МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ

НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
«Харківський політехнічний інститут»

Навчально-науковий інститут хімічних технологій та інженерії

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ

«Аналітична хімія. Кількісний титриметричний аналіз» до лабораторних робіт з курсу «Аналітична хімія»

для студентів спеціальності
181 «Харчові технології»
у т.ч. іноземних

Харків
2022

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ

НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
«Харківський політехнічний інститут»

Навчально-науковий інститут хімічних технологій та інженерії

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ

«Аналітична хімія. Кількісний титриметричний аналіз» до лабораторних робіт з курсу «Аналітична хімія»

для студентів спеціальності
181 «Харчові технології»
у т.ч. іноземних

Затверджено
Вченою радою
навчально-наукового інституту
хімічних технологій та інженерії
НТУ «ХПІ»,
протокол № 8 від 22.04.2021

Харків
НТУ «ХПІ»
2022

Методичні вказівки «Аналітична хімія. Кількісний титриметричний аналіз» до лабораторних робіт з курсу «Аналітична хімія» для студентів спеціальності 181 «Харчові технології» у т.ч. іноземних / Укладачі: Н.В. Ларінцева, С.І. Самойленко, І.А. Бєлих, О.В. Звягінцева − Харків : НТУ «ХПІ», 2022. − 68 с.

Укладачі: Н.В. Ларінцева,
С.І. Самойленко,
І.А. Бєлих,
О.В. Звягінцева

Рецензент Завідувач кафедри органічної хімії, біохімії, лакофарбових матеріалів та покриттів Національного технічного університету «Харківський політехнічний інститут», професор, доктор хімічних наук Циганков О.В.

Кафедра біотехнології, біофізики та аналітичної хімії.

ЗМІСТ

Вступ……. 5
Техніка безпеки в лабораторії аналітичної хімії…….. 6
Перша допомога при нещасних випадках……. 8
Лабораторне устаткування…….. 8
1 Метод кислотно-основної взаємодії…… 14
1.1 Лабораторна робота. Приготування і стандартизація робочих розчинів нітратної кислоти (HNO_3) та натрій гідроксиду (NaOH)……. 15
1.2 Лабораторна робота. Визначення вмісту аміаку (NH_3) у солях амонію методом зворотного титрування…….. 30
1.3 Лабораторна робота. Визначення вмісту фосфатної кислоти (H_3PO_4)…….. 32
2 Методи комплексонометрії……. 36
2.1 Лабораторна робота. Визначення вмісту феруму (III) у розчині….. 38
2.2 Лабораторна робота. Визначення вмісту цинку у присутності магнію у розчині…….. 39
3 Методи окисно-відновного титрування……. 43
3.1 Лабораторна робота. Приготування та стандартизація робочих розчинів натрій тіосульфату ($Na_2S_2O_3$) та йоду (J_2)……. 43
3.2 Лабораторна робота. Визначення вмісту аскорбінової кислоти у зразку……. 50
Список літератури…… 53
Додаток 1. Густина розчинів нітратної кислоти (при 20 ^oC)……... 54
Додаток 2. Густина розчинів натрій гідроксиду (при 20 ^oC)……... 55
Додаток 3. Завдання для розрахунку вмісту аміаку у солі амонію……. 56
Додаток 4. Завдання для розрахунку фосфатної кислоти…….. 58
Додаток 5. Логарифми констант стійкості комплексонатів металів…….. 60
Додаток 6. Завдання для розрахунку вмісту феруму (III) в розчині…….. 61
Додаток 7. Завдання для розрахунку визначення вмісту цинку у присутності магнію……. 63
Додаток 8. Завдання для розрахунку концентрації приготованих розчинів тіосульфату натрію та йоду……. 65
Додаток 9. Завдання для розрахунку вмісту аскорбінової кислоти…… 67

ВСТУП

Аналітична хімія – наука про методи та засоби хімічного аналізу. Хімічний аналіз – сукупність дій, у результаті яких отримують інформацію про хімічний склад об'єкта. Засоби хімічного аналізу – реактиви, прилади, стандартні зразки, тощо. Необхідно чітко розрізняти поняття «метод аналізу» і «методика аналізу». Перше означає універсальний і теоретично обґрунтований спосіб визначення складу, в основу якого покладений зв'язок між складом і властивістю, яка визначається. Застосування методу аналізу до конкретного об'єкту, що визначається з докладним описом усіх аналітичних операцій є методикою аналізу. Основні функції аналітичної хімії як галузі знань такі: розроблення загальних питань аналізу, методів аналізу і вирішення конкретних питань (контроль за якістю сировини, готової продукції, напівфабрикатів, промислових відходів тощо).

При хімічному якісному аналізі використовують аналітичні реакції – перетворення речовини, що досліджують внаслідок взаємодії з аналітичним реагентом з утворенням продуктів із характерними аналітичними ознаками – ефектами (утворення осадів, забарвлених сполук, розчинення осадів, виділення газів, утворення кристалів характерної форми, поява або гасіння люмінесценції, забарвлення полум'я газового пальника тощо).

Дисципліна призначена надати майбутнім спеціалістам теоретичні та практичні знання в галузі аналітичної хімії та втілення їх на підприємствах харчової промисловості, лабораторіях з контролю якості харчових продуктів, продуктів бродіння і виноробства, науково-дослідних лабораторіях.

У даних методичних вказівках розглянуті методи кількісного хімічного аналізу. Методичні вказівки з курсу «Аналітична хімія» призначені для виконання лабораторних робіт для студентів спеціальності 181 «Харчові технології» у т.ч. іноземних.

Усі цитати, цифровий та фактичний матеріал, бібліографічні відомості перевірені. Написання одиниць відповідає стандартам.

ТЕХНІКА БЕЗПЕКИ В ЛАБОРАТОРІЇ АНАЛІТИЧНОЇ ХІМІЇ

Лабораторні заняття проводяться під керівництвом викладача та чергового інженера. Перед початком лабораторних занять студенти проходять інструктаж з техніки безпеки, який оформлюється у спеціальному журналі. Крім того, під час кожної роботи вони одержують усний інструктаж від викладача.

Студенти несуть дисциплінарну відповідальність у разі недотримання вимог з охорони праці, техніки безпеки та протипожежної профілактики.

Працювати в лабораторії студенти повинні на постійному робочому місті тільки в халатах, застебнутих на всі ґудзики. Волосся має бути підібране під косинку чи шапочку.

Під час виконання лабораторних робіт необхідно дотримуватися наступних правил:

1. Під час роботи в лабораторії слід дотримуватися тиші, чистоти й порядку розміщення обладнання і реактивів на робочому місці.

2. Реактиви необхідно зберігати в закритому посуді, на якому є етикетка, де зазначено назву, формулу і концентрацію речовини (для рідин).

3. Не можна брати речовини руками і пробувати їх на смак. При визначенні речовин по запаху склянку варто тримати на відстані і направляти рухом руки повітря від отвору склянки до носа. Не вдихайте глибоко виділені гази або пару!

4. Не слід виливати надлишок реактивів із пробірок, колб, хімічних стаканів та інших посудин знову в той самий посуд з реактивами, оскільки останні можна забруднити й зіпсувати.

5. Усі досліди з отруйними речовинами або сполуками, які мають неприємний запах, слід проводити у витяжній шафі.

6. Під час роботи з концентрованими мінеральними кислотами їх слід вливати у воду малими порціями,бажано по стінці пробірки або колби.

7. Під час роботи з концентрованими розчинами кислот і лугів слід користуватися захисними окулярами та гумовими рукавичками.

8. Категорично забороняється всмоктувати в піпетки розчини кислот, лугів і отруйних речовин. Для цього необхідно користуватися гумовими грушами.

9. Не дозволяється куштувати реактиви на смак, оскільки вони можуть бути агресивними або отруйними.

10. Забороняється виливати в раковини умивальників залишки розчинів, що містять сильні кислоти. Їх слід зливати в спеціальні ємності, які щільно закриваються і не б'ються. Вони знаходяться у витяжній шафі або поряд з раковиною умивальника.

11. Під час роботи з речовинами, що подразнюють органи дихання або мають сильний запах, слід, як правило, користуватися витяжною шафою. Сипкі реактиви треба набирати спеціальними ложечками або шпателями.

12. Не викидайте в раковини умивальників використані фільтри, папір, вату, розбиті пробірки та уламки скла.

13. З легкозаймистими рідинами не можна працювати поблизу нагрівальних приладів. У випадку займання горючих речовин треба швидко погасити пальник або вимкнути електронагрівальні прилади, та загасити пожежу:

а) палаючі рідини прикривають повністю азбестовим покривалом, а потім, якщо потрібно, засипають піском;

б) у випадку займання лужних металів гасіть полум'я тільки сухим піском, але не водою.

14. В усіх випадках пожежі в лабораторії негайно викликати пожежну команду; до приходу пожежної команди скористайтеся вуглекислотним вогнегасником.

ПЕРША ДОПОМОГА ПРИ НЕЩАСНИХ ВИПАДКАХ

Порушення правил техніки безпеки, не дотримування інструкцій та правильних прийомів виконання лабораторної роботи можуть призвести до нещасних випадків.

Кожна людина повинна надати першу долікарську допомогу потерпілому, наступним чином:

1. При термічних опіках потрібно негайно охолодити уражене місце водою та промити його 5 %-вим розчином марганцевокислого калію або присипати гідрокарбонатом натрію (харчова сода).

2. У випадку порізу рану слід обробити розчином йоду або засобом, який його замінює, забинтувати або заклеїти лейкопластиром.

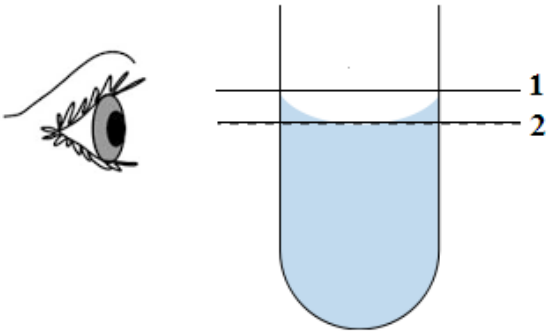
3. У разі опіків кислотою уражене місце потрібно промити водою, потім 3 %-вим розчином гідрокарбонату натрію.

4. При попаданні на шкіру їдкого лугу треба промити уражене місце водою та 2 %-вим розчином оцтової кислоти. Промивати потрібно з застосуванням ватного тампону для запобігання розтіканню рідини по шкірі.

ЛАБОРАТОРНЕ УСТАТКУВАННЯ

Мірний хімічний посуд. Мірним називають посуд, що застосовують для вимірювання об’єму. До нього відносяться циліндри, мірні піпетки, бюретки і мірні колби.

При вимірюванні об’єму необхідно, щоб око спостерігача знаходилося на одній горизонтальній лінії з нижнім меніском рідини. Рівень незабарвлених рідин встановлюють за нижнім меніском, забарвлених – за верхнім (рисунок 1).



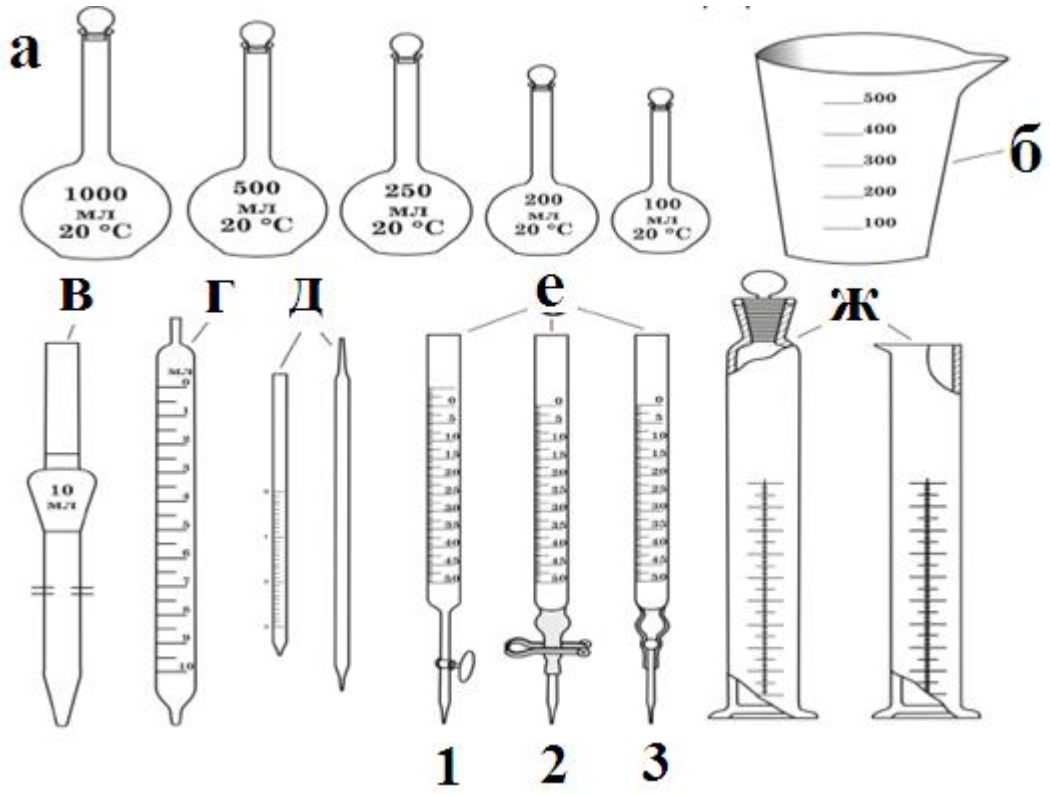
1 – верхній меніск, 2 – нижній меніск

Рисунок 1 – Схема вимірювання рівня рідини за меніском

На рисунку 2 наведено основні види мірного хімічного посуду.

Мірні колби застосовують для приготування заданого об'єму розчину. Вони представляють собою плоскодонні посудини різної місткості (рисунок 2, а). На верхній частині колби є мітка, а на самій колбі зазначена її місткість у $см^3$ при зазначеній температурі. Мірні колби мають на верхній частині колову риску, тобто калібровані на вливання. Колби з двома рисками на верхній частині калібровані одночасно на вливання і виливання.

Для приготування розчину в колбу наливають небагато води, вносять речовину і розчиняють її в цій воді. Потім наливають її на 0,5—1,0 см нижче мітки, доводять водою до мітки, додаючи воду по краплях з піпетки. Колбу щільно закривають пробкою і ретельно перемішують розчин, перевертаючи колбу кілька разів.



а – колби мірні (різного об’єму); б – мензурка; в – піпетка Мора; г – піпетка мірна градуйована; д – мікропіпетки; е – бюретки (1 – зі скляним краном; 2 – з затвором Мора; 3 – зі скляною бусинкою); ж – циліндри

Рисунок 2 – Основні види мірного хімічного посуду

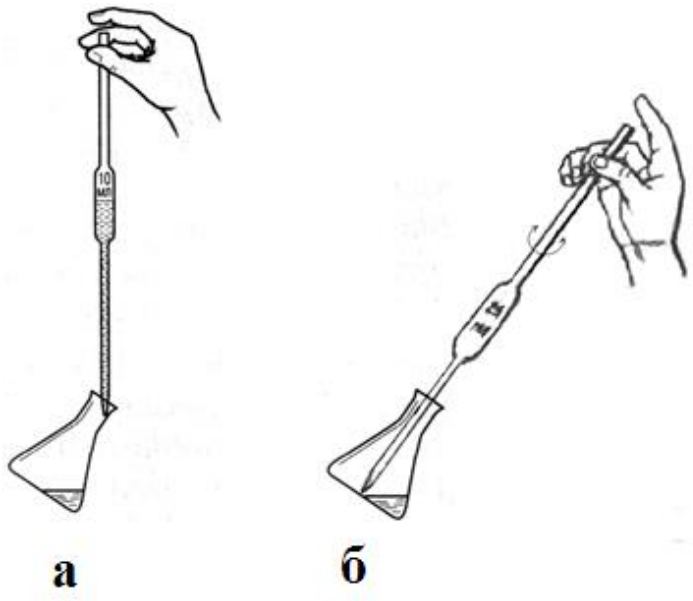
Мензурка – мірна посудина конічної форми, на зовнішній поверхні якої, як і у мірних циліндрів, нанесені поділки в $см^3$ (рисунок 2,б). Через конічну форму шкала мензурок нерівномірна, відмірювання невеликих об'ємів рідини мензурками може бути виконано з більшою точністю, ніж об'ємів, близьких до граничної місткості. Стандартом визначено розміри мензурок ємністю від 50 до 1000 $см^3$.

Нерідко мензурки застосовуються для відстоювання каламутних рідин, осад збирається в нижній звуженої її частини. Товсті дно і стінки не допускають нагрівання мензурок.

Піпетки (рисунок 2. в, г, д) служать для відмірювання і перенесення визначеного об'єму рідини. Звичайні піпетки представляють собою скляні

трубки невеликого діаметра з розширенням посередині. Нижній край піпетки трохи відтягнутий і має діаметр близько 1 мм. Піпетки бувають місткістю від 0,1 до 100 $см^3$. У верхній частині піпетки є мітка, до якої набирають рідину. Широко застосовують також градуйовані піпетки з розподілами.

Щоб відміряти об'єм розчину, піпетку беруть великим і середнім пальцями, занурюють нижній край піпетки глибоко в розчин і засмоктують розчин за допомогою гумової груші трохи вище мітки. Знімають грушу, отвір закривають вказівним пальцем і піднімають піпетку. Злегка відкривають отвір, зливають зайву рідину до відмітки колової риски. Знову щільно закривають отвір і переносять піпетку в колбу для титрування і дають рідині вільно витікати. Коли вся рідина витече, торкаються кінчиком піпетки до стінки посуду і чекають поки витечуть залишки рідини (рисунок 3). Видувати краплі рідини, яка залишилася в піпетці, не допускається.



а – зливання розчину, б – видалення останніх крапель розчину

Рисунок 3 – Процес виливання розчину з піпетки

Бюретки призначені для титрування (рисунок 2, е). Бюретка – це циліндрична трубка з краном або гумовим затвором чи кулькою і нанесеними по всій її довжині поверхні поділками, які дозволяють вимірювати об'єм розчину з точністю до 0,02 $см^3$. Нульова поділка розміщена у верхній частині бюретки.

Правила титрування з бюретки:

1. Перед роботою бюретку необхідно промити розчином для титрування. Якщо в капілярі залишається повітря, капіляр згинають так, щоб кінчик капіляра був спрямований нагору, і витісняють рідиною все повітря (рисунок 4).

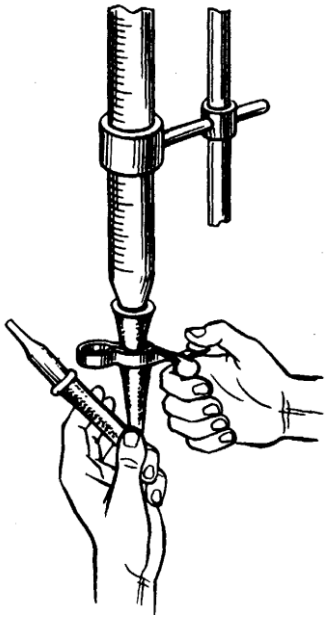


Рисунок 4 – Видалення повітря з капіляру

2. Титрант додають краплями, конічну колбу з розчином тримають за шийку правою рукою, постійно перемішуючи її вміст коловими рухами.

3. Відлік поділок на шкалі знімають за нижнім краєм меніска, якщо рідина безбарвна. При титруванні інтенсивно забарвленими розчинами відлік роблять за верхнім краєм меніска. При відліку по бюретці очі спостерігача повинні знаходитися на рівні рідини в бюретці (рисунок 1).

4. Кожне повторне титрування починають з нульової відмітки на шкалі бюретки. Для одержання достовірних результатів проводять не

менше трьох відтворюваних титрувань. Різниця у витратах титранту не повинна перевищувати 0,1–0,2 $см^3$. Якщо спостерігається значна розбіжність, титрування повторюють до одержання трьох результатів, які сходяться і з яких беруть середнє значення.

5. По закінченню роботи бюретку миють і заповнюють дистильованою водою.

Циліндри (рисунок 2,ж) застосовують у тих випадках, коли вимірювання об'єму рідини не вимагає великої точності. Мірні циліндри – скляні посудини з нанесеними на зовнішній стінці поділками, що вказують об'єм у $см^3$. У системі СІ об'єм виражають у кубічних метрах чи його кратних частках ($см^3$, $дм^3$). Мірний посуд градуйований у мілілітрах ($см^3$) чи літрах (л) (1 мл відповідає 1 $см^3$; 1 л – 1 $дм^3$).

Об'єм циліндрів буває від 5–10 $см^3$ до 1 $дм^3$ і більше. Щоб відміряти певний об'єм рідини, її наливають у мірний циліндр доти, поки нижній меніск не досягне рівня потрібної відмітки.

1 МЕТОД КИСЛОТНО-ОСНОВНОЇ ВЗАЄМОДІЇ

Мета розділу – вивчення методів аналізу, заснованих на реакціях кислотно-основної взаємодії, пов'язаних з обміном протонами між титрантом і речовиною, що аналізують.

Кислотно-основне титрування (метод нейтралізації) – титриметричний метод аналізу, в основі якого (у водному середовищі) лежить реакція нейтралізації:

$$H_3O^+ + OH^- \leftrightarrow 2H_2O$$

Робочими розчинами в методі нейтралізації є розчини кислот – сульфатна, хлоридна, нітратна, щавлева, лугів – калій гідроксид, натрій гідроксид, а також гідролізованих солей, що мають в розчині лужну реакцію, наприклад, бура – $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ і натрій карбонат – $Na_2CO_3 \cdot 10H_2O$.

За допомогою цього методу проводять кількісне визначення різних кислот, основ, гідролізованих солей, визначають тимчасову твердість води.

Якщо як титранти використовують розчини кислот, то метод називають *ацидиметрія*, а якщо основи – *алкаліметрія*.

Для знаходження точки еквівалентності (закінчення титрування) в методі нейтралізації використовують індикатори. Це речовини, які змінюють своє забарвлення в залежності від концентрації іонів Гідрогену в розчині.

Точка закінчення титрування, яку встановлюють по зміні забарвлення індикатора, може не співпадати з точкою еквівалентності, що є дійсною точкою закінчення титрування. Тому треба завжди вибирати такий індикатор, для якого різниця між точкою еквівалентності і точкою закінчення титрування є найменшою.

Основна вимога при виборі індикатора полягає в тому, що інтервал pH, в якому змінюється забарвлення індикатора, по можливості, повинен бути ближче до pH розчину в точці еквівалентності.

Вибір відповідного індикатора необхідно проводити на основі кривих титрування. Інтервал значень pH, в якому індикатор змінює своє забарвлення, називається областю переходу індикатора.

1.1 ЛАБОРАТОРНА РОБОТА

ПРИГОТУВАННЯ І СТАНДАРТИЗАЦІЯ РОБОЧИХ РОЗЧИНІВ НІТРАТНОЇ КИСЛОТИ (HNO_3) ТА НАТРІЙ ГІДРОКСИДУ (NaOH)

Калібрування хімічного посуду. Перед калібруванням лабораторний посуд ретельно миють. Склянки для зберігання робочих розчинів слід мити розчином соди. Вимірювальний посуд (мірні колби, піпетки, бюретки) необхідно мити хромовою сумішшю або розчином натрій гідроксидом, після чого промивають водою та змивають дистильованою водою.

Приблизне калібрування склянок проводять водопровідною водою за допомогою мірного циліндра. На поверхні склянок наносять відмітки через кожні 50 $см^3$, починаючи з відмітки 100$см^3$.

Ємність мірної колби перевіряють, встановлюючи співвідношення між колбою та піпеткою: десять разів піпеткою відміряють дистильовану воду при кімнатній температури в мірну колбу. По нижньому краю меніска води у колбі на поверхні вузької частини колби наносять відмітку. Якщо необхідно, калібрування повторюють, корегують положення мітки.

Реактиви. Вихідні розчини – нітратна кислота (HNO_3), натрій гідроксид (NaOH), натрій карбонат (Na_2CO_3), індикатор – метиленовий помаранчевий 0,1%-вий водний розчин.

Посуд та устаткування. Склянки хімічні (1 $дм^3$, 500 $см^3$), мірний циліндр, колба мірна (200 $см^3$); піпетка мірна (20 $см^3$); бюретка (25 $см^3$); колби конічні (250–300 $см^3$), гумова груша.

Приготування 0,1 М розчину нітратної кислоти (HNO_3)

Потрібний об’єм робочого розчину готують розбавленням більш концентрованого вихідного розчину до необхідної концентрації. Для розрахунку об’єму вихідного розчину необхідно:

1) виміряти густину розчину – ρ, г/$см^3$;

2) за довідником визначити масову частку розчину – *W*, %

3) провести розрахунок необхідного об'єму вихідного розчину.

Спочатку визначають масу безводної нітратної кислоти, що повинна міститися у об'ємі розчину HNO_3, який необхідно приготувати (формула 1.1):

$$m(HNO_3) = c(HNO_3) \cdot V(HNO_3) \cdot M(HNO_3), \qquad (1.1)$$

де *c* (HNO_3) – концентрація нітратної кислоти, моль/дм^3;

V (HNO_3) – об'єм нітратної кислоти, дм^3;

M (HNO_3) – молярна маса нітратної кислоти, г/моль.

Далі обчислюють масу розчину з урахування масової частки нітратної кислоти, що міститься в даному розчині (додаток 1) (формула 1.2):

$$m(р-ну) = \frac{m(HNO_3) \cdot 100\%}{W(HNO_3)}, \qquad (1.2)$$

де *m*(HNO_3) – маса нітратної кислоти, г;

W (HNO_3) – масова частка нітратної кислоти, %.

За густиною розчину визначають об'єм, який займає ця маса розчину (формула 1.3):

$$V(р-ну) = \frac{m(р-ну)}{\rho(HNO_3)}, \qquad (1.3)$$

де *m* (р-ну) – маса розчину нітратної кислоти, г;

ρ(HNO_3) – густина нітратної кислоти, г/см^3.

Визначений об'єм вихідного розчину відміряють мірним циліндром і переносять у склянку місткість 1 дм^3, доводять дистильованою водою до необхідного об'єму та перемішують

Приклад. Необхідно приготувати розчин нітратної кислоти об'ємом 600 $см^3$ з концентрацією 0,1 моль/$дм^3$.Густина вихідної кислоти 1,115 г/$см^3$.

Таким чином:

Визначають масу безводної нітратної кислоти:

$$m(HNO_3) = 0{,}1 \cdot 0{,}6 \cdot 63 = 3{,}78г$$

Із довідкових даних, при питомій густині ρ=1,115 г/$см^3$ масова частка (W) складає 20%.

Визначають масу розчину нітратної кислоти, що містить 3,78 г безводної нітратної кислоти:

$$m(р-ну) = \frac{3{,}78 \cdot 100\%}{20\%} = 18{,}9г$$

Визначають об'єм розчину нітратної кислоти:

$$V(р-ну) = \frac{18{,}9}{1{,}115} = 16{,}95см^3$$

Тобто, для приготувати розчину нітратної кислоти об'ємом 600 $см^3$ з концентрацією 0,1 моль/$дм^3$ необхідно взяти 16,95 $см^3$ нітратної кислоти густиною ρ = 1,115 г/$см^3$ перенести в склянку, довести дистильованою водою до мітки 600 $см^3$ та перемішати.

Приготування 0,1 М розчину натрій гідроксиду (NaOH)

Робочий розчин натрій гідроксиду (NaOH) готують таким самим способом, що і розчин нітратної кислоти (HNO_3).

Спочатку визначають масу безводного натрій гідроксиду, що повинна міститися у об'ємі розчину, який необхідно приготувати (формула 1.4):

$$m(NaOH) = c(NaOH) \cdot V(NaOH) \cdot M(NaOH), \qquad (1.4)$$

де *c(NaOH)* – концентрація натрій гідроксиду, моль/дм^3;

V(NaOH) – об'єм натрій гідроксиду, дм^3;

M(NaOH) – молярна маса натрій гідроксиду, г/моль.

Далі обчислюють масу розчину з урахування масової частки натрій гідроксиду, що міститься у цьому розчині (додаток 2) (формула 1.5):

$$m(р-ну) = \frac{m(NaOH) \cdot 100\%}{W(NaOH)}, \qquad (1.5)$$

де *m*(NaOH) – маса натрій гідроксиду, г;

W(NaOH) – масова частка натрій гідроксиду, %.

За густиною розчину визначають об'єм, який займає ця маса розчину (формула 1.6):

$$V(р-ну) = \frac{m(р-ну)}{\rho(NaOH)}, \qquad (1.6)$$

де *m(р-ну)* – маса розчину натрій гідроксиду, г;

ρ(*NaOH)* – густина розчину натрій гідроксиду, г/см^3.

Розрахований об'єм вихідного розчину відміряють мірним циліндром і переносять у склянку місткість 500 см^3, доводять дистильованою водою до необхідного об'єму та перемішують

Приклад. Необхідно приготувати розчин натрій гідроксиду об'ємом 400 см^3 з концентрацією 0,1моль/дм^3. Густина вихідного розчину натрій гідроксиду 1,215 г/см^3.

Таким чином:

визначають масу безводного натрій гідроксиду (NaOH):

$$m(\text{NaOH}) = 0{,}1 \cdot 0{,}4 \cdot 40 = 1{,}6 \text{ г}$$

По довідковим даним, при густині ρ=1,215 г/см^3 масова частка NaOH (*W*) складає 20%.

Визначають масу розчину натрій гідроксиду (NaOH):

$$m(р-ну) = \frac{1{,}6 \cdot 100\%}{19{,}62\%} = 8{,}15г$$

Визначають об'єм розчину натрій гідроксиду (NaOH):

$$V(р-ну) = \frac{8{,}15}{1{,}215} = 6{,}07см^3$$

Тобто, для приготувати розчину натрій гідроксиду об'ємом 400 см^3 з концентрацією 0,1 моль/дм^3 треба взяти 6,07 см^3 натрій гідроксиду за густиною ρ = 1,215 г/см^3, довести дистильованою водою до мітки 400 см^3 та перемішати.

Стандартизація робочого розчину (HNO_3)

Стандартизацію приготованого розчину виконують, користуючись еталонним розчином натрій карбонату (Na_2CO_3), який готують методом точної наважки у мірній колбі.

Наважку натрій карбонату розраховують за умовою, що на титрування аліквотної (кратної) частини розчину Na_2CO_3 витрачається від 10 до 20 см^3 приготованого розчину нітратної кислоти за формулою 1.7:

$$m(Na_2CO_3) = \frac{c(HNO_3) \cdot V(HNO_3) \cdot M(1/2Na_2CO_3)}{1000} \cdot \frac{V_{м.к}}{V_{п.}}, \qquad (1.7)$$

де $c(HNO_3)$ – концентрація нітратної кислоти, моль/дм^3;

$V(HNO_3)$ – об'єм нітратної кислоти, що витратили на титрування, см^3;

$M(1/2Na_2CO_3)$ – молярна маса еквівалента натрій карбонату, г/моль;

$V_{м.к}$ – об'єм мірної колби, см^3;

$V_п$ – об'єм мірної піпетки, см^3;

1000 – коефіцієнт перерахунку об'єму з дм^3 у см^3

Приклад. Необхідно провести стандартизацію розчину нітратної кислоти (HNO_3) з концентрацією 0,1 моль/дм^3.

Таким чином.

Визначають масу натрій карбонату, якщо на титрування аліквотної частини цього розчину витрачається 10 $см^3$ нітратної кислоти:

$$m_1(Na_2CO_3) = \frac{0{,}1 \cdot 10 \cdot 53}{1000} \cdot \frac{200}{20} = 0{,}53г$$

Визначають масу натрій карбонату (Na_2CO_3), якщо на титрування аліквотної частини цього розчину витрачається 20 $см^3$ нітратної кислоти:

$$m_2(Na_2CO_3) = \frac{0{,}1 \cdot 20 \cdot 53}{1000} \cdot \frac{200}{20} = 1{,}06г$$

Тобто, необхідно приготувати розчин натрій карбонату (Na_2CO_3) таким чином, щоб його наважка була у межах від 0,53 г до 1,06 г.

Приготування розчину натрій карбонату. Наважку Na_2CO_3 зважують у ампулі та відсипають крізь суху воронку в мірну колбу, з невеликою кількістю дистильованої води. Після цього ампулу знову зважують і розраховують наважку. Всі результати записують у лабораторний журнал у наступному вигляді:

Маса порожньої ампули _____г
Маса ампули з натрій карбонатом _____г
Маса ампули після висипання натрій карбонату _____г
Наважка натрій карбонату _____г

Приклад.

Маса порожньої ампули 12,42 г
Маса ампули з натрій карбонатом 13,05 г
Маса ампули після висипання натрій карбонату 12,50 г
Наважка натрій карбонату 13,05 – 12,50 = 0,55 г

Ретельно змивають соду зі стінок воронки дистильованою водою. Після повного розчинення наважки в мірній колбі доводять водою до калібрувальної риски та ретельно перемішують.

Титрування розчину натрій карбонату (Na_2CO_3) робочим розчином нітратної кислоти (HNO_3)

Еталонним розчином натрій карбонату промивають піпетку 2–3 рази, відбирають аліквотну 1/10 частину розчину Na_2CO_3 в конус для титрування та додають 2–3 краплі метиленового помаранчевого.

Бюретку промивають 2–3 рази розчином HNO_3, заповнюють її цим розчином, витискають повітря з носика бюретки, встановлюють рівень розчину на нульову відмітку.

Повільно по краплях додають розчин нітратної кислоти до розчину натрій карбонату, постійно перемішуючі його до зміни забарвлення розчинну з жовтого до червоно-помаранчевого.

Титрування проводять не менш трьох разів з метою досягнення відтворюваності результатів $\pm 0{,}2$ см^3.

Результати титрування заносять у лабораторний журнал у вигляді таблиці 1.1

Таблиця 1.1 – Результати титрування натрій карбонату нітратною кислотою

№ п/п	Об'єм розчину Na_2CO_3, см^3	Об'єм титранту – HNO_3,см^3	
		Попередні дані	Остаточні дані
1			
2			
3			
Середнє значення			

Приклад.

№ п/п	Об'єм розчину Na_2CO_3, см^3	Об'єм титранту – HNO_3, см^3	
		Попередні данні	Остаточні данні
1	20,00	9,50	9,99
2	20,00	9,70	10,00
3	20,00	9,60	10,10
Середнє значення	20,00	9,60	10,00

Концентрацію розчину HNO_3, обчислюють за формулою 1.8:

$$c(HNO_3) = \frac{m(Na_2CO_3) \cdot 1000}{V_{сер}(HNO_3) \cdot M(1/2Na_2CO_3)} \cdot \frac{V_{п.}}{V_{м.к.}}, \qquad (1.8)$$

де c (HNO_3) – концентрація нітратної кислоти, моль/дм^3;

$V_{сер}$(HNO_3) – середній об'єм нітратної кислоти, що витратили на титрування, см^3;

M(1/2Na_2CO_3) – молярна маса еквівалента натрій карбонату, г/моль;

$V_{м.к}$ – об'єм мірної колби, см^3;

$V_п$ – об'єм мірної піпетки см^3;

1000 – коефіцієнт перерахунку з дм^3 у см^3

Титр нітратної кислоти, (г/см^3) розраховують за формулою 1.9

$$T(HNO_3) = \frac{c(HNO_3) \cdot M(HNO_3)}{1000}, \qquad (1.9)$$

де c(HNO_3) – концентрація нітратної кислоти, моль/дм^3;

M(HNO_3) – молярна маса нітратної кислоти, г/моль;

1000 – коефіцієнт перерахунку з дм^3 у см^3.

Якщо концентрація нітратної кислоти, HNO_3, відрізняється від бажаної розчин слід коригувати.

Приклад. Наважка натрій карбонату (Na_2CO_3) складає 0,55 г, на титрування аліквотної частини розчину пішло 10,00 см^3 нітратної кислоти (HNO_3), об'єм мірної колби складає 200 см^3, об'єм піпетки (проби) 20 см^3.

$$c(HNO_3) = \frac{0{,}55 \cdot 1000}{10 \cdot 53} \cdot \frac{20}{200} = 0{,}1038 моль/дм^3$$

$$T(HNO_3) = \frac{0{,}1038 \cdot 63}{1000} = 0{,}0065394 г/см^3$$

Корегування робочого розчину нітратної кислоти (HNO_3)

Корегування робочого розчину виконують його розбавленням або укріпленням.

Розрахунок розбавлення розчинів виконують, виконуючи з того, що кількість розчиненої речовини $n(HNO_3)$ до і після розбавлення не змінюється, відповідно формули 1.10:

$$n_0(HNO_3) = n(HNO_3)$$

$$c_0(HNO_3) \cdot V_0(HNO_3) = c(HNO_3) \cdot V(HNO_3)$$

$$V(HNO_3) = \frac{c_0(HNO_3) \cdot V_0(HNO_3)}{c(HNO_3)} \quad , \qquad (1.10)$$

$$V(H_2O) = V_0(HNO_3) - V(HNO_3)$$

де $c_0(HNO_3)$ і $c(HNO_3)$ – концентрація розчину до і після розбавлення відповідно, моль/дм^3;

$V_0(HNO_3)$ і $V(HNO_3)$ – об’єм розчину до і після розбавлення відповідно, см^3.

Розрахований об’єм води відміряють мірним циліндром, переносять у склянку з кислотою і перемішують.

Приклад. Приготований розчин нітратної кислоти об’ємом 800 см^3 має концентрацію 0,120 моль/дм^3 на відміну від необхідної концентрації 0,1 моль/дм^3, тоді:

$$0{,}12 \cdot 800 = 0{,}1 \cdot V(HNO_3)$$

$$V(HNO_3) = \frac{0{,}12 \cdot 800}{0{,}1} = 960 см^3$$

$$V(H_2O) = 960 - 800 = 160 см^3$$

Тобто, до розчину з концентрацією 0,120 моль/дм^3 об'ємом 800 см^3 треба додати 160 см^3 води.

Розрахунок укріплення розчинів базується на тому, що кількість розчиненої речовини після укріплення дорівнює сумі розчиненої речовини у вихідному і розчину яким укріплюють відповідно формулі 1.11

$$c_0(HNO_3)\cdot V_0(HNO_3)+c_1(HNO_3)\cdot V_1(HNO_3)=c_2(HNO_3)\cdot V_2(HNO_3)$$

$$V_2(HNO_3)=V_0(HNO_3)+V_1(HNO_3)$$

$$c_0(HNO_3)\cdot V_0(HNO_3)+c_1(HNO_3)\cdot V_{_1}(HNO_3)=c_2(HNO_3)\cdot[V_0(HNO_3)+V_1(HNO_3)], \quad (1.11)$$

$$V_{_1}(HNO_3)=\frac{[c_2(HNO_3)+c_0(HNO_3)]\cdot V_0(HNO_3)}{[c_{_1}(HNO_3)-c_{2_1}(HNO_3)]}$$

де $c_0(HNO_3)$ – концентрація приготованого розчину нітратної кислоти, моль/дм^3;

$c_1(HNO_3)$ – необхідна концентрація нітратної кислоти, моль/дм^3;

$c_2(HNO_3)$ – концентрація нітратної кислоти для укріплення, моль/дм^3;

$V_0(HNO_3)$ – об'єм приготованого розчину нітратної кислоти, см^3;

$V_1(HNO_3)$ – об'єм розчину необхідної концентрації нітратної кислоти, см^3;

$V_2(HNO_3)$ – об'єм розчину для укріплення нітратної кислоти, см^3.

Визначений об'єм розчину яким укріплюють відміряють бюреткою, переносять у склянку з кислотою та перемішують.

Приклад. Приготований розчин нітратної кислоти, HNO_3, об'ємом 800 см^3 має концентрацію 0,080 моль/дм^3 на відміну від необхідної концентрації 0,10 моль/дм^3, розчин для укріплення має концентрацію 2,0 моль/дм^3, тоді:

$$V_{_1}(HNO_3)=\frac{(2-0{,}08)\cdot 800}{(2{,}0-0{,}1)}=8{,}4\ \ см^3$$

Тобто, до розчину з концентрацією 0,08 моль/дм^3 об'ємом 800 см^3 треба додати 8,4 см^3 нітратної кислоти з концентрацією 2,0 моль/дм^3.

Відкоригований розчин (після розбавлення або укріплення) повторно стандартизують з використанням натрій карбонату , результати титрування заносять до таблиці 1.1.

Приготування і стандартизація 0,1 М розчину натрій гідроксиду (NaOH)

Всі розрахунки і процес приготування 0,1 М розчину натрій гідроксиду (NaOH) виконуються таким самим чином, як і для 0,1 М розчину нітратної кислоти (HNO_3)

Стандартизація 0,1 М розчину натрій гідроксиду (NaOH)

Стандартизацію 0,1 М розчину гідроокису натрій гідроксиду (NaOH), виконують, використовуючи стандартний розчин нітратної кислоти (HNO_3). Для цього бюреткою відміряють в конічну колбу 10 $см^3$ розчину NaOH, і титрують розчином HNO_3, в присутності метиленового помаранчевого до зміни забарвлення розчину з жовтого до червоно-помаранчевого.

Титрування проводять не менше трьох разів з метою досягнення відтворюваності результатів ± 0,2 $см^3$.

Результати титрування заносять у лабораторний журнал відповідно до таблиці 1.2

Таблиця 1.2 – Результати титрування натрій гідроксиду (NaOH), нітратною кислотою (HNO_3)

№ п/п	Об'єм розчину натрій гідроксиду (NaOH), $см^3$	Об'єм титранту – нітратної кислоти, (HNO_3),$см^3$	Середній об'єм титранту – нітратної кислоти (HNO_3),$см^3$
1			
2			
3			

Приклад.

№ п/п	Об’єм розчину натрій гідроксиду (NaOH), см^3	Об’єм титранту – нітратної кислоти (HNO_3),см^3	Середній об’єм титранту – нітратної кислоти (HNO_3),см^3
1	10,0	11,30	11,25
2	10,0	11,20	
3	10,0	11,25	

Концентрацію приготованого розчину натрій гідроксиду (NaOH), розраховують за формулою 1.12:

$$n(NaOH) = n(HNO_3)$$

$$c(NaOH) \cdot V(NaOH) = c(HNO_3) \cdot V(HNO_3)$$

$$c(NaOH) = \frac{c(HNO_3) \cdot V_{сер}(HNO_3)}{V(NaOH)}, \qquad (1.12)$$

де $c(HNO_3)$ – концентрація нітратної кислоти, моль/дм^3;

$V_{сер}(HNO_3)$ – середній об’єм розчину нітратної кислоти, що витратили на титрування, см^3;

$V(NaOH)$ – об’єм розчину натрій гідроксиду, що взяли на титрування, см^3.

За необхідністю, розчин натрій гідроксиду (NaOH), корегують (розбавляють або укріплюють) таким чином, щоб він реагував з рівним об’ємом нітратної кислоти (HNO_3).

Готові та стандартизовані розчини нітратної кислоти (HNO_3), та натрій гідроксиду (NaOH), в подальшому використовують для виконання лабораторних робіт з розділу 1.

Перевірка результатів титрування за Q-критерієм

Для перевірки однорідності вибірки (виявлення грубих похибок) використовують Q-критерій за формулами 1.13 та 1.14:

$$Q_1 = \frac{X_2 - X_1}{X_n - X_1}; \quad (1.13)$$

$$Q_n = \frac{X_n - X_{n-1}}{X_n - X_1}; \quad (1.14)$$

і порівнюють з табличними даними значення Q – критерію (таблиця 1.3) в залежності від числа вимірювань n для рівня імовірності P = 95%. Якщо $Q < Q_{табл}$ – похибки немає, якщо $Q > Q_{табл}$ – похибка існує і цей результат треба виключити з подальших розрахунків.

Таблиця 1.3 – Критичне значення Q-критерію для довірчої імовірності P = 95% та значення критерію Стьюдента.

Кількість вимірювань, n	Q-критерій	Критерій Стьюдента, $t_{\alpha.n}$
2	0,94	12,71
3	0,94	4,30
4	0,77	3,18
5	0,64	2,78
6	0,55	2,57
7	0,51	2,45
8	0,48	2,37

Приклад. При титрування натрій карбонату, Na_2CO_3, нітратною кислотою, HNO_3, одержано наступні результати: 15,25; 15,32; 15,55; 15,28; 15,34,($см^3$).

Для перевірки придатності результатів вимірювання об’єму (виявлення грубих похибок) та подальшої статистичної обробки їх розміщують у порядку зростання чисельних значень: 15,25; 15,28; 15,32; 15,34; 15,55,($см^3$) для першого і останнього результату розраховують значення Q-критерію:

$$Q_1 = \frac{15{,}28 - 15{,}25}{15{,}55 - 15{,}25} = 0{,}10 \quad Q_5 = \frac{15{,}55 - 15{,}34}{15{,}55 - 15{,}25} 0{,}70$$

і порівнюють з даними таблиці 1.3. При кількості п’яти вимірювань та імовірності Р = 95% критичне значення Q-критерію дорівнює 0,64.

$$Q_1 < Q_{табл} \quad Q_5 > Q_{табл}$$
$$0,1 < 0,64 \qquad 0,7 > 0,64$$

Дані співставлення показують, що останній результат слід виключити. З чотирьох перших результатів визначають середнє значення об’єму розчину та проводять подальші розрахунки.

Статистична обробка результатів титрування

Статистична обробка обраних даних виконується з метою визначення похибки титрування.

Проводять розрахунок середнього об’єму розчину титранту (формула 1.14):

$$\overline{V} = \frac{\sum V_i}{n}; \qquad (1.14)$$

де $\sum V_i$ – сума об’ємів титр анту, $см^3$;

n – кількість вимірювань.

Розраховують стандартне відхилення (формула 1.15):

$$S = \sqrt{\frac{\sum (V_i - \overline{V})^2}{n-1}}. \qquad (1.15)$$

Похибка титрування розраховується за формулою 1.16:

$$\varepsilon = \pm \frac{t_{\alpha,n} \cdot S}{\sqrt{n}}; \qquad (1.16)$$

де $t_{\alpha.n}$ – критерій Стьюдента (таблиця 1.3)

Розраховують довірчий інтервал вимірювання (формула 1.17):

$$\overline{V} \pm \varepsilon \qquad (1.17)$$

Відносна похибка титрування розраховується за формулою 1.18

$$\Delta_0 = \pm \frac{\varepsilon \cdot 100\%}{\overline{V}} \qquad (1.18)$$

Приклад. Визначити середнє інтервальне значення об'єму кислоти і стандартне відхилення з надійністю Р-95%, якщо при повторних титруваннях однакового об'єму натрію карбонат одержано наступні результати: 15,25; 15,28; 15,33; 15,34, ($см^3$). Результати титрування слід подавати у вигляді таблиці 1.4

Таблиця 1.4 – Результати титрування для подальшої статистичної обробки

№ вимір.	Об'єм розчину V_i, $см^3$	Середнє значення об'єму розчину $\overline{V_i}$, $см^3$	$(V_i - \overline{V}) \cdot 10^2$, $см^3$	$(V_i - \overline{V}) \cdot 10^4$, $см^3$	Статистичне відхилення, S
1	15,25	15,30	5	255	$4{,}21 \cdot 10^{-2}$
2	15,28		2	4	
3	15,33		3	9	
4	15,34		4	15	
n=4	$\sum$ 61,20			54	

$$\overline{V} = \frac{61{,}20}{4} = 15{,}30;$$

$$S = \sqrt{\frac{51 \cdot 10^{-4}}{4-1}} = 4{,}24 \cdot 10^{-2};$$

$$\varepsilon = \pm \frac{3{,}18 \cdot 4{,}24 \cdot 10^{-2}}{\sqrt{4}} = \pm 0{,}07;$$

$$\overline{V} \pm \varepsilon = 15{,}30 \pm 0{,}07 см^3;$$

$$\Delta_0 = \pm \frac{0{,}7 \cdot 100\%}{15{,}30} = \pm 0{,}45\%$$

1.2 ЛАБОРАТОРНА РОБОТА

ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ АМІАКУ (NH_3) У СОЛЯХ АМОНІЮ МЕТОДОМ ЗВОРОТНОГО ТИТРУВАННЯ

Суть методу. Визначення ґрунтується на тому, що до розчину, що містить солі амонію додають точно відміряний надлишковий об'єм стандартизованого розчину натрій гідроксиду (NaOH) та нагрівають суміш до повного видалення аміаку:

$$NH_4Cl + NaOH \rightarrow NaCl + H_2O + NH_3\uparrow$$

Частину лугу, що залишилася титрують стандартизованим розчином нітратної кислоти в присутності індикатора метилового помаранчевого.

$$NaOH + HNO_3 \rightarrow NaNO_3 + H_2O$$

Реактиви. Нітратна кислота (HNO_3) з концентрацією 0,100 М стандартний розчин. Натрій гідроксид (NaOH) 0,100 М стандартний розчин. Метиловий помаранчевий, 0,1%-вий водний розчин. Лакмусовий папір універсальний червоний.

Посуд та устаткування. Колба мірна (200 $см^3$); піпетка мірна (20 $см^3$); бюретка (25 $см^3$); колби конічні (250–300 $см^3$). Сітка азбестова. Електрична плитка або газовий пальник. Гумова груша.

Проведення визначення. Розчин, що аналізують в мірній колбі ємністю 200 $см^3$ розбавляють дистильованою водою до мітки і ретельно перемішують. Аліквоту цього розчину 20,0 $см^3$ переносять в конічну колбу для титрування. Потім додають з бюретки 20 $см^3$ стандартного розчину лугу. Колбу переносять на азбестову сітку і нагрівають, не доводячи розчин до кипіння, протягом 7–10 хвилин. У пари, що виходить з колби вносять змочений дистильованою водою лакмусовий універсальний папір (червоний). Про повне видалення аміаку свідчить лакмусовий папір колір якого не змінюється при внесенні його в пари або зникає запах аміаку. Після видалення аміаку колбу знімають, зі стінок колби змивають

конденсат дистильованою водою, та охолоджують колбу. Вміст колби титрують розчином кислоти у присутності метилового помаранчевого до переходу жовтого забарвлення розчину у помаранчевий. Відмічають об'єм титранту, що витратили на титрування.

Титрування проводять до одержання не менш трьох відтворюваних результатів з розбіжністю ± 0,2 $см^3$.

Результати титрування заносять у лабораторний журнал відповідно до таблиці 1.5

Таблиця 1.5 – Приклад оформлення результатів титрування.

№ п/п	V проби,$см^3$	V (NaOH), $см^3$	V (HNO_3), $см^3$	$V_{сер}$ (HNO_3), $см^3$
1				
2				
3				

Вміст аміаку (г) розраховують за формулою 1.19:

$$m(NH_3) = \frac{[c(NaOH) \cdot V(NaOH) - C(HNO_3) \cdot V_{сер}(HNO_3)] \cdot M(NH_3)}{1000} \cdot \frac{V_{м.к.}}{V_{піп}}, \quad (1.19)$$

де c(NaOH) – концентрація натрій гідроксиду, моль/$дм^3$;

V(NaOH) – об'єм натрій гідроксиду, $см^3$;

c(HNO_3) – концентрація нітратної кислоти, моль/$дм^3$;

$V_{сер}$(HNO_3) – середній об'єм нітратної кислоти, $см^3$;

$V_{м.к}$ – об'єм мірної колби, $см^3$;

$V_{п}$ – об'єм мірної піпетки, $см^3$.

1.3 ЛАБОРАТОРНА РОБОТА

ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ФОСФАТНОЇ КИСЛОТИ (H_3PO_4)

Фосфатна кислота (H_3PO_4), як трьохосновна дисоціює в три стадії:

$$H_3PO_4 \rightarrow H^+ + H_2PO_4^-;\ K_1 = 7{,}51 \cdot 10^{-3};\ pK_1 = 2{,}12 \quad (1)$$

$$H_2PO_4^- \rightarrow H^+ + HPO_4^{2-};\ K_2 = 6{,}23 \cdot 10^{-8};\ pK_2 = 7{,}21 \quad (2)$$

$$HPO_4^{2-} \rightarrow H^+ + PO_4^{3-};\ K_3 = 2{,}2 \cdot 10^{-13};\ pK_3 = 12{,}67 \quad (3)$$

Відповідно і нейтралізація багатоосновних кислот протікає ступінчато, тобто крива титрування H_3PO_4 має не одну, а три точки еквівалентності. У першій точці еквівалентності pH = 4,6; у другій точці – pH = 9,94; у третій – pH = 12,8. В присутності індикатора метилового помаранчевого (pH = 3,1–4,4) H_3PO_4 титрується як одноосновна кислота за рівнянням (1). З фенолфталеїном (pH = 8,0–10,0) фосфатна кислота титрується за рівнянням (2). На рисунку 5 наведено криву титрування фосфатної кислоти з метиленовим помаранчевим та фенолфталеїном.

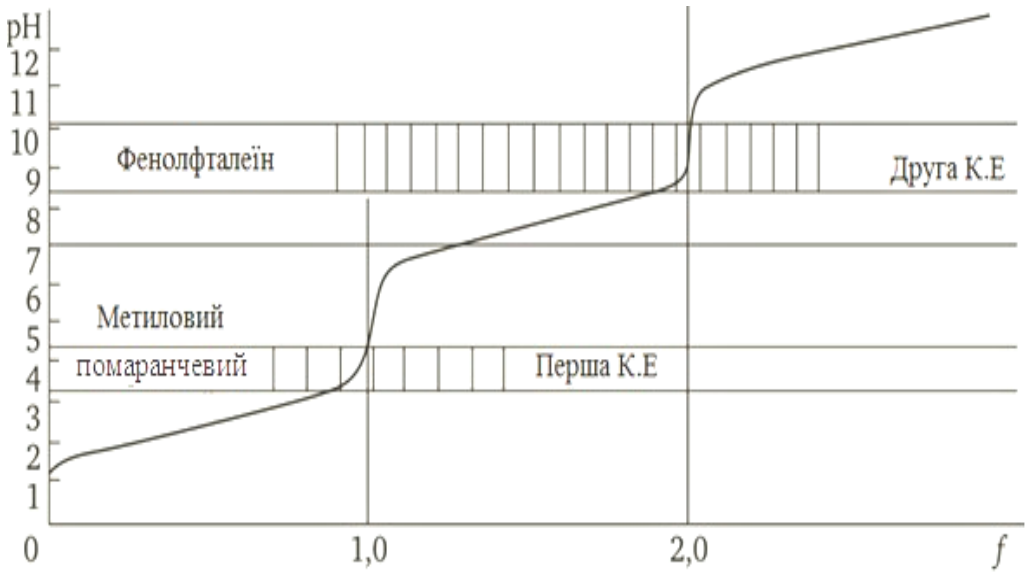


Рисунок 5 – Крива титрування фосфатної кислоти нейтралізованої за першим та другим ступенем дисоціації

Реактиви. Натрій гідроксид (NaOH), 0,1000 М стандартний розчин. Метиловий помаранчевий, 0,1%-вий водний розчин. Фенолфталеїн, 0,1%.

Посуд та устаткування. Колба мірна (200 $см^3$); піпетка (20 $см^3$); бюретка (25 $см^3$); колби конічні (250–300 $см^3$). Гумова груша.

Проведення визначення

Титрування фосфатної кислоти з метиловим помаранчевим

Розчин, що аналізують в мірній колбі ємністю 200 $см^3$ розбавляють дистильованою водою до мітки і ретельно перемішують. Аліквоту розчину (20,0 $см^3$) переносять в конічну колбу для титрування. Додають 2–3 краплі метилового помаранчевого та титрують розчин до переходу червоного забарвлення розчину у помаранчевий. Відмічають об'єм, що витратили на титрування.

Титрування фосфатної кислоти з фенолфталеїном

Аліквоту розчину (20,0 $см^3$) переносять в конічну колбу для титрування. Додають 7–8 крапель фенолфталеїну та титрують розчин до переходу забарвлення від безбарвного до слабко рожевого. Відмічають об'єм, що витратили на титрування.

Титрування проводять до одержання не менш трьох відтворюваних результатів з розбіжністю $\pm$ 0,2 $см^3$.

Результати титрування заносять в таблицю 1.6

Таблиця 1.6 – Результати титрування фосфатної кислоти з метиленовим помаранчевим та фенолфталеїном.

№ п/п	V проби, $см^3$	V (NaOH) з метиловим помаранчевим, $см^3$	$V_{сер}$ (NaOH) з метиловим помаранчевим, $см^3$	V (NaOH), з фенол-фталеїном, $см^3$	$V_{сер}$ (NaOH) з фенол-фталеїном, $см^3$
1					
2					
3					

Вміст фосфатної кислоти (г) розраховують за формулами 1.20 та 1.21:

$$m(H_3PO_4)_{м.п.} = \frac{c(NaOH) \cdot V(NaOH)_{сер\ м.п} \cdot M(H_3PO_4)}{1000} \cdot \frac{V_{м.к.}}{V_n};(1.20)$$

$$m(H_3PO_4)_{ф.ф.} = \frac{c(NaOH) \cdot V(NaOH)_{сер\ ф.ф} \cdot M(1/2H_3PO_4)}{1000} \cdot \frac{V_{м.к.}}{V_n};(1.21)$$

де $c(NaOH)$ – концентрація натрій гідроксиду, моль/дм^3;

$V(NaOH)_{м.п}$ – об'єм натрій гідроксиду при титруванні з метиленовим помаранчевим, см^3;

$V(NaOH)_{ф.ф}$ – об'єм натрій гідроксиду при титруванні з фенол-фталеїном, см^3;

$V_{м.к}$ – об'єм мірної колби, см^3;

V_n – об'єм мірної піпетки, см^3.

Контрольні запитання.

1. Перелічіть і охарактеризуйте основні способи вираження концентрації розчинів.

2. Охарактеризуйте поняття еквівалента і фактора еквівалентності.

3.Охарактеризуйте сильні і слабкі електроліти. Дайте визначення поняттям pH і pOH.

4. Протолітична рівновага. Суть протолітичної теорії кислот і основ.

5. Що означає автопротоліз води? Напишіть вираз константи автопротолізу води.

6. Як розрахувати величину pH водних розчинів сильних протолітів?

7. Як розрахувати величину pH водних розчинів слабких протолітів?

8. Буферні розчини. Механізм їх дії, використання буферних розчинів в аналізі.

9. Розрахунок величини pH водних розчинів солей, що гідролізуються.

10. Охарактеризуйте процес гідролізу. Константа та ступінь гідролізу.

11. Титриметричний аналіз. Суть методу. Класифікація методів кислотно-основного аналізу.

12. Назвіть вимоги, що пред’являються до реакцій в титриметрії.

13. Назвіть основні поняття в титриметрії.

14. Розчини титрантів в титриметричному аналізі. Способи їх приготування.

15. Охарактеризуйте способи титрування та схема проведення розрахунків.

16. Характеристика кислотно-основного титрування. Суть методу.

17. Наведіть приклади кривих кислотно-основного методу титрування.

18. З якою метою використовують індикатори в титриметричних методах аналізу?

19. Перелічіть основні вимоги до кислотно-основних індикаторів.

20. Охарактеризуйте похибки кислотно-основного титрування.

2 МЕТОДИ КОМПЛЕКСОНОМЕТРІЇ

Мета розділу – вивчення методів аналізу, заснованих на реакціях коплексоутворення, між іоном металу який необхідно визначити та речовиною комплексоутворювачем.

Методи комплексометрії основані на використанні реакції комплексоутворення, наприклад:

$$Ag^+ + 2CN^- \Leftrightarrow [Ag(CN_2)]^-$$
$$Al^{3+} + 6F^- \Leftrightarrow [AlF_6]^{3-}$$

Користуючись методами комплексоутворення, можна кількісно визначити різні катіони (Ag^+, Hg^{2+}, Al^{3+} та інші) і аніони (CN^-, F^-,Cl^- та інші), здатні вступати в реакцію комплексоутворення.

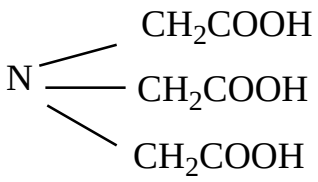
Особливе місце серед методів комплексоутворення займає комплексонометрія. Цей метод базується на використанні реакцій утворення стійких комплексних сполук елементів з амінополікарбоновими кислотами, що називаються комплексони.

$$H_2Y^{2-} + Ca^{2+} \Rightarrow CaY^{2-} + 2H^+$$

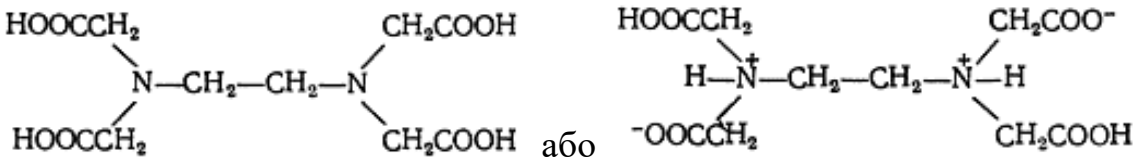
де HY^{2-} – аніон комплексону.

Комплексони разом з карбоксильними групами (-COOH) містять амінний азот (N). Завдяки такій будові ці сполуки відрізняються мульти(полі)дентальністю, тобто здатністю утворювати одразу декілька координаційних зв'язків з іонами металів – комплексоутворювачів.

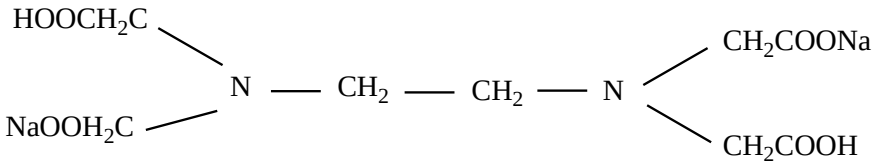
Комплексонів відомо значну кількість, однак, для титриметричних визначень використовують обмежену кількість сполук. Найпростіший комплексон – нітрилтриоцтова кислота (комплексон I).



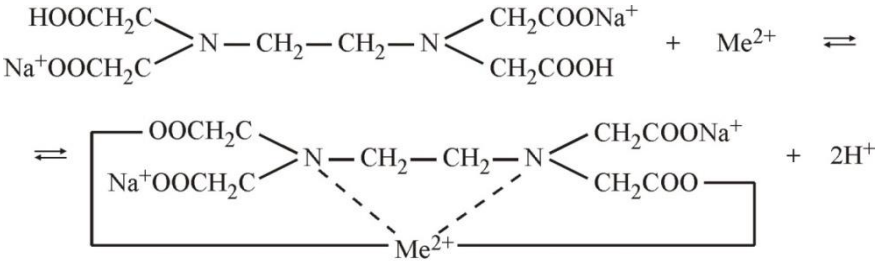
Найбільше значення має чотирьохосновна етилдіамінтетраоцтова кислота (ЕДТО) — комплексон II (скорчено H_4Y):



На практиці зазвичай застосовують двонатрієву сіль етилдіамінтетраоцтової кислоти (комплаксон III, трилон Б, скорочено Na_2H_2Y, КІІІ, ЕДТА):



Комплексні сполуки з полідентальними лігандами (хелати), які утворюються при взаємодії катіонів металів з комплексонами, мають назву комплексонати.



В процесі утворення комплексонату на один моль двох-, трьох- та чотирьохзарядних катіонів Me^{n+} витрачається один моль комплексону Na_2H_2Y утворюються сполуки складу $MeY^{(n-4)+}$ у молярному співвідношенні компонентів (комплексоноутворювача та ліганду) 1:1.

Точку закінчення титрування встановлюють за допомогою індикаторів – органічних барвників, що утворюють з катіонами металів забарвлені комплексні сполуки (металохромні індикатори).

При титруванні комплексоном ІІІ такої забарвленої комплексної сполуки вона поступово розкладається внаслідок утворення нової більш стійкої внутришньокомплексної сполуки катіону з комплексоном. В точці еквівалентності початкове забарвлення комплексної сполуки, утвореної металохромним індикатором з певним катіоном, зникає і з'являється забарвлення, властиве вільній формі індикатору.

2.1 ЛАБОРАТОРНА РОБОТА

ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ФЕРУМУ (ІІІ) У РОЗЧИНІ

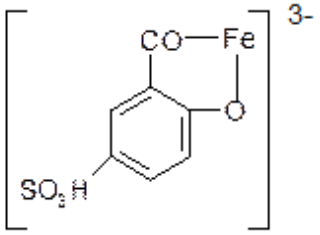
Іони Fe(III) утворюють при pH 2–3 дуже стійкий комплекс з комплексоном ІІІ, тому його можна визначити прямим титруванням, використовуючи такі специфічні індикатори, як сульфосаліцилова кислота, калій роданід чи амоній роданід, та ін

Реактиви: Етилдіамінтетраацетат натрію (Na_2H_2Y)з концентрацією 0,0250 М стандартний розчин. Вода дистильована. Сульфосаліцилова кислота з концентрацією 1%.

Посуд та устаткування. Колба мірна (200 $см^3$); піпетка мірна (20 $см^3$); циліндр (100 $см^3$) бюретка (25 $см^3$); колби конічні (250–300 $см^3$). Гумова груша.

Проведення визначення.

Розчин для аналізу поміщають у мірну колбу, доводять до мітки дистильованою водою та перемішують. Відбирають піпеткою аліквотну (1/10) частину розчину, переносять у колбу для титрування, туди додають відміряний циліндром об'єм (80 $см^3$) дистильованої води та 5–8 крапель сульфосаліцилової кислоти. Одержаний розчин забарвлюється у вишнево-червоний колір за рахунок утворення комплексу сульфосаліцилату заліза (ІІІ).



Вміст колби титрують стандартним розчином комплексну ІІІ до того моменту поки червону забарвлення не зникне, а розчин не повернеться до жовтого кольору. Під час титрування треба звернути увагу, що аналізований розчин треба дуже ретельно перемішувати з метою біль чіткої фіксації точки еквівалентності.

Результати титрування заносять до таблиці 2.1.

Таблиця 2.1 – Результати титрування заліза ІІІ розчином ЕДТА

№ п/п	V проби, $см^3$	V (ЕДТА), $см^3$	$V_{сер}$ (ЕДТА), $см^3$
1			
2			
3			

Титрування проводять не менш трьох разів з метою досягнення відтворюваності результатів ±0,2 $см^3$.

Вміст феруму ІІІ (г) розраховують за формулою:

$$m(Fe^{3+}) = \frac{c(ЕДТА)V_{сер}(ЕДТА)M(Fe)}{1000} \cdot \frac{V_к}{V_{піп}}, \qquad (2.1)$$

де *c(ЕДТА)* – концентрація комплексону ІІІ, моль/$дм^3$;

$V_{сер}$*(ЕДТА)* – об’єм комплексну ІІІ, $см^3$;

M(Fe) – молярна маса феруму (56 г/моль);

$V_{м.к.}$ – об’єм мірної колби, $см^3$;

$V_п$ – об’єм мірної піпетки, $см^3$.

2.2 ЛАБОРАТОРНА РОБОТА

ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ЦИНКУ У ПРИСУТНОСТІ МАГНІЮ У РОЗЧИНІ

Визначення двох та більше катіонів у розчині базується на різниці у значення їх констант утворення з комплексоном ІІІ (ЕДТА). Чим більше

значення має константа утворення, тим у більш кислому розчині його можна від титрувати. Таким чином, змінюючи pH розчину, можна від титрувати спочатку перший, а потім другий катіон без їх попереднього роз'єднання.

У випадку визначення цинку та магнію спочатку пробу, що аналізують підкислюють до pH = 5–5,8, титрують катіони цинку ; потім туж саму пробу доводять до pH = 10–11 і титрують іони магнію.

Реактиви: комплексон III концентрацією 0,0250 М стандартний розчин. Ацетатний буферний розчин (діапазон pH 3,7–5,6). Аміачний буферний розчин (діапазон pH 8,4–10,3). Вода дистильована. Індикатори – кселеноловий помаранчевий та еріохром чорний Т.

Посуд та устаткування. Колба мірна (200 $см^3$); піпетка (20 $см^3$); циліндр (100 $см^3$) бюретка (25 $см^3$); колби конічні (250–300 $см^3$). Гумова груша.

Проведення визначення.

Розчин для аналізу поміщають у мірну колбу, доводять до мітки дистильованою водою та перемішують. Відбирають піпеткою аліквотну (1/10) частину розчину, переносять у колбу для титрування, додають відміряний циліндром об'єм (80 $см^3$) дистильованої води, вносять 10 $см^3$ ацетатного буферного розчину та шпателем насипають невелику кількість індикатору – кселенолового помаранчевого. Титрують до зміни забарвлення з малинового до лимонно- жовтого. Закінчують титрування повільно, енергійно перемішуючи розчин.

Далі для визначення магнію у ту ж саму колбу вносять 10–12 $см^3$ аміачного буферного розчину та додають індикатор – еріохром чорного Т. Розчин при цьому забарвлюється у інтенсивний червоний колір. Титрують комплексоном III, починаючи з нульової відмітки, до зміни забарвлення розчину у блакитний.

Результати титрування заносять до таблиці 2.2.

Титрування проводять не менш трьох разів з метою досягнення збіжності результатів ±0,2 $см^3$.

Таблиця 2.2 – Результати титрування іонів цинку та магнію розчином комплексону ІІІ (ЕДТА)

№ п/п	V проби, $см^3$	V (ЕДТА), $см^3$ з ксеноленовим помаранчовим, $см^3$	$V_{сер}$ (ЕДТА), $см^3$	V(ЕДТА) з еріохромом чорним Т, $см^3$	$V_{сер}$ (ЕДТА), $см^3$
1					
2					
3					

Вміст іонів металу (г) розраховують за формулою:

$$m(Me^{n+}) = \frac{c(ЕДТА)V(ЕДТА)M(Me^{n+})}{1000} \cdot \frac{V_к}{V_{піп}}, \quad (2.2)$$

де *c(ЕДТА)* – концентрація комплексону ІІІ, моль/$дм^3$;

$V_{сер}(ЕДТА)$ – об'єм комплексну ІІІ, що витратили на титрування, $см^3$;

M(Zn) – молярна маса цинку (65 г/моль);

M(Mg) – молярна маса магнію (24 г/моль);

$V_{м.к}$ – об'єм мірної колби, $см^3$;

$V_п$ – об'єм мірної піпетки, $см^3$.

Контрольні запитання.

1. Перерахуйте вимоги, що пред'являються до реакцій комплексоутворення в титриметричному аналізі.

2. Які комплексони застосовують для титриметричного аналізу?

3. Які комплекси утворює ЕДТА з металами?

4. Дайте хімічну назву ЕДТА і напишіть схематично структурну формулу цієї сполуки.

5. Напишіть в загальному вигляді рівняння реакцій взаємодії ЕДТА з дво- і тризарядними катіонами металів.

6. Як в комплексонометрії враховують вплив величини pH розчину?

7. Крива титрування в комплексонометрії. Розрахунок окремих точок.

8. Які індикатори застосовують в комплексонометрії?

9. Металлохромні індикатори, принцип їх дії?

10. Використання металохромних та специфічних індикаторів у комплексонометрії.

11. Перерахуйте вимоги, що пред’являються до металохромних індикаторіві.

12. Які речовини є титрантами в комплексонометрії?

13. Як підбирають індикатори для комплексонометричного титрування?

14. Які речовини визначають методом комплексонометрії?

15. Умовна константа стійкості комплексонатів металів.

16. Чому комплексонометричне визначення іонів Co^{2+}, Zn^{2+}, Ni^{2+}, Cd^{2+} проводять в середовищі аміачного буферного розчину?

18. Чому визначення катіонів з зарядами 3^{+} і 4^{+} за допомогою ЕДТА можливе в кислому середовищі?

19. У якому випадку при проведенні комплексонометричного титрування використовують метод зворотного титрування?

20. Які реакції лежать в основі прямого і зворотнього методів комплексонометричного визначення катіонів металів в розчині?

3 МЕТОДИ ОКИСНО-ВІДНОВНОГО ТИТРУВАННЯ

Окисно-відновні реакції – реакції, які супроводжуються переходом електронів від одних атомів, молекул або іонів до інших при зміні ступеня окиснення елементів.

Ступінь окиснення елемента – це той електричний заряд атома цього елемента у сполуці, який розраховується, виходячи з припущення, що сполука складається з іонів. Процеси окиснення та відновлення проходять одночасно і загальне число електронів, відданих відновником, дорівнює числу електронів, прийнятих окисником.

Методи титриметрії, що базуються на передачі електронів, відносяться до методів окиснення-відновлення (редоксиметрія). Найважливішими з них є: перманганатометрія, йодометрія, хроматометрія, броматометрія.

Величина потенціалу залежить від природи речовин, середовища, концентрації окисленої та відновленої форм і виражається рівнянням Нернста:

$$E_{ок.ф\,/\,від.ф} = E^{0}_{ок.ф\,/\,від.ф} + \frac{RT}{nF} \cdot \lg \frac{\alpha_{ок.ф}}{\alpha_{від.ф}}, \qquad (3.1)$$

де $E_{ок.ф/від.ф.}$ – окисно-відновний потенціал системи ($\alpha_{ок.ф}$окисл. + ne^- = $\alpha_{від.ф}$.) за даних умов;

$E^{0}_{ок.ф/від.ф}$. – нормальний (стандартний) потенціал;

R – універсальна газова постійна (8,314 Дж/(моль·К).);

T – абсолютна температура, К;

n – число електронів в даній електронно-іонній рівновазі;

F – число Фарадея (95 485 Кл/моль);

$\alpha_{ок.ф}$ та $\alpha_{від.ф}$ – активності (рівноважні концентрації) окисненої та відновної форм.

Підставляючи відповідні значення постійних величин, одержуємо для нормальних умов наступний вираз:

$$E_{ок.ф/від.ф} = E^0_{ок.ф/від.ф} + \frac{0{,}059}{n} \cdot \lg \frac{C_{ок.ф}}{C_{від.ф}} \qquad (3.2)$$

Цією формулою користуються для розрахунку впливу концентрації взаємодіючих іонів на окисно-відновний потенціал.

3.1 ЛАБОРАТОРНА РОБОТА

ПРИГОТУВАННЯ ТА СТАНДАРТИЗАЦІЯ РОБОЧИХ РОЗЧИНІВ НАТРІЙ ТІОСУЛЬФАТУ ($Na_2S_2O_3$) ТА ЙОДУ (J_2)

Йодометрія – метод титриметричного аналізу, заснований на визначенні кількості йоду, який витрачається на окиснення відновників або виділяється при взаємодії окисника з розчином йодиду калію. Тобто метод заснований на окислювально-відновлювальних властивостях йоду:

$$I_2 + 2e^- \Leftrightarrow 2I^-$$

Нормальний окисно-відновний потенціал системи $I_2/2I^-$ E^o=0,54 В.

Положення пари в середині таблиці стандартних потенціалів обумовлює двоякі властивості. Він може бути окисником і відновником в залежності від того, з якою речовиною він реагує. Тому сильні відновники легко окислюються вільним йодом:

$$S^{2-},\ SO_3^{2-},\ S_2O_3^{2-},\ AsO_3^{2-},\ Sn^{2-}$$

Речовини, потенціал яких більший вказаної величини, є окисниками по відношенню до I^--іонів. В цьому випадку реакція направлена справа наліво з виділенням вільного йоду. До таких речовин відносяться, наприклад, $K_2Cr_2O_7$, $KBrO_3$, $KMnO_4$, Cl_2, Br_2 та інші.

Вимірюючи кількість йоду, виділеного окисниками або поглиненого відновниками, можна розрахувати ту кількість окисників або відновників, що вступили в реакцію.

Робочими розчинами йодометричних визначень є стандартні розчини йоду, натрій тіосульфату та крохмалю.

Визначення кінцевої точки титрування. Відомо, що розчин йоду має інтенсивне забарвлення (від жовтого до червоно-бурого в залежності від його концентрації). Кінцеву точку титрування можна було б визначити за появою або зникненням такого забарвлення, тобто обійтись без використання індикатора. Проте краще йодометричного титрування проводити в присутності специфічного індикатора - розчину крохмалю.

Чутливість крохмалю до водного розчину йоду порівняно незначна, але в присутності калій йодиду (утворюється I_3^-) різко підвищується. Крохмаль при цьому утворює адсорбційну сполуку інтенсивно синього забарвлення. В точці еквівалентності синє забарвлення зникає. Особливістю титрування є необхідність додавання крохмалю в кінці титрування (в кількості 1–3 $см^3$).

Реактиви: початкові розчини натрій тіосульфату ($Na_2S_2O_3$) та йоду J_2, стандартний розчин калій біхромату ($K_2Cr_2O_7$) з концентрацією $c(1/6K_2Cr_2O_7)$ = 0,05 моль/$дм^3$; розчин KJ з концентрацією 10%; сульфатна кислота H_2SO_4 з концентрацією $c(1/2H_2SO_4)$= 2 моль/$дм^3$; розчин крохмалю з концентрацією 0,5%.

Посуд та устаткування. Склянка (500 $см^3$); циліндри (10 та 500 $см^3$); піпетки мірні (5 та 10 $см^3$), бюретки (25 $см^3$); колби конічні (250–300 $см^3$).

Об’єми приготованих розчинів складають 300 $см^3$

Приготування ≈ 0,02 Н розчину натрій тіосульфату ($Na_2S_2O_3$)

Потрібний об’єм робочого розчину готують методом розбавлення з більш концентрованого початкового розчину до потрібної концентрації.

Для визначення необхідного об’єму початкового розчину використовують рівняння.

$$c_1(Na_2S_2O_3) \cdot V_1(Na_2S_2O_3) = c_2(Na_2S_2O_3) \cdot V_2(Na_2S_2O_3) \qquad (3.1)$$

де $c_1(Na_2S_2O_3)$, $V_1(Na_2S_2O_3)$ – концентрація та об’єм початкового розчину $Na_2S_2O_3$;

$c_2(Na_2S_2O_3)$, $V_2(Na_2S_2O_3)$ – концентрація та об'єм кінцевого розчину $Na_2S_2O_3$.

Розчин $Na_2S_2O_3$ зберігають в склянці темного кольору.

Приклад. Необхідно приготувати розчин натрій тіосульфату ($Na_2S_2O_3$) об'ємом 300 см^3 з концентрацією 0,02 Н з початкового розчину з концентрацією 0,5 Н

Таким чином:

$$0{,}5 \cdot V_1(Na_2S_2O_3) = 0{,}02 \cdot 300 \Rightarrow V_1(Na_2S_2O_3) = \frac{0{,}02 \cdot 300}{0{,}5} = 12 см^3$$

Тобто, для приготувати розчину натрій тіосульфату ($Na_2S_2O_3$) об'ємом 300 см^3 з концентрацією 0,02 Н з початкового розчину з концентрацією 0,5 Н необхідно 12 см^3 натрій тіосульфату ($Na_2S_2O_3$) та 288 см^3 дистильованої води (12+288 = 300 см^3).

Стандартизація розчину натрій тіосульфату ($Na_2S_2O_3$)

Найчастіше як первинний стандарт методу використовують калій біхромат ($K_2Cr_2O_7$). Його легко одержати в хімічно чистому вигляді. Стандартний розчин калій біхромату готують по точній його наважці. Розчини $K_2Cr_2O_7$ дуже стійкі. Концентрація калій біхромату не змінюється протягом тривалого часу

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

$$K_2Cr_2O_7 + 6KJ + 7H_2SO_4 \Leftrightarrow Cr_2(SO_4)_3 + 3J_2 + 4K_2SO_4 + 7H_2O$$
$$Cr_2O_7^{2-} + 6J^- + 14H^+ \Leftrightarrow 2Cr^{3+} + 3J_2^0 + 7H_2O$$

В цій реакції фактор еквівалентності калій біхромату дорівнює 1/6, а його молярна маса еквіваленту:

$$M_{екв}(1/6K_2Cr_2O_7) = \frac{M_{K_2Cr_2O_7}}{6} = \frac{294{,}21}{6} = 49{,}04 моль \cdot екв/л$$

Вільний йод, що виділився титрують розчином $Na_2S_2O_3$.

Реакція між натрій тіосульфатом та йодом проходить за рівнянням:

$$J_2 + 2Na_2S_2O_3 \Leftrightarrow 2NaJ + Na_2S_4O_6$$
$$J_2 + 2S_2O_3^{2-} \Leftrightarrow 2J^- + S_4O_6^{2-}$$

Як видно з рівняння реакції, дві молекули натрій тіосульфату реагують з двома атомами йоду. Таким чином, молярна маса еквіваленту натрій тіосульфату при реакції з йодом дорівнює молярній масі $Na_2S_2O_3$, тобто:

$$M(Na_2S_2O_3) = M_{Na_2S_2O_3} = 158 моль \cdot екв / л$$
$$M(J_2) = \frac{M_{J_2}}{2} = \frac{254}{2} = 127 моль \cdot екв / л$$

Об'єм стандартного розчину калій біхромату ($K_2Cr_2O_7$) повинен бути таким, щоб прореагувавши з KJ у кислому середовищі, виділився вільний йод J_2, що прореагує з 15 см^3 0,02 Н розчину натрій тіосульфату ($Na_2S_2O_3$).

Тобто,

$n(1/6K_2Cr_2O_7) = n(1/2\ KJ) = n(1/2\ J_2^0) = n(Na_2S_2O_3.) \Rightarrow n(1/6K_2Cr_2O_7) = n(Na_2S_2O_3)$

Проведемо розрахунок:

$$c(1/6K_2Cr_2O_7) \cdot V(1/6K_2Cr_2O_7) = c(Na_2S_2O_3) \cdot V(Na_2S_2O_3).$$
$$0{,}05 \cdot V(1/6K_2Cr_2O_7) = 0{,}02 \cdot 15$$
$$V(1/6K_2Cr_2O_7) = 0{,}02 \cdot 15 / 0{,}05 = 6 \text{ см}^3$$

Встановлення точної концентрації натрій тіосульфату ($Na_2S_2O_3$)

Чисту бюретку промивають 2-3 рази невеликими порціями одержаного розчину натрій тіосульфату $Na_2S_2O_3$, та заповнюють її до відмітки «0». У конічну колбу місткістю 250–300см^3 вносять розрахований об'єм калій біхромату ($K_2Cr_2O_7$) 6 см^3, додають надлишок 10 % розчину калій йодиду (KJ) 5 см^3 та 2 см^3 2 Н розчину сульфатної кислоти (H_2SO_4),

перемішують та залишають на 10–15 хвилин у темному місці для повного протікання реакції.

Йод, що виділився у ході реакції титрують натрій тіосульфатом $Na_2S_2O_3$ до світло-жовтого забарвлення, додають до суміші 2–3 $см^3$ розчину крохмалю та продовжують титрувати розчин до повного знебарвлення. Записують об'єм натрій тіосульфату $Na_2S_2O_3$, що витратили на титрування.

Титрування проводять до одержання не менш трьох відтворюваних результатів ±0,2 $см^3$.

Результати титрування заносять до таблиці 3.1.

Таблиця 3.1 – Результати титрування

№ п/п	V (KJ), $см^3$	$V(H_2SO_4)$, $см^3$	V ($Na_2S_2O_3$), $см^3$	$V_{сер}$ ($Na_2S_2O_3$), $см^3$
1				
2				
3				

Розраховують концентрацію натрій тіосульфату $Na_2S_2O_3$ за формулою:

$$c(Na_2S_2O_3) = \frac{c(1/6K_2Cr_2O_7) \cdot V_{сер}(K_2Cr_2O_7)}{V(Na_2S_2O_3)},$$

де $c(1/6\ K_2Cr_2O_7)$ – концентрація калій біхромату $K_2Cr_2O_7$,моль·/$дм^3$;

$V(K_2Cr_2O_7)$ – об'єм калій біхромату $K_2Cr_2O_7$, $см^3$;

$V\ (Na_2S_2O_3)$ – об'єм натрій тіосульфату $Na_2S_2O_3$, $см^3$.

Приклад. На титрування 6 $см^3$ розчину калій біхромату ($K_2Cr_2O_7$) з концентрацією с(1/6 $K_2Cr_2O_7$) = 0,05 мольв/$дм^3$ було витрачено 13 $см^3$ розчину натрій тіосульфату ($Na_2S_2O_3$), тоді

$$c(Na_2S_2O_3) = \frac{0{,}05 \cdot 6}{13} = 0{,}02307\,моль/л$$

Приготування ≈ 0,02 Н розчину йоду (J_2)

Потрібний об'єм робочого розчину готують методом розбавлення з більш концентрованого початкового розчину до потрібної концентрації аналогічним чином, як і розчин $Na_2S_2O_3$.

Для визначення необхідного об'єму початкового розчину використовують рівняння.

$$c_1(J_2) \cdot V_1(J_2) = c_2(J_2) \cdot V_2(J_2),$$

де $c_1(J_2)$, $V_1(J_2)$ – концентрація та об'єм початкового розчину йоду J_2;

$c_2(J_2) \cdot V_2(J_2)$ – концентрація та об'єм кінцевого розчину йоду J_2;

Розчин J_2 зберігають у посуді темного кольору.

Стандартизація розчину йоду J_2.

10,00 см^3 приготованого розчину йоду (J_2) відбирають бюреткою та титрують стандартизованим розчином натрій тіосульфату $Na_2S_2O_3$.з іншої бюретки до світло-жовтого забарвлення, додають до суміші 2–3 см^3 розчину крохмалю та продовжують титрувати розчин до повного знебарвлення. Записують об'єм натрій тіосульфату $Na_2S_2O_3$, що витратили на титрування.

Титрування проводять не менш трьох разів з метою досягнення відтворюваності результатів ± 0,2 см^3.

Результати титрування розчину йоду J_2 заносять до таблиці 3.2

Таблиця 3.2- Результати титрування розчину йоду J_2

№ п/п	V (J_2), см^3	V ($Na_2S_2O_3$), см^3	$V_{сер}$ ($Na_2S_2O_3$), см^3
1			
2			
3			

Розраховують концентрацію йоду J_2 за формулою:

$$c(1/2J_2) = \frac{c(Na_2S_2O_3) \cdot V_{сер}(Na_2S_2O_3)}{V(J_2)},$$

де $c(Na_2S_2O_3)$ – концентрація натрій тіосульфату $Na_2S_2O_3$,моль/дм^3;

$V_{сер}(Na_2S_2O_3,)$ – об'єм натрій тіосульфату $Na_2S_2O_3$, $_7$, см^3;

$V(J_2)$ – об'єм йоду J_2, см^3.

3.2 ЛАБОРАТОРНА РОБОТА

ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ АСКОРБІНОВОЇ КИСЛОТИ У ЗРАЗКУ

Аскорбінова кислота, або вітамін С при тривалому зберіганні втрачає свою активність внаслідок окиснення киснем повітря. Визначення аскорбінової кислоти ґрунтується на тому, що вона швидко і кількісно окислюється йодом до дегідроаскорбінової кислоти $C_6H_6O_6$ за рівнянням:

$$C_6H_8O_6 + J_2 = C_6H_6O_6 + 2HJ$$

$$f_{екв}(C_6H_8O_6) = 1/2$$

$$M_{екв}(1/2C_6H_8O_6) = f_{екв}(C_6H_8O_6)\, M(C_6H_8O_6) = 88{,}06 \text{ г/моль}$$

Реактиви: Розчин йоду (J_2) з концентрацією 0,0200моль/дм^3. Розчин натрій тіосульфату ($Na_2S_2O_3$) з концентрацією 0,0200 моль/дм^3. Розчин крохмалю 1%.

Посуд та устаткування. Колба мірна (200 см^3); піпетка (20 см^3); бюретки (25 см^3); колби конічні (250–300 см^3). Гумова груша.

Для визначення вмісту аскорбінової кислоти, зразок для аналізу переносять в мірну колбу місткістю 200 см^3 , розчиняють у дистильованій воді, доводять об'єм дистильованою водою до риски і перемішують. У конічну колбу для титрування вносять 20 см^3 одержаного розчину, додають надлишок розчину йоду J_2 (25 см^3) по бюретки з визначеною концентрацією та ретельно перемішують протягом 2-3 хвилин. Після чого, йод, що не вступив у реакцію з аскорбіновою кислотою титрують,

стандартизованим розчином натрій тіосульфату $Na_2S_2O_3$ до світло-жовтого забарвлення, додають до суміші 2–3 $см^3$ розчину крохмалю та продовжують титрувати розчин до повного знебарвлення. Записують об'єм натрій тіосульфату $Na_2S_2O_3$, що витратили на титрування.

Титрування проводять не менш трьох разів з метою досягнення відтворюваності результатів $\pm$ 0,2 $см^3$.

Результати титрування заносять до таблиці.

№ п/п	V проби,$см^3$	V (I_2), $см^3$	V ($Na_2S_2O_3$), $см^3$	$V_{сер}$ ($Na_2S_2O_3$), $см^3$
1				
2				
3				

Вміст аскорбінової кислоти (г) розраховують за формулою:

$$m(C_6H_8O_6) = \frac{\left[c(1/2J_2)\cdot V(1/2J_2) - c(Na_2S_2O_3)\cdot V(Na_2S_2O_3)\right]\cdot M(1/2C_6H_8O_6)}{1000}\cdot\frac{V_{м.к}}{V_п},$$

де $c(1/2J_2)$ – концентрація йоду, моль·/ $дм^3$;

$V(J_2)$ – об'єм йоду, $см^3$;

$c(Na_2S_2O_3)$ – концентрація натрій тіосульфату, моль/$дм^3$;

$V_{сер}(Na_2S_2O_3)$ – середній об'єм натрій тіосульфату, $см^3$;

$M_{екв}(1/2C_6H_8O_6)$ – молярна маса еквіваленту аскорбінової кислоти (88,06 г/моль)

$V_{м.к}$ – об'єм мірної колби, $см^3$;

$V_п$ – об'єм мірної піпетки, $см^3$.

Контрольні запитання.

1. Охарактеризуйте метод окислення - відновлення як титриметричний метод аналізу.

2. В чому суть процесу окислення і відновлення?

3. Чим відрізняються реакції окислення - відновлення від реакції обміну?

4. Наведіть рівняння Нернста. З якою метою його використовують в методах окислення-відновлення?

5. Від чого залежить константа рівноваги в реакції окислення - відновлення?

6. Охарактеризуйте індикатори, які використовують в методах окиснення-відновлення.

7. Застосування специфічних індикаторів при окислювально-відновному титруванні.

8. Розрахунок умовної та реальної константи рівноваги реакції окислення-відновлення.

9 Як визначають фактор еквівалентності та молярну масу еквівалента в окислювально-відновному титруванні?

10. Дайте характеристику йодометричному методу аналізу.

11. На чому ґрунтується йодометричне визначення окисників і відновників?

12. За яких умов (температура, кислотність та ін.) проводять йодометричні визначення?

13. Напишіть реакції, що протікають при стандартизації розчину натрій тіосульфату, вкажіть фактори еквівалентів реагентів.

14. Наведіть приклади допоміжних розчинів в йодометрії, вкажіть їх роль.

15. Охарактеризуйте умови проведенні йодометричних визначень.

СПИСОК ДЖЕРЕЛ ІНФОРМАЦІЇ

1. Більченко М.М. Лабораторний практикум з аналітичної хімії. Кількісний аналіз / М.М. Більченко, 2012. – 142 с.

2. Бойчук І.Д. Аналітична хімія. Навч.-методичн. Посібник / І.Д. Бойчук, А.В. Шляпіна, Н.П. Гирина. – К. : Медицина, 2017. – 275 с.

3. Габ А.І. Аналітична хімія. Кількісний аналіз / А.І. Габ, Д.Б. Шахнін, В.В. Малишев. – К. : Університет «Україна», 2017. – 87 с.

4. Клещев М.Ф. Аналітична хімія. Титриметричний аналіз: Навчальний посібник / М.Ф. Клещев, Т.Д. Костиркіна, М.П. Левшин, С.І. Самойленко. – Харків : НТУ «ХПІ», 2005. – 130 с.

5. Малишев В.В. Аналітична хімія та інструментальні методи аналізу. Навчальний посібник / В.В. Малішев, А.І. Габ, Д.Б. Шахнін. – К. : Університет «Україна», 2018. – 396 с.

6. Малишев В.В. Аналітична хімія. Якісний та кількісний аналіз. Навчальний посібник / В.В. Малішев, А.І. Габ, Д.Б. Шахнін. – К. : Університет «Україна», 2018. – 212 с.

7. Павлюченко О.С. Методи контролю якості харчових виробництв: Методичні рекомендації до виконання лабораторних робіт для студ. напряму 6.051701 «Харчові технології та інженерія» / О.С. Павлюченко, Л.О. Шаран, В.С. Зарубіна – К. : НУХТ, 2011. – 72 с.

8. Слободнюк Р.Є. Курс аналітичної хімії. Навч. Посібник / Р.Є. Слободнюк – Видавництво : ОЛДІ ПЛЮС, 2020. – 256 с.

9. Федущак Н.К. Аналітична хімія. Підручн. для студентів напряму «Фармація» та «Біотехнологія» / Н.К. Федущак, Ю.І. Будниченко, С.Ю. Крамаренко. – Вінниця : Нова Книга, 2012. – 640 с.

10. Циганок Л.П. Аналітична хімія. Хімічні методи аналізу: навчальний посібник / Л.П. Циганок, Т.О. Бубель, А.Б. Вишнікін, О.Ю. Вашкевич; За ред. проф. Л.П. Циганок – Дніпропетровськ : ДНУ ім. О. Гончара, 2014. – 252 с.

Додаток 1

Густина розчинів нітратної кислоти (при 20 ^{o}C)

Густина, г/см^3	Масова частка, %	Густина, г/см^3	Масова частка, %
1,002	0,3296	1,125	21,590
1,005	1,255	1,130	22,380
1,010	2,164	1,135	23,160
1,015	3,073	1,140	23,940
1,020	3,982	1,145	24,710
1,025	4,883	1,150	25,480
1,030	5,784	1,155	26,240
1,035	6,661	1,160	27,000
1,040	7,530	1,165	27,760
1,045	8,398	1,170	28,510
1,050	9,529	1,175	29,250
1,055	10,120	1,180	30,00
1,060	10,970	1,185	30,750
1,065	11,810	1,190	31,490
1,070	12,650	1,195	32,240
1,075	13,480	1,200	32,970
1,080	14,310	1,205	33,700
1,085	15,130	1,210	34,420
1,090	15,950	1,215	35,150
1,095	16,770	1,220	35,920
1,100	17,580	1,225	36,690
1,105	18,390	1,230	37,460
1,110	19,190	1,235	38,230
1,115	20,000	1,240	39,020
1,120	20,790	1,250	40,580

Додаток 2

Густина розчинів натрій гідроксиду (при 20 °С)

Густина, г/см^3	Масова частка, %	Густина, г/см^3	Масова частка, %
		1,125	11,460
1,005	0,600	1,130	11,920
1,010	1,040	1,135	12,370
1,015	1,490	1,140	12,820
1,020	1,940	1,145	13,270
1,025	2,390	1,150	13,730
1,030	2,840	1,155	14,180
1,035	3,290	1,160	14,630
1,040	3,750	1,165	15,080
1,045	4,200	1,170	15,540
1,050	4,650	1,175	15,990
1,055	5,110	1,180	16,440
1,060	5,560	1,185	16,890
1,065	6,020	1,190	17,350
1,070	6,470	1,195	17,800
1,075	6,930	1,200	18,250
1,080	7,380	1,205	18,710
1,085	7,830	1,210	19,170
1,090	8,280	1,215	19,620
1,095	8,740	1,220	20,080
1,100	9,190	1,225	20,540
1,105	9,650	1,230	20,990
1,110	10,10	1,235	21,450
1,115	10,55	1,240	21,900
1,120	11,01	1,250	22,820

Додаток 3

Завдання для розрахунку вмісту аміаку у солі амонію

Варіант	c(NaOH), моль/дм^3	V (NaOH), см^3	c(HNO_3), моль/дм^3	V (HNO_3), см^3	V колби, см^3	V піпетки, см^3
1	0,1060	20	0,1040	10,6	200	20
2	0,1230	20	0,1050	15,4	200	10
3	0,1070	20	0,0980	16,2	200	25
4	0,1000	20	0,0806	17,1	100	20
5	0,1065	20	0,0957	13,3	200	15
6	0,1025	20	0,1025	12,8	100	10
7	0,0950	20	0,0980	7,40	200	25
8	0,1250	20	0,1400	2,60	500	25
9	0,0975	20	0,0975	8,50	250	20
10	0,1080	20	0,1080	10,4	250	15
11	0,1025	20	0,1020	11,1	500	50
12	0,0962	20	0,0875	19,7	250	10
13	0,0934	20	0,0985	6,90	500	10
14	0,1000	20	0,1000	15,5	200	5
15	0,1040	20	0,1000	16,7	500	20
16	0,0975	20	0,0962	14,4	500	10
17	0,0996	20	0,1020	14,9	250	50
18	0,0990	20	0,0951	18,2	200	10
19	0,1075	20	0,1050	16,1	200	20
20	0,1000	20	0,0980	13,2	250	5
21	0,0854	20	0,0925	6,80	200	25
22	0,1030	20	0,1000	9,50	250	20
23	0,1025	20	0,1040	10,7	250	50
24	0,0962	20	0,1050	8,60	200	20
25	0,0934	20	0,0980	11,8	200	10
26	0,1000	20	0,0806	17,2	200	25
27	0,1040	20	0,0957	13,4	100	20
28	0,0975	20	0,1025	12,3	200	15

29	0,1060	20	0,0980	17,4	100	10
Варіант	**с (NaOH), моль/дм^3**	**V (NaOH), см^3**	**с (HNO_3), моль/дм^3**	**V (HNO_3), см^3**	**V колби**	**V піпетки**
30	0,1230	20	0,1400	12,1	200	25
31	0,0950	20	0,0951	19,7	250	20
32	0,1250	20	0,1050	6,90	250	50
33	0,0975	20	0,0980	9,50	200	15
34	0,1080	20	0,0806	10,7	100	10
35	0,1025	20	0,0957	8,60	200	25

Додаток 4

Завдання для розрахунку фосфатної кислоти

Варіант	**c(NaOH), моль/дм^3**	**V(NaOH) з метиловим помаранчевим, см^3**	**V (NaOH) з фенолфталеїном, см^3**	**V колби, см^3**	**V піпетки, см^3**
1	0,1060	10,1	22,5	200	20
2	0,1230	15,4	29,0	200	10
3	0,1070	16,9	33,1	200	25
4	0,1000	17,4	36,1	100	20
5	0,1065	13,5	25,3	200	15
6	0,1025	12,1	22,2	100	10
7	0,0950	7,90	15,0	200	25
8	0,1250	2,40	5,20	500	25
9	0,0975	8,90	17,2	250	20
10	0,1080	10,2	19,0	250	15
11	0,1025	11,3	21,5	500	50
12	0,0962	19,1	36,4	250	10
13	0,0934	6,50	12,4	500	10
14	0,1000	15,4	30,3	200	5
15	0,1040	16,9	32,7	500	20
16	0,0975	14,1	28,1	500	10
17	0,0996	14,5	27,5	250	50
18	0,0990	18,9	35,4	200	10
19	0,1075	16,7	31,0	200	20
20	0,1000	13,6	26,5	250	5
21	0,0854	6,40	14,3	200	25
22	0,1030	9,90	17,1	250	20
23	0,1025	10,0	19,5	250	50
24	0,0962	8,70	16,1	200	20
25	0,0934	11,4	21,5	200	10
26	0,1000	17,5	33,1	200	25
27	0,1040	13,6	26,9	100	20
28	0,0975	12,1	24,4	200	15

Варіант	с (NaOH), моль/дм^3	V(NaOH) з метиловим помаранчевим, см^3	V (NaOH) з фенолфталеїном, см^3	V колби, см^3	V піпетки, см^3
29	0,1060	17,5	32,9	100	10
30	0,1230	12,2	24,1	200	25
31	0,1060	12,1	19,9	200	10
32	0,1230	7,90	16,0	250	50
33	0,1070	2,40	5,10	250	10
34	0,1000	8,90	17,1	200	20
35	0,1065	10,2	18,1	200	5

Додаток 5

Логарифми констант стійкості комплексонатів металів

Катіон	**lg*K***	**Катіон**	**lg*K***
Ag^{+}	7,31	Mg^{2+}	9,12
Al^{3+}	16,50	Mn^{2+}	14,04
Ba^{2+}	7,78	Na^{+}	1,79
Ca^{2+}	10,59	Ni^{2+}	18,62
Cd^{2+}	16,46	Pb^{2+}	18,04
Ce^{3+}	15,81	Pd^{3+}	18,50
Co^{2+}	16,31	Sc^{3+}	23,00
Co^{3+}	40,60	Sr^{2+}	8,80
Cr^{3+}	23,40	Th^{4+}	25,30
Cu^{2+}	18,80	Ti^{3+}	21,30
Fe^{2+}	14,20	TiO^{2+}	17,50
Fe^{3+}	24,23	$T1^{3+}$	37,80
Ga^{3+}	20,50	V^{2+}	12,70
Hg^{2+}	21,80	V^{3+}	25,90
In^{3+}	25,30	VO^{2+}	18,00
La^{3+}	15,50	Zn^{2+}	16,26

Молярні часткиY^{4-} в розчині ЕДТА при різних pH

pH	$\alpha_{Y^{4-}}$	**pH**	$\alpha_{Y^{4-}}$
2,0	$3{,}7\cdot10^{-14}$	8,0	$5{,}4\cdot10^{-3}$
3,0	$2{,}5\cdot10^{-11}$	9,0	$5{,}2\cdot10^{-2}$
4,0	$3{,}6\cdot10^{-9}$	10,0	$3{,}5\cdot10^{-1}$
5,0	$2{,}5\cdot10^{-7}$	11,0	$8{,}5\cdot10^{-1}$
6,0	$2{,}2\cdot10^{-5}$	12,0	$9{,}8\cdot10^{-1}$
7,0	$4{,}8\cdot10^{-4}$	13,0	$1{,}1\cdot10^{-2}$

Додаток 6

Завдання для розрахунку вмісту феруму III в розчині

Варіант	**с(ЕДТА), моль/дм^3**	**$V_{сер}$ (ЕДТА), см^3**	**V колби, см^3**	**V піпетки,см^3**
1	0,0260	8,60	200	20
2	0,0262	13,4	200	10
3	0,0245	14,2	200	25
4	0,0201	15,1	100	20
5	0,0239	11,3	200	15
6	0,0256	10,8	100	10
7	0,0245	5,40	200	25
8	0,0350	0,60	500	25
9	0,0243	6,50	250	20
10	0,0270	8,40	250	15
11	0,0255	9,10	500	50
12	0,0218	17,7	250	10
13	0,0246	4,90	500	10
14	0,0250	13,5	200	5
15	0,0250	14,7	500	20
16	0,0240	12,4	500	10
17	0,0255	12,9	250	50
18	0,0237	16,2	200	10
19	0,0262	14,1	200	20
20	0,0245	11,2	250	5
21	0,0231	8,80	200	25
22	0,0250	7,50	250	20
23	0,0260	8,70	250	50
24	0,0262	6,60	200	20
25	0,0245	9,80	200	10
26	0,0201	15,2	200	25
27	0,0239	11,4	100	20
28	0,0256	10,3	200	15

29	0,0245	15,4	100	10
Варіант	**с(ЕДТА), моль/дм^3**	**$V_{сер}$ (ЕДТА), см^3**	**V колби, см^3**	**V піпетки,см^3**
30	0,03500	10,1	200	25
31	0,02377	17,7	200	10
32	0,02405	7,50	250	25
33	0,02550	12,4	500	50
34	0,02377	14,7	250	10
35	0,02187	13,5	200	20

Додаток 7

Завдання для розрахунку визначення вмісту цинку у присутності магнію

Варіант	**с (ЕДТА), моль/дм^3**	**V(ЕДТА) з ксеноленовим помаранчевим, см^3**	**V (ЕДТА) з еріохромом чорним Т, см^3**	**V колби, см^3**	**V піпетки ,см^3**
1	2	3	4	5	6
1	0,02650	10,1	9,500	200	20
2	0,03075	15,4	10,75	200	10
3	0,02675	16,9	18,20	200	25
4	0,02510	17,4	6,200	100	20
5	0,02662	13,5	15,15	200	15
6	0,02564	12,1	16,35	100	10
7	0,02375	7,90	14,05	200	25
8	0,03125	2,40	13,75	500	25
9	0,02437	8,90	17,70	250	20
10	0,02711	10,2	15,50	250	15
11	0,02562	11,3	13,25	500	50
12	0,02405	19,1	7,150	250	10
13	0,02335	6,50	8,550	500	10
14	0,02520	15,4	9,750	200	5
15	0,02600	16,9	8,050	500	20
16	0,02437	14,1	10,75	500	10
17	0,02492	14,5	16,55	250	50
18	0,02475	18,9	13,45	200	10
19	0,02687	16,7	12,20	200	20
20	0,02500	13,6	16,45	250	5
21	0,02135	6,40	12,05	200	25
22	0,02575	9,90	9,500	250	20
23	0,02562	10,0	10,75	250	50
24	0,02405	8,70	18,20	200	20
25	0,02335	11,4	6,200	200	10

26	0,02500	17,5	15,15	200	25
Варіант	**с (ЕДТА), моль/дм^3**	**V(ЕДТА) з ксеноленовим помаранчевим, см^3**	**V (ЕДТА) з еріохромом чорним Т, см^3**	**V колби, см^3**	**V піпетки ,см^3**
27	0,02612	13,6	16,35	100	20
28	0,02437	12,1	14,05	200	15
29	0,02650	17,5	13,75	100	10
30	0,03075	12,2	17,70	200	25
31	0,02675	17,4	15,15	200	25
32	0,02500	16,9	16,35	100	10
33	0,02662	7,90	18,20	200	10
34	0,02564	12,1	6,200	100	25
35	0,02375	13,5	14,05	200	15

Додаток 8

Завдання для розрахунку концентрації приготованих розчинів тіосульфату натрію та йоду

Варіант	**с (1/6 $K_2Cr_2O_7$), моль/дм^3**	**V($Na_2S_2O_3$), см^3 при стандартизації $Na_2S_2O_3$**	**V(J_2), см^3**	**V($Na_2S_2O_3$), см^3 при стандартизації J_2**
1	0,05350	11,25	10	10,1
2	0,06151	14,50	10	15,4
3	0,05352	16,50	10	16,9
4	0,05121	18,00	10	17,4
5	0,05325	12,50	10	13,5
6	0,05129	11,00	10	12,1
7	0,04759	7,500	10	7,90
8	0,06250	10,50	10	2,40
9	0,04875	8,500	10	8,90
10	0,05431	9,500	10	10,2
11	0,05125	10,75	10	11,3
12	0,04801	18,20	10	19,1
13	0,04670	6,200	10	6,50
14	0,05411	15,15	10	15,4
15	0,05225	16,35	10	16,9
16	0,04875	14,05	10	14,1
17	0,04981	13,75	10	14,5
18	0,04950	17,70	10	18,9
19	0,05375	15,50	10	16,7
20	0,05121	13,25	10	13,6
21	0,04270	7,150	10	6,40
22	0,05155	8,55	10	9,90
23	0,05125	9,750	10	10,0
24	0,04816	8,050	10	8,70
25	0,04673	10,75	10	11,4
26	0,05132	11,55	10	17,5

27	0,05200	13,45	10	13,6
Варіант	**с (1/6 $K_2Cr_2O_7$), моль/дм^3**	**V($Na_2S_2O_3$), см^3 при стандартизації $Na_2S_2O_3$**	**V(J_2), см^3**	**V($Na_2S_2O_3$), см^3 при стандартизації J_2**
28	0,04875	12,20	10	12,1
29	0,05353	11,45	10	17,5
30	0,06151	12,05	10	12,2
31	0,04951	16,50	10	11,3
32	0,05375	18,00	10	19,1
33	0,05011	12,50	10	6,55
34	0,04272	11,10	10	15,4
35	0,05151	7,500	10	16,9

Додаток 9

Завдання для розрахунку вмісту аскорбінової кислоти

Варіант	**с (1/2J_2), моль/дм^3**	**V(J_2), см^3**	**с ($Na_2S_2O_3$), моль/м^3**	**$V_{сер}$ ($Na_2S_2O_3$), см^3**	**V колби, см^3**	**V піпетки, см^3**
1	0,02121	25	0,02083	10,6	200	20
2	0,02460	25	0,02111	15,4	200	10
3	0,02140	25	0,01960	16,2	200	25
4	0,02121	25	0,01612	17,1	100	20
5	0,02132	25	0,01914	13,3	200	15
6	0,02051	25	0,02050	12,8	100	10
7	0,01917	25	0,01964	11,4	200	25
8	0,02522	25	0,02874	9,60	500	25
9	0,01951	25	0,01950	8,50	250	20
10	0,02116	25	0,02164	10,4	250	15
11	0,02055	25	0,02041	11,1	500	50
12	0,01924	25	0,01750	9,70	250	10
13	0,01868	25	0,01972	6,90	500	10
14	0,02121	25	0,02120	10,5	200	5
15	0,02081	25	0,02230	16,7	500	20
16	0,01950	25	0,01924	14,4	500	10
17	0,01992	25	0,02040	14,9	250	50
18	0,01980	25	0,01902	18,2	200	10
19	0,02151	25	0,02123	16,1	200	20
20	0,02321	25	0,01960	13,2	250	5
21	0,01708	25	0,01851	6,80	200	25
22	0,02061	25	0,02160	9,50	250	20
23	0,02055	25	0,02080	10,7	250	50
24	0,01924	25	0,02121	8,60	200	20
25	0,01868	25	0,01960	11,8	200	10
26	0,02011	25	0,01612	17,2	200	25
27	0,02080	25	0,01914	13,4	100	20
28	0,01950	25	0,02050	12,3	200	15

29	0,02121	25	0,01960	17,4	100	10
Варіант	**с (1/2J_2), моль/дм^3**	**V(J_2), см^3**	**с ($Na_2S_2O_3$), моль/дм^3**	**$V_{сер}$ ($Na_2S_2O_3$), см^3**	**V колби, см^3**	**V піпетки, см^3**
30	0,02468	25	0,02808	12,1	200	25
31	0,02050	25	0,02017	16,7	200	20
32	0,01905	25	0,01909	14,4	200	10
33	0,02500	25	0,02104	14,9	200	5
34	0,01957	25	0,01966	18,2	100	20
35	0,02054	25	0,01855	16,1	200	10

Навчальне видання

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ

«Аналітична хімія. Кількісний титриметричний аналіз» до лабораторних робіт з курсу «Аналітична хімія»

для студентів спеціальності
181 «Харчові технології»
у т.ч. іноземних

Українською мовою

Укладачі:

ЛАРІНЦЕВА Надія Вікторівна
САМОЙЛЕНКО Сергій Іванович
БЄЛИХ Ірина Анатоліївна
ЗВЯГІНЦЕВА Оксана Вікторівна

Відповідальний за випуск О. М. Близнюк
Роботу до видання рекомендував О. М. Близнюк

В авторській редакції

Самостійне електронне видання