу для розрахунку окисно-відновного потенціалу системи в точці еквівалентності.

8. Чому перманганатометричне визначення ряду відновників (Fe^{2+} , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, H_2O_2 тощо) виконують у кислому середовищі? Яку кислоту краще використовувати при цьому: хлоридну, нітратну чи сульфатну?

9. Чи можна приготувати робочі розчини перманганату калію та тіосульфату натрію, виходячи з точної наважки речовин без встановлення їх концентрації за вихідними речовинами?

10. Аналіз було виконано за наведеними нижче методиками. Результат аналізу виявився невірним. Яка причина:

а) при встановленні концентрації розчину перманганату калію до розчину щавлевої кислоти певної концентрації додали 1 мл розчину сульфатної кислоти (1:4) і суміш відтитрували розчином перманганату калію;

б) досліджуваний розчин пероксиду водню розвели гарячою водою, додали 10-15 мл концентрованої хлоридної кислоти і відтитрували розчином перманганату до досягнення точки еквівалентності;

в) при йодометричному визначенні міді розчин сульфату міді підкислили хлоридною кислотою, нагріли, додали 3-4 г йодиду калію і відтитрували йод тіосульфатом?

ЗАНЯТТЯ № 25

Комплексонометричне визначення вмісту йонів магнію

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

Розчин задачі в мірній колбі на 100 мл доводять до мітки водою і добре перемішують. Потім відбирають 20(25) мл, переносять у конічну колбу для титрування, доливають 5 мл амоніачного буферного розчину та декілька краплин індикатора еріохромчорного Т до виникнення помітного, але не дуже темного вишнево-червоного забарвлення. Після цього титрують робочим розчином трилону Б до зміни забарвлення з вишнево-червоного на синє.

Кількість магнію в розчині розраховують за формулою:

$$B = \frac{N_{tr} \cdot V_{tr} \cdot M_{Ekv} \cdot 100}{1000 \cdot V_A},$$

де N_{tr} – концентрація робочого розчину трилону Б, V_{tr} – об'єм розчину в мл., що пішов на титрування, $M_{Ekv} = 12$ г/моль – молярна маса еквівалента магнію, 100 – загальний об'єм задачі. V_A – об'єм розчину, взятий на одне титрування.

Питання для контролю й самоперевірки

1. Яким вимогам повинні відповідати реакції осадження, що використовуються в об'ємному аналізі?
2. Розрахувати розчинність осаду $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ у воді. $\text{ДР}_{\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2} = 2 \cdot 10^{-29}$
3. Розрахувати концентрацію йонів Sr^{2+} у розчині, якщо концентрація йонів F^- дорівнює 0,001 моль/л. $\text{ДР}_{\text{SrF}_2} = 2,5 \cdot 10^{-9}$
4. Чим характеризується точка еквівалентності в об'ємно-аналітичному методі осадження?
5. Розрахувати концентрацію йонів у точці еквівалентності при аргентометричному визначенні SCN^- . $\text{ДР}_{\text{AgSCN}} = 1,1 \cdot 10^{-12}$
6. Які аніони та катіони заважають визначенню хлоридів за методом Мора? Поясніть чому.
7. Для визначення яких йонів застосовується метод Фольгарда? Назвіть робочі розчини та індикатор цього методу.

8. У чому полягають переваги методу Фольгарда у порівнянні з методом Мора?
9. Визначте відсотковий вміст срібла у сплаві, якщо на титрування розчину, що утворився після розчинення 0,5 г сплаву в нітратній кислоті, витрачено 20 мл 0,1 н розчину NH_4SCN .
10. Скільки грамів BaCl_2 міститься у 250 мл розчину, якщо після доливання до 25,0 мл цього розчину 40,0 мл 0,102 н розчину AgNO_3 на титрування надлишку нітрату срібла витрачено 15 мл 0,0968 н розчину NH_4SCN ?
13. Чому при трилонометричному визначенні магнію з індикатором еріохромчорним Т забарвлення розчину в точці еквівалентності змінюється від винно-червоного до синього?
14. Чим пояснюється широке застосування трилону Б для об'ємного визначення кальцію, магнію та інших металів?

ЗАВДАННЯ ДЛЯ САМОСТІЙНОЇ РОБОТИ

1.	Практичне використання методів аналітичної хімії в медицині, рослинництві, тваринництві. Значення і перспективи розвитку аналітичної хімії.
2.	Місце аналітичної хімії серед хімічних дисциплін. Історія аналітичної хімії.
3.	Основні тенденції розвитку аналітичної хімії.
4.	Аналітична хімія та державні стандарти.
5.	Біоаналітичні і біохімічні методи аналізу.
6.	Життя та діяльність видатного українського хіміка А.К.Бабка.
7.	Основні положення теорії сильних електролітів. Активність йона. Йонна сила розчину. Значення теорії електролітичної дисоціації і теорії сильних електролітів для аналітичної хімії.
8.	Відновники та окисники в якісному аналізі. Роль середовища в окисно-відновних реакціях. Суть методу електронного балансу.

9.	Реакції за участю координаційних сполук. Значення координаційних сполук у якісному аналізі. Шляхи руйнування комплексних сполук.
10.	Запропонувати схему розділення суміші двох катіонів, написати рівняння хімічних реакцій. Вказати умови, ознаки, тип реакцій, заважаючі йони. Охарактеризувати аналітичні ознаки одержаних сполук (агрегатний стан, забарвлення, розчинність у воді, кислотах, лугах, сила електроліту, кислотно-основні і окисно-відновні властивості, здатність гідролізувати).
11.	Запропонувати схему розділення суміші двох аніонів, написати рівняння хімічних реакцій. Вказати умови, ознаки, тип реакцій, заважаючі йони. Охарактеризувати аналітичні ознаки одержаних сполук (агрегатний стан, забарвлення, розчинність у воді, кислотах, лугах, сила електроліту, кислотно-основні і окисно-відновні властивості, здатність гідролізувати).
12.	Суть методу осадження. Форма осадження і вимоги до неї. Гравіметрична форма і вимоги до неї. Шляхи одержування гравіметричної форми.
13.	Поняття про титр розчину, титр робочого розчину за аналізованою речовиною та їх розрахунки
14.	Способи визначення вмісту визначуваної речовини в титриметричному аналізі. Обчислення в титриметричному аналізі. Способи представлення результатів аналізу в титриметричному аналізі.
15.	Титрування в неводних середовищах та його значення.
16.	Стандартні (вихідні) речовини при титруванні калій тетраоксоманганатом(VII) KMnO_4 . Приготування стандартного розчину калій тетраоксоманганату(VII) KMnO_4 .
17.	Йодометрія.
18.	Об'ємно-аналітичні методи осадження.
19.	Об'ємно-аналітичні методи комплексоутворення.
20.	Фотометричні методи аналізу.

ІНДИВІДУАЛЬНІ ЗАВДАННЯ (Індивідуальне навчально-дослідне завдання)

- Складання *тексту завдання тестового контролю з теми* „Аналіз катіонів I та II аналітичної групи”.
- Складання *тексту завдання тестового контролю з теми* „Аналіз катіонів III та IV аналітичної групи”.
- Складання *тексту завдання тестового контролю з теми* „Аналіз катіонів V та VI аналітичної групи.”
- Складання *тексту завдання тестового контролю з теми* „Аналіз аніонів”
- Складання *тексту завдання тестового контролю з теми* „Аналіз сухої солі”
- Складання *тексту завдання тестового контролю з теми* „Гравіметричний аналіз.”
- Складання *тексту завдання тестового контролю з теми* „Об’ємні методи кількісного аналізу”.
- Складання *тексту завдання тестового контролю з теми* „Фізико-хімічні методи аналізу”.

Текст завдання тестового контролю розробляти за такими вихідними даними:

- В завданні повинно бути розроблено 5 блоків по 8 питань в кожному.
- Питання кожного блоку повинні стосуватися матеріалу певної теми модуля.
- На кожне питання повинна бути тільки одна правильна відповідь.
- На кожен блок питань необхідно скласти 10 альтернативних відповідей, серед яких повинні бути і всі правильні відповіді на питання блоку.
- На декілька питань блоку може бути однакова відповідь.
- Неправильні відповіді повинні мати фізичний зміст.
- Питання в блоці і відповіді на них повинні бути пронумеровані, відповідно, від 1 до 8 і від 0 до 9. Розміщення питань в блоці і нумерація відповідей складається за кодом виданим викладачем.
- Питання в завданні повинні бути диференційовані за складністю, тобто в ньому потрібно використовувати і легкі, і середні, і важкі для виконання проблеми.

РОЗПОДІЛ БАЛІВ, ЯКІ ОТРИМУЮТЬ СТУДЕНТИ

Модуль 1 Поточне тестування та самостійна робота																			Модуль 2 ІНДЗ	ПК	Сума
Змістовий модуль 1											Змістовий модуль 2								30	20	200
Т 1	Т 2	Т 3	Т 4	Т 5	Т 6	Т 7	Т 8	Т 9	Т 10	Т 11	Т 12	Т 13	Т 14	Т 15	Т 16	Т 17	Т 18	Т 19			
5	5	5	5	5	5	5	5	5	20	10	10	5	10	10	10	10	10	10			

Шкала оцінювання: національна та ЄКТС

Σ балів	%	За національною шкалою	За шкалою ЄКТС
180 -200	90 -100	відмінно	A
166 -179	83 - 89	добре	B
150 -165	75 - 82	добре	C
133 -149	67 - 74	задовільно	D
119 -132	60 - 66	задовільно	E
69 - 118	35 - 59	незадовільно з можливістю повторного складання	FX
1-68	1 - 34	незадовільно з обов'язковим повторним курсом	F

РЕКОМЕНДОВАНА ЛІТЕРАТУРА

Базова

1. Луцевич Д. Д. Аналітична хімія: підручник / Д. Д. Луцевич, А. С. Мороз, О. В. Грибальська – К.: Медицина, 2009. – 416 с., іл.
2. Сегеда А. С. Аналітична хімія. Кількісний аналіз / А. С. Сегеда – К.: ЦУЛ, Фітосоціоцентр. – 2006. – 544 с.
3. Сегеда А. С. Аналітична хімія. Якісний і кількісний аналіз. – Навчально-методичний посібник / А. С. Сегеда – К.: ЦУЛ, Фітосоціоцентр. – 2003. – 312 с.
4. Сегеда А. С. Аналітична хімія. Якісний аналіз / А. С. Сегеда – К.: ЦУЛ, Фітосоціоцентр. – 2002. – 524 с.
5. Жаровський Ф. Г. Аналітична хімія / Ф. Г. Жаровський, А. Т. Пилипенко, І. В. П'яницький – К.: Вища школа, 1982. – 544 с.

Допоміжна

1. Романова Н. В. Основи хімічного аналізу / Н. В. Романова – К.: Наука, 1998.
2. Астафуров В. И. Основы химического анализа / В. И. Астафуров – Москва: Просвещение, 1982.
3. Васильев В. П. Сборник вопросов и задач по аналитической химии / В. П. Васильев – Москва: Высшая школа, 1976.
4. Жванко Ю.Н. Аналитическая химия и технологический контроль в общественном питании / Ю. Н. Жванко, Г. В. Панкратова, З. И. Мамедова – Москва: Высшая школа, 1989.
5. Сборник вопросов и задач по аналитической химии. Под ред. В. П. Васильева. – Москва: Высшая школа, 1976.
6. Ярославцев А. А. Сборник задач и упражнений по аналитической химии / А. А. Ярославцев – Москва: Высшая школа, 1979.

Інформаційні ресурси

1. <http://library.chem.univ.kiev.ua> – Велика бібліотека підручників з хімії хімічного факультету Київського національного університету імені Тараса Шевченка.
2. <http://www.websib.ru/noos/chemistry.htm>. Хімічна література.
3. <http://www.chemistryenc.h11.ru/statiorg/spiorg.htm>. Хімічна енциклопедія.
4. <http://www.anriintern.com/chemistry>. Хімічна література.
5. <http://www.chemport.ru> Хімічний портал. Довідники.
6. <http://chemister.fannet.ru/Books/Chembooks> Хімічна література.
7. <http://chembook.narod.ru>. Хімічна література.

Зміст

Передмова	3
Програма навчальної дисципліни «Аналітична хімія»	5
Техніка безпеки в хімічній лабораторії і заходи для надання першої медичної допомоги	16
Заняття № 1. Правила роботи в хімічній лабораторії. Хімічний посуд	19
Заняття №2. Закон дії мас як теоретична основа аналітичної хімії. Теорія електролітичної дисоціації. Рівновага в розчинах кислот та основ	32
Заняття №3. Закон дії мас як теоретична основа аналітичної хімії. Процеси гідролізу в аналітичній хімії	32
Заняття №4. Буферні розчини	33
Заняття №5. Закон дії мас і гетерогенні процеси в хімічному аналізі	42
Заняття №6. Вивчення реакцій на катіони I та II аналітичної групи	43
Заняття №7. Вивчення реакцій на катіони III аналітичної групи	50
Заняття №8. Окисно-відновні процеси в хімічному аналізі	56
Заняття №9. Закон дії мас та процеси комплексоутворення в аналізі	56
Заняття №10. Вивчення реакцій на катіони IV аналітичної групи	57
Заняття №11. Вивчення реакцій на катіони V та VI аналітичної групи	60
Заняття №12. Аналіз суміші катіонів IV - VI аналітичних груп	67
Заняття №13. Аніони. Вивчення реакцій на аніони	72
Заняття №14. Аналіз суміші аніонів I, II та III аналітичних груп	77
Заняття №15. Аналіз індивідуальної речовини	80
Заняття №16. Основні гравіметричні прилади. Аналітичні ваги (терези). Визначення вмісту заліза в сульфаті заліза (III)	84
Заняття №17. Способи визначення вмісту визначуваної речовини в титриметричному аналізі. Обчислення в титриметричному аналізі	100
Заняття №18. Виготовлення робочих розчинів методу нейтралізації	103
Заняття №19. Визначення вмісту гідрокарбонату натрію в питній соді ацидиметричним титруванням.	112
Заняття №20. Визначення вмісту оцтової кислоти	113
Заняття №21. Методи окиснення – відновлення (оксредметрії)	114
Заняття №22. Визначення феруму (заліза) (II) в розчині солі Мора методом перманганометрії	115
Заняття №23. Перманганатометричне визначення пероксиду водню	118
Заняття №24. Йодометричне визначення йонів міді	119
Заняття №25. Комплексонометричне визначення вмісту йонів магнію	121
Завдання для самостійної та індивідуальної роботи	122
Література	126

Галушко С.М.

АНАЛІТИЧНА ХІМІЯ
Навчальний посібник-практикум

*Адреса редакції: Уманський державний педагогічний університет імені Павла
Тичини, природничо-географічний факультет
вул. Садова, 2, м. Умань, 20300, Україна*

Підписано до друку 01.09.2016 р. Формат 60x90/16.
Ум.друк. арк. 2,6. обл.-вид.арк. 3,6
Папір офісний. Гарнітура Times.
Наклад 100 прим.

Віддруковано Видавництво „АЛМІ”
Свід.ДК – 74 від 01.06.2000 р.
20300, м.Умань, вул..Садова,4; тел/факс (04744) 5-26-70
e-mail: almi@ck.ukrtel.net