

Житомирський державний університет імені Івана Франка
Природничий факультет
Кафедра хімії

ІНСТРУКТИВНО-МЕТОДИЧНІ МАТЕРІАЛИ ДО ЛАБОРАТОРНИХ ЗАНЯТЬ

Обов'язкової освітньої компоненти

Екоаналітична хімія

**для підготовки здобувачів
першого (бакалаврського) рівня вищої освіти**

Галузь знань	10 Природничі науки
Спеціальність	101 Екологія
Предметна спеціальність	-
Спеціалізація	-
Освітня програма	Екологія
Факультет	Природничий

Автори:

к.х.н., доцент Кичкирук Ольга
Кондратенко Олена

Розглянуто та схвалено

на засіданні кафедри хімії

Протокол від «10» листопада 2021 р. № 6

Завідувач кафедри _____ Олена АНІЧКІНА

Житомир 2021

*Рекомендовано до друку вченою радою Житомирського державного
університету імені Івана Франка
(протокол № 24 від 28.12.2021 р.)*

Рецензенти:

Шляніна Алла – голова ОМО викладачів біології та хімії ЗФПО Житомирської області, викладач-методист, викладач вищої кваліфікаційної категорії

Дорохов Віктор – кандидат хімічних наук, доцент кафедри ґрунтознавства і землеробства Поліського національного університету

Кусяк Наталія – кандидат хімічних наук, доцент кафедри хімії Житомирського державного університету імені Івана Франка

Кичкирук О.Ю., Кондратенко О.У.

Інструктивно-методичні матеріали до лабораторних занять обов'язкової освітньої компоненти «Екоаналітична хімія»: навчально-методичний посібник для підготовки здобувачів першого (бакалаврського) рівня вищої освіти. – Житомир: Вид-во ЖДУ ім. І. Франка, 2021. – 77 с.

© Кичкирук О.Ю. 2021
© Кондратенко О.У. 2021
© Житомирський державний
університет імені Івана Франка, 2021

ЗМІСТ

1	Вступ		стор. 4
2	Правила роботи в лабораторії аналітичної хімії та надання першої медичної допомоги		стор. 5
3	Лабораторне заняття № 1	Тема: <i>Відбір проб природних об'єктів для аналізу. Вивчення органолептичних властивостей мінеральних вод</i>	стор. 7
4	Лабораторне заняття № 2	Тема: <i>Визначення гігроскопічної води в ґрунтах і втрати при прожарюванні.</i>	стор. 12
5	Лабораторне заняття № 3. ...	Тема: <i>Приготування розчинів у титриметричному аналізі.</i>	стор. 18
6	Модульна контрольна робота № 1.	Тема: <i>Особливості та хімічний склад об'єктів довкілля</i>	стор. 29
7	Лабораторне заняття № 4.	Тема: <i>Катіони I-II аналітичних груп.</i>	стор. 35
8	Лабораторне заняття № 5.	Тема: <i>Контрольний аналіз суміші катіонів I-II аналітичних груп</i>	стор. 44
9	Лабораторне заняття № 6.	Тема: <i>Аналіз аніонів Контрольний аналіз суміші катіонів I -III аналітичних груп</i>	стор. 47
10	Лабораторне заняття № 7.	Тема: <i>Визначення загальної та карбонатної твердості води методом комплексометричного титрування</i>	стор. 61
11	Лабораторне заняття № 8.	Тема: <i>Визначення хлоридів і сульфатів у природній воді</i>	стор. 66
12	Модульна контрольна робота № 2.	Тема: <i>Методи хімічного аналізу об'єктів довкілля</i>	стор. 69
13	Питання до екзамену		стор. 71
	Рекомендована література		стор. 74

ВСТУП

Предметом навчальної дисципліни "Екоаналітична хімія" є склад, будова, властивості об'єктів навколишнього середовища та методи їх якісного та кількісного аналізу. Структура дисципліни складається з двох модулів:

1. Особливості та хімічний склад об'єктів довкілля.
2. Методи хімічного аналізу об'єктів довкілля.

Метою вивчення навчальної дисципліни "Екоаналітична хімія" є отримання основних понять про методи хімічного аналізу об'єктів довкілля, набуття практичних умінь і навичок здійснення пробовідбору, проведення хімічного аналізу природних вод, ґрунтів, а також підготовка майбутнього еколога до проведення аналізу не тільки в аудиторних, але й у природних умовах.

Основне завдання методичних рекомендацій навчити здобувачів практично виконувати типові аналізи об'єктів довкілля з використанням хімічних та інструментальних методів.

Методичні рекомендації містять правила надання першої медичної допомоги у хімічній лабораторії, правила приготування розчинів, особливості зважування на аналітичних вагах. Кожне лабораторне заняття містить контрольні питання та список рекомендованої для підготовки навчальної літератури, що стане допомогою при самостійній підготовці студентів до складання колоквиумів та підсумкових модульних робіт, передбачених робочою програмою з дисципліни «Екоаналітична хімія» для здобувачів природничого факультету. Інструкції до лабораторних занять містять приклади методик якісного та кількісного аналізу, у тому числі реальних об'єктів: природних вод і ґрунтів. Такий виклад сприятиме більш ефективному засвоєнню курсу «Екоаналітична хімія» та набуття компетентностей демонстрування навичок оцінювання непередбачуваних екологічних проблем і обдуманого вибору шляхів їх вирішення, умінь обирати оптимальні методи та інструментальні засоби для проведення досліджень, збору та обробки даних.

Правила роботи в хімічній лабораторії

1. Приступати до виконання завдання тільки після ознайомлення з його детальним описом.
2. Уважно прочитати написи на етикетках, перш ніж узяти потрібний реактив.
3. Не дозволяється визначати хімічні речовини на смак.
4. Усі реакції, що супроводжуються виділенням диму або газів (випарювання, кип'ятіння), концентрованими розчинами кислот і лугів виконувати тільки у витяжній шафі.
5. Визначаючи запах легкої речовини або газу, що виділяється, спрямовувати випари чи газ до носа легким рухом долоні.
6. Під час перемішування розчинів у пробірках або колбах не закривати їх пальцем, а лише корками.
7. Під час розведення концентрованих кислот водою обережно наливати *кислоту у воду, а не навпаки*.
8. Концентровані кислоти, а також концентрований розчин амоніаку потрібно розливати у витяжній шафі.
9. Економно використовувати газ, електричну енергію, дистильовану воду.
11. Працювати в лабораторії обов'язково в присутності іншої особи для надання працюючому допомоги в разі нещасного випадку, пожежі тощо.
12. Не дозволяється висипати чи виливати невикористані реактиви в реактивну склянку з метою дотримання чистоти реактивів.
13. Сухі речовини зі склянки потрібно брати спеціально призначеним для цього шпателем.
14. Не залишати на тривалий час реактиви відкритими. Корки від склянок класти верхнім кінцем донизу.
15. Особливу увагу в аналітичних дослідженнях слід приділяти чистоті посуду.
16. Потрібно чітко дотримуватись умов виконання аналітичної реакції, звертати увагу на кількість і концентрацію реактивів, зазначених у методиці.
17. Після закінчення роботи впорядкувати своє робоче місце і старанно вмити руки з милом.

Правила надання першої медичної допомоги

1. У випадку опіку (полум'ям пальника або нагрітих предметів) обпалене місце змочити концентрованим розчином калій перманганату, ще краще протерти це місце кристаликами калій перманганату так, щоб шкіра побуріла, або ж прикласти ватку, змочену рідиною від опіків (з аптечки). При сильних опіках негайно звертатися до лікаря.

2. При отруєнні гідроген сульфідом, хлором, парами бром, нітроген оксидами, карбон(II) оксидом негайно вивести постраждалого на свіже повітря і терміново викликати лікаря.

3. Якщо на обличчя або руки потраплять бризки кислоти, треба негайно змити їх водою, після чого промити уражене місце розведеним розчином соди. Луги змивають водою до тих пір, поки постраждала ділянка шкіри не перестане бути слизькою. Потім промити її 2%-ним розчином оцтової кислоти.

4. При попаданні шкідливих речовин в очі слід негайно промити їх великою кількістю води, після чого звернутися до лікаря.

Модуль 1. Особливості та хімічний склад об'єктів довкілля

Лабораторне заняття № 1 (4 год)

Тема заняття. Відбір проб природних об'єктів для аналізу. Вивчення органолептичних властивостей мінеральних вод

План заняття

1. Придбати 5-6 зразків мінеральних вод різної газованості та різних виробників.
2. Вивчити мінеральну воду на смак, на загальну мінералізацію, силу газованості, її медичне призначення.
3. Дослідити хімічні характеристики мінеральної води: кислотність, твердість, сухий залишок після упарювання.
4. Одержані результати оформити у вигляді таблиці із зазначенням назви води та всіх вивчених характеристик.
5. В лабораторії у робочому журналі заповнюється таблиця із усіма даними окремо для проб води і ґрунту за прикладом

Критерії оцінювання

№ заняття:	Кількість балів за кожен вид роботи	Вид роботи:										Сумарна кількість балів
		ТП	ДП	ПП	ПР	ОЗ	ТЗ	ІНДЗ	УО	...	...	
1		20	-	-	20	20	20	-	20			100

ТП – відповідь на теоретичні питання; ДП – демонстрація підготовленої презентації;

ПП – презентація/ повідомлення; ПР – виконання практичного завдання; ОЗ – оформлення заняття; ТЗ – виконання тестових завдань; ІНДЗ – перевірка індивідуальних завдань; УО – участь в обговоренні.

Опрацювати контрольні питання.

1. Класифікація проб об'єктів довкілля. Які особливості відбору проб повітря для хімічного аналізу?
2. Які пристрої використовують для відбору проб води, ґрунтів? Як транспортують і зберігають ці проби?
3. Які загальні вимоги до відбору проб ґрунту?
4. Відбір місця відбору проб води для аналізу та особливості відбору середніх та одиничних проб.

Підготувати доповідь на тему:

1. Загальна характеристику природних компонентів атмосфери землі. Антропогенні забруднювачі атмосфери.
2. Метан у атмосфері та його вплив на парниковий ефект.
3. Поняття та характеристика парникового ефекту. Парникові гази, їх джерела надходження та роль у формуванні парникового ефекту.
4. Головні індивідуальні показники хімічного складу природних вод. Поверхневі (морські та океанські води)
5. Дати загальну характеристику хімічного складу підземних природних вод. Їх класифікація за різними параметрами.

Рекомендована література.

1. Б.Й.Набиванець, О.П.Рябушко, В.В.Сухан, О.А.Запорожець та інші. Методичні вказівки до лабораторних робіт зі спецкурсу „Аналіз природних та стічних вод”. - Київ – 1993. - 119 с.
2. Б.М.Федишин, В.І.Дорохов, Г.В.Павлюк, Е.А. Головкин, Б.В.Борисюк. Основи екологічної хімії. – Житомир: ДАУ. – 2006. - 500 с.
3. В.А. Копілевич, Л.В.Войтенко, С.Д. Мельничук, М.Д. Мельничук.. Хімія навколишнього середовища. К.: Фенікс. – 2004.- 389 с.

Інструкції до оформлення зразків природних об'єктів

1. Підготувати весь необхідний інвентар для відбору проб води і ґрунту.
2. У робочому журналі вказати дату виконання роботи і відбору проби.
3. Кожна проба супроводжується запискою, в якій вказується № проби, її назва, місце відбору проби і дата.

№ зразка / його назва	Місце відбору	Дата відбору
1. Джерельна вода	Житомирський р-н, с. Волиця	25.09.2018
2. Річкова вода		

№ зразка / його назва	Місце відбору	Дата відбору
1. Ґрунт з клумби	Житомирський р-н, с. Волиця	25.09.2018

Органолептичне визначення запаху води

Органолептичні визначення - метод встановлення стану водного об'єкта шляхом безпосереднього його огляду. При органолептичних спостереженнях особлива увагу звертають на явища, незвичні для даної водойми або водотоку: загибель риби й інших водяних організмів, рослин, що свідчить часто про його забруднення, виділення пухирців газу з донних відкладень, поява підвищеної каламутності, стороннього кольору, запаху, цвітіння води.

Запах води характеризується видами й інтенсивністю запаху. Інтенсивність запаху води вимірюється в балах. Запах води викликають леткі речовини, що пахнуть, і надходять у воду в результаті процесів життєдіяльності водяних організмів, при біохімічному розкладанні органічних речовин, при хімічній взаємодії компонентів, що містяться у воді, а також із промисловими, сільськогосподарськими і господарсько-побутовими стічними водами. На запах води впливають: склад речовин, температура, значення рН, ступінь забруднення водяного об'єкта, біологічна обстановка, гідрологічні умови і тощо. Запах води водойм не повинен перевищувати двох балів, що визначаються безпосередньо у воді або (для водойм господарсько-питного призначення) після її хлорування. Визначення базується на органолептичному дослідженні характеру й інтенсивності запаху води за температури 20-60°C.

Обладнання: колби (об'єм 200 мл), годинникове скло або притертий корок, водяна баня.

Методика визначення

100 мл досліджуваної води кімнатної температури наливають в колбу ємністю 200 см³ з широким горлом, накривають годинниковим склом або притертим корком, струшують коловим рухом, відкривають корок або зсувають годинникове скло і швидко визначають характер та інтенсивність запаху. Потім колбу нагрівають до температури 60°C на водяній бані і також оцінюють запах.

За характером запахи поділяють на дві групи:

1. Запахи природного походження (від організмів, що живуть у воді та від омертвілих, від впливу ґрунтів, тощо) знаходять за класифікацією, наведеною в таблиці.

2. Запахи штучного походження (від промислових викидів, для питної води – від обробки води реагентами на станціях водопідготовки, тощо) називаються за відповідними речовинами: хлорфенольний, камфорний, хлорний, тощо.

Інтенсивність запаху води також оцінюється за температури 20-60°C за 5-ти бальною системою згідно таблиці ГДК інтенсивності кольору – 2 бали.

Характер і особливість запаху води природного походження

Характер запаху	Особливість запаху
Ароматичний	Огірковий, квітковий
Болотний	Мулистий, тінистий
Гнилісний	Фекальний, стічної води
Дерев'янистий	Мокрої щепи, деревної кори
Землистий	Прілий, свіжообробленої землі, глинистий
Пліснявий	Затхлий, застійний
Рибний	Риби, рибного жиру
Дигідроген сульфідний	Тухлих яєць
Трав'янистий	Скошеної трави, сіна
Невизначений	Не підходить під попередні визначення

Органолептичне визначення смаку води

Обладнання: пробірки, пробіркотримач, спиртівка.

Хід виконання роботи

Визначають смак тільки доброякісної води. Недоброякісну воду на смак пробувати не можна. Для визначення смаку воду нагрівають до 25-30°C, набирають у рот близько 15-20 см³ і тримають кілька секунд, ковтати воду не потрібно. Розрізняють 4 види смаку: солодкий, кислий, солоний, гіркий, але слід відзначити і сильно виражені присмаки, як гірко-солоний, болотистий, рибний, металічний, затхлий та інші. Інтенсивність смаку та присмаку оцінюють за п'ятибальною шкалою і відповідно вимогам поданим у таблиці.

Інтенсивність запаху води

Бал	Інтенсивність запаху	Якісна характеристика
0		Відсутність відчутного запаху
1	Дуже слабкий	Запах, що не визначається користувачем, але визначається в лабораторії дослідним шляхом
2	Слабкий	Запах, що не привертає уваги користувача, але визначається, якщо на нього звернути увагу
3	Помітний	Запах, що легко визначається і дає привід відноситися до води з несхваленням
4	Чіткий	Запах, що звертає на себе увагу і робить воду непридатною для пиття
5	Дуже сильний	Запах настільки сильний, що вода стає непридатною для пиття

Інтенсивність смаку та присмаку питної води

Інтенсивність	Характер прояву смаку та присмаку	Оцінка (бал)
Немає	Смак і присмак не відчувається	0
Дуже слабкий	Смак і присмак не відчувається споживачем, але визначається при лабораторному дослідженні	1
Слабкий	Смак і присмак помічає споживач, якщо на це звернути його увагу	2
Помітний	Смак і присмак легко помічаються і викликають негативний відгук	3
Чіткий	Смак і присмак звертають на себе увагу і примушують утриматися від пиття	4
Дуже сильний	Смак і присмак дуже сильний, що робить воду непридатною до пиття	5

Результати досліджень оформити у вигляді таблиці і зробити висновки щодо якості досліджуваної води.

Зразок води його характеристика	Параметри води			
	смак	запах	забарвленість	хімічний склад

Дата виконання

Підпис викладача

Лабораторне заняття № 2 (4 год)

Тема заняття. Визначення гігроскопічної води в ґрунтах і втрати при прожарюванні

План заняття

1. Опитування по темі заняття, розв'язування задач.
2. Визначення втрати при прожарюванні ґрунтів
3. Визначення вмісту гігроскопічної води ґрунтів
4. Дати порівняльну характеристику ґрунтів по якості і родючості за результатами виконаного аналізу.

Контрольні питання.

1. Дати поняття про обмінну поглинальну здатність ґрунтів. Класифікація ґрунтів за походженням та хімічним складом.
2. Дати поняття про органічні забруднювачі ґрунтів та джерела їх надходження
3. Охарактеризувати органічний та неорганічний склад ґрунтів та донних відкладень
4. Мінеральна та органічна частина ґрунтів. Класифікація мінералів за походженням і хімічним складом
5. Основні етапи гравіметричного аналізу.
6. Розрахунки у гравіметричному аналізі, гравіметричний фактор. Точність гравіметричного методу.
7. Обладнання в гравіметричному аналізі. Аналітичні вимірювальні прилади, терези.
8. Хімічний посуд, що використовується у гравіметричному аналізі
9. Дати поняття про гігроскопічну воду ґрунтів. Яким методом її визначають.
10. Поняття про кристалогідрати. Визначення масової частки кристалізаційної води в кристалогідратах.
11. Наважку вологого ґрунту масою 2,3567 г помістили в бюкс, висушили в муфельній печі при 120 °С. Після висушування маса ґрунту склала 2,2567 г. Розрахувати масу гігроскопічної води у досліджуваному зразку.
12. При аналізі зразка ґрунту, наважку масою 4,3567 г ґрунту прожарили в

муфельній печі при температурі 800 °С. Маса після прожарювання становила 2,3567 г. Визначте масу летких сполук, втрачених при прожарюванні.

13. Розрахувати масову частку кристалізаційної води у мідному купоросі.

Критерії оцінювання

№ заняття:	Кількість балів за кожен вид роботи	Вид роботи:										Сумарна кількість балів
		ТП	ДП	ПП	ПР	ОЗ	ТЗ	ІНДЗ	УО	...	...	
2		20	-	-	20	20	20-	-	20			100

ТП – відповідь на теоретичні питання; ДП – демонстрація підготовленої презентації;

ПП – презентація/ повідомлення; ПР – виконання практичного завдання; ОЗ – оформлення заняття; ТЗ – виконання тестових завдань; ІНДЗ – перевірка індивідуальних завдань; УО – участь в обговоренні.

Рекомендована література

1. Б.Й. Набиванець, В.В. Сухан, Л.В. Калабіна. Аналітична хімія природного середовища. - К: Либідь. - 1996. - 304 с.
2. Кичкирук О.Ю. Аналітична хімія. Якісний та кількісний аналіз: курс лекцій / О.Ю. Кичкирук. – Житомир.:Вид-во ЖДУ ім.І. Франка, 2018. – 160 с.
3. Онищенко Ю.К. Збірник задач і вправ з аналітичної хімії: навчальний посібник / Ю.К. Онищенко, Т.О. Онищенко, О.Ю. Кичкирук, Н.В. Кусяк. - Житомир: Вид-во ЖДУ ім.І. Франка, 2014. – 221 с.

Правила та порядок зважування на аналітичних терезах

1. Приступаючи до зважування, необхідно мати при собі лабораторний журнал і ручку для запису результатів зважування.
2. Зважування завжди слід розпочинати з перевірки зрівноваження терезів. Якщо терези не зрівноважені, необхідно звернутися до викладача або лаборанта. Самостійне настроювання аналітичних терезів **забороняється!**

3. Вмикати терези слід при закритих бокових шторках. Вмикати чи вимикати терези (відкривати або закривати аретир) завжди треба плавним і повільним поворотом ручки. *Предмет для зважування і різноважки встановлюють на шальки тільки при вимкнених терезах (при закритому аретирі).* Предмет для зважування треба ставити на ліву шальку, а різноважки - на праву, починаючи з найбільшої за масою з наступним зменшенням їх маси. Різноважки більшої маси розташовують у центрі шальок. Гирі слід брати тільки пінцетом. На аналітичних

терезах рівноваги досягають, використовуючи міліграмові різноважки, якими управляють ручками - лімбами гирьового механізму.

4. Масу зваженого предмета визначають як суму мас різноважок від більшої до меншої, а також значень шкали лімбів і оптичної шкали. Тільки після запису маси зваженого предмета шальки терезів розвантажують.

Зважування слід виконувати у такій послідовності:

5. Терези вмикають і через 10-20 с за положенням нульової позначки шкали перевіряють стан зрівноваження. Якщо нульова позначка шкали не співпадає з відліковою рисою, то її положення корегують ручкою встановлення нуля. Терези вимикають.

6. Предмет, який зважують, встановлюють на ліву шальку терезів. На праву шальку встановлюють різноважки, сумарна маса яких орієнтовно близька до маси предмета.

7. Терези вмикають для з'ясування, яка шалька переважає. Підбір різноважок на шальці повинен бути таким, щоб їх сумарна маса не перевищувала масу предмета на 1 г. Для більш швидкого виконання цієї операції предмет зважують на технічних терезах.

8. Коли досягають правильного набору різноважок на шальці, зрівноваження терезів продовжують здійснювати за допомогою механізму підбору міліграмових різноважок. Під час роботи з різноважками не забувають вимикати терези.

9. Зважування буде виконаним, якщо терези зрівноважені в межах шкали відліку міліграмів.

10. Результат зважування реєструють у лабораторному журналі і вимикають терези.

Гравіметричний аналіз полягає у знаходженні маси речовини, яку визначають, шляхом зважування. При цьому її можна розрахувати за масою осаду, який промили і висушили, або за різницею мас до і після прожарювання (леткі речовини). В першому випадку до певної кількості речовини, яку визначають, додають надлишок осаджувача, осад відділяють фільтруванням, промивають і зважують.

Знаючи масу посуду, в якому зважують осад, розраховують масу осаду i , знаючи хімічну формулу осаду, масу речовини, що визначають.

Якщо утворюються стійкі до нагрівання осад, їх прожарюють у муфельних печах при температурі 600-1000 °C.

В деяких випадках прожарювання не потрібне, тому проводиться висушування сполук. Для цього використовують сушильні шафи. Останні допускають висушування сполук в скляному посуді. *Наприклад*, при визначенні маси кристалізаційної води в кристалогідратах, в бюкс на технічних терезах вносять 1,0 – 1,2 г кристалогідрату, встановлюють точну масу бюкса з сіллю на аналітичних терезах і вміщують бюкс в сушильну шафу. Висушування солі проводять впродовж 1,5 год у відкритому бюксі, кришку якого ставлять на ребро на бюкс. Після цього бюкс закривають кришкою, вміщують в ексікатор, охолоджують і зважують на аналітичних терезах. Зваживши бюкс з сіллю, його знову ставлять на 1 год в сушильну шафу після чого зважують. Висушування проводять до сталої маси бюкса з сіллю. Після висушування проводять розрахунки. За різницею мас солі у бюксі до і після висушування розраховують масу кристалізаційної води у кристалогідраті.

Гігроскопічною називають воду, яка поглинається ґрунтом із повітря і видаляється з нього при температурі 100—105°C. Гігроскопічна вода перебуває в рівновазі з паруватою водою атмосфери і характеризує, таким чином, вологість повітряно-сухого ґрунту. У донних відкладах гігроскопічну воду визначають у повітряно-сухих пробах і її вміст залежить від дисперсного складу проби.

Висушування при температурі 100—105°C призводить також до втрат адсорбованих ґрунтом газів —таких, як CO_2 , NH_3 та інших — і частково до втрати гідратної води, яка входить, наприклад, до складу гіпсу $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Через те результати визначення гігроскопічної води можуть бути завищеними, зокрема при аналізі ґрунтів, відібраних з гіпсоносних горизонтів.

Втрата при прожарюванні ґрунту – втрата маси ґрунту після прожарювання ґрунту за $T = 900$ °C. Втрати маси ґрунту зумовлені леткістю сполук, а саме хімічно-зв'язаної води (адсорбційної) води, адсорбційних газів, CO_2 карбонатів (для карбонатних ґрунтів), гумусу та низькомолекулярних органічних речовин

(для некарбонатних ґрунтів), хлоридних сполук (для засолених ґрунтів). Втрата при прожарюванні (ВПП) виражають у відсотках на суху масу ґрунту.

Інструкції до виконання

Експериментальна частина

Лабораторний посуд та обладнання.

1. Фарфорові тиглі;
2. Скляні бюкси з кришкою на 100 мл;
3. Аналітичні ваги;
4. Сушильна шафа;
5. Муфельна піч.

Методика визначення гігроскопічної води. В бюксі з притертою кришкою зважують на аналітичних вагах 1—2 г лабораторної проби повітряно-сухого ґрунту, помішають відкритий бюкс в сушильну шафу і висушують пробу при 100—105°C протягом 1 години. Бюкс виймають з сушильної шафи, закривають кришкою і поміщають в ексікатор на 20—30 хв. Вміст гігроскопічної води в процентах відносно маси сухої проби розраховують за формулою:

$$(H_2O)_{гип} = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{g},$$

де m_1 —маса бюкса з наважкою ґрунту до висушування, г; m_2 — маса бюкса з наважкою ґрунту після висушування, г; g — маса проби ґрунту до висушування, г. В подальшому результати визначення хімічних інгредієнтів у пробі повітряно-сухого ґрунту перераховують на сухий, тобто висушений при 100 — 105°C.

Методика визначення втрати при прожарюванні. Зважують у фарфоровому тиглі 1-2 г лабораторної проби повітряно-сухого ґрунту. Тигель ставлять у холодну муфельну піч і прожарюють при 900°C протягом 1-1,5 год. Потім тигель охолоджують в ексікаторі і зважують. Повторюють прожарювання протягом 15-20 хв до сталої маси тигля з залишком. Величину ВПП, % розраховують за формулою $ВПП = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100 \cdot K}{g} - \%(H_2O)_{гип}$,

де m_1 - маса тигля з наважкою ґрунту до прожарювання, г; m_2 . маса тигля з наважкою ґрунту після прожарювання, г; g – маса наважки повітряно-сухого

грунту до прожарювання, г; K – коефіцієнт перерахунку на сухий ґрунт, який розраховують так: $K = \frac{100}{100 - \% (H_2O)_{гир}} =$ _____

Проведіть розрахунки для всіх відібраних зразків ґрунту і заповніть таблицю в робочому зошиті.

Назва № зразка	Вміст гігроскопічної води, %					
	$m_{\text{бюкса}}$ порожнього до висушування	$m_{\text{бюкса з}}$ ґрунтом до висушування (m_1)	$m_{\text{проби ґрунту до}}$ висушування (g)	$m_{\text{бюкса з ґрунтом}}$ після висушування (m_2)	$m_1 - m_2$	(H_2O) _{гир} %

Назва № зразка	Вміст втрати при прожарюванні, %					
	$m_{\text{порожнього}}$ тигля до прожарювання	$m_{\text{тигля з}}$ ґрунтом до прожарювання (m_1)	$m_{\text{проби ґрунту}}$ до прожарювання (g)	$m_{\text{тигля з ґрунтом}}$ після прожарювання (m_2)	$m_1 - m_2$	ВПП %

Результати визначення гігроскопічної води та втрати при прожарюванні

Назва № зразка	Вміст гігроскопічної води, %	Вміст ВПП, %

Дата виконання

Підпис викладача

Лабораторне заняття № 3 (4 год)

Тема заняття. Приготування розчинів у титриметричному аналізі та встановлення їх концентрації

План заняття.

1. Розрахунки наважки речовини для приготування розчинів.
2. Зважування речовин і приготування розчинів.
3. Стандартизація приготовлених розчинів.
4. Розрахунки концентрації приготовлених розчинів.

Критерії оцінювання

№ заняття:	Кількість балів за кожен вид роботи	Вид роботи:										Сумарна кількість балів
		ТП	ДП	ПП	ПР	ОЗ	ТЗ	ІНДЗ	УО	...	...	
3		10	-	-	40	20	10	-	20			100

ТП – відповідь на теоретичні питання; ДП – демонстрація підготовленої презентації; ПП – презентація/ повідомлення; ПР – виконання практичного завдання; ОЗ – оформлення заняття; ТЗ – виконання тестових завдань; ІНДЗ – перевірка індивідуальних завдань; УО – участь в обговоренні.

Питання для самостійного вивчення

Теоретичні питання

1. Хімічний посуд та його призначення
2. Способи вираження концентрації розчинів: молярна концентрація речовини (См), молярна концентрація еквівалента (Секв), масова частка (W), титр (Т).
Одиниці їх вимірювання, формули для розрахунків.
3. Правила приготування розчинів за точною наважкою. Розрахунок маси кристалічної речовини, необхідної для приготування розчину. Посуд і ваги, необхідні при цьому.
4. Правила приготування розчинів за приблизною наважкою. Який посуд і ваги використовують для цього?
5. Що таке фіксанали? Для чого їх використовують. Правила приготування розчинів з фіксаналів.

Практичні завдання

1. Розрахувати масу натрій хлориду, необхідну для приготування 100,00 мл 0,1 н розчину.

2. Визначити, яку наважку оксалатної кислоти (дигідрат) слід взяти для виготовлення 450 мл 0,05 М розчину
3. У 5000 мл розчину розчинили 40 г натрій гідроксиду. Розрахувати молярну концентрацію розчину.
4. У 5000 мл розчину розчинили 40 г натрій карбонату. Розрахувати молярну концентрацію еквівалента розчину.

Приготування титрованих розчинів

Титрованими розчинами називаються розчини точно відомої концентрації.

1. *За точно взятою наважкою.* Беруть на аналітичних вагах точну наважку відповідної речовини, розчиняють її у мірній колбі і доводять об'єм розчину водою до мітки. Знаючи масу розчиненої речовини (m) і об'єм отриманого розчину (V), обчислюють його титр $T = \frac{m}{V}$ або молярну концентрацію еквівалента

$$C_{\text{екв}} = \frac{m}{M_{\text{екв}} \cdot V}$$

Титровані розчини, отримані таким чином, називаються *розчинами з приготуванням титром*, або стандартними (точними) розчинами. Їх застосовують у титриметрії як стандартні розчини для кількісного визначення тих чи інших речовин і для встановлення титрів інших розчинів.

Описаний спосіб приготування титрованих розчинів не можна застосовувати для приготування титрованих розчинів таких речовин, як HCl, NaOH і т. д. Дійсно, точна концентрація водних розчинів HCl завжди невідома. Отже, навіть взявши точну наважку цього розчину, не можна розрахувати, скільки грамів гідроген хлориду вона містить. Те ж саме відноситься і до NaOH, який поглинає з повітря CO₂ і пари води, внаслідок чого його маса змінюється. Тому кількість NaOH у взятій наважці також не буде точно відома.

З цих прикладів випливає, що описаним вище способом можна готувати титровані розчини тільки тих речовин, які задовольняють таким *вимогам*:

а) *Речовина має бути хімічно чиста*, тобто не повинна містити сторонніх домішок у таких кількостях, які можуть вплинути на точність аналізу (не більше 0,05-0,1%).

б) *Склад речовини повинен строго відповідати формулі.* Наприклад, кристалогідрати повинні містити рівно стільки води, скільки відповідає їх формулам.

в) *Речовина має бути хімічно стійкою (при зберіганні і в твердому вигляді, і в розчині),* бо інакше легко порушується відповідність її складу формулі, про яку говорилося вище.

г) *Бажана велика молярна маса еквівалента речовини,* що дозволяє збільшити точність встановлення молярної концентрації еквівалента розчину.

Речовини, що задовольняють зазначеним вимогам називаються *вихідними* або *стандартними*, оскільки користуючись ними, встановлюють титри всіх інших речовин.

2. *З фіксаналу.* Для отримання титрованих розчинів на практиці часто користуються наявними у продажу «фіксаналами». Вони являють собою запаєні в скляну ампулу точно зважені кількості різних твердих речовин або точно відміряні об'єми титрованих розчинів, необхідні для виготовлення 1 л розчину точно відомої нормальності, наприклад 0,1 н., 0,05 н. і т.д. Приготування титрованого розчину фіксаналу зводиться до того, щоб кількісно перенести вміст ампули в мірну колбу ємністю 1 л, після чого розчинити речовину і отриманий розчин довести до мітки водою. Для перенесення речовини з ампули в мірну колбу в горло мірної колби вставляють лійку, оснащену вістряем, об яке пробивають тонке дно попередньо ретельно вимитої ампули. Щоб повністю видалити з ампули речовину, далі пробивають загостреною скляною паличкою стінку ампули в заглибленні, що знаходиться у верхній її частині. Через утворений отвір ретельно ополіскують середину ампули струменем води з промивалки, промивають лійку і, видаливши її, доводять об'єм рідини в колбі водою до мітки.

Приготування розчинів із встановленим титром

За приблизною наважкою. Якщо речовина не задовольняє перерахованим вимогам до вихідних (стандартних) речовин, то спочатку готують її розчин приблизно потрібної молярної концентрації еквівалента. Паралельно з цим готують титрований розчин якої-небудь підходящої вихідної речовини. Далі один

з розчинів відтитровують іншим і, знаючи концентрацію розчину вихідної речовини, обчислюють точну концентрацію приготованого розчину.

Наприклад, концентрацію розчину NaOH встановлюють в результаті титрування ним розчину оксалатної кислоти. Ця кислота може бути отримана хімічно чистою і строго відповідати своїй формулі $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ шляхом перекристалізації. Відповідно до цього концентрацію її розчину знаходять діленням величини точної наважки на об'єм розчину і молярну масу еквіваленту.

Титровані розчини, концентрацію яких знаходять (як для NaOH) в результаті титрування або ваговим аналізом розчину, називаються *стандартизованими розчинами*, розчинами з встановленим титром, іноді їх називають «робочими» розчинами.

Звідси ясно, яке велике значення мають у титриметричному аналізі вихідні речовини. Чим краще вони відповідають перерахованим вище вимогам, тим точніше можуть бути встановлені концентрації «робочих» розчинів (тобто титрованих розчинів, що застосовуються при визначеннях) і тим менше буде похибка цих визначень.

Концентрацію робочих розчинів не завжди встановлюють за вихідними речовинами. Наприклад, встановити концентрацію розчину NaOH можна також шляхом титрування його розчином HCl, концентрація якого встановлена за відповідною вихідною речовиною. Такий метод зручний у тому відношенні, що при ньому зменшується число вихідних речовин і, отже, економиться час, що витрачається на їх очищення. Проте він менш точний, тому що похибки, що допускаються при встановленні окремих концентрацій, при цьому сумуються.

Мірний посуд, що використовують у титриметричному аналізі

Важливими умовами при виконанні титриметричного аналізу є вміння виготовляти робочі розчини точно відомої концентрації, правильне встановлення точки еквівалентності, правильний вибір а індикатора, а також вміння точно вимірювати об'єми розчинів, які витрачаються на титрування.

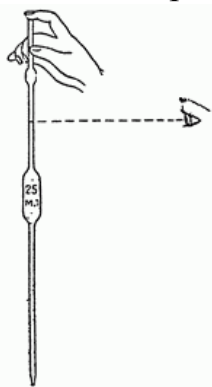
Для точного вимірювання об'ємів розчинів у титриметричному аналізі використовують мірні колби, піпетки і бюретки. Кожний з цих видів посуду має цілком певне призначення.

Точний вимірювальний посуд

Мірні колби – це колби з довгими шийками, на яких є риска, що відповідає об'єму колби. На шийці колби позначено її місткість, яка відповідає дійсності при 20°C. Мірні колби різної місткості використовують для приготування розчинів. Наважку вихідної речовини розчиняють в стакані або обережно переносять у мірну колбу. Старанно промивають стакан, наливають обережно воду у колбу до риски на шийці. Останні порції води треба добавляти дуже обережно, поки нижній меніск рідини в колбі торкнеться риски. Для цього зручно користуватися піпеткою або крапельницею. При спостереженні рівня меніска око спостерігача повинно бути на одному рівні з рискою колби. Довівши об'єм розчину до риски, колбу закривають корком і ретельно перемішують розчин.

З колби розчин для титрування відбирають піпеткою. Об'єм розчину, який відбирають піпеткою називають аліквотою (аліквотний об'єм).

Піпетки призначені для відбирання певного об'єму розчину і відповідно до цього калібровані на виливання. Піпетка з поділками, нанесеними по всій її довжині (градуйована піпетка), не зовсім точна, використовується для приблизного відмірювання розчинів. Більш точними є піпетки з розширенням, які мають на тонкій шийці одну риску (піпетки Мора). Найбільш поширені піпетки Мора місткістю 5, 10, 20, 25 і 50 мл. Втягують розчин у



піпетку за допомогою дозатора або гумової груші трохи вище поділки, знімають дозатор або грушу і закривають отвір піпетки вказівним пальцем. Зайвий розчин виливають, обережно зменшуючи тиск пальця на отвір піпетки і доводять нижній меніск розчину до лінії поділки. При цьому поділка на шийці піпетки має бути на рівні очей.

При виливанні розчину кінчик піпетки повинен торкатися до стінок посудини, щоб розчин не розбризкувався. Не слід видувати розчин, який залишився у кінчику піпетки.

Бюретки призначені для титрування – повільного додавання робочого розчину до розчину досліджуваної речовини. Бюретка являє собою скляну трубку з краном або гумовою трубкою і нанесеними по всій її довжині поділками. Бюреткою

можна вимірювати об'єми з точністю до 0,02 мл.

Неточний вимірювальний посуд

Мірні циліндри не призначені для точного вимірювання об'ємів. Тому їх використовують лише для відмірювання об'ємів будь-яких додаткових реактивів, а також під час приготування розчинів методом приблизної наважки.

Для титрування використовують *конічні колби (кóлби Ёрленмéсра)* які мають плоске дно, конічний корпус і циліндричне горло. Колба названа за іменем німецького хіміка Еміля Ерленмеєра, який створив її в 1861 р.

Колба Ерленмеєра зазвичай має бічні риски - градування, щоб бачити приблизний об'єм, а також має пляму з заґрунтованого скла або із спеціальної грубої білої емалі, на якій можна зробити позначку олівцем. Вона відрізняється від лабораторної склянки конічною формою і вузьким горлом.

В *мірних стаканах* можна зважувати кристалічні речовини, відміряти воду для промивання піпеток і бюреток.

Правила виконання розрахунків за результатами вимірювань

Експериментальні дані та результати розрахунків у хімічному аналізі прийнято виражати лише *значущими цифрами*. Значущими називають усі достовірно відомі цифри плюс перша з недостовірних. Тому результати слід заокруглювати до першої недостовірної цифри.

Якщо за першою недостовірною цифрою слідує цифра 5, то результат заокруглюють до найближчого парного числа. Наприклад, число 10,245 слід заокруглити до 10,24, а число 10,255 — до 10,26.

Рекомендується заокруглювати кінцевий результат після виконання всіх арифметичних дій.

Нулі, що стоять на початку числа, завжди не значущі і лише вказують на місце коми в десятковому дробі. Наприклад, число 0,0002 містить лише одну значущу цифру. Нулі, що стоять між цифрами, завжди значущі. Наприклад, у числі 0,306 є три значущі цифри. Нулі в кінці числа можуть бути значущими та не значущими. Наприклад, у числі 4000,0 п'ять значущих цифр. Нулі в кінці цілого числа можуть означати значущу цифру, а можуть вказувати на порядок величини. Наприклад, у числі 70 значущих цифр може бути одна (7) або дві (7 та 0). У таких випадках з

метою запобігання невизначеності слід представити число у *нормальному вигляді*, тобто у вигляді добутку числа, яке містить лише значущі цифри, на 10^n , де n – так званий *порядок* числа. Наприклад, якщо в числі 600 одна значуща цифра, то його слід записати як $6 \cdot 10^2$, якщо три — $6,00 \cdot 10^2$.

Надалі нулі в кінці числа вважаємо значущими, а *порядок* числа вказуватимемо, використовуючи його нормальний вигляд.

Додавання і віднімання. Значимість суми або різниці визначається значимістю числа з *найменшою кількістю десяткових знаків*. Так, при додаванні чисел 28,3; 5,1 та 0,46 значимість суми визначається недостовірністю числа 5,1, тому її значення 33,88 слід заокруглити до десятих: 33,9.

Числа, які містять степені, перетворюють, зводячи показники степенів доданків до *найбільшого*. Наприклад, при додаванні чисел $6,0 \cdot 10^{-2}$ і $2,5 \cdot 10^{-3}$ їх потрібно звести до чисел одного (другого) порядку, тобто представити як $6,0 \cdot 10^{-2}$ і $0,25 \cdot 10^{-2}$. Найменшу кількість десяткових знаків (один) має перший доданок. Тому в результаті ($6,25 \cdot 10^{-2}$) слід залишити один десятковий знак: $6,2 \cdot 10^{-2}$.

Множення та ділення. Для оцінки значимості добутку (або частки) зазвичай користуються таким правилом: *кількість значущих цифр* у добутку чисел (або частці) визначається їх кількістю у числі з *найменшою 7 кількістю значущих цифр*. Наприклад: $2,56 / 2,3 = 1,1130 \approx 1,1$; $0,004 / 2,34 = 0,01709... \approx 0,02$; $2,4$

Піднесення до степеня. При піднесенні числа до степеня відносна недостовірність результату збільшується у число разів рівне показнику степеня. Наприклад, при піднесенні до квадрату вона подвоюється, до кубу – потроюється. Кількість значущих цифр при піднесенні до квадрату не збільшується. Наприклад: $1,22 = 1,44 \approx 1,4$.

Отримання квадратного кореня. Відносна недостовірність результату отримання кореня вдвічі менша відносної недостовірності підкореневого виразу, тому в деяких випадках після отримання кореня кількість значущих цифр збільшується. Наприклад, $2,00 = 1,414$. В отриманому результаті недостовірним є третій знак після коми (відносна недостовірність числа 2,00 становить $1 \cdot 10^{-2}$, а результату – $1 \cdot 10^{-2/2} \approx 0,005$). Значущих десяткових знаків у результаті на один більше, ніж у підкореновому виразі.

Логарифмування. При логарифмуванні кількість значущих цифр у дробовій частині мантиси (кількість *значущих десяткових знаків*) дорівнює кількості *значущих цифр* у не степеневій частині числа, що стоїть під знаком логарифма. Наприклад, $\lg 0,1 \cdot 10^{-2} = -3,0$ (один значущий десятковий знак), $\lg 0,10 \cdot 10^{-2} = -3,00$ (два значущі десяткові знаки), $\lg 3,13 \cdot 10^{-2} = -1,504$. Абсолютна недостовірність логарифма приблизно в 2,5 рази менша відносної недостовірності числа під логарифмом. Наприклад, якщо логарифм відомий з точністю $1 \cdot 10^{-2}$, то відносна похибка величини під знаком логарифма не менша, ніж $2,5 \cdot 10^{-2}$. При розрахунку антилогарифмів у не степеневій частині результату *залишають стільки значущих цифр, скільки значущих десяткових знаків було у виразі під знаком антилогарифма (у показнику степеня)*. При цьому кількість значущих цифр зазвичай зменшується. Наприклад, $\text{ant}\lg 10,23 = 10^{10,23} = 1,698 \dots \cdot 10^{10} \approx 1,7 \cdot 10^{10}$; $\text{ant}\lg (-5,7) = 10^{-5,7} = 1,995 \dots \cdot 10^{-6} \approx 2 \cdot 10^{-6}$ (*Примітка: жирним шрифтом виділено значущі цифри*).

Під час проведення хімічного аналізу не обмежуються одиничним визначенням, а виконують, як правило, декілька паралельних визначень для одного й того ж зразка за однакових умов. Середній результат паралельних визначень називається результатом аналізу і позначається $\bar{x}$ або $\bar{c}$. Відхилення результату аналітичного визначення від істинного значення (μ) вимірюваної величини називається похибкою визначення.

За характером та походженням похибки поділяють на три групи:

- 1) **промахи** - це грубі похибки, які значно змінюють результат аналізу. Причиною промахів є порушення методики аналізу, некомпетентність аналітика та недбалість у роботі. Промахи практично не можливо виправити;
- 2) **випадкові похибки** - невизначені за знаком і величиною і практично не передбачені. Ці похибки можуть бути компенсовані додатковим числом паралельних визначень. Випадкові похибки впливають на **відтворюваність** аналітичного визначення. Відтворюваність характеризує ступінь наближення результатів одиничних визначень або ж відхилення окремих результатів відносно середнього арифметичного. Відтворюваність встановлюють за допомогою статистичної обробки результатів визначень;

3) **систематичні похибки** - постійні за знаком і приблизно однакові за величиною. Ці похибки можуть бути передбачені і попереджені за допомогою порівняння результатів аналізу кількома різними методами, використання стандартних зразків (еталонів).

Для встановлення похибки визначення (вимірювання) розраховують *абсолютну і відносну похибку визначення (вимірювання)*.

Абсолютна похибка Δ визначається як різниця між справжнім результатом x (дає викладач) та одержаним значенням y : $\Delta = x_{\text{спр}} - y_{\text{знайд.}}$

Відносна похибка розраховується як відношення абсолютної похибки до

справжнього значення: $\alpha, \% = \frac{\Delta}{x_{\text{спр}}} \cdot 100\%$

Відносна похибка не має знака.

Експериментальна частина

Приготування 100 мл 0,1 н розчину КОН.

Робочий розчин КОН не можна приготувати шляхом безпосереднього розчинення точної наважки КОН (сполука не відповідає вимогам, поставленим до вихідних речовин), його концентрацію встановлюють додатково, тому наважку КОН беруть на технічних терезах, а розчин готують у мірному циліндрі.

Приготування розчину КОН.

1. Для приготування 100 мл 0,1 н розчину необхідно зважити $m = 0,1 \text{ л} \cdot 0,1 \text{ моль-екв/л} \cdot 56 \text{ г/моль-екв} = 0,56 \text{ г}$ КОН.

2. На технічних терезах зважте порожній стаканчик місткістю 50 мл. Для цього на ліву шальку вагів помістіть порожній стаканчик. На праву шальку вагів поставте різноважками (гирьками) приблизну масу стаканчика ($\approx 50 \text{ г}$). Поверніть ручку аретира і спостерігайте за рівновагою шальок вагів. Якщо ваги не врівноважені, змініть набір гирьок (додайте або заберіть). Після врівноваження вагів, запишіть масу стаканчика в лабораторний зошит.

3. В лабораторному зошиті розрахуйте масу стаканчика з необхідною наважкою лугу. Для цього до маси стаканчика додайте 0,5-0,6 г. Запишіть відповідь у відповідний рядок таблиці.

4. Розраховану масу виставте на праву шальку вагів різноважками. На ліву

шальку вагів поставте стаканчик і насипте кілька кристалів КОН. Включивши ручку аретира вагів спостерігайте чи врівноважені обидві шальки. Якщо лугу мало, додайте в стакан ще кілька кристалів. Якщо лугу багато, обережно відсипте кристали із стакана.

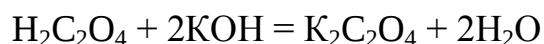
5. Після зважування КОН зніміть всі гирі із шальок вагів і приступайте до розведення.

6. В стаканчик із КОН, долийте близько півстаканчика дистилату і розмішуйте паличкою до повного розчинення лугу. Розчин переліть в мірний циліндр місткістю 100 мл, ополосніть стаканчик дистилатом і приєднайте цю воду до розчину в циліндрі. Доведіть об'єм розчину в циліндрі до 100 мл і перенесіть у попередньо підготовлену склянку.

Маса порожнього стаканчика, г	
Маса стаканчика з КОН, г	
Маса наважки КОН, г	

Приготування 100 мл 0,1 н розчину вихідної речовини оксалатної кислоти.

Для стандартизації робочого розчину лугу як вихідну речовину використовують оксалатну кислоту. Реакцію, що відбувається при взаємодії розчинів оксалатної та натрій гідроксиду, можна записати так:



Як видно з приведенного рівняння реакції, молярна маса еквівалента оксалатної кислоти дорівнює: $\frac{1}{2} M(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = \frac{1}{2} \cdot 126 = 63 \text{ г/моль-екв.}$

1. Таким чином, для приготування 250 мл 0,1 н розчину оксалатної кислоти необхідно зважити $m = 0,1 \text{ л} \cdot 0,1 \text{ моль-екв/л} \cdot 63 \text{ г/моль-екв} = 0,63 \text{ г}$ кристалогідрату $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

2. Зважте спочатку стаканчик на технічних вагах, а потім на аналітичних терезах. Запишіть масу стаканчика на технічних вагах із 2 цифрами після коми і на аналітичних вагах із 4 цифрами після коми в лабораторний зошит.

3. В лабораторному зошити розрахуйте масу стаканчика з необхідною наважкою оксалатної кислоти. Для цього до маси стаканчика на аналітичних вагах додайте 0,6-0,7 г. Запишіть відповідь у відповідний стовпчик таблиці – «Маса стаканчика з кислотою на технічних терезах».

4. Поставте стаканчик на аналітичні ваги, насипте в нього приблизно 0,6 – 0,7 г оксалатної кислоти і зважте стаканчик з оксалатною кислотою При зважуванні на аналітичних терезах сіль в стаканчик не досипайте і не відсипайте з нього.

5. Запишіть масу стаканчика із кислотою на аналітичних вагах в лабораторний зошит із 4 цифрами після коми.

6. Розрахуйте масу кислоти на аналітичних вагах. Для цього від маси стаканчика з кислотою на аналітичних вагах відніміть масу порожнього стаканчика на аналітичних вагах. Відповідь запишіть у відповідний стовпчик таблиці з точністю 4 цифри після коми.

7. До наважки оксалатної кислоти у стаканчику додайте приблизно половину стаканчика дистилату і розмішуйте чистою паличкою до повного розчинення солі. Одержаний розчин кількісно перенесіть у мірну колбу місткістю 100 мл. Для цього у попередньо вимиту і ополіснуту дистилатом мірну колбу вставте лійку, обережно, щоб не впала краплина розчину з палички, перенесіть її в лійку і, торкаючись носиком стаканчика палички, переливайте розчин із стаканчика в мірну колбу. Паличку перенесіть у стаканчик, ополосніть її та стаканчик і так само перенесіть промивні води у мірну колбу. Ополіскування стаканчика проведіть двічі. Розчин доведіть у колбі до мітки (за нижнім меніском), обережно краплинами доливаючи дистилат. Закривши колбу пробкою, перемішайте розчин і перенесіть його в підготовлену склянку, *попередньо прополоскавши її 5-10 мл одержаного розчину оксалатної кислоти.*

8. Розрахуйте концентрацію (моль екв/л) стандартного розчину оксалатної кислоти за формулою:

$$C_{екв} = \frac{m_{кислоти}}{V_{заг} \cdot M_{екв.кислоти}} = \underline{\hspace{10cm}}$$

Розраховану концентрацію робочого розчину (точність 4 цифри після коми) оксалатної кислоти запишіть на етикетці склянки. Результати зважувань і розрахунків запишіть у таблицю:

Маса стаканчика на технічних терезах, г	Маса стаканчика на аналітичн. терезах, г	Маса стаканчика з кислотою на технічних терезах, г	Маса стаканчика з кислотою на аналітичн. терезах, г	Маса кислоти, г	$C_{\text{екв}} \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$, моль екв/л

Встановлення концентрації розчину КОН. Для цього в три колби Ерленмеєра внесіть піпеткою Мора по 10 мл розчину оксалатної кислоти, додайте по 2-4 краплини розчину фенолфталеїну і титруйте розчином КОН з бюретки до появи блідо рожевого забарвлення у колбі.

Одержавши три близьких значення об'єму КОН, розрахуйте середнє значення об'єму, що пішов на титрування $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$, розрахуйте концентрацію розчину КОН за формулою:

$$C_{\text{КОН}} = \frac{C_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4} \cdot V_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4}}{V_{\text{NaOH(сер)}}} =$$

Розраховану концентрацію КОН (з точністю 4 цифри після коми) запишіть на етикетці відповідної склянки.

№ п/п	Аліквота $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$, мл	Об'єм КОН, мл	Середній об'єм КОН, мл	Концентрація КОН, моль екв/л
1				
2				
3				

Дата виконання

Підпис викладача

МОДУЛЬНА РОБОТА № 1 «Особливості та хімічний склад об'єктів довкілля»

Розподіл балів за рівнями:

Рівень	Формат завдань	Кількість завдань	Максимальна кількість балів	
			За кожне завдання	За всі завдання
I	Тестове завдання	5	4	20
II	Практичне завдання	2	10	20
III	Задачі	2	15	30
IV	Теоретичні завдання	2	15	30
Всього		11		100

Кожен варіант контрольної роботи містить два практичних завдання, два теоретичних завдання, дві розрахункові задачі та п'ять тестових завдань з одним

варіантом правильної відповіді. Теоретичне питання вимагає від студента повної відповіді з прикладами і рівняннями всіх можливих хімічних реакцій. Оцінюється у 10 балів. Розрахункові задачі оцінюються у 15 балів кожна. За кожну правильну відповідь до тесту студент отримує 4 бали.

Контрольна робота вважається виконаною, якщо студент отримав не менше 61% від максимально можливих балів.

Теоретичні питання.

1. Дати загальну характеристику природних компонентів атмосфери землі.
2. Дати поняття та характеристику парникового ефекту.
3. Метан у атмосфері, його вплив на парниковий ефект
4. Розкрити склад і будову компонентів атмосфери землі.
5. Дати загальну характеристику природних компонентів ґрунтів.
Охарактеризувати органічний та неорганічний склад ґрунтів та донних відкладень
6. Дати поняття про основні індивідуальні показники хімічного складу природних вод. Морські та океанські води
7. Підземні води та їх хімічний склад
8. Тверді адсорбенти для вловлювання газів
9. Причини забруднення природних вод сільськогосподарськими господарствами
10. Дати поняття про гігроскопічну воду ґрунтів, про обмінну поглинальну здатність ґрунтів
11. Дати загальну характеристику хімічного складу підземних природних вод
12. Дати поняття про органічні забруднювачі
13. Фотохімічні процеси атмосфери
14. Вплив наземного, водного і повітряного транспорту на навколишнє середовище
15. Правило відбору проб природних вод і ґрунтів. Їх зберігання і транспортування.
16. Методи концентрування водних зразків
17. Основні консерванти та їх характеристика
18. Статистична обробка результатів аналізу
19. Шляхи альтернативної енергетики

20. Способи знезараження та утилізації твердих та рідких відходів
21. Продукція та забруднюючі речовини виробництв різних галузей
22. Добування корисних копалин та забруднення навколишнього середовища

Задачі

1. Розрахуйте масову частку NaCl в розчині, якщо на титрування 20,88 мл цього розчину витрачено 20,76 мл 0,09830 н розчину $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$. Обґрунтуйте вибір індикатору.
2. Скільки г KCl міститься в 250,00 мл розчину, якщо на титрування 25,00 мл його витрачено 34,00 мл 0,1050 н розчину AgNO_3 ? Який метод аналізу був застосований?
3. Чому дорівнює молярна маса еквівалента H_3PO_4 в реакції: $\text{H}_3\text{PO}_4 + 2\text{NaOH} = \text{Na}_2\text{HPO}_4 + 2\text{H}_2\text{O}$
4. Скільки мілілітрів 0,2 н розчину HCl було витрачено на титрування 20 мл розчину натрій гідроксиду з титром 0,00564 г/мл?
5. Яку наважку бури ($M_{\text{бури}}=381,42$ г/моль) необхідно взяти для приготування 500 мл 0,1 н розчину ?
6. Який об'єм HCl необхідно взяти для приготування 250 мл 0,1 н розчину ($w_{\text{HCl}} = 38\%$, $\rho = 1,19$ г/см³)
7. Наважку 0,1032 г натрій карбонату обробили 50 мл 0,095 н розчином HCl, надлишок кислоти відтитрували 23,8 мл 0,1223 н натрій гідроксиду. Розрахувати вміст домішок в натрій карбонаті.

Оцініть правильність тверджень так (+), ні (-)

1. Кислий характер природних вод обумовлений наявністю у них розчиненого вуглекислого газу
2. Аргентометричний аналіз дозволяє визначати твердість природної води
3. Гігроскопічну воду ґрунту визначають методом висушування наважки ґрунту в сушильних шафах при температурі 100-105 °С.
4. Висушування осадів та ґрунтів проводять в сушильних шафах
5. Атмосферне повітря менше забруднене у горах та над морями і океанами.
6. Лужний характер природних вод обумовлений наявністю у ній розчиненого вуглекислого газу.

7. Твердість природної води обумовлена наявністю у ній солей Феруму і Магнію.
8. Концентрування – це фізико-хімічний процес збільшення концентрації речовин шляхом фільтрування розчину
9. Грунтом називається природне тіло яке складається тільки з твердої частини
10. Основною продукцією енергетичної промисловості є скло та пісок
11. Підзолистий піщаний, підзолистий суглинний, лісостеповий суглинний – це різні типи ґрунтів.

Практичні завдання

1. Навести методику виконання одного з етапів підготовки проби для аналізу
2. Навести методику приготування будь-якого розчину для виконання хімічного аналізу
3. Навести методику визначення органолептичних властивостей природних вод.

Модуль 2. Методи хімічного аналізу об'єктів довкілля

В аналітичній хімії існують *методи розділення і методи визначення*. Основною метою *методів розділення* є головним чином відділення заважаючих компонентів або виділення досліджуваного компонента у вигляді, здатному до кількісного *визначення*. Досить часто визначення досліджуваного компонента проводять без попереднього відділення.

В залежності від маси речовини, яку використовують, *якісному аналізу* розрізняють такі методи: макро-, мікро, напівмікроаналіз. В *макрометодах* для аналізу потрібно 0,1 г речовини і більше, *напівмікрометодах* 0,1-0,01 г, *мікрометодах* 0,01- 10^{-3} г, *ультрамікрометодах* 10^{-6} і *субмікрометодах* 10^{-9} г..

В *макроаналізі* досліджують достатньо великі кількості речовин (0,5-1 г) або 20-50 мл розчинів. Реакції проводять в пробірках, хімічних стаканах або колбах. Осади відокремлюють від розчинів за допомогою паперових фільтрів.

В *мікроаналізі* мають справу з кількостями в 100 разів меншими ніж в макроаналізі, тобто з 0,1-0,01 г або з десятими долями мілілітра. Реакції виконують *мікрокристалоскопічним* або *крапельним* методом. Під час аналізу *мікрокристалоскопічним методом* реакції проводять на предметному склі і про присутність досліджуваного іона (елемента) свідчить утворення кристалів певної форми, які розглядаються під мікроскопом.

В *крапельному методі* використовують реакції, що супроводжуються зміною забарвлення розчину або утворенням забарвлених осадів. Реакції проводять на смужці фільтрувального паперу, наносячи на неї в певній послідовності досліджуваний розчин і реагент.

Крапельні реакції дуже чутливі (до $1 \cdot 10^{-7}$ г). Для проведення аналізу беруть краплю досліджуваного розчину, наносять її на клаптик фільтрувального паперу і додають краплю реактиву. На папері з'явиться забарвлена пляма, навколо якої розміщена волога зона безбарвного розчину. В основу цього методу покладено капілярно-адсорбційні властивості фільтрувального паперу. Забарвлені зони утворюються завдяки різній здатності іонів адсорбуватись одним і тим самим реактивом. Ближче до центра забарвленої плями розміщуватимуться найменш розчинні сполуки. Наприклад, цим методом можна виявити катіони Алюмінію за наявності інших іонів. На смужку фільтрувального паперу наносять по краплі досліджуваного розчину і реактиву $K_4[Fe(CN)_6]$, який не взаємодіє з іонами Al^{3+} , зате утворює важкорозчинні сполуки з іншими іонами d-елементів. Обробивши папір випарами амоніаку, а периферію плями — алізарином, дістанемо характерне рожеве забарвлення, що свідчить про наявність катіонів Алюмінію.

Мікрокристалоскопічний аналіз має переваги перед попередніми методами за специфічністю й чутливістю, яка для окремих речовин досягає 0,1 мкг. Однак проведення мікрокристалоскопічних реакцій потребує особливої акуратності й ретельності. Виконують їх на предметному склі, яке заздалегідь добре миють і висушують, оскільки домішки можуть змінити форму кристалів.

Для проведення мікрокристалоскопічної реакції краплю досліджуваного розчину наносять на предметне скло, а поруч вміщують краплю реактиву. Після цього чистою скляною паличкою з'єднують обидві краплі. Швидкість утворення кристалів залежить від концентрації розчину, об'єму досліджуваної краплі, наявності домішок. Іноді рекомендують випарювати краплі, але лише до утворення облямівки. Далі предметне скло охолоджують і розглядають форму кристалів під мікроскопом. *Напівмікроаналіз* займає проміжне місце між макро- і мікроаналізом. Кількість досліджуваної речовини складає 50 мг твердої речовини або 1 мл розчину.

Група	Катіони	Груповий реагент	Розчинність сполук
I	NH_4^+ , K^+ , Na^+ , Mg^{2+} .	Немає	Сульфідни, карбонати*, хлориди та гідроксиди* розчинні у воді
II	Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} .	$(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, $\text{NH}_3 + \text{NH}_4\text{Cl}$ $\text{pH}=9,25$	Карбонати, не розчинні у воді
III	Al^{3+} , Cr^{3+} , Fe^{3+} , Fe^{2+} , Mn^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Zn^{2+}	$(\text{NH}_4)_2\text{S}$, $\text{NH}_3 + \text{NH}_4\text{Cl}$ $\text{pH} = 9,25$	Сульфідни, не розчинні у воді**, але розчинні в розведених кислотах
IV	Підгрупа Купруму: Cu^{2+} , Cd^{2+} , Hg^{2+} і Bi^{3+} Підгрупа Арсену: As(III) , As(V) , Sb(III) і Sb(V) , Sn(II) і Sn(IV)	H_2S , HCl , $\text{pH} = 0,5$	Сульфідни, не розчинні у воді і розведених кислотах
V	Ag^+ , Hg_2^{2+} , Pb^{2+} .	HCl	Хлориди, не розчинні у воді і розведених кислотах

* - за виключенням Mg^{2+} , ** - сульфідни Cr^{3+} і Al^{3+} розкладаються водою.

Способи проведення якісного аналізу

1. *Дробний* – відкриття іонів за допомогою специфічних реакцій, коли усунути всі інші іони, що заважають виявленню.

2. *Систематичний* – відкриття іонів за допомогою послідовно виконаних хімічних реакцій з використанням групового, селективних та специфічних реактивів після видалення заважаючих іонів.

Практикум з якісного хімічного аналізу виконується, напівмікрометодом. Розподіл катіонів на аналітичні групи проводиться згідно з сульфідною класифікацією, запропонованою М.О.Меншуткіним ще в 1871 році. В основі поділу катіонів на аналітичні групи в цьому методі лежить різна розчинність сульфідів катіонів в залежності від рН середовища. Відповідно до цієї класифікації катіони поділяються на 5 аналітичних груп:

Розподіл аніонів на групи оснований на різній здатності їх осаджуватись барій- і аргентум-катіонами.

Це найбільш вживана нині класифікація, за якою аніони поділяються на три групи.

Група	Аніони	Груповий реагент	Розчинність сполук
I	SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , CO_3^{2-} , PO_4^{3-} , SiO_3^{2-}	$BaCl_2$	Сульфати, не розчинні у воді
II	Cl^- , Br^- , I^- , S^{2-}	$AgNO_3$	Галогеніди і сульфід, не розчинні у воді
III	NO_3^- , NO_2^- , CH_3COO^-	Немає	Солі, розчинні у воді

Алгоритм характеристики катіона

1. Належність до аналітичної групи
2. Забарвлення у розчині. Ступінь окиснення.
3. Груповий реактив, хімізм його дії.
4. Розчинність солей у воді.
5. Здатність солей до гідролізу, комплексоутворення.
6. Окисно-відновні властивості.
7. Реакції ідентифікації (хімізм, аналітичний ефект).

Лабораторне заняття № 4 (4год)

Тема заняття. Катіони I-II аналітичних груп

План заняття.

1. Вивчення якісних реакцій катіонів I і II аналітичних груп.
2. Оформлення досліджень у вигляді таблиць

Критерії оцінювання

№ заняття:	Кількість балів за кожен вид роботи	Вид роботи:										Сумарна кількість балів
		ТП	ДП	ПП	ПР	ОЗ	ТЗ	ІНДЗ	УО			
4		20	-	20	20	20	-	-	20			100

ТП – відповідь на теоретичні питання; ДП – демонстрація підготовленої презентації;
 ПП – презентація/ повідомлення; ПР – виконання практичного завдання; ОЗ – оформлення заняття; ТЗ – виконання тестових завдань; ІНДЗ – перевірка індивідуальних завдань; УО – участь в обговоренні.

Питання для самостійного вивчення

Підготувати доповідь на тему

1. Кислотно-лужна та аміачно-фосфатна аналітичні класифікації катіонів та їх оцінка.

2. Якісні реакції виявлення катіонів сухим способом.
3. Вимоги до якісних хімічних реакцій.
4. Умови виконання якісних реакцій
5. Класифікація хімічних реактивів (специфічні, селективні, групові)
6. Класифікація хімічних методів аналізу. Макро, напівмікро, мікроаналіз. Систематичний і дробний аналіз. Напівмікроаналіз та його застосування в аналітичній хімії.

Практичні завдання

7. Серед наведених сполук виписати окремо слабкі і сильні електроліти. Дати їм назви

HCl, HNO₃, NaOH, KOH, H₂S, HNO₂, Zn(OH)₂, H₂S, AlCl₃, H₂SO₄, Cu(OH)₂, CaO, H₂O, N₂O₅, Zn(NO₃)₂

8. Серед наведених сполук оберіть окремо класи неорганічних сполук: оксиди, кислоти, основи, солі. Написати дисоціацію двох слабких і двох сильних електролітів. CaSO₄, CO₂, H₂O, Mg(OH)₂, HClO₄, HIO₃, KHS, CH₃COOH, MnCO₃, NH₄OH, NO, P₂O₅, Fe(OH)₂, CuOHCl, Na₂CO₃

9. Поняття про водневий показник. Значення pH у розчинах кислот, основ і солей.

Рекомендована література

1. Кичкирук О.Ю. Аналітична хімія. Якісний та кількісний аналіз.- ЖДУ ім.І Франка, 2018. – 157 с.
2. Сегеда А.С. Аналітична хімія. Якісний аналіз. – К.: ЦУЛ.- 2002. – С. 10-43
3. Ф.Г.Жаровський, А.Т.Пилипенко, І.В.П'ятницький. Аналітична хімія. – К.: Вища школа. – 1982. С. 4-40
- 4.В.Н.Алексеев. Курс качественного химического полумикроанализа. – М.: Высшая школа. – 1973. С. 9-60
5. Ю.А. Клячко, С.А.Шапиро. Курс химического качественного анализа. - М.: Госхимиздат. -1960. С. 11-20

Катіони I аналітичної групи

Катіони I групи групового реагенту не мають. Усі катіони групи є стійкими до дії відновників. Лише амоній-катіон серед них здатний окиснюватись сильними окисниками. На катіони не діють кислоти, лише Mg²⁺ осаджується лугами і,

частково, розчином аміаку. На відміну від інших катіонів групи магній-катіон осаджується розчинними карбонатами з утворенням малорозчинної основної солі $\text{Mg}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$, однак в присутності солей амонію осад розчиняється:



Оскільки осадження катіонів II групи здійснюється в середовищі амонійного буферного розчину, Mg^{2+} при цьому не осаджується і тому віднесений до I групи.

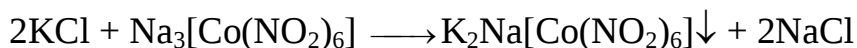
Усі гідратовані катіони I групи є безбарвними і дають кольорові сполуки лише із забарвленими аніонами (MnO_4^- , CrO_4^{2-} і ін.). Майже всі сполуки катіонів добре розчиняються у воді.

натрій(I) катіон Na^+

1. *Забарвлення полум'я.* Леткі сполуки натрію забарвлюють полум'я газового пальника в жовтий колір. Реакція є характерною на Na^+ , проте її успіх залежить від того, наскільки чітко і правильно проведене виконання досліду. Вушко металічної дротинки або графітовий стержень спочатку необхідно добре очистити. Для цього у пробірку наливають близько 0,5 мл концентрованого розчину HCl , опускають в нього вушко дротинки або графітовий стержень і прожарюють її в газовому полум'ї. Дію повторюють до тих пір, доки полум'я не буде безбарвним. Після цього змочують дротинку розчином, що містить натрій-катіон, і вносять в полум'я пальника. Катіони I групи не заважають виявити Na^+ цим способом. Результати будуть надійнішими, якщо спостерігати забарвлення полум'я через жовтий скляний світлофільтр.

калій(I) катіон K^+

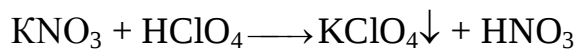
1. *Натрій гексанітритокобальтат(III)* в слабнокислому або нейтральному середовищі осаджує K^+ у вигляді жовтого кристалічного осаду:



Ця реакція є дуже чутливою. Навіть слаболужне середовище при виконанні досліду є недопустимим через розклад реактиву з утворенням темно-бурого осаду $\text{Co}(\text{OH})_3$. Реактив необхідно використовувати лише свіжовиготовленим, бо у водному розчині він поступово розкладається: внаслідок внутрішньомолекулярного окиснення-відновлення: Co^{3+} відновлюється нітрит-

аніоном до рожевого Co^{2+} . Серед катіонів I групи аналогічну сполуку утворює лише амоній-катіон, тому його необхідно попередньо видалити.

2. Дещо менш чутливим, проте більш селективним реагентом на K^+ є *перхлоратна кислота*:

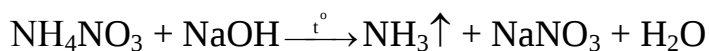


Білий кристалічний осад калій перхлорату є не дуже малорозчинним у воді, тому краще виявляти калій-катіон із попередньо зконцентрованих випаровуванням розчинів. Зменшити розчинність KClO_4 можна і додаванням спирту чи ацетону. Катіони I та II аналітичних груп не заважають виявленню K^+ перхлоратною кислотою.

3. *Забарвлення полум'я*. Калій-катіони забарвлюють полум'я газового пальника в фіолетовий колір. Заважаючого впливу інших катіонів при цьому можна уникнути, якщо проводити спостереження через фіолетовий світлофільтр. Виконання досліду слід проводити так само, як і при визначенні Na^+ .

амоній(I) катіон NH_4^+

1. Дія лугів. *Ідкі луги* при нагріванні з розчинами солей амонію виділяють аміак:



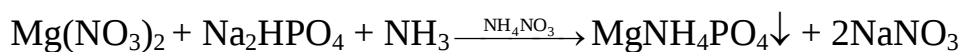
Аміак, що при цьому виділяється, можна виявити: за запахом, за посинінням червоного лакмусового папірця, змоченого дистильованою водою, або за почорнінням смужки фільтрувального паперу, змоченого розчином димеркурій(I) нітрату:

2. *Реактив Неслера*. Цей реактив (суміш $\text{K}_2[\text{HgI}_4]$ і KOH) утворює з катіонами амонію цегляно-бурий осад діїодидодимеркурамоній іодиду:

Реакція є дуже чутливою і придатною для виявлення NH_4^+ навіть при дуже малих його концентраціях. Виявленню амоній-катіона цим реактивом заважають катіони Hg^{2+} , Sn^{2+} , Sb^{3+} , які розкладають тетраїодидомеркурят, а також Fe^{3+} , Cr^{3+} , Co^{2+} , Cu^{2+} і Ni^{2+} , які утворюють з лугом реактиву кольорові осаді гідроксидів.

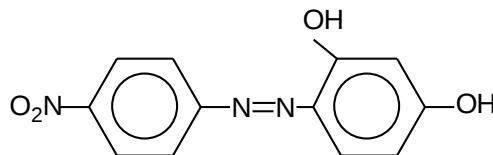
магній(II) катіон Mg^{2+}

1. *Натрій гідрофосфат* в присутності розчину аміаку і солей амонію осаджує магній-катіони у вигляді білого кристалічного осаду подвійної солі магній амоній фосфату:



Реакція є достатньо чутливою. Присутність аміаку необхідна для запобігання утворенню більш розчинного MgHPO_4 , а сіль амонію додають для запобігання утворенню аморфного осаду $\text{Mg}(\text{OH})_2$. Ця реакція можлива лише за відсутності катіонів II – V аналітичних груп.

2. *Магнезон I* (п-нітробензол- азорезорцин) в присутності магній-катіонів в лужному середовищі змінює забарвлення розчину або



осаду з фіолетового на синє. Механізм реакції оснований на адсорбції магній гідроксидом, який утворюється в лужному середовищі, органічного барвника, яка супроводиться зміною його забарвлення. Із катіонів I та II груп визначенню Mg^{2+} магнезоном I заважають лише амоній-катіони, які перешкоджають утворенню $\text{Mg}(\text{OH})_2$. Виконання досліду слід проводити з використанням “холостого” досліду. Для цього у пробірку вносять 2-3 краплини магнезону I, додають 1-2 мл (5-10 краплин) лугу, вміст пробірки збовтують і розділяють на дві частини. В одну з них вносять розчин, що містить Mg^{2+} , другу залишають для порівняння.

Катіони II аналітичної групи

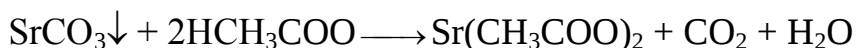
До другої аналітичної групи належать Ca^{2+} , Sr^{2+} та Ba^{2+} . Ці катіони є безбарвними, стійкими до дії окисників і відновників, малосхильними до комплексоутворення. Розчинними сполуками катіонів II групи є галогеніди (крім флуоридів), нітрати, нітрити, ацетати, обмежено розчинними – гідроксиди.

Груповим реактивом на катіони II групи є амоній карбонат, який при pH 9-9,2 осаджує їх у вигляді карбонатів.

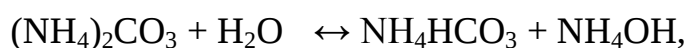
Ці осади розчиняються при насиченні води карбон діоксидом, бо при цьому переходять в гідрогенкарбонати:



Також карбонати катіонів II групи легко розчиняються в мінеральних та ацетатній кислотах:



Амоній карбонат у водному розчині помітно гідролізується:



внаслідок чого його розчин є сумішшю NH_4HCO_3 і NH_4OH , з якої осадження катіонів II групи стане не повним. Значить, щоб забезпечити повноту осадження карбонатів катіонів II групи, поряд з груповим реактивом слід вводити аміачний буферний розчин (розчин аміаку й розчин амонійної солі, наприклад, NH_4NO_3).

Повнота осадження катіонів II групи значно залежить і від температури. При тривалому зберіганні на холоді розчину амоній карбонату останній частково розкладається:

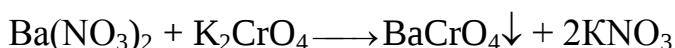


внаслідок чого знижується концентрація карбонат-аніонів. Нагрівання сприяє зсуву рівноваги вліво.

Отже, осадження катіонів II групи слід проводити амоній карбонатом в присутності аміачного буферного розчину при нагріванні до 80°C .

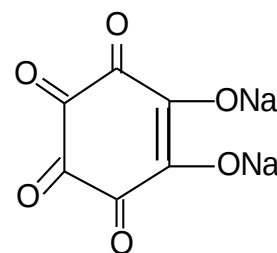
барій(II) катіон Ba^{2+}

1. Розчинні хромати осаджують Ba^{2+} у вигляді жовтого осаду:



Осад барій хромату розчиняється в сильних кислотах і, на відміну від стронцій і кальцій хроматів, не розчиняється в ацетатній кислоті. Отже, якщо осадження Ba^{2+} проводити в середовищі 2 н HCH_3COO , Sr^{2+} і Ca^{2+} виявленню барій-катіона не заважатимуть.

Осаджувати Ba^{2+} можна і дихромат-аніонами, але в цьому випадку для повноти осадження катіонів барію слід додавати розчинні ацетати.

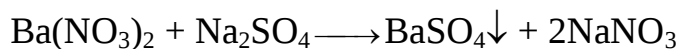


2. Досить специфічним реактивом на Ba^{2+} є *натрій родизонат*, який утворює з барій-катіонами червоний осад.

Осад не розчиняється навіть в 2 н HCl , проте розчиняється дією сульфатної кислоти. Виявлення барій-катіонів краще проводити краплинним методом. Для цього на фільтрувальний папір наносять краплину досліджуваного нейтрального або слабокислого розчину і краплину 0,1 %-ного розчину натрій родизонату. При наявності Ba^{2+} на фільтрі утворюється червона пляма, яка не зникає при нанесенні краплини 2 н розчину HCl . Sr^{2+} з родизонатом теж взаємодіє, утворюючи

оранжевий осад, але він розчиняється в 2 н HCl. Розчин натрій родизонату можна використовувати лише свіжоприготовленим.

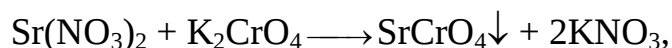
3. *Сульфатна кислота і розчинні сульфати* осаджують з розчинів, що містять барій-катіон, білий дрібнокристалічний осад:



Утворення BaSO_4 є чутливою реакцією на барій-іон, проте виявленню його цим способом заважають катіони Sr^{2+} і Ca^{2+} , які також утворюють нерозчинні сульфати.

стронцій(II) катіон Sr^{2+}

1. *Розчинні хромати.* Щоб виявити стронцій-катіон використовують реакцію осадження його у вигляді жовтого осаду стронцій хромату:

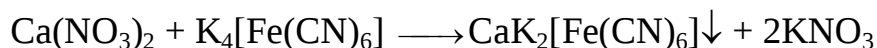


розчинного, на відміну від BaCrO_4 , в 2 н HCH_3COO . Дихромати Sr^{2+} не осаджують.

2. *Натрій родизонат* утворює з стронцій-катіонами осад оранжевого кольору SrC_6O_6 , який розчиняється (на відміну від барій родизонату) в 2 н HCl. Для виконання реакції на смужку фільтрувального паперу наносять краплину розчину натрій родизонату і краплину досліджуваного розчину. З'являється оранжеве забарвлення, яке зникає при нанесенні на нього краплини 2 н розчину HCl. Виявити за допомогою цієї реакції Sr^{2+} можна лише за відсутності в досліджуваному розчині барій-катіонів.

кальцій(II) катіон Ca^{2+}

1. *Калій гексаціанідоферат(II)* осаджує кальцій-катіони у вигляді білого кристалічного осаду подвійної солі:



В присутності амоній-катіонів утворюється менш розчинна потрійна сполука змінного складу. Реакцію виконують в присутності NH_4Cl , додаючи конц. розчин NH_3 і осаджуючи Ca^{2+} концентрованим розчином $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ при нагріванні до кипіння. Одержаний осад не розчиняється в ацетатній кислоті. Цим способом Ca^{2+} можна виявити в присутності стронцій-катіонів. Значні кількості Ba^{2+} заважають виявленню кальцій-катіонів, утворюючи аналогічний осад.

РЕАКЦІЇ КАТІОНІВ І АНАЛІТИЧНОЇ ГРУПИ

ЙОНИ ТА РЕАКТИВИ		СПОСТЕРЕЖЕННЯ	ХІМІЗМ РЕАКЦІЙ
Na ⁺	Калій гексанітрикобальтат	Жовтий осад (Свіжий реактив)	$2\text{KCl} + \text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6] =$ $\text{K}_2\text{Na}[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]\downarrow + 2\text{NaCl}$

РЕАКЦІЇ КАТІОНІВ II АНАЛІТИЧНОЇ ГРУПИ

ЙОНИ ТА РЕАКТИВИ		СПОСТЕРЕЖЕННЯ	ХІМІЗМ РЕАКЦІЙ
Sr^{2+} Ca^{2+} Ba^{2+}	груповий реактив	Білий осад	$\text{Ba}^{2+} + (\text{NH}_4)_2\text{CO}_3 = \text{BaCO}_3 + \text{NH}_4^+$ $\text{Ca}^{2+} + (\text{NH}_4)_2\text{CO}_3 = \text{CaCO}_3 + \text{NH}_4^+$ $\text{Sr}^{2+} + (\text{NH}_4)_2\text{CO}_3 = \text{SrCO}_3 + \text{NH}_4^+$

2. *Розведена сульфатна кислота.* Цю реакцію проводять на предметному склі, оскільки вона належить до мікрокристалоскопічних реакцій. Для виконання досліду на предметне скло наносять краплину досліджуваного розчину і краплину розведеної сульфатної кислоти. Цим способом Ca^{2+} можна виявити в присутності невеликих кількостей Sr^{2+} і Ba^{2+} , бо їх сульфати мають іншу форму. На відміну від стронцій- і барій-катіонів йони Ca^{2+} не осаджується сіллю амоній сульфатом завдяки утворенню комплексної солі $(\text{NH}_4)_2[\text{Ca}(\text{SO}_4)_2]$. Це дозволяє відділяти Ca^{2+} від катіонів стронцію і барію.

3. *Натрій родизонат* утворює з кальцій-катіонами осад жовтого кольору CaC_6O_6 , який розчиняється (на відміну від барій родизонату) в 2 н HCl . Для виконання реакції на смужку фільтрувального паперу наносять краплину розчину натрій родизонату і краплину досліджуваного розчину. З'являється жовте забарвлення, яке зникає при нанесенні на нього краплини 2 н розчину HCl . Виявити за допомогою цієї реакції Ca^{2+} можна лише за відсутності в досліджуваному розчині барій- і стронцій-катіонів.

Лабораторне заняття № 5 (4 год)

Тема заняття. Контрольний аналіз суміші катіонів I-II аналітичних груп

План заняття

- Отримати розчин невідомого складу та провести якісний аналіз на виявлення катіонів I-II аналітичних груп згідно наступної схеми.
- Одержані результати оформити за зразком

Критерії оцінювання

№ заняття:	Кількість балів за кожен вид роботи	Вид роботи:										Сумарна кількість балів
		ТП	ДП	ПП	ПР	ОЗ	ТЗ	ІНДЗ	УО	...	...	
5		10	-	-	25	25	-	30	10			100

ТП – відповідь на теоретичні питання; ДП – демонстрація підготовленої презентації; ПП – презентація/ повідомлення; ПР – виконання практичного завдання; ОЗ – оформлення заняття; ТЗ – виконання тестових завдань; ІНДЗ – перевірка індивідуальних завдань; УО – участь в обговоренні.

Контрольні питання для самостійного опрацювання

1. Які якісні реакції для виявлення катіонів K^+ ви знаєте? Написати реакції і зовнішній ефект.
2. Які катіони виявляють натрій родизонатом? Як проводиться така реакція? Який її зовнішній ефект?
3. В чому розчинні карбонати катіонів II аналітичної групи? Написати реакцію розчинення стронцій карбонату.
4. Реакції забарвлення полум'я. Який зовнішній ефект цих реакцій.
5. Дія калій хромату на катіони II аналітичної групи. Які катіони можна виявити?
6. Якими якісними реакціями виявляють амоній-катіон? Які заважаючі йони? Написати хімічні реакції.
7. Написати реакцію осадження катіонів барію груповим реагентом.
8. Які характерні реакції для виявлення натрій катіону ви знаєте. Який зовнішній ефект цих реакцій?
9. Що таке гіпс? Як він утворюється? Який катіон можна виявити утворенням гіпсу?
10. Які катіони можна виявити дією магнезону? Які умови проведення реакції?
11. Які органічні реагенти використовують для виявлення магній-катіонів? Які зовнішні ефекти цих реакцій?
12. Яка специфічна реакція на амоній катіон. Написати хімічну реакцію, який її зовнішній ефект?
13. Пояснити дію групового реагенту на катіони II аналітичної групи. Назвати умови його використання.
14. Дати характеристику катіонів I-II груп за алгоритмом.
15. Запропонувати хід аналізу суміші катіонів: а) Mg^{2+} та Ba^{2+} , б) K^+ та Ca^{2+} , в) NH_4^+ та Sr^{2+}

Рекомендована література

1. Сегеда А.С. Аналітична хімія. Якісний аналіз. – К.: ЦУЛ.- 2002. – С. 10-43
2. Ф.Г.Жаровський, А.Т.Пилипенко, І.В.П'ятницький. Аналітична хімія. – К.: Вища школа. – 1982. С. 4-40

Аналіз суміші катіонів I групи

Аналіз суміші катіонів I групи можна виконувати як дробним, так і систематичним методами аналізу.

Дробний метод аналізу суміші катіонів I групи

Аналіз суміші катіонів можна здійснювати дробним методом лише за дією найбільш специфічних реактивів. NH_4^+ виявляють дією реактиву Неслера, K^+ -хлоратної кислоти. Mg^{2+} можна виявити гідрогенфосфатом або хіналізарином, а Na^+ -лише за забарвленням полум'я газового пальника (спостереження проводити через жовтий світлофільтр).

Систематичний метод аналізу катіонів I групи

Його виконують шляхом попереднього додаткового відділення йонів один від одного осадженням у вигляді важкорозчинних сполук. *Для перевірки повноти видалення NH_4^+ з чашки відбирають 2-3 кристалики сухого залишку, розчиняють його в 1-2 мл дистилату і виконують пробу на амоній-катіон реактивом Неслера. У випадку неповного видалення амоній-катіонів прожарювання проводять далі.

**При відділенні йонів необхідно перевіряти повноту їх осадження. Для цього після приливання розчину осаджувача суміш центрифугують і до розчину над осадом у центрифужній пробірці додають ще 2-3 краплини осаджувача. Якщо осад над розчином більше не утворюється, досліджуваний йон осаджений повністю. В іншому випадку додають розчину осаджувача ще і, після центрифугування, знову перевіряють повноту осадження.

Аналіз суміші катіонів I – II аналітичних груп

Суміш катіонів I – II аналітичних груп найчастіше аналізують дробно-систематичним методом. Аналіз розпочинають з виявлення в окремих пробах NH_4^+ (реактивом Неслера), K^+ (хлоратною кислотою), Mg^{2+} (хіналізарином) і Ba^{2+} (хроматами чи дихроматами). Після цього осаджують II групу амоній карбонатом (в присутності NH_3 і NH_4Cl). Розчин аналізують на наявність катіонів I групи, як описано вище. Слід мати на увазі, що в цей розчин вже внесено NH_4^+ , тому про його наявність слід робити висновок тільки на основі попереднього виявлення. Осад карбонатів катіонів II групи розчиняють в 2 н HCH_3COO і аналізують за вже описаною схемою.

Результати аналізу суміші катіонів I-II аналітичних груп

Йон	Реактив	Спостереження	Висновок

Лабораторне заняття № 6 (4 год)

Тема заняття. Аналіз аніонів

План заняття. Провести і вивчити характерні якісні реакції на аніони, показати дію групових реактивів. Навчитися писати і складати рівняння окисно-відновних взаємодій

Критерії оцінювання

№ заняття:	Кількість балів за кожен вид роботи	Вид роботи:										Сумарна кількість балів
		ТП	ДП	ПП	ПР	ОЗ	ТЗ	ІНДЗ	УО	...	...	
6		10	-	10	30	25	15	-	10			100

ТП – відповідь на теоретичні питання; ДП – демонстрація підготовленої презентації;

ПП – презентація/ повідомлення; ПР – виконання практичного завдання; ОЗ – оформлення заняття; ТЗ – виконання тестових завдань; ІНДЗ – перевірка індивідуальних завдань; УО – участь в обговоренні.

Питання для самостійного вивчення

Теоретичні питання

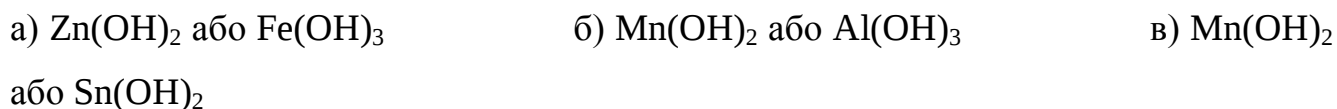
1. Поняття про окисно-відновні реакції. Визначення ступеня окиснення елемента у сполуці
2. Що таке окисник, що таке відновник. Приклади основних окисників і відновників.
3. Суть процесів окиснення, відновлення. Елементи-окисники та елементи-відновники. Їх розміщення у періодичній системі Д.І.Менделєєва.

Практичні завдання

1. Закінчити рівняння реакцій. Якого кольору утворені сполуки?



2. Навести рівняння реакцій, що підтверджують амфотерність одного з гідроксидів



3. Визначити ступені окиснення елементів у сполуках HClO , $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_3$, MnO_2 , Cl_2 , SnCl_2 , Na_2MnO_4 , $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2$, MnO_2 , Mn , I_2

4. Який з перелічених процесів є окисненням? Завершити напівреакції за участю електронів. а) $\text{Co}^{3+} \rightarrow \text{Co}^0$; б) $\text{Mn}^{2+} \rightarrow \text{Mn}^{4+}$; в) $\text{As}^{5+} \rightarrow \text{As}^{3+}$; г) $\text{Fe}^{3+} \rightarrow \text{Fe}^{2+}$.

5. Який з перелічених процесів є відновленням? Завершити напівреакції за участю електронів. а) $\text{Sn}^{2+} \rightarrow \text{Sn}^{4+}$; б) $\text{As}^{3+} \rightarrow \text{As}^{5+}$; в) $\text{Cu}^{2+} \rightarrow \text{Cu}^{1+}$; г) $\text{Bi}^0 \rightarrow \text{Bi}^{3+}$.

8. Який з перелічених процесів є окисненням? Завершити напівреакції за участю електронів. а) $\text{Cu}^{2+} \rightarrow \text{Cu}^{1+}$; б) $\text{Fe}^{3+} \rightarrow \text{Fe}^{2+}$; в) $\text{Bi}^0 \rightarrow \text{Bi}^{3+}$; г) $\text{Co}^{3+} \rightarrow \text{Co}^0$.

6. Який з перелічених процесів є відновленням? Завершити напівреакції за участю електронів. Завершити напівреакції за участю електронів. а) $\text{Mn}^{2+} \rightarrow \text{Mn}^{4+}$; б) $\text{Fe}^0 \rightarrow \text{Fe}^{2+}$; в) $\text{Co}^{3+} \rightarrow \text{Co}^0$; г) $\text{As}^{3+} \rightarrow \text{As}^{5+}$

Рекомендовна література

1. Сегеда А.С. Аналітична хімія. Якісний аналіз. – К.: ЦУЛ.- 2002. – С. 174-183
2. В.Н.Алексеев. Курс качественного химического полумикроанализа. – М.: Высшая школа. – 1973. С. 293-301
3. Ю.А. Клячко, С.А.Шапиро. Курс химического качественного анализа. - М.: Госхимиздат. -1960. С. 168-191

Поділ аніонів на групи проводиться на основі різних ознак. Так, М.О.Тананаєв поділяв аніони на три групи за їх окисно-відновними властивостями, тобто на групи окисників, відновників і аніони, які окисно-відновних властивостей не мали. За класифікацією Бунзена аніони поділяються на 7 груп. Найбільш вживаною нині є класифікація, за якою аніони поділяються на три групи залежно від здатності їх осаджуватись барій- і аргентум-катионами.

До I групи аніонів віднесені SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , CO_3^{2-} , PO_4^{3-} , SiO_3^{2-} і деякі інші, які осаджуються барій-катионами у вигляді білих осадів відповідних солей. Аніони Cl^-

, Br^- , I^- , S^{2-} і деякі інші, що не осаджуються катіонами Ba^{2+} , проте осаджуються аргентум-катіонами, належать до II групи. Нарешті, до третьої групи відносяться аніони NO_3^- , NO_2^- , CH_3COO^- і ін., які не осаджуються ні барій- ні аргентум-катіонами. Усі ці аніони є безбарвними.

Аніони I аналітичної групи

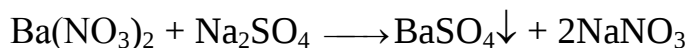
Аніони I групи осаджуються розчином барій хлориду в слаболужному середовищі, для створення якого до досліджуваного розчину додають декілька краплин 2 н розчину NH_3 .

Барієві солі аніонів I групи неоднаково відносяться до дії кислот. Так, барій карбонат, фосфат, силікат розчиняються в ацетатній кислоті, барій сульфід в ацетатній кислоті розчиняється погано, проте добре – в сильних кислотах. Барій сульфат в кислотах не розчиняється.

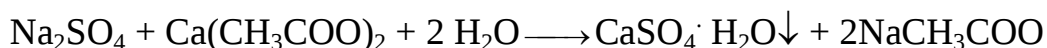
сульфат(II) аніон SO_4^{2-}

Більшість сульфатів добре розчиняється у воді. Малорозчинними є лише барій, стронцій, кальцій і плумбум сульфати.

1. *Солі барію, наприклад барій нітрат*, осаджують SO_4^{2-} у вигляді білого дрібнокристалічного осаду, нерозчинного в кислотах і лугах:



2. SO_4^{2-} можна також виявити мікрокристалоскопічною реакцією утворення гіпсу дією розчином розведеної *сульфатної кислоти*:



Для виконання реакції до досліджуваного розчину додають 1-2 краплини розчину кальцій ацетату і нагрівають суміш у пробірці до утворення білої кайми. Під мікроскопом видно кристали у формі сніжинок.

сульфіт(II) аніон SO_3^{2-}

Добре розчинними є лише сульфіти лужних металів. Інші сульфіти у воді розчиняються погано, проте добре розчиняються в сильних кислотах.

1. *Розбавлені сильні кислоти* (HCl , HNO_3) при дії на сульфід-аніони виділяють сульфур діоксид: $\text{Na}_2\text{SO}_3 + 2\text{HCl} \longrightarrow 2\text{NaCl} + \text{H}_2\text{O} + \text{SO}_2\uparrow$,

який можна виявити за запахом. Більш енергійно діє концентрований розчин кислоти.

2. *Сульфід-аніон* (сіль натрій сульфід) в кислому середовищі окиснюється сульфит-аніоном до сірки: $\text{Na}_2\text{SO}_3 + 2\text{Na}_2\text{S} + 6\text{HCl} \longrightarrow 3\text{S}\downarrow + 6\text{NaCl} + 3\text{H}_2\text{O}$

Реакція може відбуватись лише в кислому середовищі. Отже, в кислому середовищі одночасна присутність S^{2-} і SO_3^{2-} неможлива.

карбонат(II) аніон CO_3^{2-}

Лише карбонати лужних металів і амонію добре розчиняються у воді. Решта карбонатів у воді розчиняються дуже слабо, проте легко розкладаються мінеральними і ацетатною кислотами.

1. Дією *ацетатної кислоти* карбонати розкладаються з виділенням карбон діоксиду: $\text{Na}_2\text{CO}_3 + 2\text{HCH}_3\text{COO} \longrightarrow 2\text{NaCH}_3\text{COO} + \text{H}_2\text{O} + \text{CO}_2\uparrow$

2. *Аргентум нітрат* осаджує карбонат-аніон у вигляді білого осаду, який при нагріванні буріє в зв'язку з утворенням аргентум оксиду.

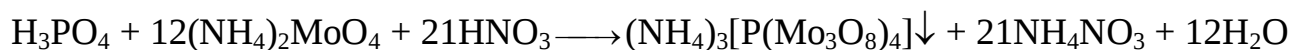
фосфат(III) аніон PO_4^{3-}

Добре розчиняються у воді лише фосфати лужних металів і амонію а також дигідрофосфати лужноземельних елементів. Інші фосфати у воді є практично нерозчинними. Більшість із них розчиняється в ацетатній кислоті (крім AlPO_4 , FePO_4 , BiPO_4).

1. *Магnezіальна суміш* (MgCl_2 , NH_4Cl , NH_3) осаджує фосфат-аніон у вигляді білого кристалічного осаду: $\text{Na}_2\text{HPO}_4 + \text{MgCl}_2 + \text{NH}_3 \xrightarrow{\text{NH}_4\text{Cl}} \text{Mg NH}_4\text{PO}_4\downarrow + 2\text{NaCl}$

Інші аніони магнезіальною сумішшю не осаджуються.

2. *Амоній молібдат* в нітратнокислому середовищі утворює з фосфат-аніоном осад жовтого кольору:



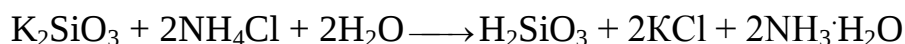
При малих концентраціях сполуки осад може не випасти, проте розчин забарвлюється в жовтий колір. Чутливість реакції підвищується в присутності амоній нітрату. Для успішного виконання реакції необхідний великий надлишок амоній молібдату, реакція прискорюється при нагріванні. Проведенню реакції заважають відновники (S^{2-} , SO_3^{2-}), що відновлюють молібдат-аніон до сполуки синього кольору.

силікат(II) аніон SiO_3^{2-}

Більшість силікатів у воді практично не розчиняється. Розчинними є лише силікати лужних елементів. Їх водні розчини мають сильнолужне середовище ($\text{pH} > 12$).

1. *Розбавлені кислоти* при повільному додаванні осаджують з концентрованих розчинів, що містять силікат-аніони, драглистий осад поліметасилікатної (силікатної) кислоти: $\text{Na}_2\text{SiO}_3 + 2\text{HCl} \longrightarrow \text{H}_2\text{SiO}_3\downarrow + 2\text{NaCl}$

2. *Солі амонію (наприклад амоній хлорид)* виділяють осад силікатної кислоти повніше, ніж розбавлені кислоти:



Якщо осад не утворюється, розчин трохи нагрівають.

Аналіз суміші аніонів I групи

Суміш аніонів I, як і інших груп, виконують дробним методом. Для виявлення аніонів виконують реакції, розглянуті вище для аніонів цієї групи.

Аніони II аналітичної групи

Аніони II групи осаджуються Ag^+ -катионами в нітратнокислому середовищі (2 н HNO_3). Правда, при нагріванні Ag_2S в 2 н HNO_3 розчиняється.

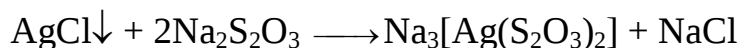
Деякі аніони I групи теж утворюють осад з аргентум-катионами, проте ці солі розчиняються в розбавленій нітратній кислоті. Сульфід-аніони нітратною кислотою теж окиснюються, тому підкислювати досліджуваний розчин слід після осадження аніонів II групи аргентум нітратом.

Аргентум сульфід має чорне забарвлення, аргентум хлорид – біле, аргентум бромід – блідо-жовте, а аргентум іодид – світло-жовте.

Барій нітратом аніони II групи не осаджуються.

хлорид(I) аніон Cl^-

1. *Аргентум нітрат* осаджує хлорид-аніони у вигляді білого сирнистого осаду AgCl . Осад розчиняється дією аміаку, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, KCN з утворенням комплексних сполук з координаційним числом 2:

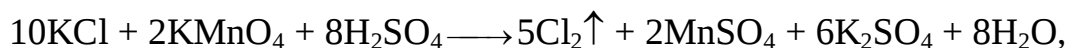


В 2 н розчині аміаку частково розчиняється і AgBr. Щоб відділити хлорид-аніони від бромід-аніонів їх солі з аргентум-катионами обробляють розчином амоній карбонату. AgCl при цьому розчиняється:



AgBr – не розчиняється. Визначення Cl⁻ виконують так. До 0,5 – 1 мл досліджуваного розчину додають 0,5 мл 2 н HNO₃ і розчин AgNO₃ до повного осадження аніонів II групи. Вміст пробірки центрифугують, осад відділяють, обробляють 10 %-ним розчином (NH₄)₂CO₃ і знову центрифугують. Центрифугат відділяють і підкислюють 2 н розчином нітратної кислоти до кислої реакції. Поява білого осаду характеризує наявність у досліджуваному розчині хлорид-аніонів.

2. Сильні окисники – KMnO₄, PbO₂, NaBiO₃ в сульфатнокислому середовищі окиснюють хлорид-аніони до хлору:

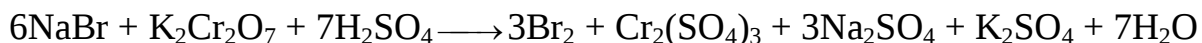


який можна виявити за різким специфічним запахом або за посинінням йодкрохмального папірця, змоченого водою і внесеного в пробірку над рідиною.

бромід(I) аніон Br⁻

1. *Аргентум нітрат* осаджує бромід-аніони у вигляді сирнистого осаду AgBr жовтуватого кольору. Осад розчиняється в розчині натрій тіосульфату і KCN подібно до AgCl, а також в концентрованому розчині аміаку.

2. *Окисники* KMnO₄, PbO₂, NaBiO₃, K₂Cr₂O₇ і ін. в кислому середовищі окиснюють бромід-аніони до бромі:

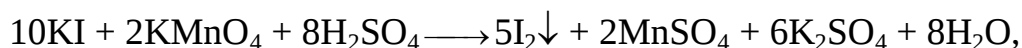


Бром, що при цьому утворюється, можна виявити екстрагуванням бенzenом або іншими органічними розчинниками. Органічний шар при цьому забарвлюється в оранжевий колір.

іодид(I) аніон I⁻

1. *Аргентум нітрат* осаджує іодид-аніони у вигляді жовтого осаду AgI, який розчиняється в розчинах натрій тіосульфату та ціанідів металів, проте не розчиняється дією розчину аміаку (на відміну від AgCl і AgBr).

2. Калій перманганат та інші окисники окиснюють іодид-аніони до йоду:



який екстрагується бенzenом, толуеном, хлороформом та ін. органічними розчинниками, забарвлюючи шар органічного розчинника в червоно-фіолетовий колір.

3. *Плюмбум нітрат* осаджує PbI_2 , який розчиняється при нагріванні. Ця реакція (реакція “золотого дощичу”) описана вище як реакція для виявлення плюмбум-катіонів.

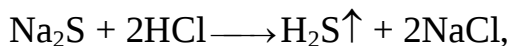
сульфід(II) аніон S^{2-}

Більшість сульфідів металічних елементів у воді розчиняється дуже погано. Добре розчинними є лише сульфіди катіонів I та II груп. Через те, що сульфідна кислота є дуже слабкою, її солі у водних розчинах сильно гідролізуються і тому мають сильно лужне середовище ($\text{pH}=13$).

1. *Аргентум нітрат* осаджує сульфід-аніони у вигляді осаду чорного кольору Ag_2S , нерозчинного в розчинах аміаку, проте розчинного в 2 н нітратній кислоті при нагріванні.

2. *Солі кадмію(II)* утворюють із S^{2-} -аніонами осад жовтого кольору (CdS), розчинний в кислотах, тому осаджувати його слід із нейтральних чи слабокислих розчинів.

3. *Більшість кислот* розкладають сульфіди з виділенням гідроген сульфіду:



який можна виявити за характерним запахом або за почорнінням смужки фільтрувального папірця, змоченого розчином $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, і піднесеного до отвору пробірки.

Аналіз суміші аніонів II групи

Аналіз суміші аніонів II групи виконують дробно-систематичним методом.

1. Сульфід-аніони можна виявити в присутності інших аніонів цієї групи любою з описаних вище реакцій.

2. Щоб визначити у розчині хорид-аніони поступають так. Осаджують галогенід-аніони аргентум нітратом як описано вище для Cl^- , і обробляють відділений осад 10 %-ним розчином $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$. Суміш центрифугують і виявляють в центрифугаті Cl^- аніони підкисленням його 2 н розчином HNO_3 .

3. Іодид-аніони відкривають реакцією окиснення калій перманганатом, калій нітритом чи іншими окисниками. Успіх приносить і реакція “золотого дощичку”.

4. Для виявлення бромід-аніонів в присутності І останні відділяють використовуючи різну розчинність аргентум галогенідів. ($ДР_{AgCl}=1,7 \cdot 10^{-10}$; $ДР_{AgBr}=3,3 \cdot 10^{-13}$; $ДР_{AgI}=8,5 \cdot 10^{-17}$). Приймаючи до уваги, що константа утворення діамінаргентум(I) становить $1,08 \cdot 10^7$, можна вирахувати, що AgCl розчиняється в розбавлених розчинах NH_3 , AgBr – в концентрованих, а AgI не розчиняється і в концентрованих розчинах аміаку. Отже, якщо суміш аргентум галогенідів обробити 2 н розчином аміаку, аргентум хлорид і аргентум бромід перейдуть в розчин, аргентум іодид залишиться в осаді.

Методика визначення. Досліджуваний розчин підкислюють 2 н розчином нітратної кислоти і осаджують галогенід-аніони аргентум нітратом. Перевіливши повноту осадження, осад відділяють центрифугуванням і обробляють 2 н розчином NH_3 . Відокремивши центрифугат, підкислюють його декількома краплями 2 н HNO_3 і окиснюють бромід-аніони калій перманганатом, після чого екстрагують утворений бром бенzenом. Забарвлення органічного розчинника в жовто-оранжевий колір є свідченням наявності в досліджуваному розчині бромід-аніонів.

Аніони III аналітичної групи

Аніони III групи (нітрат, нітрит і ацетат) групового реактиву не мають. Переважна більшість солей аніонів III групи добре розчиняється у воді. Важкорозчинним є лише димеркурій(I) ацетат. Досить обмежено розчиняються аргентум нітрит та ацетат.

Нітрат- і нітрит-аніони проявляють окиснювальні властивості, NO_2^- , крім того, ще й відновні.

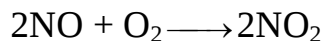
Усі аніони III групи є безбарвними.

нітрат(I) аніон NO_3^-

1. Мідь (металічна) у сульфатнокислому середовищі при дії на NO_3^- виділяє нітроген оксид:



Під впливом кисню повітря безбарвний нітроген оксид перетворюється в бурий нітроген діоксид:

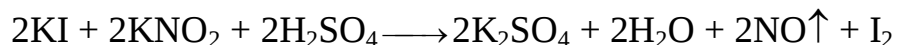


Подібно реагує з міддю і NO_2^- .

2. *Дифеніламін* $\text{C}_6\text{H}_5 - \text{NH} - \text{C}_6\text{H}_5$ в сильнокисломому середовищі під впливом нітрат-аніонів синіє. Для виконання досліду в пробірку до 1-2 краплин досліджуваного розчину додають 1 –2 краплини дифеніламіну (розчин у концентрованій H_2SO_4 !). При наявності NO_3^- з'являється інтенсивно-синє забарвлення. Аналогічно взаємодіє з дифеніламіном і NO_2^- , тому визначенню NO_3^- заважає.

нітрит(I) аніон NO_2^-

1. *Іодид-аніони* окиснюються нітрит-аніонами в кислому середовищі до йоду:



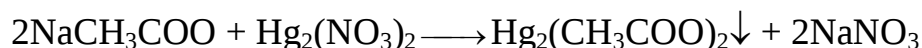
Останній можна виявити за побурінням розчину (з концентрованих розчинів випадає темно-бурий осад). Чутливість реакції збільшиться, якщо йод екстрагувати 0,5-1 мл бензену, або за допомогою крохмалю, який від йоду синіє. В розбавлених розчинах нітрат-аніони з I^- не реагують.

2. NO_2^- -йон можна виявити за обезбарвленням *калій перманганату* в кислому середовищі (за відсутності інших відновників)



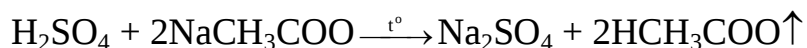
ацетат(I) аніон CH_3COO^-

1. *Димеркурій(I) нітрат* осаджує ацетат аніони у вигляді кристалічного осаду сіруватого кольору

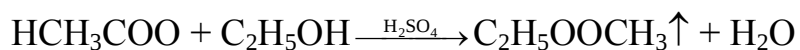


Осад розчиняється від надлишку димеркурій(I) нітрату та при нагріванні.

2. *Сульфатна кислота* витісняє ацетатну з її солей:

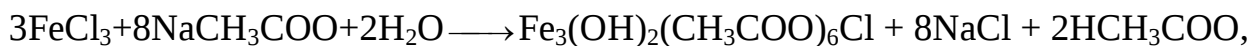


Останню легко можна розпізнати за запахом. Якщо на розчин, що містить ацетат-аніони подіяти концентрованою сульфатною кислотою і спиртом, утворюється етилацетат з характерним фруктовим запахом:



Для виконання реакції до декількох краплин досліджуваного розчину додають по 3-4 краплини концентрованої сульфатної кислоти та спирту. Суміш обережно нагрівають, після чого виливають в стакан з холодною водою. Етилацетат виявляють за характерним запахом.

3. *Ферум(III) хлорид* з ацетат-аніонами утворює комплекс червоно кольору:



який при розбавленні і нагріванні розкладається з випаданням в осад основної солі $\text{Fe}_3(\text{OH})_2\text{O}_3(\text{CH}_3\text{COO})$ бурого кольору. Реакція відбувається в нейтральному середовищі і за відсутності аніонів, що осаджують Fe^{3+} .

Аналіз суміші аніонів III групи

Його здійснюють дробним методом.

1. Проба на нітрат- і нітрит-аніони. Дією дифеніламіну в окремій пробі виявляють нітрат- і нітрит-аніони. Якщо проба позитивна, виявляють NO_3^- і NO_2^- окремими реакціями.

2. Виявлення нітриту. NO_2^- виявляють реакцією з іодид-аніонами або сульфаніловою кислотою і α -нафтиламіном. Після виявлення нітрит-аніонів їх розкладають дією насиченого розчину сечовини в кислому середовищі. (Обов'язково слід перевіряти повноту виділення NO_2^-).

3. Нітрат-аніони виявляють після видалення NO_2^- , використовуючи реакції з міддю чи дифеніламіном.

4. Ацетат-аніони зручно виявляти реакцією з Fe^{3+} або реакцією утворення етилацетату.

Аналіз суміші аніонів I-III груп

Аналіз суміші аніонів виконується дробним методом. Групові реактиви використовуються лише для того, щоб встановити, яких груп аніони наявні в розчині.

Попередні дослідження суміші аніонів.

1) **Встановлення рН розчину.** Якщо досліджуваний розчин дає кислу реакцію ($\text{pH} \leq 2$), в ньому відсутні аніони летких і нестійких кислот: NO_2^- , S^{2-} , CO_3^{2-} , SO_3^{2-} . Крім того, у кислому середовищі не може співіснувати пара аніонів: Γ - NO_2^- .

Якщо реакція розчину лужна, ці аніони можуть бути в розчині.

2) **Проба на виділення газів.** До досліджуваної кристалічної солі додають 3-4 краплини 2 н розчину H_2SO_4 . Якщо не виділяються газові бульбашки тоді суміш трохи нагрівають. Якщо виділяється газ (CO_2 , SO_2 , NO_2), його слід проаналізувати за запахом:

а) CO_2 – безбарвний газ без запаху, викликає помутніння вапнякової води

б) SO_2 – газ із запахом горлої сірки, викликає знебарвлення забарвлених розчинів KMnO_4 та I_2

в) NO_2 – червоно-бурий газ із характерним різким запахом, під час пропускання його крізь розчин KI виділяється вільний йод

3) **Проба на аніони-окисники.** До 2-3 краплин досліджуваного розчину додають 1 краплину розчину дифеніламіну. Якщо з'являється синє забарвлення, в розчині є нітрат- або нітрит-аніони.

4) **Проба на аніони-відновники.** До 2-3 краплин розчину додають 1 краплину 2 н розчину H_2SO_4 і 2-3 краплини розчину калій перманганату. Якщо він знебарвлюється, в розчині можуть бути аніони SO_3^{2-} , S^{2-} , Br^- , Γ і, можливо, Cl^- .

4) **Проба на аніони I групи.** До 2-4 краплин нейтрального або слабо лужного ($\text{pH} \approx 7-9$) розчину додають 2-4 краплини розчину $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ або BaCl_2 . Утворення осаду засвідчує наявність в досліджуваному розчині аніонів I групи.

5) **Проба на аніони II групи.** До 2-4 краплин розчину додають 2-4 краплини розчину AgNO_3 і 2-3 краплини 2 н розчину нітратної кислоти. Утворення осаду вказує на наявність аніонів II групи.

Далі аніони виявляють в окремих пробах так, як було описано при аналізі окремих груп аніонів. При цьому слід пам'ятати, що виявленню сульфід-аніона заважає аніон S^{2-} . Одночасна їх наявність можлива лише в лужному середовищі. В цьому випадку, виявивши сульфід-аніон, осаджують аніони груповим реактивом і, промивши осад, обробляють його розчином KMnO_4 в кислому середовищі. Обезбарвлення перманганат-аніонів обумовлюється наявністю у розчині SO_3^{2-} .

РЕАКЦІЇ АНІОНІВ І АНАЛІТИЧНОЇ ГРУПИ

ІОНИ	РЕАКТИВИ	СПОСТЕРЕЖЕННЯ	ХІМІЗМ РЕАКЦІЙ
	груповий реактив	Білий осад	

РЕАКЦІЇ АНІОНІВ II АНАЛІТИЧНОЇ ГРУПИ

ІОНИ	РЕАКТИВИ	СПОСТЕРЕЖЕННЯ	ХІМІЗМ РЕАКЦІЙ
$\text{I}^-, \text{Br}^-, \text{Cl}^-, \text{S}^{2-}$			

РЕАКЦІЇ АНІОНІВ ІІІ АНАЛІТИЧНОЇ ГРУПИ

ІОНИ	РЕАКТИВИ	СПОСТЕРЕЖЕННЯ	ХІМІЗМ РЕАКЦІЙ

Лабораторне заняття № 7 (4 год)

Тема заняття. Визначення загальної та карбонатної твердості води методом комплексометричного титрування

План. заняття.

1. Підготувати реактиви і посуд, необхідні для аналізу зразків води.
2. Провести титрування природної води і визначити твердість води.
3. Дати оцінку якості води, порівнюючи з стандартами щодо якості питної води і води для споживання.

Критерії оцінювання												
№ заняття:	Кількість балів за кожен вид роботи	Вид роботи:										Сумарна кількість балів
		ТП	ДП	ПП	ПР	ОЗ	ТЗ	ІНДЗ	УО	...	...	
7			10	10	20	25	10	15	10			100

ТП – відповідь на теоретичні питання; ДП – демонстрація підготовленої презентації;

ПП – презентація/ повідомлення; ПР – виконання практичного завдання; ОЗ – оформлення заняття; ТЗ – виконання тестових завдань; ІНДЗ – перевірка індивідуальних завдань; УО – участь в обговоренні.

Контрольні питання

Підготувати доповідь на тему

1. Комплексометрія (трилонометрія). Робочі розчини та досліджувані іони цього методу.
2. Реакції, які відбуваються між робочим розчином та досліджуваними іонами комплексометрії. Характеристика сполук – продуктів цієї взаємодії.
3. Характеристика метал-індикаторів. Реакції, які відбуваються між індикатором та досліджуваними іонами. Характеристика сполук - продуктів цієї реакції.
4. Кінцева точка титрування та точка еквівалентності методу комплексометрії. Зовнішні ефекти, які спостерігаються при визначенні твердості води трилонометричним методом.
5. Твердість води, чим вона обумовлена, одиниці вимірювання твердості води. Формула для розрахунку твердості води у титриметрії.

Задачі

6. Для визначення кальцію і магнію взято 2,0850 г препарату і розчинено в мірній колбі на 250,00 мл. На титрування 25,00 мл одержаного розчину витрачено 11,20

мл 0,05240 н робочого розчину трилону Б, а на титрування 100,00 мл (після відокремлення Ca^{2+}) пішло 21,65 мл. Розрахуйте масові частки (%) кальцію і магнію в препараті.

7. При комплексонометричному визначенні кальцію прямим титруванням в присутності індикатора хромового темно-синього на титрування 50,00 мл досліджуваного розчину витратили 22,45 мл розчину ЕДТА з титром за кальцієм 0,002004 г/мл. Визначте масу кальцію в досліджуваному розчині.

Рекомендована література.

1. Кичкирук О.Ю. Аналітична хімія. Якісний та кількісний аналіз: курс лекцій / О.Ю. Кичкирук. – Житомир.: Вид-во ЖДУ ім.І. Франка, 2018. – 160 с.
2. Онищенко Ю.К. Збірник задач і вправ з аналітичної хімії: навчальний посібник / Ю.К. Онищенко, Т.О. Онищенко, О.Ю. Кичкирук, Н.В. Кусяк. - Житомир: Вид-во ЖДУ ім.І. Франка, 2014. – 221 с.

Теоретичні відомості

Комплексонометричні методи основані на взаємодії амінополікарбонових кислот (комплексонів) з катіонами металів з утворенням міцних безбарвних комплексів. Кінець титрування в комплексонометрії встановлюють за допомогою так званих металоіндикаторів — органічних реактивів, які утворюють з катіонами металів забарвлені комплекси. Серед комплексонів частіше використовують комплексон III ($\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$) або, як його ще називають, трилон Б — динатрієва сіль етилендіамінтетраоцтової кислоти.

Загальна твердість води включає карбонатну (усувається кип'ятінням води) і некарбонатну твердість води, що не усувається кип'ятінням води.

У інших країнах для вираження значень твердості води використовуються різні одиниці вимірювання наприклад, німецький градус твердості відповідає вмісту воді 10 мг $\text{CaO}/\text{дм}^3$.

Один французький градус твердості відповідає вмісту у воді 10 мг $\text{CaCO}_3/\text{дм}^3$.

Один американський градус твердості відповідає вмісту у воді 1 мг $\text{CaCO}_3/\text{дм}^3$.

Між цими одиницями твердості можна записати співвідношення:

1 моль/м³ = 2,804 німецьких градусів твердості;

1 моль/м³ = 5,005 французьких градусів твердості;

$1 \text{ моль/м}^3 = 50,050$ американських градусів твердості.

В усіх випадках реакція між трилон Б і катіонами металів проходить за дуже простим рівнянням: 1 моль комплексону завжди реагує з 1 моль металу у випадку всіх дво- і тривалентних металів. Наприклад з кальцієм, взаємодія відбувається за рівнянням: $\text{Ca}^{2+} + \text{Na}_2\text{H}_2\text{Y} = \text{Na}_2\text{CaY} + 2\text{H}^+$

Твердість води вимірюється числом мілімоль еквівалентів катіонів Ca^{2+} та Mg^{2+} в 1 л води.

При $\text{pH} = 10$ Ca^{2+} та Mg^{2+} утворюють з трилоном Б стійкі безбарвні комплекси. Ці ж катіони з багатьма органічними реактивами, як, наприклад, мурексид, хромоген чорний Т, метилтимоловий синій, кислотний хром синій та інші, утворюють забарвлені комплексні сполуки, проте стійкість їх менша, ніж комплексів з трилоном Б. Отже, якщо до забарвленого комплексу $\text{Ca}^{2+}(\text{Mg}^{2+})$ з хромогеном чорним Т додавати розчин трилону Б, то комплекси металів з хромогеном чорним Т розпадатимуться і утворюватимуться стійкіші, безбарвні комплекси з трилоном Б. Оскільки при $\text{pH}=10$ хромоген чорний Т має синє забарвлення, а його комплекси з $\text{Ca}^{2+}(\text{Mg}^{2+})$ – винно-червоне, титрування супроводжуватиметься зміною забарвлення з винно-червоного на синє.

Експериментальна частина

Реактиви.

1. Розчин комплексону III (Трилон Б) 0,02 моль екв/л;
2. Аміачний буферний розчин ($\text{pH} 10$);
3. Хромоген чорний Т, сухий у суміші з NaCl
4. 20% розчин NaOH,
5. Суха суміш мурексиду з NaCl.

Лабораторний посуд та обладнання.

1. Колби Ерленмейєра на 300 мл;
2. Мірні циліндри на 100 мл і на 50 мл;
3. Бюретка на 50 мл;
4. Піпетки Мора на 10 мл і на 20 мл

1. Визначення загальної твердості води (сумарного вмісту йонів Ca^{2+} і Mg^{2+}).

В колбу Ерленмеєра місткістю 300 мл мірним циліндром відміряйте 100 мл досліджуваної води, додайте 15 мл аміачної буферної суміші та 10-20 мг твердої суміші хромогену чорного Т з натрій хлоридом (лаборант виготовляє індикаторну суміш у співвідношенні 1:100) і титруйте робочим розчином трилону Б до переходу забарвлення з винно-червоного на синє.

$V(\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y})$		$V(\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y})$ середнє знач., мл
I титрування, мл		
II титрування, мл		
III титрування, мл		

Твердість води в мілімолях екв на літр розрахуйте за рівнянням:

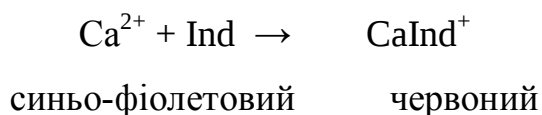
$$T_{\text{в.води}} = \frac{C_{\text{екв Тр.Б}} \cdot V_{\text{Тр.Б}} \cdot 1000}{V_{\text{H}_2\text{O}}} = \underline{\hspace{2cm}} \text{ ммоль екв/л}$$

Результати дослідження занести у таблицю в робочому журналі.

2. Визначення вмісту кальцій(II)- і магній(II)-йонів у воді при їх спільній присутності

Визначення проводять після визначення загального вмісту Ca^{2+} і Mg^{2+} -катіонів (загальної твердості). Для цього проводять титрування аліквотного об'єму зразка води стандартним розчином Трилону Б з індикатором мурексидом в лужному середовищі (рН 12). В лужному середовищі Mg^{2+} -іони осаджуються у вигляді $\text{Mg}(\text{OH})_2$ і не реагують з Комплексоном III, тому так визначають вміст Ca^{2+} -іонів. Вміст Mg^{2+} -іонів розраховують за різницею.

Мурексид ($\text{C}_8\text{H}_8\text{N}_6\text{O}_6$) амонійна сіль пурпурної кислоти при рН 11 присутня у вигляді аніонів синьо-фіолетового кольору. З катіонами Ca^{2+} він утворює комплекси яскраво-червоного кольору



При титруванні Трилоном Б комплекс Ca^{2+} з індикатором мурексидом руйнується, а аніони індикатора накопичуються в розчині, надаючи йому синьо-фіолетового кольору.



червоний безбарвний синьо-фіолет безбарвний

В бюретці стандартний розчин комплексну III (Трилону Б). В колбі для титрування аліквота води 100 мл, яку аналізують, 5 мл 20% розчину NaOH, 20-30 мг сухої суміші мурексиду з NaCl. Розчин, який аналізують, перемішують до розчинення індикатора. Розчин повинен мати яскраво-червоний колір. Титрують розчином комплексну III до синьо-фіолетового кольору.

V(Na ₂ H ₂ Y)		V(Na ₂ H ₂ Y) _{середнє знач.} мл
I титрування, мл		
II титрування, мл		
III титрування, мл		

Розраховують вміст Ca²⁺-іонів в ммоль екв/л і мг/л за такими формулами:

$$C_{\text{екв}}(\text{Ca}^{2+}) = \frac{C_{\text{екв Na}_2\text{H}_2\text{Y}} \cdot V_{\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}} \cdot 1000}{A_{\text{H}_2\text{O}}} = \text{ммоль екв/л}$$

$$m(\text{Ca}^{2+}) = n_{\text{екв}}(\text{Ca}^{2+}) \cdot M_{\text{екв}}(\text{Ca}^{2+}) = \text{мг/л}$$

$$M_{\text{екв}}(\text{Ca}^{2+}) = 20 \text{ ммоль екв/л}$$

Розраховують вміст Mg²⁺-іонів в ммоль екв/л і мг/л за такими формулами:

$$C_{\text{екв}}(\text{Mg}^{2+}) = \text{Тв. води загальна} - C_{\text{екв}}(\text{Ca}^{2+}) = \text{ммоль екв/л}$$

$$m(\text{Mg}^{2+}) = n_{\text{екв}}(\text{Mg}^{2+}) \cdot M_{\text{екв}}(\text{Mg}^{2+}) = \text{мг/л}$$

$$M_{\text{екв}}(\text{Mg}^{2+}) = 24 \text{ ммоль екв/л}$$

Результати внесіть до таблиці та зробіть висновки.

№ і назва зразка	Загальна твердість, ммоль екв/л	C _{екв} (Ca ²⁺), ммоль екв/л	m(Ca ²⁺), мг/л	C _{екв} (Mg ²⁺), ммоль екв/л	m(Mg ²⁺), мг/л
1.					
2.					
3.					

Дата виконання

Підпис викладача

Лабораторне заняття № 8 (4 год)

Тема заняття. Визначення хлоридів у природній воді

План заняття.

1. Підготувати реактиви і посуд для хімічного аналізу.
2. Провести хімічний аналіз води на вміст хлорид-іонів за методом Мора і методом меркуриметричного титрування.
3. Провести хімічний аналіз води на вміст сульфат-іонів методом осдового титрування.
4. Оцінити якість води згідно до вимог до якості питної води.

Критерії оцінювання

№ заняття:	Кількість балів	Вид роботи:										Сумарна кількість балів
		ТП	ДП	ПП	ПР	ОЗ	ТЗ	ІНДЗ	УО	...	...	
8			10	10	20	25	10	15	10			100

ТП – відповідь на теоретичні питання; ДП – демонстрація підготовленої презентації; ПП – презентація/ повідомлення; ПР – виконання практичного завдання; ОЗ – оформлення заняття; ТЗ – виконання тестових завдань; ІНДЗ – перевірка індивідуальних завдань; УО – участь в обговоренні.

Опрацювати контрольні питання.

1. Головні показники якості питної води. Норми вмісту головних іонів.
2. Загальна класифікація методів осадження і комплексоутворення. Розчини, які використовуються в них як титранти.
3. Суть визначення хлорид- іонів методом Мора.
4. Формули для розрахунків концентрації хлорид-іонів за результатами титрування.

Підготувати повідомлення на тему

1. Хімічний посуд, що використовується в титриметричному та гравіметричному аналізах. Його призначення.
2. Способи вираження концентрації розчинів. Поняття про масову частку, молярну концентрацію речовини, молярну концентрацію еквівалента. Одиниці вимірювання та формули для розрахунку.
3. Способи виготовлення розчинів. Вихідні речовини. Загальні прийоми титрування

Задачі.

1. На титрування 10 мл розчину аргентум нітрату витрачається 11,50 мл 0,0473 н розчину амоній роданіду. Розрахувати титр амоній роданіду за аргентум(І) іонами.

2. 15,00 мл досліджуваного розчину NaBr обробили 25,00 мл 0,0460 н розчину AgNO_3 . На титрування залишку AgNO_3 витратили 10,80 мл 0,0473 н розчину NH_4SCN . Розрахувати титр досліджуваного розчину.

3. Розчин, отриманий при розчиненні 0,1148 г кухонної солі, обробили 40,00 мл 0,0897 н розчином аргентум нітрату. На титрування залишку розчину аргентум нітрату витратили 18,40 мл розчину амоній роданіду. Яка масова частка (%) натрій хлориду у зразку кухонної солі?

Хлориди є неодмінною складовою природних вод. Значні надходження хлоридів геологічного походження у поверхневі води – це рідкісне явище, тому збільшення їх концентрації є показником забруднення води побутовими та деякими промисловими стічними водами. Хлориди визначають у поверхневих водах аргентометричним методом Мора або Фольгарда, чи меркуриметричним методом з використанням дифенілкарбазону як індикатора. Результати виражають у мілімолях еквівалентів або в міліграмах хлоридів в 1 л води.

Визначення хлоридів методом Мора

Лабораторний посуд та обладнання.

1. Колби Ерленмейєра на 300-500 мл; 2. Мірні циліндри на 10 мл; 3. Мірні циліндри на 100 мл; 4. Бюретка на 25 мл; 5. Піпетки Мора на 10 мл і на 20 мл

Реактиви

1. Розчин калій хромату 1 М; 2. Розчин аргентум нітрату, 0,1 н; 0,05 н; 0,02 н

Суть методу. Титриметричне визначення хлоридів аргентометричним методом Мора ґрунтується на утворенні в нейтральному або слаболужному середовищі (рН 7-10) малорозчинного осаду аргентум хлориду ($\text{DP}_{\text{AgCl}}=1,78 \cdot 10^{-10}$). Метод Мора застосовують для визначення хлоридів у воді при концентраціях понад 2 мг/л.

Виконання роботи. Для аналізу відбирають 50-100 мл природної води. Додають 1 мл 1М розчину калій хромату і титрують розчином аргентум нітрату з відповідною концентрацією до зміни кольору від лимонно-жовтого до оранжевого. Паралельно проводять холостий дослід з таким же об'ємом дистильованої води.

Концентрацію хлорид-іонів у мг/л (C_x) або у ммоль екв/л (C_y) розраховують за

формулами

$$C_x = \frac{(V_1 - V_2) \cdot C_{AgNO_3} \cdot M_{еквCl^-} \cdot 1000}{V_{H_2O}} = \text{мг/л}$$

$$C_y = \frac{(V_1 - V_2) \cdot C_{AgNO_3} \cdot 1000}{V_{H_2O}} = \text{ммоль экв/л}$$

де V_1 - об'єм робочого розчину аргентум нітрату, витраченого на титрування проби води, мл; V_2 -б'єм робочого розчину аргентум нітрату, витраченого на титрування холостого розчину, мл; $M_{еквCl^-} = 35,45$ г/моль екв

Підсумкова модульна робота № 2 «Методи хімічного аналізу об'єктів довкілля»

Розподіл балів за рівнями:

Рівень	Формат завдань	Кількість завдань	Максимальна кількість балів	
			За кожне завдання	За всі завдання
I	Тестове завдання	5	4	20
II	Практичне завдання	2	10	20
III	Задачі	2	15	30
Всього		5		70

Кожен варіант контрольної роботи містить два теоретичних завдання, дві розрахункові задачі та п'ять тестових завдань з одним варіантом правильної відповіді. Теоретичне питання вимагає від студента повної відповіді з прикладами і рівняннями всіх можливих хімічних реакцій. Оцінюється у 10 балів. Розрахункові задачі оцінюються у 15 балів кожна. За кожну правильну відповідь до тесту студент отримує 4 бали.

Контрольна робота вважається виконаною, якщо студент отримав не менше 61% від максимально можливих балів.

Теоретичні завдання

1. Класифікація буферних сумішей, їхні властивості, поняття про буферну ємність. Фактори, що впливають на буферну ємність.
2. Слабкі та сильні електроліти. Ступінь електролітичної дисоціації.
3. Поняття про розчини. Способи вираження концентрації розчинів.
4. Іонний добуток води. Водневий показник
5. Реакції окиснення та відновлення. Властивості окисника та відновника
6. Якісні реакції на катіони I-II аналітичних груп та аніони I-III аналітичних груп
7. Характерні реакції аніонів I-III аналітичних груп
8. Специфічні хімічні реагенти та групові реагенти на катіони I і II аналітичних груп.
9. Класифікація методів титриметричного аналізу.
10. Посуд, в якому готують розчини. Навести приклади точного та приблизного вимірювального посуду.

11. Способи вираження концентрації розчинів: молярна концентрація, молярна концентрація еквівалента, титр. Навести формули для обчислення. Одиниці вимірювання
12. Спосіб вираження молярної концентрації розчину через відомий титр. Навести формулу для розрахунку.
13. Спосіб вираження молярної концентрації розчину через масу речовини. Навести формулу для розрахунку.
14. Масова частка речовини у розчині. Навести формулу. Одиниці вимірювання
15. Вихідні речовини, вимоги до них. Як готують розчини з вихідних речовин?
16. Правила приготування розчинів за точною наважкою, з фіксаналу. Які ваги і мірний посуд використовують для *зважування* речовин та в якому мірному посуді *готують* розчин?
17. Правила приготування розчинів за приблизною наважкою. Які ваги та мірний посуд використовують для *зважування* речовин та в якому мірному посуді *готують* розчин?
18. Закон еквівалентів, використання його за результатами титрування. Навести математичний вираз закону еквівалентів.
19. Який мірний посуд використовують для титрування?
20. Основні етапи гравіметричного аналізу
21. Розрахунки у гравіметричному аналізі, гравіметричний фактор. Точність гравіметричного методу.
22. Аналітичні вимірювальні прилади, технічні і аналітичні терези.

Практичні завдання

Підготувати доповідь на тему

1. Розглянути важливі забруднювачі навколишнього середовища.
2. Шляхи вирішення екологічних проблем.
3. Написання модульної контрольної роботи.
4. Шляхи альтернативної енергетики.
5. Поняття про парниковий ефект. Парникові гази. Їх вплив на посилення парникового ефекту.
6. Водні об'єкти вашого регіону та підприємства, що можуть їх забруднювати.

7. Способи знезараження та утилізації твердих та рідких відходів
8. Продукція та забруднюючі речовини виробництв різних галузей
9. Добування корисних копалин та забруднення навколишнього середовища

Питання до екзамену з дисципліни «Екоаналітичної хімії»

1. Загальна характеристика природних компонентів атмосфери землі.
2. Загальна характеристику природних компонентів ґрунтів. Поняття про гігроскопічну воду ґрунтів.
3. Основні індивідуальні показники хімічного складу природних вод.
4. Підземні води та їх хімічний склад
5. Морські та океанські води
6. Тверді адсорбенти для вловлювання газів
7. Причини забруднення навколишнього середовища сільськогосподарськими господарствами, наземним, водним і повітряним транспортом, виробництвами різних галузей
8. Фотохімічні процеси атмосфери
9. Правило відбору проб природних вод і ґрунтів. Їх зберігання і транспортування.
10. Методи концентрування водних зразків.
11. Шляхи альтернативної енергетики.
12. Слабкі та сильні електроліти. Ступінь електролітичної дисоціації.
13. Поняття про розчини. Способи вираження концентрації розчинів.
14. Іонний добуток води. Водневий показник
15. Реакції окиснення та відновлення. Властивості окисника та відновника
16. Якісні реакції на катіони I-II аналітичних груп та аніони I-III аналітичних груп
17. Посуд, в якому готують розчини. Навести приклади точного та приблизного вимірювального посуду.
18. Способи вираження концентрації розчинів: масова частка, молярна концентрація, молярна концентрація еквівалента, титр. Навести формули для обчислення. Одиниці вимірювання

19. Правила приготування розчинів за точною, приблизною наважкою, з фіксаналу. Які ваги і мірний посуд використовують для *зважування* речовин та в якому мірному посуді *готують* розчин?

20. Основні етапи гравіметричного аналізу.

Задачі.

1. Визначити ступені окиснення елементів у сполуках HClO , $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_3$, MnO_2 , Cl_2 , SnCl_2 , Na_2MnO_4 , $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2$, MnO_2 , Mn , I_2
2. Якій кількості P_2O_5 відповідає 0,1128 г $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$?
3. Для аналізу взяли наважку $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ масою 0,4032 г. Після осадження сульфатною кислотою і висушування маса осаду BaSO_4 стала 0,3856 г. Розрахуйте масову частку барію в досліджуваному зразку солі і знайдіть абсолютну і відносну помилки аналізу.
4. Розрахуйте масову частку кальцій карбонату в вапняку за наступними даними: наважка вапняку дорівнює 0,2560 г. Після розчинення її, осадження кальцію в вигляді оксалату і прожарювання осаджуваної форми одержано 0,2160 г гравіметричної форми.
5. Розрахуйте масову частку кальцій карбонату в доломіті, якщо в результаті аналізу з його наважки масою 1,0000 г одержано 0,3515 г кальцій оксиду.
6. При аналізі зразка ґрунту, наважку масою 4,3567 г ґрунту прожарили в муфельній печі при температурі 800 °С. Маса після прожарювання становила 2,3567 г. Визначте масу летких сполук, втрачених при прожарюванні
7. Як приготувати 200 мл 0,1 н розчину KOH та стандартизувати його за титрованим розчином HCl .
8. Як приготувати 0,5 л 0,1н розчину HCl із концентрованої HCl ($\rho=1,18$ г/мл) та стандартизувати його затитрованим розчином NaOH .
9. На нейтралізацію 20,00 мл 0,2215 н розчину HCl витрачається 21,40 мл розчину $\text{Ba}(\text{OH})_2$. Визначити молярну концентрацію еквівалента $\text{Ba}(\text{OH})_2$.
10. На титрування 1,025 г $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ витрачається 24,10 мл розчину NaOH . Розрахувати: а) титр розчину NaOH ; б) молярну концентрацію еквівалента NaOH

11. Скільки мл 0,056 н розчину KMnO_4 необхідно для титрування 10,00 мл 0,096 у розчину FeSO_4 ?
12. Скільки грамів міститься в 1 л 1 М розчину калій гідроксиду
13. Визначити, яку наважку NaCl слід взяти для виготовлення 1000 мл 0,1 М розчину.
14. При аналізі мінерального зразка на вміст кристалізаційної води одержано наступні результати: 2,346 б %, 2,356 %, 2,349%, 2,346%. Розрахуйте середній арифметичний результат дослідження.

Тестові завдання

1. Гравіметричний аналіз дозволяє визначати а) масу речовини у розчині б) концентрацію речовини у розчині в) об'єм розчину
2. Метод гравіметричного аналізу оснований а) на зважуванні речовин б) на титруванні розчинів в) на випаровуванні речовин із розчинів
3. Осади висушують у а) муфельних печах б) сушильних шафах в) на електричних плитках
4. Де прожарюють осади: а) в муфельних печах б) в сушильних шафах в) на електричних плитках
5. Наважку вологого ґрунту масою 2, 3567 г помістили в бюкс, висушили в муфельній печі при 120 °С. Після висушування маса ґрунту склала 2,2567 г. Розрахувати масу гігроскопічної води у досліджуваному зразку. а) 0,1 г б) 0,1000 г в) 1,0000 г
6. 2,5 г вапняку CaCO_3 нагріли, виділивши при цьому певний об'єм CO_2 . Розрахувати об'єм вуглекислого газу, що при цьому виділився. а) 0,56 л б) 22,4 л в) 5,6 л
7. Певну наважку вапняку CaCO_3 нагріли, виділивши при цьому 560 мл CO_2 . Розрахувати масу CaCO_3 , що взяли для аналізу. а) 2,5 г б) 22,4 г в) 56 г
8. Для чого використовують тиглі а) для зважування осадів б) для охолодження осадів в) для прожарювання осадів
9. При аналізі зразка ґрунту, наважку масою 4,3567 г ґрунту прожарили в муфельній печі при температурі 800 °С. Маса після прожарювання становила

2,3567 г. Визначте масу летких сполук, втрачених при прожарюванні: а) 2,0 г
б) 2,0000 в) 0,2000 г

II. Розрахувати фактор перерахунку для визначення а) Сульфуру в BaSO_4 б)
Сульфуру в CaSO_4 в) Оксигену в CaSO_4 г) Барію в BaSO_4

Рекомендована література

Основна:

1. Кичкирук О.Ю. Аналітична хімія. Якісний та кількісний аналіз: курс лекцій. – Житомир.: Вид-во ЖДУ ім. І. Франка. - 2018. – 160 с.
2. Іванов С.В., Новоселов Є.Ф., Спаська О.А. Екологічна хімія. – Київ: НАУ – друк. - 2010. – 172 с.
3. Циганок Л.П., Бубель Т.О., Вишнікін А.Б., Вашкевич О.Ю. Аналітична хімія. Хімічні методи аналізу. - Дніпропетровськ: ДНУ ім. О. Гончара.- 2014.- 252 с.
4. Чмиленко Ф. О., Смітюк Н.М., Чмиленко Т. С. Методичні вказівки до статистичної обробки результатів експерименту в аналітичній хімії. – Дніпропетровськ: РВВ ДНУ. – 2012. – 28 с.

Додаткова:

1. Сегеда А.С. Аналітична хімія. Кількісний аналіз. – К.: ЦУЛ.- 2002. – С. 10-43.
2. Набиванець Б.Й., Сухан В.В., Калабіна Л.В. Аналітична хімія природного середовища. - К: Либідь. - 1996. - 304 с.
3. Перепелиця О.П. Екохімія та ендоекологія елементів. – К. - 2007. - 460 с.
4. Білявський Г.О., Бутченко Л.І., Навроцький В.Н. Основи екології, теорія і практикум. - К: Лібра. - 2002. - 352 с.
5. Федішин Б.М., Борисюк Б.В., Вовк М.В., Дорохов В.І., Павлюк Г.В. Хімія та екологія атмосфери. - К: Алерта. - 2003. - 273 с.
6. Німий С. М., Коневич Л. М. Основи екологічної хімії навколишнього середовища. – Івано-Франківськ: Полум'я, 2000. – 180 с.

Анионн	Катионн																		
	H ⁺	K ⁺	Na ⁺	NH ₄ ⁺	Ba ²⁺	Ca ²⁺	Mg ²⁺	Al ³⁺	Cr ³⁺	Fe ²⁺	Fe ³⁺	Ni ²⁺	Mn ²⁺	Zn ²⁺	Ag ⁺	Hg ²⁺	Cu ²⁺	Pb ²⁺	Sn ²⁺
OH ⁻		P	P	P	P	M	M	H	H	H	H	H	H	H	—	—	H	H	H
Cl ⁻	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	H	P	P	M	P
Br ⁻	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P		P	P	H	M	P	M	P
I ⁻	P	P	P	P	P	P	P	P	P		—	H	P	P	H	M	—	M	M
S ²⁻	P	P	P	P	P	—	—	—	—	P	—	H	H	H	H	H	H	H	H
SO ₃ ²⁻	P	P	P	P	M	M	M	—	—	M	—	H	M	P	H	—	—	M	—
SO ₄ ²⁻	P	P	P	P	H	M	P	P	P	P	P	P	P	P	M	P	P	M	P
PO ₄ ³⁻	P	P	P	P	H	H	M	H	H	H	H	H	M	H	H	—	—	H	H
CO ₃ ²⁻	P	P	P	P	H	H	M	—	—	H	—	—	H	H	M	—	—	H	—
SiO ₃ ²⁻	P	P	P	—	H	H	H	—	—	H	—	—	H	H	—	—	—	H	—
NO ₃ ⁻	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P
CH ₃ COO ⁻	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	—	P	P	P	P	P	P	P	P

період		ГРУППИ ЕЛЕМЕНТІВ										VIII		
ряд	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII		IX				
1	H 1,0079 водень							He 4,0026 гелій			Подвійний номер			
2	Li 6,941 літій	Be 9,01218 берилій	B 10,811 бор	C 12,01 вуглець	N 14,007 азот	O 15,999 кисень	F 18,998 фтор	Ne 20,179 неон			Символ			
3	Na 22,990 натрій	Mg 24,305 магній	Al 26,982 алюміній	Si 28,085 кремній	P 30,974 фосфор	S 32,066 сірка	Cl 35,453 хлор	Ar 39,948 аргон			Назва елементів систематично			
4	K 39,098 калій	Ca 40,078 кальцій	Sc 44,956 скандій	Ti 47,88 титан	V 50,942 ванадій	Cr 51,996 хром	Mn 54,938 марганець	Fe 55,847 залізо			Атомна маса			
5	Cu 63,546 мідь	Zn 65,38 цинк	Ga 69,723 галій	Ge 72,59 германій	As 74,922 мыш'як	Se 78,96 селен	Br 79,904 бром	Kr 83,80 криптон			Кобальт			
6	Rb 85,468 рубідій	Sr 87,62 стронцій	Y 88,906 іттрій	Zr 91,224 цирконій	Nb 92,906 ніобій	Mo 95,94 молибден	Tc 98,906 технецій	Ru 101,07 рутений			Родій			
7	Ag 107,87 срібло	Cd 112,41 кадмій	In 114,82 індій	Sn 118,71 олово	Sb 121,75 сурма	Te 127,60 телури	I 126,90 йод	Xe 131,29 ксенон			Ірідій			
8	Cs 132,91 цезій	Ba 137,33 барій	La 138,91 лантан	Hf 178,49 hafnium	Ta 180,95 тантал	W 183,85 вольфрам	Re 186,21 реній	Os 190,2 осмій			Платина			
9	Au 196,97 золото	Hg 200,59 ртуть	Tl 204,38 талій	Pb 207,2 свинець	Bi 208,98 бісмут	Po (209) полоній	At (210) астат	Rn (222) радон			Матерія			
10	Fr (223) францій	Ra 226,02 радій	Ac 227,03 актиній	Rf (261) рефреноридій	Db (262) дубній	Sg (263) сінбеггій	Bh (264) борій	Hs (265) гасій			Угнівний			
Вулиця		RO	RO	RO ₃	RO ₂	RO ₃	RO ₃	RO ₃			RO ₄			
Лінійні елементи														
58		Ce 140,91 цезій	Pr 144,24 прасодим	Nd (147) неодим	Pm 150,36 самарій	Eu 151,96 европій	Gd 157,25 гадолін	Tb 158,93 тербій	Dy 162,5 диспрозій	Ho 164,93 гольмій	Er 167,26 ербій	Tm 168,93 туній	Yb 173,04 йтербій	Lu 174,97 лютецій
90		Th 232,04 торій	Pa (231) проактиній	U 238,03 уран	Np (237) нептуній	Pu (244) плутоній	Am (243) амерсвій	Cm (247) кемрі	Bk (247) беркелій	Cf (254) калорній	Es (257) ейбелій	Md (258) менделевій	No (259) нобелій	Lr (260) леренсвій
**														

Навчальне видання

КИЧКИРУК Ольга Юріївна
КОНДРАТЕНКО Олена Ульянівна

Екоаналітична хімія

Інструктивно-методичні матеріали до лабораторних занять