



**КИЇВСЬКИЙ
НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
ІМЕНІ ТАРАСА ШЕВЧЕНКА**

**МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ
ДО ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ
З АНАЛІТИЧНОЇ ХІМІЇ**

**для студентів другого курсу
хімічного факультету**

**МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ
ДО ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ
З АНАЛІТИЧНОЇ ХІМІЇ**

**для студентів другого курсу
хімічного факультету**

Рецензенти:

канд. хім. наук, доц. С. А. Куліченко,
канд. хім. наук, доц. М. Ф. Зуй

*Затверджено вченою радою хімічного факультету
(протокол № 2 від 20 вересня 2004)*

Методичні вказівки до лабораторних робіт з аналітичної хімії для студентів другого курсу хімічного факультету / О.А. Запорожець, О.Ю. Наджафова, Н.І. Смик та ін. / За заг. ред. проф. О.А. Запорожець – К.: Видавничо-поліграфічний центр "Київський університет", 2005. – 50 с.

Описано методики виконання лабораторних робіт з аналізу різних об'єктів у межах загального курсу "Аналітична хімія. Кількісний аналіз". Також викладено необхідні теоретичні відомості та наведено список літератури для глибшого вивчення кожної теми.



ВСТУП

Розвиток усіх без винятку галузей промисловості, а також зростання вимог людей до якості життя потребують удосконалення існуючих і створення нових методів аналізу продукції промислового виробництва, харчових продуктів, лікарських засобів, асортимент яких постійно розширюється, а також об'єктів довкілля (вода, ґрунти, повітря). Над вирішенням цих проблем працюють фахівці (теоретики та практики) з аналітичної хімії.

Аналітична хімія – це наука про визначення хімічного складу речовин, а в деяких випадках – їхньої хімічної будови. Хімічний аналіз – це сукупність дій, націлених на отримання інформації щодо хімічного складу об'єкта. Слід розрізнити поняття "метод аналізу" й "методика аналізу". Під першим розуміють теоретично обґрунтований спосіб визначення компонента, або принцип, властивість, відпрацьовані прийоми та пристрої для вимірювання властивості речовини й способи обробки результатів. Методика аналізу – це детальна "інструкція" до застосування методу аналізу для визначення певного компонента в конкретному об'єкті, наприклад: фотометричний метод аналізу, але методика фотометричного визначення феруму в стічній воді.

До завдань аналітичної хімії можна віднести розробку теоретичних основ методів, установлення меж їхньої придатності, оцінку метрологічних характеристик і створення методик аналізу конкретних матеріалів і об'єктів.

Курс аналітичної хімії спрямований на формування у студентів знань і практичних навичок застосування сучасних методів до аналізу різноманітних об'єктів.

На лекціях з аналітичної хімії розкриваються теоретичні основи методів кількісного аналізу. Лабораторний практикум доповнює лекційний матеріал, він спрямований на формування навичок практичної роботи і виховання у студентів вміння самостійно працювати в лабораторії. На лабораторних заняттях студенти виконують роботи з аналізу різних об'єктів з використанням хімічних і фізико-хімічних методів. Чітка організація занять є необхідною умовою успішного засвоєння курсу, а методичні вказівки мають допомогти студентам під час підготовки до практичних занять, семінарів, колоквиумів, заліків та іспитів.

У результаті вивчення кількісного аналізу (4 семестр) студенти повинні знати:

- титриметричні методи (методи нейтралізації, редоксметрії, аргентометрії, комплексонометрії);
- фізико-хімічні методи аналізу (спектрофотометрія, фотометрія полум'я, атомно-абсорбційна спектрометрія, хроматографія, потенціо-

метрія, полярографія, інверсійна вольтамперометрія, амперометрія, кулонометрія).

Студентам необхідно оволодіти навичками роботи в контрольно-аналітичних лабораторіях – це приготування розчинів реактивів, індикаторів, приготування та стандартизація робочих розчинів з фіксаналів і за наважками; статистична обробка отриманих результатів та оцінка їхньої достовірності.

ПРАВИЛА РОБОТИ Й ЗАХОДИ БЕЗПЕКИ В ЛАБОРАТОРІЇ

На початку кожного семестру студенти, до того як приступити до виконання лабораторних робіт, мають ознайомитися з правилами роботи в аналітичній лабораторії, інструкціями з техніки безпеки та охорони праці.

Студенти повинні обов'язково підтримувати чистоту й порядок у лабораторії; працювати дозволяється тільки в халатах.

Виконання лабораторного завдання дозволяється після перевірки готовності студента до роботи. Контроль знань проводить викладач перед кожним заняттям.

Перед проведенням дослідів необхідно ретельно оглянути обладнання та посуд, переконатися в тому, що установка або прилад зібрані правильно, хімічні речовини відповідають зазначеним у методиці вимогам.

Відпрацьовані розчини обережно виливають у мийну раковину. Концентровані кислоти, луги, органічні розчинники виливають у спеціальний посуд.

Не дозволяється вносити з лабораторії реактиви та проводити додаткові досліді без узгодження з викладачем. Після закінчення роботи необхідно ретельно вимити використаний посуд, привести в порядок робоче місце.

Під час роботи в лабораторії необхідно точно виконувати всі заходи безпеки згідно з правилами та інструкціями.

Роботу з органічними розчинниками, концентрованими кислотами й амоніаком, проводять у витяжній шафі.

Під час роботи зі шкідливими й отруйними речовинами (солями барію, плумбуму, арсену, купруму, металевою ртуттю, ціаністими сполуками, сірководнем та ін.) треба працювати обережно, щоб ці речовини не потрапили до організму людини. У разі опіків шкіри, слизових оболонок або очей кислотами необхідно спочатку добре промити уражене місце водою, а потім – 2 %-м розчином гідрокарбонату натрію; при опіках лугами – добре промити уражене місце водою, а потім 1 %-м розчином оцтової або лимонної кислот. Якщо отримано термічні опіки – зробити тривалі примочки розчином калію перманганату або компрес зі спиртового розчину таніну; при порізах рану обробити спиртовим розчином йоду й перев'язати; у випадках отруєння хлором, бромом, оксидами нітрогену слід вдихнути амоніак, вийти на свіже повітря, випити молока; у разі тяжких опіків, поранень і отруєнь, надавши першу допомогу, потерпілого треба негайно відправити до лікарні.

Тема 1

ГРАВИМЕТРИЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ

Лабораторна робота № 1

ВИЗНАЧЕННЯ ФЕРУМУ У ФЕРУМ-АМОНІЄВОМУ ГАЛУНІ

Методика ґрунтується на осадженні іонів феруму(III) розчином амоніаку з утворенням аморфного осаду $\text{Fe}(\text{OH})_3$ та отриманні й зважуванні гравіметричної форми. Він утворюється навіть у слабкокислому середовищі, тому для кількісного осадження феруму(III) достатньо невеликого надлишку розчину амоніаку. Гравіметричну форму (Fe_2O_3) отримують, прожарюючи гідроксид феруму в муфельній печі.

Прилади, реактиви, посуд

1. Нітратна кислота, HNO_3 , конц.
2. Розчин амоніаку, $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, конц.
3. Барію хлорид, BaCl_2 , 1 %-й водний розчин.
4. Паперові фільтри ("червона стрічка").
5. Стакани скляні, ємністю 100, 150, 250 мл.
6. Паличка скляна.
7. Лійка для фільтрування.
8. Піпетки ємністю 5 мл.
9. Ексикатор.
10. Штатив.
11. Кільце для фільтрування.
12. Сушильна шафа, муфельна піч.

Хід роботи

Осадження. Задачу отримують у скляний стакан ємністю 100–150 мл, розбавляють водою приблизно у два рази й нагрівають до кипіння. До гарячого розчину додають 1–2 мл розчину амоніаку до появи слабкого запаху NH_3 . Вміст стакана розбавляють 80–90 мл гарячої дистильованої води, перемішують скляною паличкою і чекають 3–5 хв поки осад збереться на дні стакана.

Фільтрування. Відокремлення осаду проводять за методом декантації. Для фільтрування використовують паперовий фільтр "червона стрічка". Гарячий прозорий розчин обережно зливають по скляній паличці на фільтр, намагаючись якомога менше скаламутити осад. До осаду доливають 5–10 мл гарячої води, перемішують, відстоюють і зливають прозорий розчин на фільтр.

Таке промивання й декантування повторюють 2–3 рази. Далі переносять осад на фільтр, ретельно змиваючи його залишки зі стінок і дна стакана водою з промивалки. Частинки осаду, які не вдалося змити водою, знімають зі стінок стакана за допомогою шматочка, змоченого дистильованою водою фільтра, який потім кладуть у лійку до основної частини осаду. Промивають осад на фільтрі 5–8 разів гарячою водою. Повноту промивання контролюють, перевіряючи наявність іонів SO_4^{2-} у промивних водах. Для цього збирають з лійки у пробірку близько 1 мл останньої порції фільтрату й додають до нього кілька крапель розчину BaCl_2 . Якщо розчин у пробірці став каламутним, то промивання осаду продовжують, якщо ж залишився прозорим – промивання припиняють. В осаді визначають вміст феруму, а у фільтраті – сульфату.

Висушування і прожарювання. Лійку з осадом накривають чистим аркушем паперу й висушують впродовж 1 год в сушильній шафі при температурі 110–120 °С. Після висушування фільтр згортають так, щоб осад був повністю закритий, кладуть у заздалегідь прожарений і зважений на аналітичних терезах тигель і прожарюють у муфельній печі при температурі 900 °С упродовж 35–40 хв. Після прожарювання тигель з Fe_2O_3 охолоджують в екзикаторі й зважують на аналітичних терезах. Тигель прожарюють ще раз упродовж 10–15 хв і знову зважують. Прожарювання продовжують до постійної маси: різниця між двома послідовними зважуваннями не повинна перевищувати 0,2–0,3 мг.

Вміст феруму в задачі (г) розраховують за формулою

$$m = g \cdot F_{\text{Fe}}$$

де g – маса гравіметричної форми Fe_2O_3 , г; F_{Fe} – гравіметричний фактор ($F_{\text{Fe}} = 0,6994$).

Лабораторна робота № 2

ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ СУЛЬФАТУ У ФЕРУМ-АМОНІЄВОМУ ГАЛУНІ

Визначення ґрунтується на осадженні сульфат-іонів розчином барію хлориду з утворенням дрібнокристалічного осаду BaSO_4 . Гравіметричною формою є BaSO_4 .

Прилади, реактиви, посуд

1. Хлоридна кислота, HCl , конц.
2. 0,1 %-й водний розчин метилоранжу.
3. Барію хлорид, BaCl_2 , 10 %-й водний розчин.
4. Сульфатна кислота, H_2SO_4 (1 : 4).
5. Паперові фільтри ("синя стрічка").
6. Стакани скляні, ємністю 250 (300) мл.
7. Паличка скляна.
8. Лійка для фільтрування.
9. Піпетки ємністю 1, 2, 5 мл.
10. Екзикатор.

11. Штатив.
12. Кільце для фільтрування.
13. Сушильна шафа, муфельна піч.

Хід роботи

Осадження. До фільтрату, отриманого після відокремлення феруму гідроксиду, додають 2–3 краплини індикатора метилоранжу й краплинами концентрованою HCl до появи рожевого забарвлення. Після цього додають ще приблизно 1 мл кислоти. Розчин нагрівають на піщаній бані до кипіння і *повільно, краплинами*, постійно перемішуючи, додають 20 мл 10 %-го розчину BaCl₂ упродовж 10–15 хв. Особливо повільно слід додавати BaCl₂ на початку осадження. Стакан з осадом залишають на 2–3 год (бажано на холоді). Після цього перевіряють повноту осадження барію сульфату, додаючи до прозорого розчину над осадом 2–3 краплини розчину BaCl₂. Якщо з'являється каламуть, розчин ще раз нагрівають, доливають надлишок BaCl₂ і відстоюють впродовж 2–3 год.

Фільтрування. Для фільтрування використовують щільний фільтр "синя стрічка". Промивають осад декантуванням 2–3 рази холодною водою і переносять на фільтр, ретельно змиваючи його залишки зі стінок та дна стакана водою з промивалки. Осад на фільтрі промивають 6–8 разів, контролюючи повноту його промивання від іонів Ba²⁺. Для цього збирають в пробірку приблизно 1 мл фільтрату і додають 2–3 краплини розчину H₂SO₄. Якщо розчин у пробірці залишився прозорим, то промивання осаду припиняють, в іншому разі – операцію продовжують.

Прожарювання. Лійку з фільтром накривають аркушем чистого паперу і висушують у сушильній шафі впродовж 1 год при температурі 110–120 °С. Після висушування згортають фільтр так, щоб осад був повністю закритий, вміщують у прожарений до постійної маси і зважений на аналітичних терезах тигель і прожарюють в муфельній печі при температурі 800 °С упродовж 30–40 хв. Тигель з осадом доводять до постійної маси, охолоджують в ексікаторі й зважують.

Вміст сульфат-іонів (г) розраховують за формулою:

$$m = g \cdot F_{\text{SO}_4^{2-}}$$

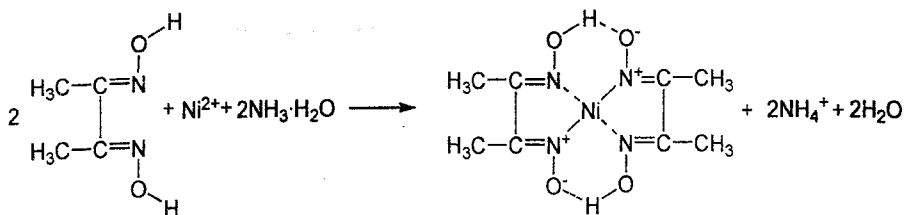
де g – маса гравіметричної форми BaSO₄, г;

F_{Fe} – гравіметричний фактор ($F_{\text{SO}_4^{2-}} = 0,6994$).

Лабораторна робота № 3

ВИЗНАЧЕННЯ НІКЕЛЮ(II) З ДИМЕТИЛГЛЮКСИМОМ

Визначення ґрунтується на осадженні нікелю(II) диметилглюксимом у присутності амоніаку з утворенням яскраво-червоного диметилглюксимату нікелю, який практично не розчиняється в надлишку диметилглюксиму, розведених розчинах амоніаку та солях амонію:



Осад помітно розчиняється в мінеральних кислотах, концентрованих лугах, розчинах ціанідів, етанолі, гарячій воді. Гравіметричною формою є диметилглюксимат нікелю $\text{Ni}(\text{C}_4\text{H}_7\text{N}_2\text{O}_2)_2$. Елементи, здатні за умов осадження нікелю(II) утворювати гідроксиди, необхідно попередньо маскувати.

Прилади, реактиви, посуд

1. Диметилглюксим, 1 %-й аміачний розчин.
2. Стакан скляний, ємністю 100 (150) мл.
3. Паличка скляна.
4. Циліндр мірний, ємністю 25 мл.
5. Фільтр скляний, № 3 або 4.
6. Колба Бунзена, ємністю 1 л.
7. Компресорна установка УК 40-2М.
8. Сушильна шафа.

Хід роботи

Осадження. До розчину задачі у скляному стакані ємністю 100–150 мл додають приблизно 50 мл гарячої дистильованої води й нагрівають на піщаній бані до 80–90 °С. До нагрітого розчину додають 25 мл аміачного розчину диметилглюксиму й перемішують. При цьому має відчуватися запах амоніаку. Нагрівають вміст стакана, перемішуючи скляною паличкою, до початку кипіння і залишають на 1 год у витяжній шафі. Після цього перевіряють повноту осадження Нікелю, додаючи до розчину кілька краплин диметилглюксиму.

Фільтрування і висушування. Осад фільтрують під вакуумом крізь заздалегідь висушений і зважений скляний фільтр, ретельно змиваючи його залишки зі стінок і дна стакана гарячою дистильованою водою з промивалки. Промивають осад на фільтрі 2 рази гарячою дистильованою водою. Скляний фільтр з осадом висушують у сушильній шафі впродовж 30–35 хв при 100–120 °С до постійної маси і зважують.

Вміст нікелю (g) розраховують за формулою:

$$m = g \cdot F_{\text{Ni}}$$

де g – маса гравіметричної форми $\text{Ni}(\text{C}_4\text{H}_7\text{N}_2\text{O}_2)_2$, г;
 F_{Ni} – гравіметричний фактор ($F_{\text{Ni}} = 0,2032$).

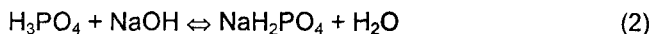
Тема 2

ТИТРИМЕТРИЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ. МЕТОД НЕЙТРАЛІЗАЦІЇ

Лабораторна робота № 4

ВИЗНАЧЕННЯ ХЛОРОВОДНЕВОЇ ТА ФОСФОРНОЇ КИСЛОТ У СУМІШІ МЕТОДОМ КИСЛОТНО-ОСНОВНОГО ТИТРУВАННЯ

Роздільне визначення хлороводневої та фосфорної кислот у суміші титруванням стандартним розчином гідроксиду натрію можливе внаслідок перебігу реакції між титрантом і компонентами суміші, що аналізується, у дві стадії. На першій стадії одночасно титруються хлороводнева кислота за рівнянням (1) і фосфорна кислота до однозаміщеної солі за рівнянням (2):



Друга стадія взаємодії зумовлена реакцією:



Для титрування хлороводневої кислоти й фосфорної до дигідрофосфату використовують індикатор метиловий червоний або бромкрезоловий зелений.

Для титрування хлороводневої кислоти й фосфорної до гідрофосфату використовують фенолфталеїн.

Прилади, реактиви, посуд

1. Натрію гідроксид, 0,1 моль-екв/л.
2. Мірна колба на 100 мл.
3. Розчини бромкрезолового зеленого (у 20 %-у етанолі) і метилового червоного (у 60 %-у етанолі).
4. Розчин фенолфталеїну.
5. Конічні колби для титрування ємністю 250 мл.
6. Піпетки ємністю 20 (25) мл.
7. Бюретка.

Хід роботи

Навчальну задачу отримують у мірній колбі на 100 мл і розбавляють дистильованою водою до мітки. У конічну колбу для титрування відбирають аликвоту розчину задачі, додають 2–3 краплини індикатора бромкрезолового зеленого або метилового червоного й титрують розчином лугу до зміни забарвлення індикатора: від жовтого до синього (у першому випадку) або від червоного до оранжевого (у другому випадку). Записують об'єм гідроксиду натрію (V_1 , мл), що пішов на титрування суміші в першій стадії.

У конічну колбу для титрування відбирають аликвоту розчину задачі, додають 2–3 краплини фенолфталеїну й титрують розчином лугу до зміни

забарвлення індикатора (від безбарвного до червоно-фіолетового). Записують об'єм гідроксиду натрію (V_2 , мл), що пішов на титрування. Вміст кислот у суміші розраховують за формулами

$$m_{\text{HCl}, \Gamma} = \frac{N_{\text{NaOH}}(2V_1 - V_2) \cdot E_{\text{HCl}}}{1000} \cdot \frac{V_{\text{зар}}}{V_{\text{ан}}},$$

$$m_{\text{H}_3\text{PO}_4, \Gamma} = \frac{N_{\text{NaOH}} 2(V_2 - V_1) \cdot E_{\text{H}_3\text{PO}_4}}{1000} \cdot \frac{V_{\text{зар}}}{V_{\text{ан}}},$$

де E_{HCl} і $E_{\text{H}_3\text{PO}_4}$ – молекулярна маса еквівалентів хлороводневої та фосфорної кислот відповідно; N_{NaOH} – концентрація робочого розчину NaOH, моль-екв/л; $V_{\text{зар}}$ – загальний об'єм розчину, 100 мл; $V_{\text{ан}}$ – об'єм аліквотної частини розчину.

Тема 3

ТИТРИМЕТРИЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ. ПЕРМАНГАНАТОМЕТРІЯ

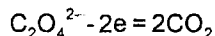
Лабораторна робота № 5

ПРИГОТУВАННЯ ВИХІДНОГО РОЗЧИНУ ОКСАЛАТНОЇ КИСЛОТИ ТА ВСТАНОВЛЕННЯ НОРМАЛЬНОСТІ РОБОЧОГО РОЗЧИНУ ПЕРМАНГАНАТУ КАЛІЮ

У разі титрування розчину оксалатної кислоти перманганатом калію в кислому середовищі проходить така реакція:



Окиснення $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ відбувається за двохелектронним механізмом:



Отже, молярна маса еквіваленту оксалатної кислоти в цій реакції дорівнює $\frac{1}{2}$ М.м. $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$.

Прилади, реактиви, посуд

1. $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, М.м. 126,06.
2. Розчин калію перманганату, 0,1 моль-екв/л.
3. Сульфатна кислота (1:4).
4. Мірні колби ємністю 100 і 250 мл.
5. Конічні колби для титрування ємністю 250 мл.
6. Піпетки ємністю 20 або 25 мл.
7. Бюретка.
8. Бюкс ємністю 20 мл.
9. Лійка.
10. Терези аналітичні.

Хід роботи

Для приготування 250 мл 0,1 N розчину $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ наважку оксалатної кислоти, розраховану за наведеною нижче формулою, зважують у бюксі на аналітичних терезах з точністю до 0,0001 г, кількісно переносять у мірну колбу ємністю 250 мл, промиваючи бюкс і ліжку дистильованою водою, доводять водою до мітки і перемішують.

$$m(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = \frac{M.m(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) \cdot 250}{2 \times 1000 \cdot 10}$$

Бюретку наповнюють розчином перманганату калію, контролюючи рівень розчину за верхнім меніском. У конічну колбу піпеткою вводять 10 мл розчину оксалатної кислоти, додають 10–15 мл розчину сульфатної кислоти (для створення необхідної кислотності середовища) і нагрівають до температури 70–80 °С (до кипіння не доводити, оскільки оксалатна кислота розкладається). Нагрівання розчину можна замінити додаванням нагрітої до температури 80–90 °С води. До гарячого розчину кислоти з бюретки додають кілька краплин перманганату калію і чекають, поки зникне рожеве забарвлення. Наступні порції перманганату знебарвлюються швидше, оскільки Mn(II) , що утворюється, є каталізатором у цій реакції. Кожну нову порцію розчину перманганату додають лише після зникнення забарвлення попередньої порції. Розчин титрують до появи слабкорозового забарвлення, яке не зникає впродовж 30 с. Нормальність розчину перманганату розраховують за такою формулою:

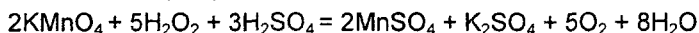
$$N(\text{KMnO}_4) = \frac{N(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) \cdot V(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4)}{V(\text{KMnO}_4)}$$

де $N(\text{KMnO}_4)$ – нормальність робочого розчину, моль-екв/л; $V(\text{KMnO}_4)$ – об'єм витрачено на титрування робочого розчину, мл; $N(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4)$ – нормальність розчину оксалатної кислоти, моль-екв/л; $V(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4)$ – об'єм розчину оксалатної кислоти, узятий для титрування (аліквотна частина), мл.

Лабораторна робота № 6

ПЕРМАНГАНАТОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ ПЕРОКСИДУ ВОДНЮ

В основі визначення лежить реакція між перексидом водню та перманганатом калію в кислому середовищі:



Прилади, реактиви, посуд

1. Розчин калію перманганату, 0,1 моль-екв/л.
2. Сульфатна кислота (1 : 4).
3. Мірна колба ємністю 100 мл.
4. Конічні колби для титрування ємністю 250 мл.
5. Піпетки ємністю 20 або 25.
6. Бюретка.

Хід роботи

Розчин задачі в мірній колбі ємністю 100 мл розбавляють дистильованою водою до мітки й перемішують. Відбирають піпеткою 20 (25) мл цього розчину, переносять у колбу для титрування, додають 10–15 мл сульфатної кислоти й титрують робочим розчином перманганату (без нагрівання) до появи рожевого забарвлення, яке не зникає впродовж 30 с. Вміст пероксиду (г) у розчині розраховують за формулою:

$$V(\text{H}_2\text{O}_2) = \frac{N(\text{KMnO}_4) \cdot V(\text{KMnO}_4) \cdot E(\text{H}_2\text{O}_2) \cdot V_{\text{зад}}}{1000 \cdot V_a},$$

де $N(\text{KMnO}_4)$ – нормальність робочого розчину перманганату, моль-екв/л; $V(\text{KMnO}_4)$ – об'єм робочого розчину, витраченого на титрування, мл; $E(\text{H}_2\text{O}_2)$ – молярна маса еквіваленту пероксиду водню, г; $V_{\text{зад}}$ – об'єм розчину задачі, мл; V_a – об'єм розчину задачі, узятий для титрування (аліквотна частина), мл.

Лабораторна робота № 7

ПЕРМАНГАНОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ ФЕРУМУ(II) У СОЛІ МОРА

Метод ґрунтується на взаємодії солей феруму(II) у кислому середовищі з розчином перманганату калію:



Прилади, реактиви, посуд

1. Розчин перманганату калію, 0,1 моль-екв/л.
2. Сіль Мора $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.
3. Сульфатна кислота (1 : 4).
4. Захисна суміш: розчиняють 70 г солі $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ у 500 мл води, додають до розчину 125 мл концентрованої сульфатної кислоти й 125 мл 85 %-ї фосфорної кислоти й розчин розводять до об'єму 1000 мл.
5. Мірні колби ємністю 100 і 250 мл.
6. Конічні колби для титрування ємністю 250 мл.
7. Піпетки ємністю 20 або 25 мл.
8. Бюретка.

Хід роботи

Наважку солі Мора, необхідну для приготування 100 мл розчину 0,05 моль-екв/л, зважують на аналітичних терезах у бюксі й кількісно переносять у мірну колбу ємністю 100 мл. У колбу додають 10 мл дистильованої води, 10 мл сульфатної кислоти (для запобігання гідролізу) і розчиняють сіль. Після повного розчинення солі розчин доводять дистильованою водою до мітки. У конічну колбу для титрування вводять 20–25 мл розчину солі Мора, додають 10–15 мл захисної суміші й розбавляють у 2–3 рази холодною водою.

Холодний розчин, ретельно перемішуючи, поволі титрують робочим розчином перманганату до появи рожевого забарвлення, яке не зникає впродовж 1 хв.

Відсотковий вміст феруму(II) у солі обчислюють за формулою:

$$\omega, \% = \frac{N(\text{KMnO}_4) \cdot V(\text{KMnO}_4) \cdot E(\text{Fe}) \cdot V_{\text{зад}}}{10 \text{ г} \cdot V_a}$$

де $N(\text{KMnO}_4)$ – нормальність робочого розчину перманганату, моль-екв/л; $V(\text{KMnO}_4)$ – об'єм робочого розчину, витраченого на титрування мл; $E(\text{Fe})$ – мольна маса еквівалента феруму, г; g – наважка солі, г; $V_{\text{зад}}$ – об'єм розчину задачі, мл; V_a – об'єм розчину задачі, узятий для титрування (аліквотна частина), мл.

Одержаний результат відсоткового вмісту феруму(II) у солі Мора порівнюють з теоретично розрахованим.

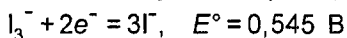
Тема 4

ТИТРИМЕТРИЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ. ЙОДИМЕТРИЯ ТА ЙОДОМЕТРИЯ

Лабораторна робота № 8

ЙОДОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ КУПРУМУ(II)

Йодиметрія – метод визначення відновників (Red) титруванням стандартним розчином йоду. В основі методу лежить реакція відновлення:



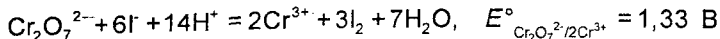
Формально вважається, що окисником є молекулярний йод. Однак I_2 малорозчинний у воді (<0,001 моль/л), але розчиняється у присутності йодид-іонів: $\text{I}_2 + \text{I}^- = \text{I}_3^-$. Тому для титрування застосовують розчин I_2 у KI . Оскільки I_3^- є менш ефективним окисником порівняно з KMnO_4 , $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, його використовують для титрування відновників з $E^\circ < 0,2 \text{ В}$, зокрема аскорбінової кислоти.

Йодометрія – метод визначення окисників (Ox) непрямим титруванням замісника – I_2 – стандартним розчином $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. В основі методу лежить реакція взаємодії калію йодиду із окисником: $2\text{I}^- + \text{Ox} = \text{I}_2 + \text{Red}$.

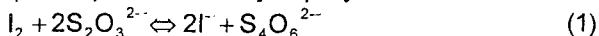
Однак розчини калію йодиду не використовують як титрант, оскільки він нестійкий і окиснюється киснем повітря. На практиці до аналізованого розчину окисника додають надлишок KI . Йод, що виділяється в кількості, еквівалентній кількості Ox, який вступив у реакцію, відтитрують розчином $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. Кількість витраченого титранту еквівалентна кількості I_2 , що утворився в реакції та, відповідно, кількості окисника, який провзаємодіяв з I^- .

Робочим розчином є розчин натрію тіосульфату. Сполука $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ не відповідає вимогам, що висуваються до вихідних речовин, оскільки під час зберігання вивітряється. Тому готують розчин натрію тіосульфату

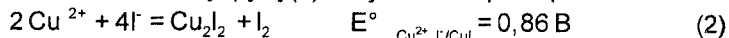
~0,05 моль-екв/л, зважуючи на технічних терезах відповідну наважку. Титр розчину встановлюють через 10 днів після приготування за калію біхроматом. Але титрувати тіосульфат безпосередньо розчином $K_2Cr_2O_7$ не можна, оскільки з усіма сильними окисниками він реагує нестехіометрично, тому застосовують метод заміщення. При цьому відбувається така реакція:



Одна молекула $K_2Cr_2O_7$ взаємодіє з 6 іонами I^- . Отже, молекулярна маса еквіваленту біхромату в цій реакції дорівнює $1/6$ М.м. $K_2Cr_2O_7$. Реакція проходить у кислому середовищі з невисокою швидкістю, у надлишку йодиду (для розчинення I_2). Йод, що виділився в еквівалентній до дихромату кількості, титрують стандартним розчином тіосульфату за схемою:



При цьому два іони тіосульфату взаємодіють з двома атомами йоду. Отже, молярна маса еквіваленту $Na_2S_2O_3$ дорівнює його молекулярній масі. Йодометричне визначення купрум(II) базується на реакції



Йод, що виділився в еквівалентній до купрум(II) кількості, титрують стандартним розчином тіосульфату за схемою (1).

Як індикатор у йодометрії застосовують свіжоприготовлений 1 %-й розчин крохмалю: за взаємодії крохмалю з йодом утворюється сполука синього кольору.

Прилади, реактиви, посуд

1. Дихромат калію, $K_2Cr_2O_7$.
2. Сульфатна кислота, (1 : 4).
3. Калію йодид, 10 %-й розчин.
4. Крохмаль, свіжоприготовлений 1 %-й розчин.
5. Розчин тіосульфату натрію, ~0,05 моль-екв/л.
6. Розчин ацетатної кислоти, 2 моль-екв/л.
7. Бюретка.
8. Колби мірні ємністю 100 і 250 мл.
9. Піпетки ємністю 20 (25) мл.
10. Мірні циліндри ємністю 10, 50 мл.
11. Конічні колби ємністю 250 мл.

Хід роботи

Приготування стандартного розчину калію дихромату. Наважку солі калію дихромату, необхідну для приготування 250 мл розчину ~0,05 моль-екв/л, зважують у бюксі на аналітичних терезах з точністю до 0,0001 г. Кількісно переносять до мірної колби ємністю 250 мл, промиваючи бюкс і лійку 2–3 рази дистильованою водою, доводять водою до мітки і ретельно перемішують. За наважкою розраховують нормальність (з точністю до 0,0001) розчину дихромату.

Стандартизація робочого розчину натрію тіосульфату. Бюретку заповнюють розчином натрію тіосульфату. У конічну колбу для титрування мірним циліндром наливають 15–20 мл калію йодиду та 15–20 мл розчину H_2SO_4 . Якщо отриманий розчин набуває жовтуватого відтінку, то додають краплями з бюретки розчин натрію тіосульфату до знебарвлення розчину. До одержаної суміші піпеткою доливають 10 мл стандартного розчину калію біхромату і, накривши колбу годинниковим склом (щоб запобігти втратам йоду через петкість), залишають суміш на 5 хв у темному місці для завершення реакції. У колбу додають дистильовану воду до об'єму 100–150 мл і отриманий розчин титрують натрію тіосульфатом, не додаючи індикатора. Коли забарвлення розчину зміниться з темно-коричневого на світло-жовте, додають приблизно 5 мл розчину крохмалю і продовжують титрувати до переходу темно-синього забарвлення у світло-зелене. Нормальність розчину $Na_2S_2O_3$ розраховують за формулою

$$N_{Na_2S_2O_3} = \frac{N_{K_2Cr_2O_7} \times V_{K_2Cr_2O_7}}{V_{Na_2S_2O_3}},$$

де $N_{K_2Cr_2O_7}$ – нормальність робочого розчину калію біхромату, моль-екв/л;
 $V_{K_2Cr_2O_7}$ – об'єм робочого розчину, який було взято для титрування, мл;
 $N_{Na_2S_2O_3}$ – нормальність розчину натрію тіосульфату; $V_{Na_2S_2O_3}$ – об'єм розчину тіосульфату натрію, витраченого на титрування, мл.

Йодометричне визначення купруму(II). До розчину задачі в мірній колбі ємністю 100 мл додають 5 мл розчину ацетатної кислоти (для попередження гідролізу $Cu(II)$), доводять водою до мітки й перемішують. У конічну колбу відбирають піпеткою 20 (25) мл цього розчину, циліндром додають 10–15 мл розчину KI , добре перемішують. Накривають колбу годинниковим склом і залишають суміш на 2–3 хв у темному місці для завершення реакції (2). Титрують йод, який виділився, робочим розчином $Na_2S_2O_3$, інтенсивно перемішуючи суміш після додавання кожної порції титранту. Після того як бурий колір розчину стане солом'яно-жовтим, до розчину додають 2–3 мл крохмалю і продовжують титрувати, доки одна краплина розчину $Na_2S_2O_3$ не змінить колір розчину з темно-синього на жовтувато-білий (осад йодиду $Cu(I)$).

Кількість купруму (m_{Cu}) (г) розраховують за формулою

$$m_{Cu} = \frac{N_{Na_2S_2O_3} \cdot V_{Na_2S_2O_3} \cdot E_{Cu}}{1000} \cdot \frac{V_{зад}}{V_{ал}},$$

де $N_{Na_2S_2O_3}$ – нормальність робочого розчину натрію тіосульфату, моль-екв/л;
 $V_{Na_2S_2O_3}$ – об'єм розчину натрію тіосульфату, витраченого на титрування, мл;
 E_{Cu} – молярна маса еквіваленту купруму; $V_{ал}$ – об'єм розчину задачі, узятий на одне титрування (аліквота), мл; $V_{зад}$ – загальний об'єм розчину задачі, мл.

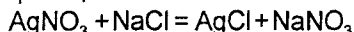
Тема 5

ТИТРИМЕТРИЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ. МЕТОД ОСАДЖЕННЯ

Лабораторна робота № 9

УСТАНОВЛЕННЯ НОРМАЛЬНОСТІ РОБОЧОГО РОЗЧИНУ НІТРАТУ АРГЕНТУМУ ЗА МЕТОДОМ МОРА

Установлення нормальності робочого розчину нітрату аргентуму за методом Мора ґрунтується на реакції



Для цього використовують розчин натрію хлориду, який готують за наважкою відповідної солі. Молярна маса еквіваленту аргентуму нітрату дорівнює його молекулярній масі.

Як індикатор застосовують хромат калію K_2CrO_4 , який у точці еквівалентності утворює з надлишком іонів аргентуму цегляно-червоний осад Ag_2CrO_4 . Аргентуму хромат, як сіль слабкої кислоти, розчиняється в кислотах, тому визначення слід проводити у нейтральних розчинах.

Прилади, реактиви, посуд

1. Натрію хлорид, кристалічний.
2. Розчин аргентуму нітрату, $\sim 0,05$ моль-екв/л.
3. Розчин калію хромату, 5 %-й водний.
4. Мірні колби ємністю 100, 250 мл.
5. Конічні колби ємністю 250 мл.
6. Бюретка, піпетки.

Хід роботи

Приготування робочого розчину натрію хлориду. Наважку солі, необхідну для приготування 250 мл розчину NaCl , 0,05 моль-екв/л, зважують у бюксі на аналітичних терезах з точністю до 0,0001 г, кількісно переносять у мірну колбу ємністю 250 мл, промиваючи бюкс і лійку дистильованою водою, доводять водою до мітки і перемішують.

Установлення нормальності робочого розчину нітрату аргентуму. У конічну колбу для титрування піпеткою приливають 10 мл розчину NaCl , додають ≈ 2 мл розчину індикатора, розбавляють дистильованою водою приблизно до 20 мл і титрують розчином аргентуму нітрату. Розчин інтенсивно перемішують після додавання кожної порції титранту. Незадовго до досягнення точки еквівалентності осад AgCl коагулює, а розчин над осадом стає прозорим. Після цього робочий розчин додають краплянами до зміни забарвлення суміші з жовтого на цеглисто-червоний унаслідок утворення осаду аргентуму хромату. Титрування повторюють 2–3 рази. Розходження між паралельними результатами титрування не повинно перевищувати 0,05 мл. Кількість аргентуму нітрату, що витрачається на взаємо-

дію з калію хроматом, визначають, титруючи розчин, приготовлений аналогічно, але без додавання розчину NaCl. Розраховують середній об'єм аргентуму нітрату, який було витрачено на титрування NaCl. Нормальність робочого розчину аргентуму нітрату розраховують за формулою

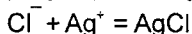
$$N_{\text{AgNO}_3} = \frac{N_{\text{NaCl}} \cdot V_{\text{NaCl}}}{V_{\text{AgNO}_3}},$$

де N_{NaCl} – нормальність розчину натрію хлориду, моль-екв/л; V_{NaCl} – аліквотна частина розчину натрію хлориду, мл; V_{AgNO_3} – середній об'єм аргентуму нітрату, який було витрачено на титрування, мл.

Лабораторна робота № 10

ТИТРИМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ ХЛОРИД-ІОНІВ У МОРСЬКІЙ ВОДІ ЗА МЕТОДОМ ФОЛЬГАРДА

До кислого розчину, який містить хлорид-іони, додають надлишок титрованого розчину аргентуму нітрату. При цьому відбувається така реакція:



Іони аргентуму, що не прореагували з хлоридом, відтитровують розчином амонію тиоціанату з індикатором – сіллю феруму(III). При цьому проходять реакції:



Прилади, реактиви, посуд

1. Розчин AgNO_3 , 0,05 моль/л. Нормальність робочого розчину встановлюють методом Мора (титруванням розчину хлориду натрію з індикатором калію хроматом).
2. Розчин NH_4SCN , 0,05 моль/л. Нормальність робочого розчину встановлюють за попередньо відтитрованим розчином AgNO_3 . Як індикатор використовують насичений розчин ферум-амонієвого галууну.
3. Натрію хлорид, кристалічний.
4. Розчин калію хромату, 5 %-й.
5. Насичений розчин ферум-амонієвого галууну.
6. Тетрахлорид вуглецю.
7. Нітратна кислота, 6 моль/л.
8. Мірні колби ємністю 100, 250 мл.
9. Конічні колби ємністю 250 мл.
10. Бюретки, піпетки.

Хід роботи

Наважку морської солі 0,1–0,2 г, зваженої на аналітичних терезах, переносять у мірну колбу ємністю 100 мл, розчиняють і доводять дистильованою водою до мітки. Після цього, аліквотну частину отриманого розчину (10 мл) вносять у конічну колбу, додають 10 мл нітратної кислоти, 10 мл розчину

AgNO₃, 0,05 моль-екв/л; 2 мл CCl₄, 1–2 мл насиченого розчину ферум-амонієвого галуни й титрують розчином NH₄SCN. У кінці титрування осад AgSCN коагулює і каламутний розчин над осадом стає прозорим. Титрують до появи не зникаючого за енергійного збовтування впродовж 1 хв червоно-рожевого забарвлення розчину (комплексу феруму з тіоціанатом – FeSCN²⁺).

Відсотковий вміст хлорид-іонів у морській солі розраховують за формулою

$$\%_{\text{Cl}} = \frac{(N_{\text{AgNO}_3} \cdot V_{\text{AgNO}_3} - N_{\text{NH}_4\text{SCN}} \cdot V_{\text{NH}_4\text{SCN}}) \cdot E_{\text{Cl}}}{1000 \cdot g} \cdot \frac{V_{\text{зад}}}{V_{\text{ал}}} \cdot 100 \%$$

де N_{AgNO_3} і $N_{\text{NH}_4\text{SCN}}$ – нормальності розчинів нітрату срібла й тіоціанату амонію, моль-екв/л; V_{AgNO_3} і $V_{\text{NH}_4\text{SCN}}$ – об'єми зазначених вище розчинів, витрачених на титрування, мл; E_{Cl} – молекулярна маса еквіваленту хлорид-іона; g – маса наважки, г.

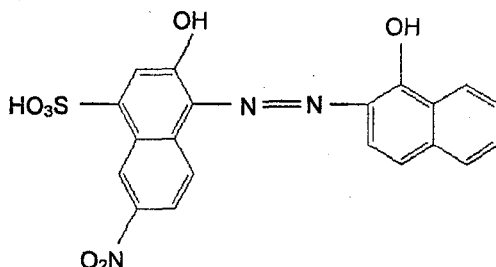
Тема 6

ТИТРИМЕТРИЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ. МЕТОД КОМПЛЕКСОНОМЕТРІЇ

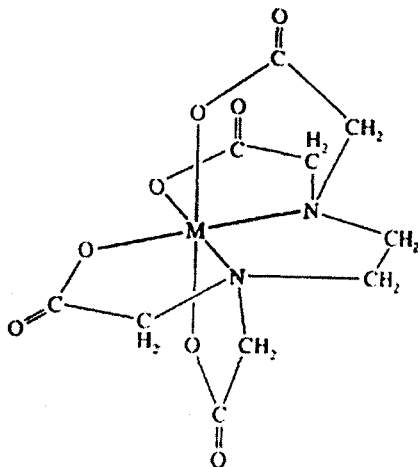
Лабораторна робота № 11

ВИЗНАЧЕННЯ ЗАГАЛЬНОЇ ТВЕРДОСТІ ВОДИ МЕТОДОМ ТРИЛОНОМЕТРІЇ

Загальна твердість води зумовлена сумарним вмістом солей кальцію та магнію, який визначають трилонометрично. Метод ґрунтується на титруванні проби води розчином двозаміщеної натрієвої солі етилендіамінтетраоцтової кислоти (трилон Б) у лужному середовищі, якщо рН ≈ 10 з металохромним індикатором – еріохромчорним Т:



Трилон Б утворює з іонами кальцію та магнію в лужному середовищі безбарвні комплексні сполуки:



Індикатор ЕХЧ утворює з іонами кальцію та магнію комплексні сполуки червоно-фіолетового кольору, які при додаванні розчину трилону Б руйнуються внаслідок утворення більш стійких безбарвних комплексонатів. Комплексонат кальцію стійкіший порівняно з комплексом магнію, тому під час титрування зв'язується першим, а магній – другим.

У точці еквівалентності відбувається перехід забарвлення від червоно-фіолетового (колір комплексів металів з ЕХЧ) до блакитного (колір аніонної форми незв'язаного індикатора).

Прилади, реактиви, посуд

1. Розчин трилону Б, 0,1 моль-екв/л, приготовлений за наважкою препарату.
2. Еріохромчорний Т (0,5 г індикатора розтирають у фарфоровій ступці з 50 г натрію хлориду).
3. Аміачний буферний розчин з рН ≈ 10 (20 г амонію хлориду розчиняють у воді, додають 100 мл концентрованого амоніаку й доводять об'єм суміші до 1 л)
4. Конічні колби ємністю 250 мл.
5. Бюретки, піпетки.

Хід роботи

У конічну колбу ємністю 250 мл відбирають піпеткою 10–100 мл води залежно від очікуваного значення її твердості, розбавляють за необхідності до 100 мл дистильованою водою, додають 5 мл аміачного буферного розчину, 10–15 мг сухого індикатора, збовтують і титрують розчином трилону Б, інтенсивно перемішуючи, до переходу червоно-фіолетового забарвлення до блакитного.

Загальну твердість води, ммоль-екв/л (C_x), визначають за формулою

$$C_x = \frac{C \cdot V_1 \cdot 1000}{V}$$

де C і V_1 – відповідно концентрація робочого розчину трилону Б, моль-екв/л, і його об'єм, витрачений на титрування, мл; V – об'єм проби води, мл.

Тема 7

ЕЛЕКТРОХІМІЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ. ПОТЕНЦІОМЕТРИЯ

Лабораторна робота № 12

ВИЗНАЧЕННЯ СЛАБКОЇ КИСЛОТИ МЕТОДОМ рН-МЕТРИЧНОГО ТИТРУВАННЯ

Мета роботи: визначити концентрацію розчину оцтової кислоти із застосуванням скляного електрода, порівняти результати потенціометричного та індикаторного методу встановлення кінцевої точки титрування, визначити pK_a оцтової кислоти.

Прилади, реактиви, посуд

1. Стандартний розчин NaOH, 0,1 моль/л.
2. Розчин фенолфталеїну.
3. Мірна колба, ємністю 100,0 мл; піпетка ємністю 25, мл.
4. Стакан для титрування, ємністю 50 мл; бюретка.
5. рН-метр рН-340 із скляним індикаторним електродом і хлоридсрібним електродом порівняння.
6. Магнітна мішалка.

Хід роботи

Навчальну задачу одержують у мірну колбу ємністю 100 мл і розбавляють дистильованою водою до мітки. Аліквотну частину розчину (25 мл) вміщують у рН-метричний стакан, додають 2 краплини фенолфталеїну. На дно стакана опускають магніт і в розчин занурюють електроди так, щоб вони не торкалися магніту, включають магнітну мішалку на перемішування із середньою швидкістю. На рН-метрі вибирають вид робіт "рН", перемикач "Размах" устанавлюють у положення "15 рН", вимірюють приблизне значення рН розчину. Залежно від значення рН за допомогою перемикача "Пределы измерения" обирають необхідний діапазон рН, далі перемикач "Размах" переключають у положення "3 рН" і знімають точне значення рН розчину. Додають порціями робочий розчин NaOH (V , мл) і записують значення рН після встановлення рівноваги (змінюючи перемикачем "Пределы измерения" діапазон вимірювання). Робочий розчин у діапазоні рН 5,5–5,8 додають по 0,5 мл, а поблизу точки еквівалентності – по 0,2 мл. Записують значення рН та об'єм робочого розчину, за якого розчин забарвлюється

в рожевий колір. Після досягнення рН 10,5–10,8 титрування продовжують порціями по 0,5 мл. Записують ще 5–6 результатів.

Виключають мішалку, перемикач рН-метра "Размах" установлюють у положення "15 рН", виймають електроди з досліджуваного розчину, промивають їх дистильованою водою та занурюють у стакан з дистильованою водою.

За отриманими даними будують криву титрування в координатах: $\Delta\text{pH}/\Delta V - V$ і визначають об'єм, за якого спостерігається максимум на кривій – точку еквівалентності ($V_{\text{т.е.}}$).

Розраховують вміст кислоти в розчині задачі за формулою

$$m, \text{г} = \frac{N_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{т.е.}} \cdot E \cdot V_{\text{зар}}}{1000 \cdot V_{\text{ан}}}$$

де N_{NaOH} – концентрація стандартного розчину титранту, моль-екв/л; $V_{\text{т.е.}}$ – об'єм титранту в точці еквівалентності, мл; E – молярна маса еквівалента оцтової кислоти, г/моль-екв; $V_{\text{зар}}$ і $V_{\text{ан}}$ – загальний об'єм навчальної задачі та об'єм її аликвотної частини, мл.

Усреднюють результати паралельних дослідів, порівнюють результати, отримані під час візуального й потенціометричного способу індикації точки еквівалентності. Розраховують помилку визначення оцтової кислоти. За даними, отриманими в діапазоні $0,2 V_{\text{т.е.}} - 0,8 V_{\text{т.е.}}$, розраховують значення pK_a кислоти.

За цих умов утворюється буферний розчин (суміш слабкої кислоти та її солі), рН якого визначається за рівнянням

$$\text{pH} = \text{pK}_a + \lg \frac{C_c}{C_k}$$

У випадку, коли збільшенням об'єму розчину внаслідок додавання титранту можна знехтувати, розрахункова формула набуває такого вигляду:

$$\text{pH} = \text{pK}_a + \lg \frac{V}{V_{\text{т.е.}} - V}$$

K_a визначають графічно. Значення pK_a дорівнює відрізку, що відсікає на ординаті пряма, побудована в координатах $\text{pH} - \lg \frac{V}{V_{\text{т.е.}} - V}$, якщо $\lg \frac{V}{V_{\text{т.е.}} - V} = 0$,

де V – об'єм доданого титранту.

Значення pK_a , отримані для розчинів з різною концентрацією кислоти, обробляють методом математичної статистики.

Лабораторна робота № 13

ВИЗНАЧЕННЯ НІТРАТ-ІОНІВ У ГРУНТАХ, ОВОЧАХ І СОКАХ

Методом добавок необхідно визначити вміст нітратів у ґрунтах чи продуктах харчування за допомогою мембранного нітрат-селективного електрода.

Потенціал мембранного електрода (E) прямо пропорційний активності визначуваного іона (a). Математично залежність може бути описана рівнянням, подібним до рівняння Нернста: $E = j + S \cdot \lg a$, де j та S – константи, зумовлені властивостями мембрани.

Для переведення результатів потенціометричних вимірювань в одиниці концентрацій застосовують емпіричний градувальний графік залежності $E - pC$. Для успішного його застосування необхідно, щоб іонний склад досліджуваного та стандартних розчинів був однаковим. Цього важко досягти під час аналізу складних зразків. Тому у випадках, коли точний склад досліджуваного об'єкта невідомий, застосовують метод добавок.

Прилади, реактиви, посуд

1. Стандартний розчин KNO_3 , 0,1 моль/л.
2. Розчин індиферентного електроліту – 1 %-й розчин алюмокалієвих галунів.
3. Стакани ємністю 50, 100 мл, піпетка ємністю 10 мл.
4. рН-метр з плівковим нітрат-селективним і хлорид-срібним електродами.
5. Магнітна мішалка.
6. Мірні колби ємністю 25 мл, стакани ємністю 50 мл.
7. Піпетки.

Хід роботи

Підготувати до роботи рН-метр згідно з інструкцією. У мірних колбах ємністю 25 мл готують розчини KNO_3 з концентраціями 10^{-2} , 10^{-3} , 10^{-4} і 10^{-5} моль/л, шляхом послідовного розбавлення стандартного розчину концентрацією 0,1 моль/л дистильованою водою. У 5 стаканів ємністю 50 мл вносять по 10 мл розчинів нітрату з концентрацією 10^{-5} – 10^{-2} моль/л і 10,0 мл індиферентного електроліту, занурюють електроди й вимірюють ЕРС ланцюга (E , мВ). Результати вимірювань оформлюють у вигляді табл. 1:

Таблиця 1. Результати вимірювання потенціалу нітрат-селективного електрода залежно від pNO_3^-

№ розчину	$C(NO_3^-)$, моль/л	aNO_3^-	pNO_3^-	E , мВ

Значення іонної сили (I) для всіх розчинів розраховують, значення коефіцієнтів активності нітрат-іона (γ) для створеної іонної сили знаходять у довіднику, pNO_3^- розраховують за формулою $pNO_3^- = -\lg a_{NO_3^-}$. За одержаними даними будують графік залежності $E - pNO_3^-$ і визначають крутизну електродної функції (S) у мВ/одинаця pC .

Визначення вмісту нітрату в об'єктах. Фруктові соки. У стакан ємністю 50 мл піпеткою відбирають 10,0 мл соку без м'якоті, додають 10,0 мл індиферентного електроліту, перемішують і вимірюють E_1 . Додають 0,1 мл стандартного розчину нітрату концентрацією 0,1 моль/л, перемішують і вимірюють E_2 .

Грунти. На аналітичних терезах зважують наважку (≈ 10 г) попередньо висушеного й тонко подрібненого зразка, змішують з 50,0 мл дистильованої води в сухому стакані ємністю 100 мл. Суміш перемішують упродовж 30 хв і фільтрують крізь паперовий фільтр "червона стрічка". У стакан ємністю 50 мл відбирають 10,0 мл отриманого розчину, додають 10,0 мл розчину індиферентного електроліту й вимірюють E_1 . До розчину додають 0,1 мл стандартного розчину нітрату, перемішують і вимірюють E_2 .

Картопля, яблука. Очищені плоди подрібнюють на пластмасовій тертушці. У стакан ємністю 50 мл вносять наважку (≈ 5 г) продукту, зважену на аналітичних терезах, піпеткою додають 10,0 мл дистильованої води, перемішу-

ють і додають 10,0 мл індиферентного електроліту. Вимірюють E_1 . У стакан додають 0,1 мл стандартного розчину нітрату, перемішують і вимірюють E_2 .

Концентрацію нітрату (моль/л) у досліджуваному розчині розраховують за формулою

$$C_x = C_{ст} \frac{V_{ст}}{V_x + V_{ст}} \cdot \left(10^{-\frac{\Delta E}{S}} - \frac{V_x}{V_x + V_{ст}}\right)^{-1},$$

де $\Delta E = E_1 - E_2$, $C_{ст}$ концентрація стандартного розчину KNO_3 , моль/л; $V_{ст}$ – об'єм добавки розчину KNO_3 , мл; V_x – об'єм розчину до введення добавки, мл.

Вміст нітрат-іона в досліджуваному зразку розраховують за формулами

у рідинних (г/л) –
$$m = \frac{C_x \cdot V_x \cdot M}{V_{ал}}$$

у твердих зразках (г/кг) –
$$m = \frac{C_x \cdot V_x \cdot V_{вит} \cdot M}{V_{ал} \cdot m}$$

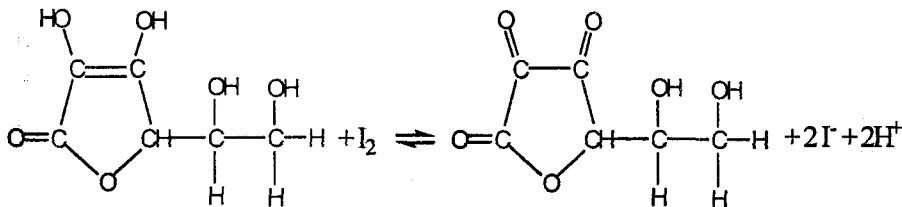
де M – молекулярна маса NO_3^- , г/моль; $V_{вит}$ – об'єм рідинної витяжки зразка, мл; $V_{ал}$ – об'єм аліквотної частини рідинної витяжки зразка, мл; m – маса твердого зразка, г.

Проводять три паралельні вимірювання і знаходять середнє значення і довірчий інтервал.

Лабораторна робота № 14

ВИЗНАЧЕННЯ АСКОРБІНОВОЇ КИСЛОТИ ЙОДИМЕТРИЧНИМ МЕТОДОМ З ПОТЕНЦІОМЕТРИЧНОЮ ІНДИКАЦІЄЮ ТОЧКИ ЕКВІВАЛЕНТНОСТІ

Йодиметричне визначення відновників ґрунтується на тому, що вони легко вступають у взаємодію з еквівалентною кількістю йоду. Наприклад, окиснення аскорбінової кислоти відбувається за рівнянням:



Надлишок йоду, що не прореагував, відтитрують розчином тіосульфату:



Оскільки в процесі титрування відбувається заміна однієї оборотної окисно-відновної пари ($J_2/2J^-$) на іншу ($S_4O_6^{2-}/2S_2O_3^{2-}$), то точку кінця титрування можна визначати потенціометричним методом, слідкуючи за зміною потенціалу інертного металічного (наприклад, платинового електрода).

Прилади, реактиви, посуд

1. рН-метр рН-340 з платиновим і хлорид-срібним електродами.
2. Стандартний розчин J_2 , 0,05 моль-екв/л.
3. Стандартний розчин $Na_2S_2O_3$, 0,05 моль-екв/л.
4. Розчин H_2SO_4 , 1 : 4.

Хід роботи

Готують до роботи рН-метр згідно з інструкцією. Навчальну задачу отримують у мірну колбу ємністю 100 мл ($V_{зар}$) і розводять дистильованою водою до мітки.

Аліквотну частину ($V_{ал} = 20-25$ мл) переносять у стакан для титрування, додають 5,0 мл стандартного розчину йоду, 4,0 мл сульфатної кислоти та води до загального об'єму приблизно 50 мл, добре перемішують і залишають на 1 хв. У стакан обережно опускають якір магнітної мішалки, занурюють електроди. Перемикач рН-метра "Род работ" переводять у положення "+mV", перемикач "Размах" установлюють у положення "1500 mV", вимірюють приблизне значення E . Залежно від значення потенціалу за допомогою перемикача "Пределы измерения" обирають необхідний діапазон E , далі перемикач "Размах" переключають у положення "300 mV" і вимірюють точне значення E . Відтитровують надлишок йоду робочим розчином тіосульфату, слідкуючи за потенціалом системи. Титрант додають спочатку порціями по 0,5 мл, а після просвітління розчину – по 0,1 мл. Титрування припиняють, коли з додаванням наступної порції робочого розчину значення E практично не змінюється. Отримані дані записують у вигляді таблиці та графічно – у координатах " E , мВ – $V_{Na_2S_2O_3}$, мл".

Еквівалентний об'єм титранту ($V_{т.е.}$) визначають, знаходячи графічно точку максимального нахилу кривої.

Вміст аскорбінової кислоти в пробі розраховують за формулою:

$$m = \frac{(N_{J_2} \cdot V_{J_2} - N_{Na_2S_2O_3} \cdot V_{т.е.}) \cdot E \cdot V_{зар}}{1000 \cdot V_{ал}}$$

де N_{J_2} – нормальність стандартного розчину йоду, моль-екв/л; V_{J_2} – об'єм стандартного розчину йоду, мл; $N_{Na_2S_2O_3}$ – нормальність робочого розчину тіосульфату, моль-екв/л; E – молярна маса еквівалента аскорбінової кислоти, г/моль-екв.

Експеримент повторюють ще двічі, проводять статистичну обробку результатів.

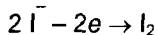
Тема 8

ЕЛЕКТРОХІМІЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ. КУЛОНОМЕТРІЯ

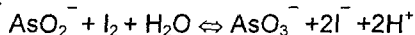
Лабораторна робота № 15

ВИЗНАЧЕННЯ АРСЕНУ МЕТОДОМ КУЛОНОМЕТРИЧНОГО ТИТРУВАННЯ

Електролітичне генерування титранту (йоду) відбувається на платиновому аноді за реакцією



Йод, який виділяється при цьому, вступає в хімічну реакцію з присутнім у розчині арсенітом:



Після повного окиснення арсеніт-іона до арсенату надлишок йоду, що продовжує генеруватись на аноді, реагує з крохмалем, утворюючи комплекс інтенсивно синього кольору.

Прилади, реактиви, посуд

1. Високовольтний випрямляч, 300 В.
2. Комірка для кулонометричного титрування зі сталевими електродами.
3. Магнітна мішалка.
4. Секундомір.
5. Насичений розчин Na_2SO_4 .
6. Сухі солі KJ , Na_2CO_3 .
7. Розчин крохмалю, 0,2 %.

Хід роботи

Катодну (тигель з пористим дном) і анодну (стакан) частини електролітичної комірки заповнюють насиченим розчином Na_2SO_4 . Електроди згідно з полярністю підключають до клем випрямляча струму на 300 В. Випрямляч підключають до електромережі 220 В, перемикач "Випрямитель 150–300 В" переводять у положення "вверх" (справа на панелі загоряється сигнальна лампочка) і дають приладу прогрітись 20 хв. Після цього, перемикач "Выходное напряжение 150–300 В" перемикають у положення "Вверх", перемикач "Ток нагрузки" – у положення "300 мА" і за допомогою магазину опорів установлюють необхідну для електролізу силу струму 15 мА. Вимикають електричний ланцюг (перемикач "выходное напряжение 150–300 В" переводять у положення "вниз") і виливають розчин Na_2SO_4 з анодної частини електролітичної комірки. У катодній частині розчин Na_2SO_4 залишають.

Навчальну задачу отримують у мірну колбу ємністю 100,0 мл, розбавляють водою до мітки й перемішують. Аліквотну частину розчину (25 мл) переносять в анодну частину електролітичної комірки (стакан), додають 1 г KJ , 2 г Na_2CO_3 , 2 мл розчину крохмалю, доводять дистильованою водою до мітки. Складають електролітичну комірку, слідкуючи, щоб катодна частина була за-

повнена розчином Na_2SO_4 . Уміщують комірку на магнітну мішалку й після повного розчинення солей починають кулонометричне титрування. Для цього перемикач "Выходное напряжение 150–300 В" переводять у положення "Вверх" і одночасно вмикають секундомір. З появою в розчині ледь помітного посиніння секундомір зупиняють. Після цього припиняють електроліз (перемикач "Выходное напряжение 150–300 В" переводять у положення "Вниз").

Вміст Арсену в задачі (Γ) розраховують за формулою

$$m = \frac{A_r \cdot I \cdot t \cdot V_{\text{зар}}}{n \cdot F \cdot V_{\text{ан}}},$$

де A_r – атомна маса Арсену, г/моль; I – сила струму, за якого проводили електроліз, А; t – час електролізу, с; F – число Фарадея, 96 500 Кл; n – кількість електронів, що беруть участь у реакції окиснення Арсену; $V_{\text{зар}}$, $V_{\text{ан}}$ – об'єм розчину задачі й аліквотної частини, відповідно, мл.

Експеримент повторюють ще двічі, проводять статистичну обробку результатів.

Тема 9

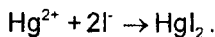
ЕЛЕКТРОХІМІЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ. АМПЕРОМЕТРИЯ

Лабораторна робота № 16

ТИТРИМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ МЕРКУРІЮ З АМПЕРОМЕТРИЧНОЮ ІНДИКАЦІЄЮ ТОЧКИ ЕКВІВАЛЕНТНОСТІ

Визначення проводять із застосуванням платинового робочого електрода, на який іззовні накладають потенціал, що відповідає граничному дифузійному струмові йоду.

До точки еквівалентності струм в електричному ланцюгу не протікає, оскільки при титруванні розчином йодиду іони меркурію(II) зв'язують його в малорозчинну сполуку:



Після досягнення точки еквівалентності в розчині з'являється надлишок J^- . Унаслідок його окиснення на аноді в ланцюгу починає проходити струм, величина якого пропорційна надлишковій концентрації йоду в розчині.

Прилади, реактиви, посуд

1. Амперометрична установка АУ-4М з платиновим і каломельним електродами.
2. Мікроамперметр.
3. Мікробюретка.
4. Магнітна мішалка.
5. Стандартний розчин КJ, 0,1 моль-екв/л.
6. Розчин H_2SO_4 , 2 моль-екв/л.

Хід роботи

Навчальну задачу отримують у мірну колбу ємністю 50 мл, додають 1,0 мл сульфатної кислоти й розводять дистильованою водою до мітки. Аліквотну частину ($V_{ал} = 20$ мл) переносять у стакан для титрування, додають 10,0 мл розчину сульфатної кислоти й води до загального об'єму приблизно 50 мл. У стакан обережно опускають якір магнітної мішалки, занурюють платиновий електрод і агар-агаровий місток, який з'єднується з каломельним електродом.

Перемикачі установки АУ-4М переводять у відповідні положення: "Сеть" – "вкл", "компенс" – "0", "чувств" – "3", "поляр." – "поляр.", "мотор" – "2". Вмикають магнітну мішалку й ручкою "Налож." установлюють на вольтметрі напругу 1,3 В. Перемикач гальванометра переводять у положення "10 мкА". Після встановлення стрілки гальванометра в положення "0" починають титрування, додаючи стандартний розчин КJ порціями по 0,1 мл. Після додавання кожної порції записують показання гальванометра. Титрування продовжують до значного відхилення показань від початкового значення. За отриманими даними будують графік у координатах "I, мкА – $V_{КJ}$, мл". Об'єм титранту в точці еквівалентності знаходять за перегином кривої.

Вміст ртуті в задачі розраховують за формулою

$$m = \frac{N \cdot V \cdot E \cdot V_{зар}}{1000 \cdot V_{ал}}$$

де – E – молярна маса еквіваленту ртуті, г/моль-екв; N – нормальність стандартного розчину КJ, моль-екв/л; V – об'єм стандартного розчину КJ у точці еквівалентності, мл; $V_{зар}$, $V_{ал}$ – об'єм розчину задачі й аліквотної частини відповідно, мл.

Дослід повторюють ще двічі, проводять статистичну обробку результатів.

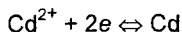
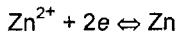
Тема 10

ЕЛЕКТРОХІМІЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ. ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЯ

Лабораторна робота № 17

ПОЛЯРОГРАФІЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ ЦИНКУ Й КАДМІЮ В СУМІШІ

Іони цинку(II) і кадмію(II) на ртутному краплинному електроді відновлюються за різних значень потенціалів відповідно до схеми:



На фоні аміачного буферного розчину $E_{\frac{1}{2}}$ відносно НКЕ для цинку становить – 1,33 В, а кадмію – 0,81 В. Велика різниця в значеннях $E_{\frac{1}{2}}$ ($\Delta E_{\frac{1}{2}} > 0,2$ В) дає можливість визначати зазначені іони в суміші методом класичної полярографії без попереднього їх розділення.

Прилади, реактиви, посуд

1. Полярограф ППТ-1.
2. Реєструючий прилад КСП-4.
3. Полярографічна комірка із ртутним краплинним електродом.
4. Стандартний розчин $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$, 1 мг/мл.
5. Стандартний розчин $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$, 1 мг/мл.
6. Аміачний буферний розчин, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 1 моль/л + NH_4OH 1 моль/л.
7. Розчин желатини, 0,2 %.
8. Мірні колби ємністю 25 мл і 100 мл.
9. Піпетки

Хід роботи

Підготувати прилад до роботи у режимі "Полярографія постійного струму із ртутним краплинним електродом" згідно з інструкцією.

Полярографування. Полярографічну комірку промивають дистильованою водою, досліджуваним розчином і заповнюють новою порцією досліджуваного розчину.

Переводять тумблер "Прибор" на КСП-4 у положення "Вкл", тумблер "Род работы" блоку БКУ полярографа – у положення "Вкл", тумблер "Датчик" блоку БПН полярографа – у положення "Вкл". Одночасно переводять у положення "Вкл" перемикач "Вкл. – Сброс – Авт." полярографа та тумблер "Диаграмма" КСП-4. При цьому напруга (E), що подається на комірку, починає лінійно змінюватися зі швидкістю 10 мВ/с від 0 до -1000 мВ, а на діаграмній стрічці КСП-4 реєструється залежність I (сили струму, що протікає через комірку) від E . Після досягнення значення $E = -1000$ мВ, прилад вимикають, переводячи тумблери ППТ-1 "Род работы" й "Датчик" і тумблер КСП-4 "Прибор" у положення "Откл". Виливають розчин з комірки.

Приготування розчинів для побудови градуувального графіку
У 5 мірних колб ємністю 25 мл вносять стандартні розчини $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ і $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$ (відповідні об'єми див. у табл. 1), по 2 мл розчину желатини й доводять до мітки буферним розчином, ретельно перемішують і знімають полярограми. Результати заносять у таблицю (табл. 2). За отриманими даними будують градуувальний графік у координатах " h , мм (висота полярографічної хвилі) – C , мг/мл (концентрація відповідного металу в досліджуваному розчині)".

Таблиця 1. Приготування розчинів для побудови градуувального графіку

№	V стандартного розчину, мл		C у досліджуваному розчині, мг/мл	
	$\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$	$\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$	$\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$	$\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$
1	0	5,0		
2	1,0	4,0		
3	2,5	2,5		
4	4,0	1,0		
5	5,0	0		

Приготування розчину задачі. Навчальну задачу отримують у мірну колбу ємністю 25 мл, доводять до мітки буферним розчином і ретельно перемішують. У чотири мірні колби ємністю 25 мл відбирають по 5 мл розчину задачі, додають по 2 мл розчину желатини та доводять до мітки буферним розчином. Вміст колб ретельно перемішують та знімають полярограми.

Таблиця 2. Результати полярографування

№	h, мм	
	Цинку	Кадмію
1		
2		
3		
4		
5		
Досліджуваний розчин 1		
Досліджуваний розчин 2		
Досліджуваний розчин 3		
Досліджуваний розчин 4		

Розрахунок результатів аналізу. Вміст цинку й кадмію в досліджуваному розчині знаходять за градувальними графіками. Розраховують вміст металів у навчальній задачі за формулою

$$C_{\text{зад}} = \frac{C_{\text{гг}} \cdot V}{V_{\text{ал}}},$$

де $C_{\text{гг}}$ – концентрація металу, знайдена за градувальним графіком, моль/л; V – об'єм розчину, приготовленого для полярографування, мл; $V_{\text{ал}}$ – об'єм аликвотної частини розчину задачі, мл.

Проводять статистичну обробку результатів.

Лабораторна робота № 18

ВИЗНАЧЕННЯ РУХЛИВИХ І КИСЛОТОРОЗЧИННИХ ФОРМ ПЛЮМБУМУ У ҐРУНТІ МЕТОДОМ АНОДНОЇ ІНВЕРСІЙНОЇ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРІЇ

Метод інверсійної вольтамперометрії застосовується для визначення мікроконцентрацій (до 10^{-9} – 10^{-10} моль/л) багатьох неорганічних і органічних речовин. Визначення іонів плюмбуму базується на попередньому концентруванні (накопиченні) металу на плівковому ртутно-графітовому, або ртутно-срібному електроді у вигляді продукту відновлення – амальгами: $\text{Pb}^{2+} + 2e \rightarrow \text{Pb}(\text{Hg})$ з наступним розчиненням концентрату шляхом вмикання розгортки потенціалу й реєстрацією анодного струму: $\text{Pb}(\text{Hg}) - 2e \rightarrow \text{Pb}^{2+} + \text{Hg}$. За значенням потенціалу анодного піку (E_m) установлюють, який саме метал міститься у розчині (якісний аналіз). За оптимальних умов визначення значення максимального анодного струму (*струм іонізації*) прямо пропорційно концентрації іона металу в пробі. При використанні як фонового електроліту 0,1 моль/л HNO_3 на ртутно-графітовому електроді E_m для плюмбуму становить $-0,43$ В відносно насиченого хлоридсрібного електрода.

Визначення вмісту плюмбуму проводять у кислотній або амонійно-ацетатній витяжці ґрунту за методом добавок. Кислотна витяжка ґрунту містить кислоторозчинні форми, а амонійно-ацетатна – рухомі форми важких металів, які є одними з найбільш екологічно небезпечних.

Прилади, реактиви, посуд

1. Бідистильована вода.
2. Розчин нітратної кислоти, 1 моль/л.
3. Розчин калію нітрату, 1 моль/л.
4. Амонійно-ацетатний буфер, рН 4,8.
5. Стандартний розчин плюмбуму(II) нітрату на нітратній кислоті концентрацією 1 моль/л, 1000 мкг/л;
6. Розчин меркурію(II) нітрату, 1 г/л,
7. Фоновий електроліт: у мірну колбу на 500 мл вносять 100 мл розчину KNO_3 ; 20 мл HNO_3 1 моль/л; 4 мл розчину нітрату меркурію(II) і доводять до мітки водою.
8. Мірні піпетки на 1 і 10 мл, гумова груша, стакани на 100 (50) мл, лійки для фільтрування, беззольні фільтри "червона стрічка";
9. Аналізатор вольтамперометричний АВА-2, електрохімічна комірка, що складається з графітового (індикаторного) електрода, хлоридсрібного електрода порівняння та допоміжного платинового електрода.

Хід роботи

Визначення кислоторозчинних форм плюмбуму. Грунт перед аналізом висушують до постійної ваги, розтирають і просіюють крізь сито з отворами 2 мм. Наважку підготовленого ґрунту (0,5–1,0 г), зваженого на аналітичних терезах, вміщують у сухий хімічний стакан і заливають 10 мл 1 моль/л HNO_3 , відібраного за допомогою піпетки. Суміш перемішують і залишають стояти впродовж 1 год. Суспензію фільтрують крізь сухий фільтр у суху колбу (стакан).

В електролітичний стакан вміщують 9,5 мл фонового електроліту (відбирати тільки грушею!). Стакан закріплюють у штативі приладу й занурюють у нього електроди так, щоб вони не торкалися стінок і дна стакана. Закривають кожух, вмикають прилад і вибирають параметри вимірювань згідно з вказівками комп'ютерної програми: потенціал катодного накопичення – 1,1 В, час накопичення – 60 с, діапазон потенціалів анодної розгортки від –1,1 В до +0,2 В, швидкість розгортки 0,5 В/с. Запускають програму виконання першої стадії вимірювань. Одержують вольтамперограму фону. Прилад вимикають. До розчину в стакані, не виймаючи електроди, додають 0,5 мл проби (фільтрату витяжки ґрунту) і вмикають прилад. Запускають програму виконання другої стадії вимірювань. Одержують вольтамперограму розчину проби й записують висоту піку струму (I_x) при потенціалі іонізації плюмбуму. Вимикають прилад. До розчину в стакані, не виймаючи електроди, додають 0,2 мл (добавка) стандартного розчину плюмбуму. Вмикають прилад і запускають програму виконання останньої стадії вимірювань. На отриманій вольтамперограмі знову визначають висоту анодного піку струму плюмбуму (I_{a+x}). Запускають програму перегляду отриманих результатів: вольтамперограми фону, проби та проби з добавкою. Концентрацію плюмбуму в розчині, отриманому додаванням 0,5 мл витяжки ґрунту до 9,5 мл фонового електроліту, розраховують за формулою

$$C_x = C_a \cdot I_x / (I_a + x - I_x)$$

де I_x та I_{a+x} - висота піку струму в розчині проби без та з добавкою п्लюмбуму; C_x - концентрація п्लюмбуму в розчині, що аналізується, мкг/л, C_a - концентрацію добавки п्लюмбуму в розчині у мкг/л розраховують за формулою

$$C_a = C_{\text{доб}} \cdot V_{\text{доб}} / V_{x+\text{доб}}$$

де $C_{\text{доб}}$ - концентрація стандартного розчину п्लюмбуму, 1000 мкг/л, $V_{\text{доб}}$ - об'єм добавки (0,2 мл), $V_{x+\text{доб}}$ - об'єм розчину з добавкою (10,0 + 0,2 = 10,2 мл).

На основі проведених обчислень, беручи до уваги, що об'єм аликвотної частини витяжки ґрунту становив 0,5 мл, загальний об'єм витяжки 10 мл, і виходячи з точної наважки ґрунту, розраховують концентрацію кислото-розчинних форм п्लюмбуму в мг/кг. Порівнюють одержаний результат із значенням гранично допустимої концентрації (ГДК) для рухомої та валової форм цього елемента в ґрунті, які становлять відповідно 6 і 32 мг/кг.

Визначення рухомих форм п्लюмбуму. Наважку підготовленого аналогічно описаній вище процедури ґрунту (2 г), зваженого на аналітичних терезах, вміщують у сухий хімічний стакан і заливають 10 мл амонійно-ацетатного буфера, відібраного за допомогою піпетки. Суміш перемішують і залишають стояти впродовж 1 год. Суспензію фільтрують крізь сухий фільтр у суху колбу (стакан).

В електродлітичний стакан уміщують 7 мл фонового електроліту (розчин калію нітрату, нітратної кислоти й меркурію нітрату) (*відбирати тільки ґрушею!*). Проводять зйомку фону аналогічно описаній вище процедурі. Одержують вольтамперограму фону. Прилад вимикають. До розчину в стакані, не виймаючи електроди, додають 3 мл проби (фільтрату витяжки ґрунту) і вмикають прилад. Запускають програму виконання другої стадії вимірювань. Одержують вольтамперограму розчину проби й записують висоту піку струму (I_x) при потенціалі іонізації п्लюмбуму. Вимикають прилад. До розчину в стакані, не виймаючи електроди, додають 0,1 мл (добавка) стандартного розчину п्लюмбуму. Вмикають прилад і запускають програму виконання останньої стадії вимірювань. На отриманій вольтамперограмі знову визначають висоту анодного піку струму п्लюмбуму (I_{a+x}). Запускають програму перегляду отриманих результатів: вольтамперограми фону, проби та проби з добавкою. Концентрацію п्लюмбуму в розчині, отриманому додаванням 3 мл витяжки ґрунту до 7 мл фонового електроліту розраховують за наведеними вище формулами, де $V_{\text{доб}}$ - об'єм добавки (0,1 мл), $V_{x+\text{доб}}$ - об'єм розчину з добавкою (10,0 + 0,1 = 10,1 мл).

На основі проведених обчислень, беручи до уваги, що об'єм аликвотної частини витяжки ґрунту становив 3 мл, загальний об'єм витяжки - 10 мл, і виходячи з точної наважки ґрунту, розраховують концентрацію рухомих форм п्लюмбуму в мг/кг. Порівнюють одержаний результат із значенням гранично допустимої концентрації (ГДК) для рухомих форм цього елемента в ґрунті, яка становить 6 мг/кг.

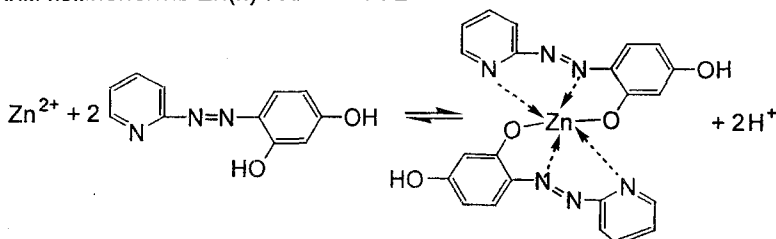
Тема 11

СПЕКТРОСКОПІЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ. СПЕКТРОФОТОМЕТРІЯ

Лабораторна робота № 19

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ ЦИНКУ(II) 4-(2-ПІРИДИЛАЗО)РЕЗОРЦИНОМ

В основу фотометричного визначення покладено взаємодію цинку(II) з 4-(2-піридилазо)резорцином (ПАР) у водному розчині при рН 8–9 з утворенням забарвленої в червоний колір комплексної сполуки зі співвідношенням компонентів $Zn(II) : ПАР = 1 : 2$



Молярний коефіцієнт поглинання комплексу при $\lambda = 495 \text{ nm}$ ($\epsilon_{495 \text{ nm}}$) дорівнює $6,2 \cdot 10^4 \text{ л} \cdot \text{моль}^{-1} \cdot \text{см}^{-1}$. Межа виявлення $Zn(II)$ з ПАР становить $0,065 \text{ мкг/мл}$. Недоліком реакції є незадовільна вибірковість. Визначенню цинку(II) заважають іони $Cu(II)$, $Fe(III)$, $Co(II)$ і $Cd(II)$, які утворюють з ПАР за тих самих умов комплекси аналогічного складу та схожих спектральних властивостей.

Прилади, реактиви, посуд

1. Стандартний розчин цинку (II) хлориду, $1 \cdot 10^{-4}$ моль/л.
2. Водний розчин ПАР, $1 \cdot 10^{-3}$ моль/л.
3. Буферний розчин з рН 9.2. Наважку тетраборату натрію $Na_2B_4O_7 \cdot 10 H_2O$ (19,0658 г) розчиняють у дистильованій воді в мірній колбі ємністю 1 л.
4. Мірні колби ємністю 25 мл (10 шт.), 100 мл (1 шт.)
5. Піпетки з поділками ємністю 5 мл (1 шт.), 10 мл (1 шт.).
6. Кварцові кювети з $l = 1 \text{ см}$ (2 шт) та скляні з $l = 2 \text{ см}$ (2 шт).
7. Спектрофотометр СФ-46 або спектрометр Specord UV Vis
8. Фотоелектроколориметр КФК-2МП.

Хід роботи

Вибір оптимальної довжини хвилі й побудова градуувального графіка. У мірні колби на 25 мл вносять, обов'язково дотримуючись порядку зливання розчинів, реактиви: аліквотну частину розчину $Zn(II)$ (як вказано в табл. 1), 1 мл розчину ПАР, по 10 мл буферного розчину й дистильовану

воду до rischi. Результати розрахунків концентрацій розчинів заносять у таблицю (див. табл. 1).

Таблиця 1. Дані для побудови градуовального графіка

№ розчину	$V_{Zn(II)}$, мл	$C_{Zn(II)}$, моль/л	A
1	0,0		
2	0,5		
3	1,0		
4	1,5		
5	2,0		
6	2,5		
7	3,0		
8	–		

Через 15 хв вимірюють спектри поглинання розчинів № 1 (розчин реагенту) і № 6 (розчин комплексу) проти розчину порівняння (розчин, що містить усі компоненти, крім $Zn(II)$ і ПАР) у видимій області ($\lambda \div 400\text{--}600$ нм). Аналізують отримані спектри й визначають:

λ_{\max} поглинання реагенту (λ_{\max}^R), λ_{\max} поглинання комплексу (λ_{\max}^{MR}).

Оцінюють контрастність реакції $\Delta\lambda = \lambda_{\max}^{MR} - \lambda_{\max}^R$.

Визначають довжину хвилі, за якої спостерігається максимальна різниця в поглинанні комплексу й реагенту.

З урахуванням отриманих даних виирають оптимальну довжину хвилі (з використанням СФ) або світлофільтр (у випадку КФК).

Вимірюють оптичну густину розчинів № 2–7 у кюветі з $l = 2$ см проти розчину порівняння, що містить усі компоненти, крім $Zn(II)$ (розчин № 1). Результати заносять у таблицю.

Будують градуовальний графік у координатах: оптична густина розчину A – концентрація $Zn(II)$ у розчині, моль/л.

Визначення цинку(II) у задачі. Задачу отримують у мірну колбу ємністю 100 мл, додають 1 мл 0,1 Н НСІ і доводять водою до rischi (розчин № 8). У три колби ємністю 25 мл вносять аліквотні частини розчину № 8 (10 мл), додають 1 мл розчину ПАР і 10 мл буферного розчину, доводять водою до rischi й через 15 хв вимірюють оптичну густину розчину в кюветі з $l = 2$ см проти розчину порівняння (розчин № 1). Концентрацію $Zn(II)$ у розчині № 8 (C_x , моль/л) визначають за градуовальним графіком. Вміст $Zn(II)$ (мг) у розчині задачі розраховують за формулою:

$$m_{Zn(II)}, \text{мг} = C_x \cdot A_r \times \frac{V_{зар} \cdot V_{зад}}{V_{ан}}$$

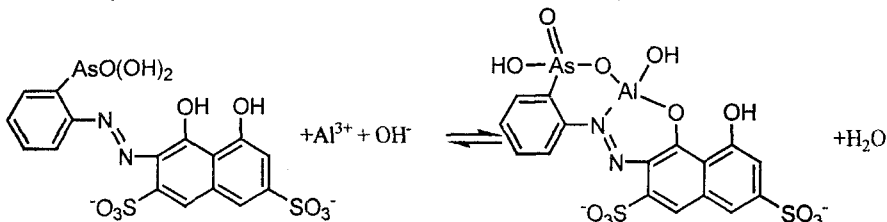
де A_r – атомна маса $Zn(II)$, г/моль; $V_{зар}$, $V_{зад}$ та $V_{ан}$ – об'єми розчину, що фотометрують (25 мл), розчину № 8 (100 мл) та аліквотної частини (10 мл) відповідно.

Отримані результати обробляють методами математичної статистики.

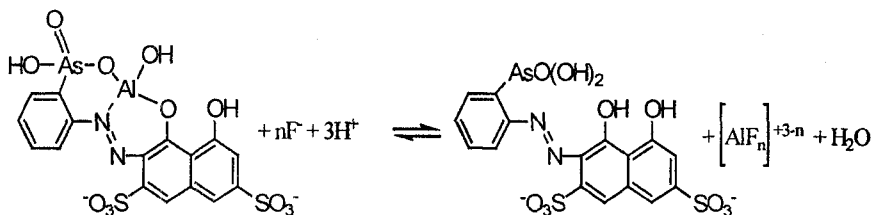
**СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ ФЛУОРИДУ
З ВИКОРИСТАННЯМ КОМПЛЕКСУ
АЛЮМІНІЮ(III) З АРСЕНАЗО I**

Для флуориду не є характерним утворення забарвлених сполук з іонами металів, цей аніон утворює міцні безбарвні комплексні сполуки. Тому для фотометричного визначення аніонів, зокрема флуориду, часто застосовують конкурентну реакцію руйнування забарвленого комплексу металу з органічним фотометричним реагентом.

Алюміній(III) взаємодіє з арсеназо I при pH розчину 3,4–5,0 з утворенням забарвленого у фіолетовий колір комплексу середньої стійкості:



Флуоридні комплекси Al(III) характеризуються високою стійкістю ($pK_1 = 7,1$; $pK_2 = 4,78$; $pK_3 = 3,85$; $pK_4 = 2,70$; $pK_5 = 1,67$; $pK_6 = 0,47$). У присутності флуориду забарвлений комплекс руйнується з утворенням безбарвних флуоридних комплексів Al(III):



де $n = 1-3$ залежно від вмісту флуориду в розчині. Наприклад, якщо вміст флуориду становить 50 мкг–5 мг, у кінцевому об'ємі 50–70 мл утворюється безбарвний комплекс $[AlF_2]^+$.

Реагент арсеназо I має розвинену хромофорну систему, а отже, поглинає електромагнітне випромінювання у видимій області спектра. Максимум у спектрі поглинання комплексу зсунутий батохромно порівняно зі спектром реагенту. Руйнування комплексу алюмінію(III) у присутності флуориду супроводжується зміною забарвлення розчину, що дозволяє застосувати дану реакцію для фотометричного визначення флуориду.

Межа визначення флуориду становить 0,025 мкг/мл. Визначенню заважають іони, які утворюють стійкі флуоридні комплекси, зокрема титан(IV), торій(IV), цирконій(IV), ферум(III) тощо, а також аніони, що взаємодіють з алюмінієм (оксалати, фосфати, тартрати, цитрати тощо).

Максимальна різниця у спектрах поглинання комплексу й реактиву лежить у межах $\lambda = 575\text{--}580$ нм.

Прилади, реактиви, посуд

1. Робочий розчин хлориду алюмінію, $4 \cdot 10^{-4}$ моль/л.
2. Розчин арсеназо I, $4 \cdot 10^{-4}$ моль/л.
3. Стандартний розчин флуориду, 200 мкг/мл. Перед роботою 2,5 мл стандартного розчину розбавляють водою в мірній колбі ємністю 25 мл. Вміст флуориду в робочому розчині становить 20 мкг/мл.
4. Ацетатний буферний розчин, рН 4,5.
5. Мірні колби ємністю 25 мл (10 шт.).
6. Піпетки на 5 і 2 мл
7. Кювети з товщиною шару 1 см (2 шт.).
8. Спектрофотометр СФ-46 або фотоелектроколориметр КФК 2МП.

Хід роботи

Побудова градуувального графіка. У мірні колби ємністю 25 мл вносять (обов'язково дотримуючись порядку зливання реактивів) 4 мл розчину арсеназо I, 3,5 мл робочого розчину Алюмінію, 2 мл ацетатного буферного розчину з рН 4,5 і відповідно 0; 0,2; 0,4; 0,8; 1,2 та 1,5 мл робочого розчину флуориду, розбавляють водою до риски, ретельно перемішують і залишають на 20 хв. Через 20 хв вимірюють оптичну густину розчину при $\lambda = 580$ нм (або при 590 нм на КФК) у кюветах з товщиною шару 1 см. У разі використання як розчину порівняння дистильованої води градуувальний графік має вигляд прямої, що спадає. При вимірюванні поглинання розчину № 1 серії проти розчинів з різним вмістом флуориду (див. табл. 1 лаб. роб. № 1) градуувальний графік має вигляд висхідної прямої. За отриманими одним із способів даними будують градуувальний графік (ГГ) у координатах "А – C_{F-} , мг/мл".

Визначення вмісту флуориду в навчальній задачі. Задачу отримують у мірну колбу ємністю 25 мл ($V_{\text{зад}}$), доводять до риски водою та ретельно перемішують.

У три мірні колби ємністю 25 мл вводять по 4 мл розчину арсеназо, по 3,5 мл розчину алюмінію, по 2 мл ацетатного буферного розчину й по 5 мл розчину задачі ($V_{\text{ал}}$). Розчин розбавляють водою до мітки й ретельно перемішують. Через 20 хв вимірюють оптичну густину розчинів як зазначено вище. За градуувальним графіком знаходять концентрацію флуориду в розчині C_x , мг/мл. Вміст флуориду в задачі розраховують за формулою

$$m_{F-}, \text{ мг} = C_x \cdot V_{\text{зад}} \cdot \frac{V_{\text{зар}}}{V_{\text{ал}}},$$

де $V_{\text{зар}}$ – об'єм розчину, який фотометрують (25 мл). Отримані результати обробляють методами математичної статистики.

Тема 12

СПЕКТРОСКОПІЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ. ФОТОМЕТРІЯ ПОЛУМ'Я

Лабораторна робота № 21

ВИЗНАЧЕННЯ КАЛІЮ ТА НАТРІЮ В СОКАХ МЕТОДОМ ФОТОМЕТРІЇ ПОЛУМ'Я

Одночасне визначення Натрію та Калію методом фотометрії полум'я ґрунтується на суттєвій різниці спектрів випромінювання цих елементів при їх збудженні в полум'ї газового пальника: довжина хвилі випромінювання атомів натрію становить 589 нм, а калію – 768 нм. Це дозволяє виконувати аналіз суміші вказаних елементів без їхнього попереднього розділення. Використання методу добавок надає можливість проводити визначення кожного з елементів у розчинах з багатокомпонентним складом.

Прилади, реактиви, посуд

1. Натрію хлорид, калію хлорид (сухі солі).
2. Стандартні розчини калію та натрію готують розчиненням точних наважок їхніх хлоридів у воді. Препарати відповідних солей зважують на аналітичних терезах у стаканах ємністю 20–50 мл: NaCl – масою ~ 0,13 г, KCl – 0,1 г. Після цього наважки розчиняють у дистильованій воді й переносять у мірні колби ємністю 500 мл, доводять водою до риски та ретельно перемішують. Точну концентрацію стандартних розчинів розраховують за масою взятих наважок.
3. Колби мірні ємністю 100 і 500 мл.
4. Піпетки на 5, 10 і 20 мл.
5. Фотометр полуменевий.

Хід роботи

Побудова градувальних графіків. Для побудови градувального графіка у п'ять мірних колб ємністю 100 мл вносять 2, 5, 10, 15, 20 мл стандартного розчину солі натрію, розбавляють водою до мітки та перемішують. Аналогічно готують серію розчинів для визначення калію.

За допомогою перемикача, розташованого на панелі фотометра, установлюють світлофільтр для певного елемента (K або Na). Стандартні розчини крізь капіляр фотометра подають у полум'я пальника й записують показання гальванометра (у відносних одиницях). Вимірювання здійснюють, переходячи від менш концентрованих до більш концентрованих розчинів. У разі переходу до розчинів іншого елемента змінюють світлофільтр і промивають систему, опускаючи капіляр у стакан з дистильованою водою. На основі отриманих даних будують градувальні графіки в координатах: "Показання гальванометра (відн. од.) – концентрація елемента, мг/л".

Визначення калію та натрію у модельних розчинах. Задачу одержують у мірну колбу ємністю 100 мл, розбавляють водою до риски й перемішують. Установлюють світлофільтр на натрій, опускають капіляр приладу в розчин і записують показання гальванометра. Промивають систему, перемикають світлофільтр на калій і знову розпилюють розчин у полум'ї пальника. Записують показання гальванометра. Вміст K і Na в задачі знаходять за відповідними градуовальними графіками.

Визначення вмісту Калію та Натрію в соках за методом добавок.

Для визначення концентрації калію та натрію в соках за методом добавок готують серію розчинів. Для цього в три мірні колби ємністю 100 мл вносять по 5 мл попередньо відфільтрованого соку (без м'якоти), у другу й третю з них додають відповідно 5 і 10 мл стандартного розчину калію хлориду, доводять водою до риски й перемішують. Аналогічно готують серію розчинів для визначення Натрію. Концентрацію K чи Na визначають методом добавок графічно або за формулою:

$$C_x = C_{\text{доб}} \frac{I_x}{I_{x+\text{доб}} - I_x}$$

де C_x – концентрація елемента, що визначається, I_x та $I_{x+\text{доб}}$ – покази приладу при фотометруванні досліджуваного розчину без і з добавкою стандартного розчину відповідного елемента. Використовуючи знайдене значення C_x і враховуючи всі зроблені розбавлення, розраховують вміст досліджуваного елемента у пробі, мг/л.

Тема 13

АНАЛІЗ СПЛАВУ

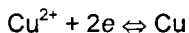
Лабораторна робота № 22

ВИЗНАЧЕННЯ КУПРУМУ В СПЛАВІ ЕЛЕКТРОГРАВІМЕТРИЧНИМ МЕТОДОМ

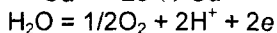
Електроваговий аналіз ґрунтується на виділенні металу з розчину під дією електричного струму з наступним зважуванням одержаного на електроді осаду.

При електролізі розчину солі купруму на платинових електродах відбуваються такі реакції:

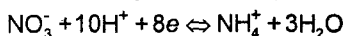
на катоді:



на аноді:



Напруга виділення становить близько 2 В. Електролітичне осадження купруму проводять з розчинів, що містять сульфатну і нітратну кислоти. Оскільки нітратна кислота відновлюється легше за водень на платиновому катоді, під час осадження міді відбувається паралельно така реакція:



Дана реакція запобігає утворенню пухкого осаду міді, що має місце під час виділення водню, а також попереджає відновлення більш електронегативних металів (кадмій, цинк) одразу ж після осадження міді. За таких умов на катоді одержують чистий щільний осад металічної міді. На повноту осадження шкідливо впливає присутність у розчині слідів нітритної кислоти, яка окиснює виділений на катоді метал. Для запобігання відновлення нітратної кислоти до нітритної в кінці електролізу до розчину перед початком електролізу додають трохи сухої сечовини.

Прилади, реактиви, посуд

1. Мідний сплав.
2. Нітратна кислота (1 : 1).
3. Сульфатна кислота, концентрована.
4. Спирт або ацетон.
5. Сечовина, суха.
6. Хімічні стакани ємністю 200 і 100 мл, фарфорова чашка.
7. Піпетки, циліндр мірний, фільтри "синя стрічка", лійка для фільтрування.
8. Мірні колби ємністю 100 мл.
9. Платинові електроди: сітчастий катод та анод у вигляді спіралі.
10. Установка для електролізу, магнітна мішалка.
11. Аналітичні терези.

Хід роботи

Наважку сплаву 0,2–0,5 г, зважену на аналітичних терезах, уміщують у хімічний стакан, додають 10–15 мл HNO_3 (1 : 1), накривають фарфоровою чашкою та нагрівають на піщаній бані до повного розкладання сплаву. Чашку знімають і обмивають струменем води, збираючи промивні води в той самий стакан. Розчин кип'ятять до повного видалення оксидів азоту (до об'єму ≈ 10 –15 мл), розбавляють гарячою водою до 30–50 мл і залишають стояти, доки олов'яна кислота (якщо вона утворилась), повністю не зкоагулює на дні.

Осад відфільтровують крізь щільний фільтр у мірну колбу ємністю 100 мл і ретельно промивають 8–10 разів гарячою HNO_3 (1 : 1). Об'єм фільтрату в колбі доводять до мітки дистильованою водою і перемішують. Мірною піпеткою відбирають 50 мл фільтрату й переносять у стакан на 100 мл, додають 3–5 крапель H_2SO_4 (конц.), 1–2 г сечовини. Занурюють у розчин попередньо зважений на аналітичних терезах катод і анод, ставлять стакан на магнітну мішалку й проводять електроліз (сила струму 2,0–2,5 А, напруга 2,5–3,0 В) при інтенсивному перемішуванні. Через 10 хв після зникнення блакитного забарвлення розчину до нього додають трохи води й спостерігають, чи не відбуватиметься виділення міді на поверхні катоду, свіжопокритого шаром води. Якщо через 3–5 хв платина більше не покривається осадом міді, електроліз припиняють. Для цього катод виймають з розчину, не вимикаючи струму, промивають водою з промивалки над стаканом і негайно занурюють послідовно у два інші стакани з дистильованою водою. Струм вимикають, катод промивають спиртом і висушують

у сушильній шафі впродовж 5–10 хв при 105–110 °С. Охолоджують в ексикаторі та зважують на аналітичних терезах.

Закінчивши аналіз, катод занурюють у стакан з розбавленою азотною кислотою. Після повного розчинення купруму електрод промивають водою і висушують.

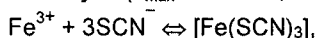
За одержаними даними розраховують відсотковий вміст міді у сплаві. При цьому враховують, що електролізу піддавали лише половину розчину сплаву.

Розчин після електролізу збирають у мірну колбу на 100 мл, доводять до мітки дистильованою водою, перемішують і використовують далі для визначення феруму й нікелю.

Лабораторна робота № 23

ФОТОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ ЗАЛІЗА У СПЛАВІ НА ОСНОВІ МІДІ

В основу однієї з методик фотометричного визначення феруму(III) покладено взаємодію між Fe(III) і тіоціанат-іонами з утворенням забарвлених у червоний колір комплексної сполуки ($\lambda_{\text{max}} = 495 \text{ нм}$, $\epsilon = 8,5 \cdot 10^3 \text{ моль}^{-1} \cdot \text{см}^{-1}$):



Кислотність розчину має бути достатньою, щоб не допустити гідролізу Fe(III), який починається вже при рН 2,0. У разі дуже високого вмісту кислоти в розчині зменшується концентрація іонів SCN⁻ ($K_a = 1,4 \cdot 10^{-1}$). Оптимальною для комплексоутворення є 0,05–0,20 моль/л нітратна кислота.

Забарвлення тіоціанатних комплексів Fe(III) не стійке в часі – через 6 год інтенсивність світлопоглинання зменшується вдвічі. Це пояснюється відновленням феруму(III) іонами тіоціанату.

Визначенню Fe(III) заважають аніони, що теж зв'язують його в комплекси, зокрема флуорид, фосфат, оксалат, цитрат, ацетат, хлорид і значні кількості сульфату. Серед іонів металів заважають такі, що за аналогічних умов утворюють з тіоціанатом або забарвлені комплекси (кобальт(II), молібден(V), бісмут(III)), або мало розчинні сполуки (аргентум(I), купрум(II), гідраргірум(II) тощо). Катіони металів, що заважають визначенню феруму(III), необхідно попередньо відділити (екстракційним, сорбційним або електрогравіметричним методами).

Прилади, реактиви, посуд:

1. Стандартний розчин Fe(III), 0,05 мг/мл.
2. Розчин KSCN, 10 %.
3. Нітратна кислота, 1 : 1.
4. Мірні колби ємністю 50 мл (9 шт.).
5. Піпетки на 1, 2, 5 і 10 мл.
6. Кювети скляні, 1 см.
7. Фотоелектроколориметр КФК 2МП.

Хід роботи

Побудова градувального графіка. У мірні колби ємністю 50 мл вносять 0,2, 0,4, 0,6, 0,8, 1,5, 2,0 мл стандартного розчину Fe(III) (від 0,01 до 0,1 мг), додають по 1 мл розчину HNO₃, по 15 мл розчину KSCN і розбавляють дистильованою водою до мітки. Ретельно перемішують. Вимірюють оптичну густину розчинів на КФК при $\lambda = 490$ нм, $l = 1$ см, розчин порівняння – вода. Будують градувальний графік у координатах "Оптична густина – вміст Fe у розчині, г".

Визначення вмісту феруму в сплаві на основі міді. Аліквотну частину розчину після відділення міді електролізом (2,5–10,0 мл при $V_{\text{зар}} = 100,0$ мл) переносять у мірну колбу ємністю 50 мл, додають реагенти (обов'язково дотримуючись порядку зливання) і виконують усі операції так, як при побудові градувального графіка. Вимірюють оптичну густину розчину. За градувальним графіком знаходять вміст заліза (г) в аліквотній частині розчину й обчислюють його відсотковий вміст у сплаві за формулою:

$$\omega, \% = \frac{m}{g} \cdot \frac{V_{\text{зар}}}{V_{\text{ал}}} \cdot \frac{V_1}{V_2} \cdot 100,$$

де $V_{\text{ал}}$ – аліквотна частина розчину, V_1 – об'єм розчину, який отримали розчиненням наважки сплаву в кислоті (100,0 мл), мл; V_2 – об'єм розчину, який відібрали для проведення електролітичного виділення купруму, мл; g – маса наважки сплаву, г.

Лабораторна робота № 24

ФОТОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ НІКЕЛЮ В СПЛАВІ НА ОСНОВІ МІДІ

У лужному середовищі в присутності окисника нікель(II) утворює з диметилглюксимом (H₂Dm) розчинний у воді червоно-коричневий комплекс аніонного типу $[\text{Ni}(\text{Dm})_3]^{2-}$ ($\lambda_{\text{max}} = 445$ нм, $\epsilon = 1,5 \cdot 10^4$ л·моль⁻¹·см⁻¹). Як окисник найчастіше використовують розчин йоду, бромну воду або персульфат амонію.

Оскільки забарвлення розчину розвивається не миттєво, а комплекс не стійкий у часі, то рекомендується вимірювати світлопоглинання розчину через 10 хв після введення останнього компоненту. *Слід ретельно дотримуватись порядку змішування реактивів (!), а саме:* розчини диметилглюксиму, окисника, амоніаку (або лугу).

Визначенню нікелю цим методом заважають іони металів, які утворюють з диметилглюксимом розчинні у воді забарвлені комплекси: Fe(II), Co(II), Cu(II). Заважаючий вплив співмірних кількостей цих іонів усувають додаванням до розчину ЕДТА. Попередня екстракція нікелю(II) у формі диметилглюксимату $[\text{Ni}(\text{HDm})_2]$ дозволяє відділити його від великих кількостей Cu(II), Co(II), Fe(II), Cr(VI), Al(III). Межа виявлення Нікелю становить 0,06 мг/л.

Прилади, реактиви, посуд:

1. Розчин Ni(II), 20 мкг/мл.
2. $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6$, 20 %-й водний розчин.
3. NaOH , 5 %-й розчин або концентрований розчин амоніаку.
4. Щойно приготовлений розчин $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$, 3 %-й водний розчин.
5. Диметилглюксим, 1 %-й лужний розчин.
6. Мірні колби ємністю 50 мл (9 шт.).
7. Піпетки ємністю 1, 5, 10 і 20 мл.
8. Скляні кювети з $l = 1$ см.
9. Фотоелектроколориметр КФК-2МП.

Хід роботи

Для побудови градуювального графіка в мірні колби ємністю 50 мл вводять 0,5, 1,0, 1,5, 2,0, 3,0, 4,0 мл стандартного розчину Ni(II), додають по 1 мл розчину $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6$, по 10 мл розчину диметилглюксиму, по 5 мл розчину $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$, і перемішують. Після цього вводять по 4 мл розчину NaOH (або по 5 мл амоніаку). Вміст колб розбавляють до мітки водою, ретельно перемішують і через 10 хв вимірюють світлопоглинання розчинів при $\lambda_{\text{эф}} = 490$ нм (розчин порівняння – вода). За одержаними даними будують градуювальний графік у координатах "Оптична густина розчину – маса Ni(II) у 50 мл розчину, г".

Аліквотну частину розчину після відділення купруму електролізом (5–20 мл з $V_{\text{зар}} = 100$ мл) переносять у мірну колбу ємністю 50 мл і вводять туди реактиви (обов'язково дотримуючись порядку зливання) і виконують усі операції так само, як у разі побудови градуювального графіка. Вимірюють оптичну густина розчину. Вміст нікелю (m , г) в аліквотній частині розчину знаходять за градуювальним графіком. Відсотковий вміст нікелю зразка обчислюють за формулою

$$\omega, \% = \frac{m}{g} \cdot \frac{V_{\text{зар}}}{V_{\text{ал}}} \cdot \frac{V_1}{V_2} \cdot 100,$$

де $V_{\text{ал}}$ – аліквотна частина розчину, V_1 – об'єм розчину, який отримали розчиненням наважки сплаву у кислоті (100 мл), мл; V_2 – об'єм розчину, який відібрали для проведення електролітичного виділення купруму, мл; g – маса наважки сплаву, г.

Тема 14

АТОМНО-АБСОРБЦІЙНА СПЕКТРОСКОПІЯ

Лабораторна робота 25

ВИЗНАЧЕННЯ НІКЕЛЮ В ЦИНКОВИХ, МІДНИХ І АЛЮМІНІЄВИХ СПЛАВАХ

Метод базується на вимірюванні атомної абсорбції нікелю в полум'ї пропан – бутан – повітря при довжині хвилі 232 нм для концентрацій 0,001–1 % і 341,5 нм для концентрацій 1–5 %.

Прилади, реактиви, посуд:

1. Вихідний розчин нікелю(II) нітрату, 1 мг/мл Ni^{2+} . Для приготування градувальних розчинів вихідний розчин розбавляють дистильованою водою до необхідної концентрації.
2. Нітратна кислота, хч.
3. Хлоридна кислота, хч.
4. Суміш кислот: один об'єм нітратної кислоти змішують з трьома об'ємами хлоридної кислоти.
5. Розчин лантану(III) нітрату, 25 мг/мл.
6. Розчини купруму(II), цинку й алюмінію нітрату, 100 мг/мл.
7. Мірні колби ємністю 50, 100 мл.
8. Стакани ємністю 200 мл.
9. Атомно-абсорбційний спектрофотометр "Сатурн" з лампою з порожнистим нікелевим катодом, пальником для полум'я пропан-бутан-повітря, та розпилувальною системою
10. Балон з пропан-бутаном.
11. Повітряний компресор.

Підготовка зразків для аналізу. Наважку зразка (див. табл. 1) розчиняють у 5,0 мл суміші кислот при слабкому нагріванні. Після розчинення зразка розчин охолоджують і переносять у мірну колбу, об'єм якої вказано у таблиці. У колбу додають розчин лантану(III) нітрату з розрахунку, щоб його концентрація становила 1 мг/мл. Вміст колби доводять дистильованою водою до мітки, перемішують і розпилюють в атомізатор спектрофотометра.

Таблиця 1. Приготування розчину для аналізу залежно від очікуваного вмісту в сплаві

Інтервал концентрацій, %	Наважка зразка, г	Загальний об'єм, мл
0,001–0,01	1,00	50
0,01–0,05	0,500	50
0,05–0,2	0,200	50
0,1–1,0	0,100	100
0,5–5,0	0,100	50

Приготування розчинів для побудови градуювального графіка.

Розчини для побудови градуювального графіка готують таким чином. Залежно від очікуваного вмісту нікелю у сплаві в мірні колби ємністю, як зазначено в табл. 2, наливають певний об'єм вихідного розчину нікелю (див. табл. 2). У кожен розчин серії додають по 2 мл розчину купруму(II) нітрату (у сплавах на основі міді), цинку нітрату (цинкові сплави) або алюмінію нітрату (для алюмінієвих сплавів) з концентрацією 100,0 мг/мл, по 2 мл лантану(III) нітрату (25 мг/мл), доводять дистильованою водою до мітки й перемішують.

Таблиця 2. Приготування розчинів для побудови градуювального графіка

Зразок, №	Очікуваний вміст нікелю в сплаві, %	Концентрація вихідного розчину нікелю(II), мкг/мл	Об'єм вихідного розчину нікелю(II), мл	Концентрація нікелю у градуювальному розчині, мкг/мл	Об'єм колби, мл
1	0,001–0,01	10	0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0	0; 0,2; 0,4; 0,8; 1,2; 1,6; 2,0	50
2	0,01–0,05	10	0; 5; 10; 15; 20; 25	0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0	50
3	0,05–0,2	100	0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0	0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0	50
4	0,1–1,0	100	0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0	2,0; 4,0; 8,0; 12,0; 16,0; 20,0	100
5	0,5–5,0	1000	0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0	10,0; 20,0; 40,0; 60,0; 80,0; 100	50

Методика вимірювання аналітичного сигналу нікелю на атомно-абсорбційному спектрофотометрі "Сатурн". Аналітичний сигнал реєструється автоматичним потенціометром КСП-4. Для досягнення оптимального співвідношення сигналу до шуму дотримуються таких умов: аналітична лінія нікелю за його вмісту 0,001–1 % – 232 нм, напруга на фотоелектропомпозувачі – 600–800 В, якщо вміст нікелю 0,5–5,0 %, – відповідно 341,5 нм і 400–600 В, робочий струм лампи – 30 мА, ширина спектральної щілини – 0,1 нм, висота від площини пальника до середини променя – 7 мм. Склад горючої суміші підбирається так, щоб при розпиленні розчинів нікелю відбувалась максимальна абсорбція. Вимірювання ведуть, по чергово розпилюючи в полум'я розчини для градуювального графіка й досліджувані розчини.

Під час фотометрування розчинів через кожні 10 вимірів необхідно перевіряти стабільність роботи приладу. Якщо при повторному вимірюванні аналітичний сигнал нікелю відрізняється від попереднього більше ніж на 5 % (відносних), то фотометрування проб повторюють.

Градувальний графік будують у координатах аналітичний сигнал (h , мм) – концентрація нікелю у пробі (мкг/мл). Вміст нікелю в досліджуваному зразку визначають за градуювальним графіком, а масову частку нікелю (ω , %) у сплаві розраховують за формулою

$$\omega, \% = \frac{c \cdot V}{m \cdot 10000},$$

де c – концентрація Нікелю, знайдена за градуювальним графіком, мкг/мл, V – об'єм колби, мл; m – маса наважки сплаву, г.

ХРОМАТОГРАФІЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ. ІОНООБМІННА ХРОМАТОГРАФІЯ

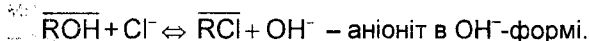
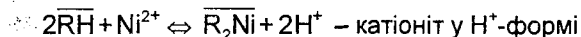
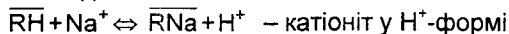
Лабораторна робота № 26

ВИЗНАЧЕННЯ ЦИНКУ В РОЗЧИНІ МЕТОДОМ ІОНООБМІННОЇ ХРОМАТОГРАФІЇ

Переважає більшість неорганічних і значна частина органічних сполук у водних розчинах дисоціює з утворенням простих гідратованих катіонів, простих і складних аніонів та комплексних іонів. Для їхнього розділення, визначення або концентрування використовують *іоніти* (іонообмінники) – синтетичні високомолекулярні органічні сполуки, практично не розчинні у воді й органічних розчинниках, які здатні обмінювати свої *рухливі іони* на іони, які містяться в розчині.

Іоніти можна розглядати як сорбенти, що складаються з інертної "матриці" й *іоногенних груп*, до складу яких входять рухливі іони. Залежно від природи іоногенних груп іоніти поділяють на *катіоніти* (іоногенні групи: сульфо- ($-\text{SO}_3\text{H}$), карбокси- ($-\text{COOH}$), оксифенільні ($-\text{C}_6\text{H}_4\text{OH}$), фосфорнокислі ($-\text{PO}_3\text{H}_2$) і сульфгідрильні ($-\text{SH}$)) та *аніоніти* (іоногенні групи $-\text{NH}_2$, $=\text{NH}$, $\equiv\text{N}$ і $=\text{N}^-$).

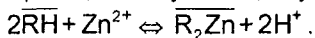
Обмін іонів на іонітах є зворотним процесом і відбувається в еквівалентних співвідношеннях:



Символом R позначається частина іонообмінника, яка має один від'ємний або додатний заряд. Ці заряди на сорбенті компенсовані протиіонами, наприклад, іонами H^+ (RH) або OH^- (ROH).

Мета роботи: визначити концентрацію цинку(II) у розчині методом іонообмінної хроматографії.

Визначення базується на реакції обміну іонів цинку на іони водню катіоніту:



Концентрацію Цинку в розчині визначають, титруючи кислоту, яка виділилась унаслідок іонного обміну.

Прилади, реактиви, посуд

1. Скляна колонка (200 x 10 мм), заповнена сильнокислотним катіонітом КУ-2 (сульфокатіоніт) у H^+ -формі.
2. Стандартний розчин цинку, 0,02 мг/мл.
3. Розчин метилового оранжевого.

4. Розчин гідроксиду натрію, 0,05 моль екв/л.
5. Розчин хлоридної кислоти, 2 моль/л.
6. Мірна колба ємністю 100 мл.
7. Піпетка 10 мл.
8. Конічна колба 250 мл.
9. Пробірка.

Хід роботи

Перед проведенням аналізу треба пересвідчитись, що вода, яка міститься в колонці, має нейтральне рН. Для цього випускають ≈ 1 мл рідини з колонки в пробірку й додають 1–2 краплини метилового оранжевого. Якщо індикатор забарвлюється в рожевий колір, то іоніт у колонці необхідно промити дистильованою водою, повторюючи перевірку з індикатором. Колонка вважається відмитою від надлишку кислоти, якщо забарвлення метилового оранжевого таке, яке він має в дистильованій воді. Працюючи з хроматографічною колонкою, необхідно слідкувати, щоб сорбент завжди був покритий шаром рідини!

Задачу одержують у викладача в мірну колбу ємністю 100 мл, розбавляють водою до мітки й перемішують. Аліквотну частину розчину (10 мл) уміщують у колонку з катіонітом і пропускають крізь колонку з постійною швидкістю 1,5–2,5 мл/хв (1–2 крапл./с). Розчин, що витікає з колонки, збирають у конічну колбу для титрування ємністю 250 мл. Далі з такою самою швидкістю крізь катіоніт пропускають ≈ 100 мл дистильованої води, додаючи її в колонку порціями \approx по 10 мл. Нову порцію води наливають тоді, коли рідина в колонці досягає поверхні катіоніту (шар води над катіонітом не повинен бути меншим 0,5 см). Промивні води збирають у ту саму конічну колбу. Повноту вимивання кислоти, що виділилася, перевіряють за забарвленням метилового оранжевого. Для цього збирають у пробірку кілька краплин розчину, що витікає з колонки, і додають 1–2 краплини індикатора. Промивання колонки припиняють тоді, коли індикатор набуває забарвлення, яке він має в дистильованій воді.

Розчин у конічній колбі відтитровують стандартним розчином натрію гідроксиду з індикатором метиловим оранжевим.

Вміст цинку (мг) у розчині обчислюють за формулою

$$m_{\text{Zn}} = \frac{N_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}} \cdot E_{\text{Zn}} \cdot V_3}{V_a},$$

де V_3 і V_a – загальний об'єм задачі й об'єм аліквоти, мл; E_{Zn} – маса еквіваленту цинку.

Після аналізу катіоніт регенерують. Для цього крізь колонку пропускають зі швидкістю 3–4 кр./с 200 мл 2 моль/л розчину хлоридної кислоти для повного елюювання сорбованого Цинку. Далі катіоніт відмивають від надлишку кислоти дистильованою водою, як зазначено вище, і зберігають у колонці під шаром води.

Тема 16

ХРОМАТОГРАФІЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ. ГАЗОВА ХРОМАТОГРАФІЯ

Лабораторна робота № 27

ВИЗНАЧЕННЯ НАСИЧЕНИХ СПИРТІВ У СУМІШІ МЕТОДОМ ГАЗОВОЇ ХРОМАТОГРАФІЇ

Газова хроматографія – це різновид хроматографічних методів аналізу, в якому рухомою фазою (РФ) є газ. Цей метод використовується для розділення та визначення хімічних сполук, особливо органічних, які здатні перебувати в газо- або пароподібному стані за температур нижче 400 °С.

Досліджувану суміш вводять в інжектор-випарник, нагрітий до температури миттєвого випаровування проби. Компоненти суміші в пароподібному або газоподібному стані підхоплюються потоком газу-носія (He) і переносяться в термостатовану колонку. У колонці відбувається розподіл молекул аналіту між газом-носієм і твердою нерухомою фазою НФ (за рахунок адсорбції) або між газом-носієм і рідкою нерухомою фазою НФ (унаслідок розчинення), що закріплена на твердому носії чи на стінках капілярної колонки. Після розділення компоненти проби потрапляють у полуменево-іонізаційний детектор, де відбувається згоряння їх у воднево-кисневому полум'ї з утворенням іонізованих частинок. Значення сили струму (аналітичного відгуку), що виникає при цьому, пропорційне вмісту речовини у пробі.

Програмне забезпечення приладу дозволяє отримати хроматограми, провести ідентифікацію (за часом утримування) і кількісне визначення (за площею відповідного піку) вмісту кожного з компонентів аналізованого розчину.

Мета роботи: ознайомитися з принципом роботи газового хроматографа з полуменево-іонізаційним детектором, ідентифікувати компоненти штучної суміші насичених спиртів і визначити вміст кожного з компонентів.

Прилади, реактиви, посуд

1. Газовий хроматограф Agilent Technologies з полуменево-іонізаційним детектором, капілярна колонка HP-5 (30 м x 320 мкм x 0,25 мкм, 5 %-й Phenyl methyl siloxane). Режим роботи: швидкість подачі газу-носія – 45 мл/хв; швидкість подачі газів у детектор: водню – 40 мл/хв, повітря – 450 мл/хв; температура, °С: інжектора – 150, колонки – 40, детектора – 250.
2. Балони з газами: гелій, водень, повітря.
3. Мікрошприц.
4. Метанольні розчини спиртів: ізопропілового (31,40 мг/мл), ізобутилового (32,08 мг/мл), ізоамілового (32,48 мг/мл).

Хід роботи

Для ідентифікації компонентів суміші в інжектор приладу мікрошприцем вводять по 3 мкл розчину кожного із спиртів і проводять хроматографування. За результатами визначають час утримування кожного спирту на даній колонці.

Для побудови градуювальних графіків готують три суміші, склад яких указано в табл. 1.

Таблиця 1. Склад модельних сумішей

Суміш, №	Об'єм метанольного розчину спирту V, мл		
	Ізопропілового	Ізобутилового	Ізоамілового
1	0,15	0,15	0,15
2	0,20	0,20	0,20
3	0,40	0,40	0,40

Аліквоту кожної суміші об'ємом 3 мкл вводять в інжектор за допомогою мікрошприца й проводять хроматографування. На екран комп'ютера виводяться хроматограми й результати їхньої обробки:

- час утримування кожного з компонентів суміші;
- площа піку кожного з компонентів суміші.

За отриманими даними будують градуювальні графіки для кожного спирту в координатах "Площа під піком – вміст спирту".

Аналіз суміші невідомого складу. Аліквоту (3 мкл) задачі вводять в інжектор, хроматографують, як указано вище, й обробляють хроматограми за допомогою комп'ютерної програми. За часом утримування кожного спирту ідентифікують компоненти проби. За площею піків з використанням відповідних градуювальних графіків знаходять вміст кожного з компонентів у досліджуваній суміші.

СПИСОК РЕКОМЕНДОВАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

Теми 1–5. Титриметрія

1. Бабко А.К., П'ятницький І.В. Кількісний аналіз. – К., 1974.

Теми 6–9. Електрохімічні методи аналізу

1. Пилипенко А.Т., П'ятницький І.В. Аналитическая химия. – М., 1990. – Т. 2.
2. Золотов Ю.А., Дорохова Я.Н., Фадеева и др. Основы аналитической химии : Учеб. для вузов : В 2 т. / Под ред. Ю.А. Золотова. – М., 2000. – Т. 2.
3. Фадеева В.И., Шеховцева Т.Н. и др. Основы аналитической химии. Практическое руководство : Учеб. пособие для вузов / Под ред. Ю.А. Золотова – М., 2001.
4. Скуг Д., Узст Д. Основы аналитической химии. – М., 1979. – Т. 1, 2.

Теми 10–11. Спектроскопічні методи аналізу

1. Пилипенко А.Т., П'ятницький І.В. Аналитическая химия. – М., 1990. – Т. 1, 2.
2. Золотов Ю.А., Дорохова Я.Н., Фадеева и др. Основы аналитической химии : В 2 т. / Под ред. Ю.А. Золотова. – М., 2000. – Т. 2.
3. В.И.Фадеева, Т.Н. Шеховцева и др. Основы аналитической химии. Практическое руководство : Учеб. пособие для вузов / Под ред. Ю.А. Золотова. – М., 2001.
5. Скуг Д., Узст Д. Основы аналитической химии. – М., 1979. – Т. 2.
4. Иванов А.В., Фигуровская В.Н., Иванов В.М. Молекулярная абсорбционная спектроскопия комплексов 4-(2-пиридилазо)резорцина как альтернатива атомно-абсорбционной спектроскопии // Вестн. Моск. ун-та. Сер. Химия, – 1992. – Т. 33, № 6. – С. 570–574.
5. Марченко З. Фотометрическое определение элементов. – М., 1991.

Тема 12. Аналіз сплаву

1. Бабко А.К., П'ятницький І.В. Кількісний аналіз. – К., 1974.
2. Марченко З. Фотометрическое определение элементов. – М., 1971.
3. Бабко А.К. Пилипенко А.Т. Фотометрический анализ. Общие сведения и аппаратура. – М., 1968.
4. Бабко А.К. О реакции иона никеля с диметилглиоксимом в присутствии окислителей // Журн. аналит. химии. – 1948. – Т. 3.

Тема 13. Атомно-абсорбційна спектроскопія

1. Хавезов И., Цалев Д. Атомно-абсорбционный анализ. – Л., 1983.
2. ГОСТ 15027.5-77. Бронзы безоловянные. Методы определения никеля.
3. СТ СЭВ 1535-79. Бронзы. Гравиметрический, атомно-абсорбционный и фотометрический методы определения содержания никеля.
4. ГОСТ 13938.6-78. Медь. Методы определения никеля.

5. Пилипюк Я.С., Ищенко В.Б., Сухан В.В. Атомно-абсорбционное опеределение никеля в сплавах на основе цинка, алюминия и меди // Укр. хим. журн. – 1990. – Т. 57, № 1. – С. 63–66.

Теми 14–15. Хроматографічні методи аналізу

1. Пилипенко А.Т., Пятницкий И.В. Аналитическая химия. – М., 1990. – Т. 2.
2. Золотов Ю.А., Дорохова Я.Н., Фадеева и др. Основы аналитической химии : В 2 т. / Под ред. Ю.А. Золотова М., 2000. – Т. 1.
3. Набиванець Б.Й., Сухан В.В., Лисенко О.М. Основи хроматографічного аналізу. – К., 2002.
4. Белявская Т.А., Большова Т.А., Брыкина Г.Д. Хроматография неорганических веществ. – М., 1986.
5. Лисенко О.М., Набиванець Б.Й. Вступ до хроматографічного аналізу. – К., 2005.

ЗМІСТ

Вступ	3
Правила роботи й заходи безпеки в лабораторії	4
Тема 1. Гравіметричні методи аналізу	5
<i>Лабораторна робота № 1</i> Визначення феруму у ферум-амонієвому галуні	5
<i>Лабораторна робота № 2</i> Визначення вмісту сульфату у ферум-амонієвому галуні	6
<i>Лабораторна робота № 3</i> Визначення нікелю(II) з диметилгліксимом	7
Тема 2. Титриметричні методи аналізу. Метод нейтралізації	9
<i>Лабораторна робота № 4</i> Визначення хлороводневої та фосфорної кислот у суміші методом кислотноосновного титрування	9
Тема 3. Титриметричні методи аналізу. Перманганометрія	10
<i>Лабораторна робота № 5</i> Приготування вихідного розчину оксалатної кислоти та установлення нормальності робочого розчину перманганату калію	10
<i>Лабораторна робота № 6</i> Перманганометричне визначення пероксиду водню	11
<i>Лабораторна робота № 7</i> Перманганометричне визначення феруму(II) у солі мора	12
Тема 4. Титриметричні методи аналізу. Йодиметрія та йодомерія	13
<i>Лабораторна робота № 8</i> Йодомерічне визначення купруму(II)	13
Тема 5. Титриметричні методи аналізу. Метод осадження	16
<i>Лабораторна робота № 9</i> Установлення нормальності робочого розчину нітрату Аргентуму за методом Мора	16
<i>Лабораторна робота № 10</i> Титриметричне визначення хлорид-іонів у морській воді за методом Фольгарда	17
Тема 6. Титриметричні методи аналізу. Метод комплексометрії	18
<i>Лабораторна робота № 11</i> Визначення загальної твердості води методом комплексометричного титрування	18
Тема 7. Електрохімічні методи аналізу. Потенціометрія	20
<i>Лабораторна робота № 12</i> Визначення слабкої кислоти методом рН-метричного титрування	20
<i>Лабораторна робота № 13</i> Визначення нітрат- іонів у ґрунтах, овочах та соках	21
<i>Лабораторна робота № 14</i> Визначення аскорбінової кислоти йодиметричним методом з потенціо- метричною індикацією точки еквівалентності	23
Тема 8. Електрохімічні методи аналізу. Кулонометрія	25
<i>Лабораторна робота № 15</i> Значення арсену методом кулонометричного титрування	25
Тема 9. Електрохімічні методи аналізу. Амперометрія	26

	<i>Лабораторна робота № 16</i>	
	Титриметричне визначення меркурію з амперометричною індикацією	
	точки еквівалентності.....	26
Тема 10.	Електрохімічні методи аналізу. Вольтамперометрія	27
	<i>Лабораторна робота № 17</i>	
	Полярографічне визначення цинку та кадмію в суміші	27
	<i>Лабораторна робота № 18</i>	
	Визначення рухливих та кислоторозчинних форм плюмбуму в ґрунті	
	методом анодної інверсійної вольтамперометрії.....	29
Тема 11.	Спектроскопічні методи аналізу. Спектрофотометрія	32
	<i>Лабораторна робота № 19</i>	
	Спектрофотометричне визначення цинку(II) 4-(2-піридилазо) резорцином	32
	<i>Лабораторна робота № 20</i>	
	Спектрофотометричне визначення флуориду з використанням комплексу	
	алюмінію(III) з арсеназо I	34
Тема 12.	Спектроскопічні методи аналізу. Фотометрія полум'я	36
	<i>Лабораторна робота № 21</i>	
	Визначення калію та натрію у соках методом фотометрії полум'я.....	36
Тема 13.	Аналіз сплаву	37
	<i>Лабораторна робота № 22</i>	
	Визначення купруму в сплаві електрогравіметричним методом	37
	<i>Лабораторна робота № 23</i>	
	Фотометричне визначення заліза у сплаві на основі міді.....	39
	<i>Лабораторна робота № 24</i>	
	Фотометричне визначення нікелю в сплаві на основі міді.....	40
Тема 14.	Атомно-абсорбційна спектроскопія	42
	<i>Лабораторна робота № 25</i>	
	Визначення нікелю в цинкових, мідних і алюмінієвих сплавах	42
Тема 15.	Хроматографічні методи аналізу. Іонообмінна хроматографія	44
	<i>Лабораторна робота № 26</i>	
	Визначення цинку в розчині методом іонообмінної хроматографії	44
Тема 16.	Хроматографічні методи аналізу. Газова хроматографія	46
	<i>Лабораторна робота № 27</i>	
	Визначення насичених спиртів у суміші методом газової хроматографії	46
	Список рекомендованої літератури:	48

Навчальне видання

**МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ
ДО ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ
З АНАЛІТИЧНОЇ ХІМІЇ**

**для студентів другого курсу
хімічного факультету**

Упорядники:

ЗАПОРОЖЕЦЬ Ольга Антонівна
НАДЖАФОВА Оксана Юріївна
СМИК Наталія Іванівна
ІВАНЬКО Ліонель Степанівна
ЛИСЕНКО Олена Миколаївна
ДОРОЩУК Володимир Олександрович
ЛИННИК Ростислав Петрович
ВЕРБА Валентина Вікторівна
КОСТЕНКО Людмила Степанівна
ІЩЕНКО Володимир Борисович

Редактор *В.Р. Філь*

Оригінал-макет виготовлено Видавничо-поліграфічним центром "Київський університет"



Підписано до друку 12.09.05. Формат 60x84^{1/16}. Вид. № 639. Гарнітура Arial. Папір офсетний.
Друк офсетний. Наклад 100. Ум. друк. арк. 3,0. Обл.-вид. арк. 3,0. Зам. № 25-2855.

Видавничо-поліграфічний центр "Київський університет"
01033, Київ, б-р Т. Шевченка, 14, кімн. 43,
☎ (38044) 239-3222; (38044) 239-3172; факс (38044) 239-3128.
E-mail: vydav_polygraph@univ.kiev.ua
www: <http://vpc.univ.kiev.ua>

Свідоцтво внесено до Державного реєстру ДК № 1103 від 31.10.02.