

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ  
Національний університет кораблебудування  
імені адмірала Макарова

**С. Ю. Кельїна**

Методичні рекомендації з дисципліни  
**"МОНІТОРИНГ НАВКОЛИШНЬОГО  
СЕРЕДОВИЩА"**  
для підготовки до лабораторних робіт  
з аналітичної хімії

*Рекомендовано Методичною радою НУК*

Миколаїв 2005

**Кельїна С.Ю.** Методичні рекомендації з дисципліни "Моніторинг навколишнього середовища" для підготовки до лабораторних робіт з аналітичної хімії. – Миколаїв: НУК, 2005. – 56 с.

*Кафедра хімії*

Рекомендації містять теоретичні відомості для кращого засвоєння знань з аналітичної хімії, які потрібні при моніторингу навколишнього середовища. Розглянуті хімічні та фізико-хімічні методи аналізу. Наведені довідки, необхідні для виконання лабораторних робіт з аналізу об'єктів довкілля, подані варіанти контрольних завдань і питань для самостійної підготовки.

Призначені для студентів екологічних спеціальностей.

*Рецензенти* д-р техн. наук, проф. С.С. Рижков;  
канд. хім. наук, доцент В.В. Мащенко

## Робота № 1. РОЗРАХУНКИ В ТИТРИМЕТРИЧНОМУ АНАЛІЗІ

*Мета роботи:* набуття навичок розрахунків в титриметричному аналізі.

### Теоретичні відомості

#### *Способи вираження концентрацій розчинів*

Позначимо маси речовин компонентів розчину  $m(\text{реч})$ , г, їх суму  $\Sigma m$ ; кількість молей компонентів  $\nu(\text{реч})$ , їх суму  $\Sigma \nu$ ; молярні маси  $M(\text{реч})$ , г/моль; об'єм розчину  $V$ ,  $\text{дм}^3$ ; молярну масу еквіваленту  $M_E(\text{реч})$ , г/моль.

В титриметричному аналізі використовуються наступні концентрації та частки розчиненої речовини.

1. *Масова частка* розчиненої речовини  $\omega(\text{реч})$  – відношення маси речовини до маси розчину. Якщо масова частка виражена в процентах, її називають масовими процентами або процентною концентрацією:

$$\omega_i = \frac{m(\text{реч})}{\Sigma m} \cdot 100\%.$$

Процентна концентрація чисельно дорівнює кількості грамів речовини в 100 г розчину.

2. *Молярна концентрація*, або молярність, дорівнює числу молей розчиненої речовини в 1  $\text{дм}^3$  розчину:

$$C_M(\text{реч}) = \frac{\nu(\text{реч})}{V}.$$

Розчини з молярністю 1 і 0,1... моль/ $\text{дм}^3$  називаються одномолярними, децимолярними і т. п. Скорочено записують так: 1  $M$  розчин  $\text{NaOH}$ , 0,1  $M$  розчин  $\text{HCl}$  тощо.

3. *Молярна концентрація еквівалентів* (нормальність)  $C_n(\text{реч})$  – число еквівалентів речовини в одному  $\text{дм}^3$  розчину. В аналітичній хімії  $C_n(\text{реч})$  часто позначають літерою  $N$ ,  $N(\text{реч})$ :

$$C_n(\text{реч}) = \frac{\nu(\text{реч})}{V}; \nu_E(\text{реч}) = m/M_E(\text{реч}).$$

Розчини, які містять в одному  $\text{дм}^3$  1; 0,1 еквівалент розчиненої ре-

човини, називаються однонормальними та децинормальними відповідно. Скорочено записують так: 1 N; 0,1 N; 1 н.; 0,1 н. Згідно закону еквівалентів, речовини реагують без залишку, якщо  $N_1 V_1 = N_2 V_2$ . Це відношення широко використовується в об'ємному аналізі.

4. *Титр розчину по речовині*  $T(\text{реч})$  дорівнює масі речовини, яка міститься в 1 см<sup>3</sup> розчину:

$$T(\text{реч}) = \rho(\text{р-ну}) \cdot v(\text{реч}) = \frac{m(\text{реч})}{V} = \frac{N \cdot M_E}{1000} = \frac{C_M \cdot M}{1000} \text{ г/см}^3,$$

де  $\rho(\text{р-ну})$  – густина розчину, г/см<sup>3</sup>.

5. *Титром робочого розчину за аналізованою речовиною* називають масу, г, визначуваної речовини, що містить стільки еквівалентів, скільки їх міститься в 1 см<sup>3</sup> робочого розчину. Загальна формула

$$T(\text{роб./ан. реч}) = M_E(\text{ан. реч.}) \frac{N(\text{роб. р-ну})}{1000},$$

де  $T(\text{роб./ан. реч})$  – титр робочого розчину за аналізованою речовиною, г/см<sup>3</sup>;  $N(\text{роб. р-ну})$  – нормальність робочого розчину, моль/дм<sup>3</sup>;  $M_E(\text{ан. реч.})$  – молярна маса еквіваленту аналізованої речовини.

## Практична частина

### *Приклади розрахунків в титриметричному аналізі*

1. *Обчислення, пов'язані з перерахуванням однієї концентрації в іншу*

**Приклад 1.** Визначити титр, нормальність і молярну концентрацію 20%-го розчину HCl ( $\rho = 1,1$  г/дм<sup>3</sup>).

*Розв'язок*

1.  $T(\text{HCl}) - ?$

$$T(\text{HCl}) = \rho \omega = 0,20 \cdot 1,1 = 0,22 \text{ г/см}^3.$$

2.  $C_N(\text{HCl}) - ?$

а)  $T(\text{HCl}) = C_N(\text{HCl}) \cdot M_E(\text{HCl})/1000$ , звідси

$$\begin{aligned} C_N(\text{HCl}) &= T(\text{HCl}) \cdot 1000 / M_E(\text{HCl}) = \\ &= 0,22 \cdot 1000 / 36,5 = 6,03 \text{ моль/дм}^3; \end{aligned}$$

б)  $1 \text{ дм}^3$  20%-го розчину має масу  $1000 \cdot 1,1 = 1100 \text{ г}$ , в ньому міститься  $1100 \cdot 20 / 100 = 220 \text{ г HCl}$  або  $220 / 36,5 = 6,03$  еквіваленту HCl, тобто  $C_N(\text{HCl}) = 6,03 \text{ моль/дм}^3$ .

3.  $C_M(\text{HCl})$  – ?

$$T = \frac{C_M(\text{HCl})M(\text{HCl})}{1000};$$

$$C_M(\text{HCl}) = \frac{T \cdot 1000}{M(\text{HCl})} = \frac{0,22 \cdot 1000}{36,5} = 6,03 \text{ моль/дм}^3.$$

*Відповідь:*  $T(\text{HCl}) = 0,22 \text{ г/см}^3$ ,  $C_N(\text{HCl}) = 6,03 \text{ моль екв/дм}^3$ ;  $C_M(\text{HCl}) = 6,03 \text{ моль/дм}^3$ .

2. *Обчислення, пов'язані з приготуванням розчинів і визначенням їх концентрацій*

**Приклад 2.** Визначити об'єм концентрованої хлоридної кислоти ( $\rho = 1,19 \text{ г/см}^3$ ), необхідний для приготування  $10 \text{ дм}^3$  0,1 н. розчину HCl.

#### *Розв'язок*

По таблиці знаходимо масову частку HCl: при  $\rho = 1,19 \text{ г/см}^3$   $\omega(\text{HCl})$  дорівнює 38,30 %.

1)  $v(\text{HCl})$  у  $10 \text{ дм}^3$  – ?

У одному  $\text{дм}^3$  міститься 0,1 еквівалентів кислоти, відповідно, у  $10 \text{ дм}^3$  – 1 еквівалент кислоти HCl.

2)  $M_E(\text{HCl})$  – ?

$M_E(\text{HCl}) = M/1 = M = 36,5 \text{ г/моль}$ , тобто у  $10 \text{ дм}^3$  розчину повинно знаходитись 36,5 г кислоти.

3)  $m(\text{HCl})$  – ?

Якщо у 100 г концентрованого розчину HCl міститься 38,3 г кислоти, то у  $x \text{ г}$  36,5 г, звідси  $x = 95,3 \text{ г}$  – маса концентрованого розчину кислоти.

4)  $V(\text{HCl})$  – ?

$$V(\text{HCl}) = m / \rho = 95,3 / 1,19 = 80 \text{ см}^3.$$

*Відповідь:*  $V(\text{HCl}) = 80 \text{ см}^3$ .

**Приклад 3.** Визначити об'єм води, який потрібно додати до

100 см<sup>3</sup> 0,8 н. розчину хлоридної кислоти HCl, щоб одержати 0,2 н. розчин.

*Розв'язок*

Кількість еквівалентів кислоти в обох випадках однакова:

$$V_1 C_{H1} = V_2 C_{H2}.$$

1)  $V_2 = ?$

$$V_2 = V_1 C_{H1} / C_{H2} = 100 \cdot 0,8 / 0,2 = 400 \text{ см}^3.$$

2)  $V(H_2O) = ?$

$$V(H_2O) = V_2 - V_1 = 400 - 100 = 300 \text{ см}^3.$$

*Відповідь:*  $V(H_2O) = 300 \text{ см}^3$ .

**Приклад 4.** У якому відношенні потрібно змішати 90%-й розчин хлоридної кислоти з 10%-м, якщо потрібно одержати 40%-й розчин?

*Розв'язок*

Кількість кислоти в кінцевому розчині 3 дорівнює сумі кількостей кислоти в розчинах 1 і 2. Нехай маса розчину 3 дорівнює 100 г. Складемо систему рівнянь:

$$\begin{cases} m_1 + m_2 = m_3 \\ \omega_1 m_1 + \omega_2 m_2 = \omega_3 m_3 \end{cases}$$

$$\begin{cases} m_1 + m_2 = 100 \\ 0,9m_1 + 0,1m_2 = 0,4 \cdot 100 \end{cases}$$

$$m_1 = 100 - m_2; 0,9(100 - m_2) + 0,1m_2 = 40; 90 - 0,9m_2 + 0,1m_2 = 40; 0,8m_2 = 50; m_2 = 50/0,8 = 62,5 \text{ г, звідси } m_1 = 100 - 62,5 = 37,5 \text{ г.}$$

Отже,  $m_1:m_2 = 37,5:62,5 = 1:1,67$ .

*Відповідь:*  $m_1:m_2 = 1:1,67$ .

Визначення титру робочого розчину через титр за аналізованою речовиною дуже зручно при визначенні кількості речовини в аналізованому розчині при масових аналізах.

**Приклад 5.** Титр розчину аргентум нітрату дорівнює 0,01702 г/см<sup>3</sup>. Визначити його титр за натрій хлоридом. Знайти нормальність розчину AgNO<sub>3</sub>.

### Розв'язок

Аналізована речовина – NaCl (хлорид-іони), робочий розчин – розчин  $\text{AgNO}_3$ .

1)  $C_{\text{H}}(\text{AgNO}_3) - ?$

Якщо 0,01702 г  $\text{AgNO}_3$  міститься в 1  $\text{см}^3$  розчину, то у  $x$  г  $\text{AgNO}_3$  міститься в 1000  $\text{см}^3$  розчину, тоді  $x = 17,02$  г.

$M_E(\text{AgNO}_3) = 169,9$  г/моль;

2)  $C_{\text{H}}(\text{AgNO}_3) = m / M_E = 17,02 / 169,9 = 0,1002$  моль/дм<sup>3</sup>.

3)  $T(\text{AgNO}_3 / \text{NaCl}) = M_E(\text{NaCl}) \frac{N(\text{AgNO}_3)}{1000} = \frac{0,1002}{1000} \cdot 58,46 = 0,005856$  г/см<sup>3</sup>

Відповідь:  $T(\text{AgNO}_3 / \text{NaCl}) = 0,005856$  г/см<sup>3</sup>.

3. Розрахунки, пов'язані з обчисленням результатів титрування

**Приклад 6.** Скільки грамів  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  було взято, якщо після розчинення його в мірній колбі на 250  $\text{см}^3$  і доведення водою до мітки було взято 25,00  $\text{см}^3$  піпеткою і на титрування пішло 20,20  $\text{см}^3$  0,1010 н. розчину хлоридної кислоти?

### Розв'язок

1)  $C_{\text{H}}(\text{Na}_2\text{CO}_3) - ?$

$$V(\text{Na}_2\text{CO}_3) \cdot C_{\text{H}}(\text{Na}_2\text{CO}_3) = V(\text{HCl}) \cdot C_{\text{H}}(\text{HCl});$$

$$C_{\text{H}}(\text{Na}_2\text{CO}_3) = \frac{V(\text{HCl})C_{\text{H}}(\text{HCl})}{V(\text{Na}_2\text{CO}_3)} = \frac{20,20 \cdot 0,1010}{25,0} = 0,0816 \text{ н.}$$

2)  $m(\text{Na}_2\text{CO}_3) - ?$

$$C_{\text{H}}(\text{реч}) = \frac{v(\text{реч})}{V} = \frac{m}{M_E(\text{реч}) \cdot V};$$

$$m = C_{\text{H}} \cdot M_E(\text{реч}) \cdot V = 0,0816 \cdot 53,0 \cdot 0,25 = 1,08 \text{ г.}$$

Відповідь:  $m(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 1,08$  г.

**Приклад 7.** Визначити титр розчину HCl, якщо на титрування 0,2147 г  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  витрачається 22,26  $\text{см}^3$  цього розчину.

### Розв'язок

1)  $\nu(\text{Na}_2\text{CO}_3) - ?$

$M_E(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 53 \text{ (г/моль)}$ ;  $\nu = m / M_E = 0,2147/53 = 0,00405 \text{ моль}$ .

2)  $\nu(\text{HCl})$  у  $10 \text{ дм}^3 - ?$

$\nu(\text{HCl}) = \nu(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0,00405 \text{ моль}$ .

3)  $m(\text{HCl}) - ?$

$m = \nu(\text{HCl}) \cdot M_E(\text{HCl}) = 0,00405 \cdot 36,5 \text{ г} = 0,148 \text{ г}$ .

4)  $T(\text{HCl}) - ?$

$$T(\text{реч}) = \frac{m(\text{реч})}{V} = 0,148/22,26 = 0,0066 \text{ г/см}^3$$

Відповідь:  $T(\text{HCl}) = 0,0066 \text{ г/см}^3$ .

### Запитання та задачі

#### Варіант 1

1. Знайти титр розчину натрій хлориду, якщо наважку масою  $5,9120 \text{ г}$  розчинили в мірній колбі на  $1000 \text{ см}^3$  і розчин довели до мітки дистильованою водою.

2. На титрування  $20,00 \text{ см}^3$  розчину сульфатної кислоти витратили  $19,50 \text{ см}^3$   $0,09641 \text{ н}$ . розчину натрій гідроксиду. Визначити нормальність розчину сульфатної кислоти.

3. Визначити об'єм  $10\%$ -го розчину  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  густиною  $1,105 \text{ г/см}^3$  потрібного для приготування: а)  $1 \text{ дм}^3$  розчину з  $T = 0,00500 \text{ г/см}^3$ ; б)  $1 \text{ дм}^3$  розчину з  $T(\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{Ca}) = 0,00300 \text{ г/см}^3$ ?

#### Варіант 2

1. До розчину, в якому міститься  $0,7500 \text{ г}$   $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  додали  $25,00 \text{ см}^3$  розчину  $\text{KOH}$ , надлишок останнього відтитрували  $4,02 \text{ см}^3$   $0,1250 \text{ н}$ . розчину  $\text{HCl}$ . Визначити нормальність розчину  $\text{KOH}$ .

2. Визначити масу  $\text{Ba}(\text{OH})_2$ , що міститься в розчині, якщо на нейтралізацію його витрачається  $20,00 \text{ см}^3$   $0,1245 \text{ н}$ . розчину  $\text{HCl}$ ?

3. Титр хлоридної кислоти за  $\text{CaO}$  дорівнює  $0,005670$ . Визначити об'єм цієї кислоти, потрібний для нейтралізації  $0,200 \text{ г}$   $\text{CaO}$ .

#### Варіант 3

1. Визначити масу сульфатної кислоти густиною  $1,84 \text{ г/см}^3$ , необхідну для приготування  $2 \text{ дм}^3$   $0,2 \text{ н}$ . розчину.

2. Визначити об'єм води, який треба додати до  $725 \text{ см}^3$   $0,2260 \text{ н.}$  розчину калій гідроксиду  $\text{KOH}$ , щоб одержати  $0,2000 \text{ н.}$  розчин.

3. Визначити наважку речовини, що містить  $25 \%$   $\text{CaO}$ ,  $70 \%$   $\text{CaCO}_3$  і  $5 \%$  індиферентних домішок так, щоб на титрування її пішло  $20 \text{ см}^3$   $0,12 \text{ н.}$  розчину  $\text{HCl}$ .

#### **Варіант 4**

1. Визначити нормальність розчину хлоридної кислоти  $\text{HCl}$ , якщо на титрування  $0,1734 \text{ г}$  натрій карбонату  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , витратилося  $20,54 \text{ см}^3$  цього розчину.

2. Визначити об'єм  $23\%$ -го розчину  $\text{KOH}$  густиною  $1,22 \text{ г/см}^3$ , який треба додати до  $1 \text{ дм}^3$   $0,984 \text{ н.}$  розчину  $\text{KOH}$ , для того щоб отримати  $1,000 \text{ н.}$  розчин.

3. З  $2,500 \text{ г}$   $\text{Na}_2\text{CO}_3$  приготовлено  $500 \text{ см}^3$  розчину. Визначити для цього розчину: нормальність, молярність, титр і титр за  $\text{HCl}$ .

#### **Варіант 5**

1. Визначити нормальність розчину  $\text{Ba(OH)}_2$ , якщо титр  $(\text{Ba(OH)}_2 \text{ за } \text{CH}_3\text{COOH})$  дорівнює  $0,01210 \text{ г/см}^3$ ?

2. Визначити масу луку, що містить  $92 \%$   $\text{NaOH}$  і  $8 \%$  індиферентних домішок, яку треба взяти для приготування  $1 \text{ дм}^3$  розчину з титром  $0,00500 \text{ г/см}^3$ .

3. Визначити молярність розчину  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , якщо на титрування  $0,4519 \text{ г}$  бури ( $\text{Na}_2\text{Br}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ) витратили  $16,43 \text{ см}^3$  цього розчину.

#### **Варіант 6**

1. Визначити об'єм  $10\%$ -го розчину  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  густиною  $1,105 \text{ г/см}^3$  потрібний для приготування: а)  $1 \text{ дм}^3$  розчину з  $T = 0,005000 \text{ г/см}^3$ ; б)  $1 \text{ дм}^3$  розчину з  $T(\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{Ca}) = 0,00300 \text{ г/см}^3$ .

2. До якого об'єму треба розбавити  $1 \text{ дм}^3$   $0,2000 \text{ н.}$  розчину  $\text{HCl}$ , щоб отримати розчин з титром за  $\text{CaO}$   $0,005000 \text{ г/см}^3$ ?

3. Розчин  $\text{HCl}$  з концентрацією  $0,2215 \text{ н.}$  та об'ємом  $21,40 \text{ см}^3$  потребує для нейтралізації  $21,40 \text{ см}^3$  розчину  $\text{Ba(OH)}_2$ , а  $25 \text{ см}^3$  ацетатної кислоти нейтралізуються  $22,55 \text{ см}^3$  того ж розчину. Визначити  $C_n(\text{CH}_3\text{COOH})$ .

#### **Варіант 7**

1. Визначити масу  $\text{HCl}$  в розчині, якщо на нейтралізацію його витратили  $22,00 \text{ см}^3$   $0,0140 \text{ N}$  розчину  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .

2. Визначити масу  $\text{KOH}$ , яка міститься в  $10 \text{ дм}^3$  і  $150 \text{ см}^3$  розчину, титр якого дорівнює  $0,004120 \text{ г/см}^3$ ?

3. До якого об'єму треба розбавити 1 дм<sup>3</sup> 0,2000 н. розчину HCl, щоб отримати розчин з титром за CaO 0,005000 г/см<sup>3</sup>?

### **Варіант 8**

1. Визначити об'єм концентрованої хлоридної кислоти, густиною 1,19 г/см<sup>3</sup>, що містить 38,32 % HCl, який необхідно розбавити до 1500 см<sup>3</sup>, щоб одержати 0,2000 н. розчин.

2. Визначити об'єм розчину хлоридної кислоти з титром HCl за Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, якщо при титруванні на 0,1231 г Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> йде 20,45 см<sup>3</sup> цього розчину.

3. Визначити масу H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> в розчині, якщо на нейтралізацію її потрібно 20,00 мл розчину NaOH з  $T = 0,004614$  г/см<sup>3</sup>?

### **Варіант 9**

1. Визначити об'єм 2,0 н. розчину HCl, який необхідно додати до 1,1 дм<sup>3</sup> 0,1880 н. розчину HCl, щоб отримати 0,2000 н. розчин.

2. Визначити  $T(\text{HCl}/\text{Na}_2\text{CO}_3)$ , якщо при титруванні 0,1040 г Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> витрачається 5,14 см<sup>3</sup> цього розчину.

3. Визначити об'єм води, який треба додати до 1,2 дм<sup>3</sup> 0,2120 н. розчину HCl для того, щоб добути 0,2000 н. розчин.

### **Варіант 10**

1. Визначити об'єм води, який треба додати до 700 см<sup>3</sup> 0,250 н. розчину KOH, щоб одержати 0,2000 н. розчин.

2. На 20 мл 0,2135 н. розчину HCl при титруванні йде 15,35 см<sup>3</sup> розчину NaOH. Визначити нормальність розчину NaOH.

3. Визначити масу CaO необхідну для нейтралізації: а) 12,00 см<sup>3</sup> розчину HCl з титром 0,003512; б) 12,00 см<sup>3</sup> розчину HCl з титром за CaO 0,005210 г/см<sup>3</sup>.

## **РОБОТА № 2. ВИГОТОВЛЕННЯ СТАНДАРТНИХ І РОБОЧИХ РОЗЧИНІВ У ТИТРИМЕТРИЧНОМУ АНАЛІЗІ**

*Мета роботи:* набуття навичок роботи з мірним хімічним посудом, приготування робочих розчинів і визначення та обчислення їх нормальної концентрації.

### **Теоретичні відомості**

*Титриметричний аналіз ґрунтується на точному вимірюван-*

ні об'єму розчину реагенту точно відомої концентрації, що взаємодіє в реакції з еквівалентною кількістю речовини, яку визначають.

Основні операції титриметричного аналізу: *приготування розчинів стандартної речовини речовини, яку аналізують; титрування та обчислення.*

*Титрування* – це процес визначення концентрації речовини А поступовим додаванням невеликих кількостей речовини Б, при якому забезпечується виявлення точки еквівалентності, коли вся речовина А стехіометрично прореагувала з відомою кількістю речовини Б.

Розчин, що містить активний реагент, за допомогою якого проводять титрування, називається *титрантом*. Найчастіше титрант поміщають у бюретку, а розчин, який титрують – титрована розчин – у конічну колбу, але буває й навпаки.

Момент титрування, коли кількість речовини титранту еквівалентна кількості титрованої речовини, називається *точкою еквівалентності* (т. екв.). Точку еквівалентності визначають за допомогою спеціальних індикаторів – речовин, що змінюють забарвлення, за забарвленням реагуючих речовин або приладами.

Розчини в титриметричному аналізі поділяють за способом приготування та за призначенням.

За способом приготування розчинів розрізняють первинні стандартні розчини (розчини з приготовленим титром) і вторинні стандартні розчини або стандартизовані (розчини зі встановленим титром).

Первинні стандартні розчини готують розчиненням точної наважки вихідної речовини і розбавленням одержаного розчину до певного об'єму, тобто одержують розчин з точно відомою концентрацією реагенту. Як стандартні речовини використовують  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ,  $\text{KCl}$ ,  $\text{NaCl}$ ,  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ,  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$  тощо. Концентрацію первинного стандартного розчину обчислюють, виходячи з маси первинної стандартної речовини і об'єму приготовленого розчину. Вторинні стандартні розчини готують з речовин  $\text{HCl}$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{NaOH}$ ,  $\text{KOH}$ ,  $\text{Ba}(\text{OH})_2$ ,  $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  тощо, їх концентрацію встановлюють за первинними стандартними розчинами.

За призначенням титранти можуть бути *установчими* (для стандартизації) і *робочими* (для визначення концентрації невідомої речовини).

У практиці титриметричного аналізу використовують "*стандарт-титри*" (або фіксанали) – це розчини або тверді речовини, кількістю 0,1 моль еквіваленту речовини, які містяться у запаяній скляній ампулі. Термін зберігання стандарт-титрів залежить від природи речовини.

Методи титриметричного аналізу класифікують:

а) за прийомами виконання операцій – пряме, непряме (зворотне) та замісне титрування. Пряме титрування здійснюється, коли визначуваний іон безпосередньо титрують титрантом або навпаки. При зворотньому титруванні до розчину з визначуваним іоном спочатку додають надлишок реагенту, який потім відтитровують титрантом. При виконанні титрування способом заміщення (коли титрант не реагує в стехіометричних співвідношеннях з визначуваним іоном або не дає реакції з індикатором) використовується допоміжний реагент, який стехіометрично взаємодіє з визначуваним іоном і далі продукт реакції відтитровується титрантом;

б) за типом аналітичної реакції – кислотно-лужне, окисно-відновне, осаджувальне та комплексиметричне титрування;

в) за способом виконання операцій – піпеткуванням або методом окремих наважок. У першому випадку готують точний об'єм аналізованого розчину й для титрування відбирають піпеткою певний точно відомий об'єм (аліквоту) цього розчину. У другому випадку для одного титрування беруть усю наважку речовини, яку аналізують.

*Кислотно-основне титрування* (метод нейтралізації) ґрунтується на реакції  $\text{H}^+ + \text{OH}^- \rightarrow \text{H}_2\text{O}$ . Вона характеризується великою швидкістю й проходить строго стехіометрично. Цим методом можна визначати основні класи неорганічних сполук – основні та кислотні оксиди, гідроксиди, кислоти, солі (середні, основні, кислі), органічні сполуки – електроліти (органічні кислоти, основи та їх солі), а також неелектроліти (етилацетат, сечовина, нітрили тощо).

*Робочими розчинами* в методі нейтралізації є розчини кислот ( $\text{HCl}$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) та лугів ( $\text{NaOH}$ ,  $\text{KOH}$ ). Тому розрізняють ацидиметричне (титрант – кислота) і алкаліметричне (титрант – луг) титрування. Рекомендована концентрація титрантів – 1 моль/дм<sup>3</sup>; 0,5 моль/дм<sup>3</sup>; 0,1 моль/дм<sup>3</sup>; 0,01 моль/дм<sup>3</sup>.

*Ацидиметричним титруванням* визначають вміст у розчинах: сильних основ ( $\text{NaOH}$ ,  $\text{KOH}$ ,  $\text{Ba}(\text{OH})_2$ ); розчинних слабких основ

( $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ); солей неорганічних і органічних кислот, які гідролізуються з утворенням  $\text{OH}^-$ -іонів ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{NaHCO}_3$ ,  $\text{CH}_3\text{COONa}$ ).

*Алкаліметричним титруванням* визначають вміст сильних кислот ( $\text{HCl}$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HNO}_3$ ); слабких кислот (фосфатної, станової, тартратної, оксалатної); солей, які гідролізуються з утворенням  $\text{H}^+$ -іонів ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ); кислих солей ( $\text{NaH}_2\text{PO}_4$ ,  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ ):

Первинними стандартними (установчими) речовинами в кислотно-основному титруванні є  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$  (бура),  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  (оксалатна кислота),  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (натрій карбонат),  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  (натрій оксалат) у вигляді сухих речовин або водних розчинів.

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

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

## Практична частина

### ***Техніка титрування. Вимірювальний посуд та поводження з ним***

Точні об'єми розчинів у титриметричному аналізі відміряють вимірювальним посудом – колбами, піпетками, бюретками.

*Бюретки* призначені для титрування. Бюретка – це циліндрична трубка з краном або гумовим затвором з кулькою й нанесеними по всій довжині її поверхні великими і малими поділками, які дозволяють вимірювати об'єм розчину із точністю до 0,02...0,03  $\text{см}^3$ , оцінюючи при цьому на око положення меніска рідини між двома малими поділками.

Бюретки калібровані на виливання, різні за розміром, конструкцією та об'ємом 10, 20, 25, 50 і 100  $\text{см}^3$ . Калібрують бюретки в  $\text{см}^3$  і їх десятих частинах, тобто кожна маленька поділка відповідає 0,1  $\text{см}^3$ . Нульова поділка розміщена у верхній частині бюретки.

### *Правила титрування з бюретки*

1. Бюретку закріплюють у штативі, промивають титрантом зверху й заливають титрант у бюретку з нижнього отвору. На основу штатива кладуть листок білого паперу.

2. Титрант додають краплями. Для цього лівою рукою відкривають кран або гумовий затвор бюретки і регулюють ним швидкість витікання робочого розчину. Конічну колбу з розчином тримають за шийку правою рукою, постійно перемішуючи її вміст.

3. Після витікання розчину відлік поділок на шкалі бюретки роблять тільки через одну хвилину, щоб рідина, яка залишилася на стінках бюретки, спокійно стекла. Якщо рідина безбарвна, відлік поділок знімають за нижнім краєм меніска.

4. Кожне повторне титрування починають з нульової поділки на шкалі бюретки, тому що різні частини бюретки по довжині можуть мати неоднакові об'єми.

5. Для одержання достовірних результатів проводять не менше трьох титрувань, різниця у відліках не повинна перевищувати  $0,1 \text{ см}^3$ . Якщо спостерігається велике розходження, титрування повторюють до одержання трьох результатів, які сходяться. З них беруть середнє значення. Всі одержані результати записують у лабораторний журнал, навіть якщо вони й однакові.

*Піпетки* призначені для відбирання певного об'єму розчину (вказується у верхній частині піпетки). Вони бувають циліндричними (градуйовані) і з розширенням (прості). Циліндричні піпетки з поділками по всій довжині використовують для приблизного відмірювання об'ємів розчинів. Піпетки з розширенням, які мають на тонкій "шийці" одну колову риску, точніші, тому більш поширені у практиці кількісного аналізу. Найбільш поширені піпетки місткістю 1, 2, 5, 10,  $25 \text{ см}^3$ .

Перед використанням піпетку добре промивають. Підготовлену піпетку висушують або всю внутрішню поверхню піпетки промивають два рази тим розчином, який будуть відбирати піпеткою.

Щоб відміряти розчин, піпетку беруть великим і середнім пальцями, занурюють нижній кінець піпетки глибоко в розчин і засмоктують розчин за допомогою гумової груші трохи вище мітки. Знімають грушу, отвір закривають вказівним пальцем і, піднявши піпетку, видаляють краплі розчину із зовнішньої сторони піпетки рушником або шматочком фільтрувального паперу. Тоді злег-

ка відкривають отвір, щоб стекла лишня рідина і нижній край меніска торкнувся колової риски (при цьому риска повинна знаходитися на рівні очей). Знову щільно закривають отвір і переносять піпетку в попередньо підготовлений посуд. Тримавши піпетку вертикально, звільнюють вказівний палець від отвору піпетки і дають рідині вільно витікати. Коли вся рідина витече, торкаються кінчиком піпетки до стінки посуду і чекають 30 с, поки витечуть залишки рідини. Потім виймають піпетку і не звертають увагу на невеликий об'єм рідини, яка залишилася в її носіку.

*Мірні колби* – це колби певного об'єму з подовженими шийками малого діаметру, на яких є колова риска, що позначає її місткість у см<sup>3</sup>. Мірні колби великої місткості (500–1000 см<sup>3</sup>), призначені для приготування робочих розчинів. Мірні колби меншої ємності (100–250 см<sup>3</sup>) частіше використовують для приготування розчинів речовин, які аналізують.

### ***Приготування розчину хлоридної кислоти та титриметричне визначення його точної концентрації***

#### ***1. Приготування розчину хлоридної кислоти певної концентрації***

Готують приблизно 0,1 н. розчин HCl з хлоридної кислоти певної концентрації (вихідну концентрацію спитати в лаборанта) або з концентрованої кислоти (густина 1,19 г/см<sup>3</sup>, 37,2 % хлороводню).

Приклад розрахунку наводиться для концентрованої кислоти. Для виготовлення 250 см<sup>3</sup> 0,1 н. розчину кислоти треба взяти такий об'єм концентрованої кислоти, який би містив

$$m = \frac{36,5}{10} \cdot \frac{250}{100} \approx 0,9 \text{ г. Визначимо цей об'єм.}$$

Виходячи з масової частки хлороводню в концентрованій кислоті, складемо пропорцію:

100 г концентрованої кислоти містять 37,2 г

$x$  г концентрованої кислоти містять 0,9 г, звідси

$$x = (0,9 \cdot 100) / 37,2 = 2,42 \text{ г.}$$

Знаходимо об'єм концентрованої хлоридної кислоти, виходячи з її густини:

$$V = m / \rho = 2,42 / 1,19 = 2,034 \text{ см}^3.$$

Для виготовлення розчину кислоти треба відміряти мірною пробіркою 2,03 см<sup>3</sup> концентрованої хлоридної кислоти, перенести в колбу на 250 см<sup>3</sup>, додати приблизно 100 см<sup>3</sup> дистильованої води

(працювати у витяжній шафі), далі на робочому місці додати залишок дистильованої води до мітки та перемішати.

## *2. Визначення точної нормальної концентрації хлоридної кислоти*

Для визначення концентрації кислоти її титрують робочим 0,1 н. розчином бури  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$  за реакцією



В точці еквівалентності утворюється слабка вільна кислота та сіль, середовище – слабкокислое. Для його фіксації використовують індикатор метиловий оранжевий. Середовище у розчині бури – лужне, тому індикатор змінює свій колір від жовтого до рожевого.

В три конічні колби місткістю 150 ... 250 мл вміщують по 15 ... 20  $\text{cm}^3$  розчину бури, виміряних мірною піпеткою. Далі у колби додають 2...3 краплі індикатору метилового оранжевого та перемішують.

Бюретки заправляють розчином хлоридної кислоти, який виготовлений попередньо.

Розчин бури титрують розчином кислоти до зміни забарвлення. Результати трьох титрувань повинні відрізнятися не більш, як на 0,1  $\text{cm}^3$ . Якщо результати дослідів різняться на більшу величину, треба виконати додаткові титрування.

Розраховують середній результат титрування як середньо арифметичне.

Припустимо, що на титрування 15,00  $\text{cm}^3$  0,1 н. розчину бури витратилося 14,72  $\text{cm}^3$  кислоти (14,72  $\text{cm}^3$  – середній результат трьох титрувань). Нормальність хлоридної кислоти знаходять за формулою

$$V_{\text{бури}} \cdot N_{\text{бури}} = V_{\text{кисл}} \cdot N_{\text{кисл}}.$$

$$\text{Звідки } N_{\text{кисл}} = \frac{V_{\text{бури}} \cdot N_{\text{бури}}}{V_{\text{кисл}}} = \frac{15,00 \cdot 0,1}{14,72} = 0,102 \text{ моль /л.}$$

Отже, нормальність виготовленого розчину хлоридної кислоти становить 0,102 моль /л.

Зробити загальні висновки по роботі.

## Запитання та задачі

### **Варіант 1**

1. Пояснити суть та основні операції титриметричного аналізу.
2. Вказати особливості ацидиметричного титрування.
3. З 6,227 г бури виготовлено 250 см<sup>3</sup> розчину. Розчин бури об'ємом 25,00 см<sup>3</sup> реагує з 24,17 см<sup>3</sup> розчину HCl. Розрахувати  $C_n$  для розчинів бури та кислоти.

### **Варіант 2**

1. Сформулювати та записати закон еквівалентів
2. Індикатори в методі нейтралізації.
3. На 20,00 мл 0,2135 н. розчину HCl при титрування використано 15,35 см<sup>3</sup> розчину луку. Визначити нормальність розчину луку.

### **Варіант 3**

1. Умови титриметричного аналізу.
2. Теорії індикаторів в методі нейтралізації.
3. Яку потрібно взяти наважку хімічно чистої соди, щоб на титрування її до CO<sub>2</sub> витратилося 20 см<sup>3</sup> 0,2 н. розчину HCl?

### **Варіант 4**

1. Перелічити та пояснити методи титриметричного аналізу за принципом виконання операцій.
2. Криві титрування та їх значення. Вигляд кривих при титруванні розчину HCl розчином NaOH.
3. Визначити наважку негашеного вапна, що містить 90 % CaO і 10 % індиферентних домішок, яку потрібно взяти для аналізу, щоб на нейтралізацію його витратилося 20 см<sup>3</sup> розчину HCl з титром 0,007300 г/см<sup>3</sup>?

### **Варіант 5**

1. Вказати методи титриметричного аналізу за типом аналітичної реакції.
2. Пояснити, в якому середовищі закінчується титрування солей, які при дисоціації утворюють кислі аніони. Який індикатор треба використати для фіксування точки еквівалентності?
3. Розрахувати наважку речовини, що містить близько 25 % CaO, 70 % CaCO<sub>3</sub> і 5 % індиферентних домішок так, щоб на титрування її пішло 20 см<sup>3</sup> 0,12 н. розчину HCl.

### **Варіант 6**

1. Молярна концентрація речовини і молярна концентрація еквівалента речовини у розчині та їх розрахунки

2. Криві титрування та їх значення. Вигляд кривих при титруванні розчину NaOH розчином HCl.

3. Визначити об'єм сульфатної кислоти густиною близько 1,07 г/см<sup>3</sup> (вміст H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> – 10 %), який треба взяти для аналізу, щоб на титрування її пішло 20 см<sup>3</sup> 0,5 н. розчину NaOH.

### **Варіант 7**

1. Пояснити роль сполук Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>·10H<sub>2</sub>O, H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O в методі нейтралізації.

2. Поняття про точку еквівалентності та методи її визначення.

3. Скільки см<sup>3</sup> 0,12 н. розчину HCl потрібно для нейтралізації:  
а) 0,2 г хімічно чистого Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>; б) 0,2 г речовини, що містить 70 % CaO.

### **Варіант 8**

1. Первинні стандартні речовини та вимоги до них.

2. Суть і принципи алкаліметричного титрування.

3. Досліджена речовина може бути NaOH або КОН. На нейтралізацію 1,1 г витратилося 31,4 мл 0,860 н. розчину HCl. Визначити, яка це речовина.

### **Варіант 9**

1. Первинні стандартні та стандартизовані розчини. Вихідні та робочі (титранти) розчини в титриметричному аналізі.

2. Класифікація методів нейтралізації залежно від титранту.

3. Визначити масову частку N<sub>2</sub>O<sub>5</sub> в нітратній кислоті, якщо на нейтралізацію 2,050 г її витратилося 21,10 мл розчину NaOH з титром 0,004010 г/см<sup>3</sup>.

### **Варіант 10**

1. Вимірювальний посуд та його призначення.

2. Назвати та пояснити основну реакцію методу нейтралізації.

3. Визначити масу Ba(OH)<sub>2</sub> в розчині, якщо на його титрування витрачається 22,00 мл 0,1140 М розчину Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>.

## **РОБОТА № 3. ВИЗНАЧЕННЯ ТВЕРДОСТІ ПРИРОДНОЇ ВОДИ**

*Мета роботи:* набуття навичок титрування, визначення твер-

дості природних вод; проведення обчислень у титриметричному аналізі.

### Теоретичні відомості

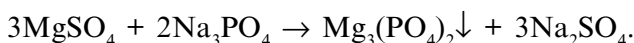
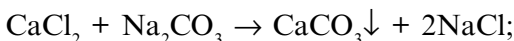
*Твердістю води* ( $T_{H_2O}$ ) називають вміст у воді іонів  $Ca^{+2}$  та  $Mg^{+2}$ . В Україні твердість вимірюється у ммоль/дм<sup>3</sup> еквівалентів (ммоль екв/дм<sup>3</sup>) іонів кальцію і магнію.  $M_E(Ca) = 20,04$  мг/ммоль,  $M_E(Mg) = 12,16$  мг/ммоль.

Тверда вода має ряд негативних властивостей: утворює осади у вигляді накипу на стінках котлів, знижує миючу здатність мил, погіршує смак виготовленої їжі.

Розрізняють тимчасову, постійну і загальну твердість. Тимчасова (карбонатна) твердість зумовлена наявністю у воді розчинних бікарбонатів кальцію та магнію. Її можна усунути кип'ятінням (утворюються нерозчинні карбонати)



Постійна твердість зумовлена наявністю хлоридів і сульфатів кальцію та магнію. Для її усунення воду обробляють реагентами, наприклад, розчинами соди або фосфатів, внаслідок чого теж утворюються нерозчинні карбонати:



Загальна твердість дорівнює сумі тимчасової та постійної твердості.

**Приклад 1.** Твердість води, що містить тільки кальцій гідрокарбонат дорівнює 1,785 ммоль/дм<sup>3</sup>. Визначити масу солі в 1 дм<sup>3</sup> річину.

*Розв'язок*

1.  $m(Ca) - ?$

$$m(Ca) = M_E(Ca) \cdot T_{H_2O};$$

$$m(Ca) = 20 \text{ мг/ммоль} \cdot 1,785 \text{ ммоль/дм}^3 = 35,7 \text{ мг/дм}^3.$$

2.  $m(Ca(HCO_3)_{3/2}) - ?$

$$M(Ca(HCO_3)_{3/2}) = 162 \text{ г/моль}.$$

Складемо пропорцію: 162 г солі містить 40 г Ca;

$$x \text{ г солі} - 35,7 \text{ мг Ca},$$

$$\text{звідси } x = (162 \cdot 35,7) / 40 = 144,5 \text{ мг солі}.$$

*Відповідь:* маса розчиненої солі дорівнює 144,5 мг/дм<sup>3</sup>.

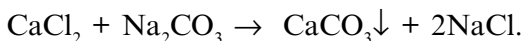
**Приклад 2.** Визначити масу соди Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, яку треба додати до 5 л твердої води для усунення загальної твердості 4,60 ммоль/дм<sup>3</sup>.

*Розв'язок*

1.  $\nu$ (іонів, що зумовлюють твердість) в 5 дм<sup>3</sup> – ?

$$\omega = 4,6 \cdot 5 = 23 \text{ ммоль.}$$

2.  $\nu$ (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) – ?



З реакції визначимо, що витрачається еквівалентна кількість соди, тобто 23 ммоль.

3.  $m$ (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) – ?

$$M_E(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 53 \text{ г/моль.}$$

Складемо пропорцію:

53 г соди реагують з 1000 ммольями іонів Ca<sup>2+</sup>;

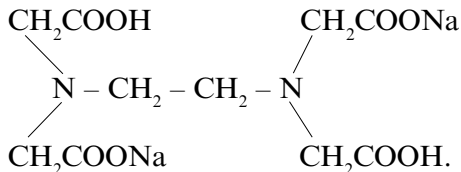
$x$  г соди – з 23 ммольями іонів Ca<sup>2+</sup>,

звідси  $x = (53 \cdot 23) / 1000 = 1,22$  г соди.

*Відповідь:* маса соди для усунення загальної твердості дорівнює 1,22 г.

Для визначення загальної твердості зручно використовувати метод *комплексометрії*. В основі цього метода лежить реакція утворення комплексної сполуки при взаємодії катіонів з комплексонами. Комплексони – органічні речовини, похідні амінокислот, які утворюють з катіонами багатьох металів розчинні у воді, стійкі й безбарвні комплексні сполуки. Одним з комплексонів є комплексон III або трилон Б (H<sub>2</sub>Tr) – двунатрієва сіль етилендіамінтетраацетатної кислоти (Na–ЕДТА):

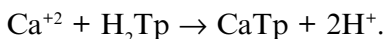
У якості індикаторів в методі комплексометрії використовують



ють речовини, які теж утворюють з металами комплексні сполу-

ки, але вони менш міцні, ніж сполуки з комплексонами і мають характерне забарвлення. Вони називаються *металоіндикаторами*. До них відносяться, наприклад, еріохром черний Т або хромовий темно-синій. Ці індикатори утворюють з іонами кальцію та магнію червоно-фіолетові комплексні сполуки. Власний колір індикаторів у слабколужному середовищі (де відбувається реакція) блакитно-синій. В точці еквівалентності відбувається чіткий перехід забарвлення з червоно-фіолетового кольору в блакитний.

Під час утворення внутрішньоконплексної сполуки трилону Б з іоном металу виділяються іони водню і середовище підкислюється:



Оскільки реакція комплексоутворення відбувається у лужному середовищі, для його підтримування в реакційну суміш додається аміачно-ацетатний буферний розчин з рН 9–10.

### Практична частина

#### *Дослід 1. Визначення твердості природної води*

1. Бюретку заповнити 0,1 н. або 0,05 н. розчином трилону Б.

2. У конічну колбу об'ємом 150–250 см<sup>3</sup> помістити 20 см<sup>3</sup> природної води, вимірною мірною піпеткою, далі – 5 см<sup>3</sup> аміачно-ацетатного буферного розчину та 3–4 краплі індикатору еріохром черного Т. Розчин забарвлюється у червоно-фіолетовий колір. Титрувати зі свідком (першою, вже відтитрованою порцією води) до утворення блакитного кольору розчину.

Відзначити об'єм витраченого на титрування розчину трилону Б, см<sup>3</sup>. Провести не менш ніж три титрування, результат обчислити як середнє арифметичне. Різниця між результатами окремих титрувань не повинна перевищувати 0,1 мл.

3. Розрахунок загальної твердості води.  $T_{\text{H}_2\text{O}}$ , ммоль екв/дм<sup>3</sup>:

$$T_{\text{H}_2\text{O}} = (N_{\text{Tr}} \cdot V_{\text{Tr}} \cdot 1000) / V_{\text{H}_2\text{O}}.$$

#### *Дослід 2. Усунення постійної твердості природної води*

1. У одну пробірку налити 3–4 см<sup>3</sup> води, яка аналізується, і додати 1–2 краплі розчину натрій карбонату. Записати реакції та свої спостереження.

2. У другу пробірку налити 3–4 см<sup>3</sup> води, яка аналізується, і додати 1–2 краплі розчину натрій фосфату. Записати реакції та свої спостереження.

3. Зробити висновок про твердість визначуваної води і загальні висновки по роботі.

## Запитання та задачі

### *Варіант 1*

1. Записати реакції процесів в методі комплексонометрії.
2. Розрахувати титр і молярність розчину трилону Б, якщо на титрування 25 см<sup>3</sup> розчину, отриманого розчиненням 3,2813 г цинку в сульфатній кислоті та доведеного до 1000 см<sup>3</sup> пішло 24,1 см<sup>3</sup> розчину трилону Б.
3. Некарбонатна твердість води складає 3,18 ммоль/дм<sup>3</sup>. Визначити масу натрій фосфату, яку треба взяти для того, щоб усунути твердість 5 дм<sup>3</sup> води.

### *Варіант 2*

1. Записати реакцію взаємодії магнію з комплексомом III.
2. Визначити вміст CaCl<sub>2</sub>, %, в розчині, на титрування 5 см<sup>3</sup> якого пішло 24,8 см<sup>3</sup> розчину 0,05 н. комплексона III.
3. Твердість зразка води зумовлена Fe(HCO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>. При кип'ятінні 0,25 дм<sup>3</sup> води в осад випадає 4 мг ферум (III) карбонату. Визначити твердість води.

### *Варіант 3*

1. Записати реакцію взаємодії кальцію з комплексомом III.
2. У 800 см<sup>3</sup> зразка води міститься 48,6 мг кальцій гідрокарбонату. Визначити кількість іонів кальцію у воді та її твердість.
3. Концентрація робочого розчину трилону Б була встановлена за 0,001 н. розчином Fe(NH<sub>4</sub>)(SO<sub>4</sub>)·12H<sub>2</sub>O. На 100 см<sup>3</sup> цього розчину пішло 10,30 см<sup>3</sup> розчину трилону Б. Визначити нормальність та титр робочого розчину.

### *Варіант 4*

1. Перелічити індикатори, що використовують в комплексонометрії, пояснити принцип їх дії.
2. У 900 см<sup>3</sup> зразка води міститься 29,6 мг магній сульфату. Визначити кількість іонів кальцію у воді та її твердість.
3. Розрахувати твердість води, зумовлену іонами магнію, якщо на титрування її зразка об'ємом 20,00 см<sup>3</sup> пішло 18,15 см<sup>3</sup> 0,112 н. розчину трилону Б.

### **Варіант 5**

1. Пояснити механізм дії індикаторів в комплексометрії.
2. У 1000 см<sup>3</sup> зразка води міститься 48,6 мг кальцій гідроген-карбонату та 29,6 мг магній гідрогенкарбонату. Визначити кількість іонів кальцію у воді та її твердість.
3. Визначити твердість води, зумовлену іонами кальцію, якщо на титрування її зразка об'ємом 19,00 см<sup>3</sup> пішло 18,15 см<sup>3</sup> 0,112 н. розчину трилону Б.

### **Варіант 6**

1. Коротко пояснити, для чого в комплексометрії використовують аміачно-ацетатний буфер.
2. Визначити масу гашеного вапна, яку треба додати, щоб усунути тимчасову твердість 4,43 ммоль/л.
3. Розрахувати концентрацію іонів магнію у воді, мг/дм<sup>3</sup>, якщо на титрування її зразка об'ємом 20,00 см<sup>3</sup> пішло 19,02 см<sup>3</sup> 0,1012 н. розчину трилону Б.

### **Варіант 7**

1. Пояснити, для чого при визначенні твердості води комплексометричним методом підтримують лужне середовище.
2. Розчинність кальцій сульфату при 20 °С у воді дорівнює 0,202 г в 100 г води. Густина цього розчину 1 г/см<sup>3</sup>. Визначити твердість розчину.
3. Визначити твердість води, зумовлену іонами кальцію, якщо на титрування її зразка об'ємом 20,00 см<sup>3</sup> пішло 19,2 см<sup>3</sup> 0,050 н. розчину трилону Б.

### **Варіант 8**

1. Пояснити, чи можна тимчасову твердість визначати титруванням хлоридною кислотою.
2. Загальна твердість дніпровської води складає 6,52 ммоль/дм<sup>3</sup>, а тимчасова – 3,32 ммоль/дм<sup>3</sup>. Яку масу Са(ОН)<sub>2</sub> та Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> треба додати, щоб усунути твердість 5 дм<sup>3</sup> такої води?
3. Скільки грамів трилону Б необхідно для приготування 500 см<sup>3</sup> 0,02 н. розчину?

### **Варіант 9**

1. Коротко пояснити, за яких значень твердості вважають воду:  
1) м'якою; 2) твердою. Навести приклади.

2. Визначити молярні маси еквівалентів іонів  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$  при титруванні  $\text{Na-EDTA}$ .  $M_e(\text{Tr Б}) = 0,5M(\text{Tr Б})$ .

3. Розрахувати концентрацію іонів магнію у воді, якщо при титруванні  $100 \text{ см}^3$  її зразка комплексом III при  $\text{pH} = 9,7$  з індикатором хромогеном чорним Т до синього кольору пішло  $19,2 \text{ см}^3$   $0,1012 \text{ н. розчину}$  комплексу.

### ***Варіант 10.***

1. Пояснити зміну кольору при визначенні твердості води з ерохромом чорним Т.

2. Загальна твердість бугської води складає  $4,2 \text{ ммоль/дм}^3$ , а тимчасова –  $3,12 \text{ ммоль/дм}^3$ . Яку масу  $\text{Ca(OH)}_2$  треба додати, щоб усунути твердість  $10 \text{ дм}^3$  такої води?

3. Визначити концентрацію іонів кальцію у воді,  $\text{мг/дм}^3$ , якщо на титрування її зразка об'ємом  $20,00 \text{ дм}^3$  пішло  $20,02 \text{ дм}^3$   $0,1010 \text{ н. розчину}$  комплексу III.

## **РОБОТА № 4. ВИЗНАЧЕННЯ СОЛОНОСТІ ПРИРОДНОЇ ВОДИ**

*Мета роботи:* придбання навичок титрування, визначення солоності природних вод, проведення обчислень в методах осадового титрування прямим та замісним способом.

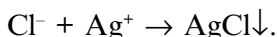
### **Теоретичні відомості**

Хлориди є неодмінною складовою більшості природних вод. Значні концентрації хлоридів є показником забруднення води побутовими та деякими промисловими стічними водами.

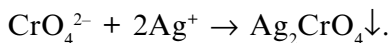
Хлориди визначають у поверхневих водах аргентометричними методами Гей-Люссака, Мора, Фольгарда або меркуриметричним методом з використанням дифенілкарбазону як індикатора. Результати виражають у ммоль еквівалентів або в мг хлоридів в  $1 \text{ дм}^3$  води.

### ***Визначення хлоридів методом Мора***

Титриметричне визначення хлоридів аргентометричним методом Мора ґрунтується на утворенні малорозчинного осаду хлориду срібла ( $\text{ДР} = 1,78 \cdot 10^{-10}$ ):



Для встановлення кінця титрування як індикатор використовують калій хромат, який з надлишком іонів аргентуму утворює цегляний осад – аргентум хромат ( $DP = 1,1 \cdot 10^{-12}$ ):



Титрування проводять в нейтральному або слабко лужному середовищі ( $pH = 7 \dots 10$ ), тому що в сильно лужному середовищі утворюється осад аргентум гідроксиду, а в кислому – розчиняється осад  $Ag_2CrO_4$ .

Можливість титриметричного визначення хлоридів у присутності хромат-іонів пояснюється тим, що осад аргентум хлориду менш розчинний, ніж осад аргентум хромату

$$C_{AgCl} = [Ag^+] = \sqrt{1,78 \cdot 10^{-10}} = 1,3 \cdot 10^{-5} \text{ моль/л};$$

$$C_{Ag_2CrO_4} = [CrO_4^{2-}] = \sqrt[3]{\frac{1,1 \cdot 10^{-12}}{4}} = 6,5 \cdot 10^{-5} \text{ моль/л}.$$

Виходячи з наведених даних видно, що при додаванні іонів  $Ag^+$  до розчину, в якому є іони  $Cl^-$  та  $CrO_4^{2-}$ , спочатку утворюється менш розчинний осад  $AgCl$ . Після його повного осадження, коли рівноважна концентрація іонів срібла у насиченому розчині стає рівною  $[Ag^+] = 1 \cdot 10^{-5}$  моль/л, утворюється більш розчинний червоний осад  $Ag_2CrO_4$ . Очевидно, що для утворення аргентум хромату потрібна така концентрація хромат-іонів, щоб у присутності  $1 \cdot 10^{-5}$  моль/л іонів  $Ag^+$  був досягнутий добуток розчинності осаду  $Ag_2CrO_4$ :

$$[CrO_4^{2-}] = \frac{DP(Ag_2CrO_4)}{(Ag^+)^2} = \frac{10^{-12}}{(10^{-5})^2} = 0,01 \text{ моль/л}.$$

Таким чином, для чіткого фіксування точки еквівалентності концентрація калій хромату у розчині, який титрують, повинна становити приблизно 0,01 моль/л.

Метод Мора застосовують для визначення хлоридів у воді при концентрації понад  $2 \dots 400$  мг/дм<sup>3</sup>. Залежно від концентрації хлоридів пробу титрують 0,1; 0,05 або 0,02 моль/л робочими розчинами аргентум нітрату. Титруванням цим реагентом визначають також броміди, йодиди та ціаніди, останні розкладають пероксидом водню в лужному середовищі.

Визначенню хлоридів заважають сульфіти, сульфіді та тіо-сульфати, які можна розкласти пероксидом водню в лужному середовищі. Фосфат-іони заважають при концентрації понад 25 мг/дм<sup>3</sup>. Іони ферум (III) при концентрації понад 10 мг/дм<sup>3</sup> заважають точному встановленню точки еквівалентності внаслідок власного забарвлення.

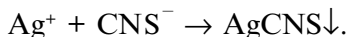
За методикою визначення для аналізу відбирають певний об'єм природної води, додають 1 см<sup>3</sup> 1 М розчину калій хромату та титрують розчином аргентум нітрату з відповідною концентрацією (0,1; 0,05 або 0,02 моль/дм<sup>3</sup>) до зміни кольору від лимонно-жовтого до цегляного. Концентрацію хлорид-іонів ( $C_x$ ), мг/дм<sup>3</sup>, або ( $C_y$ ), ммоль екв/л, обчислюють за формулами

$$C_x = \frac{(V_i) \cdot C \cdot M_E \cdot 1000}{V}; C_y = \frac{(V_i) \cdot C \cdot 1000}{V},$$

в яких  $V_i$  – об'єм робочого розчину аргентум нітрату, витрачений на титрування проби, см<sup>3</sup>;  $C$  – концентрація робочого розчину  $\text{AgNO}_3$ , моль/дм<sup>3</sup>;  $V$  – об'єм проби, см<sup>3</sup>;  $M_E$  – молярна маса еквіваленту  $\text{Cl}^-$ ,  $M(\text{Cl}^-) = 35,45$  г/моль.

### ***Визначення хлоридів методом Фольгарда***

Визначення хлоридів методом Фольгарда належить до непрямого титрування. До проби води, яка має кислу реакцію, додають надлишок робочого розчину аргентум нітрату. Осад аргентум хлориду, який утворився, відфільтровують, а в розчині визначають надлишок аргентум нітрату, титруючи його калій тіоціанатом (калій роданідом)



Як індикатор використовують залізо-амонійні галуни  $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ . У точці еквівалентності індикатор зв'язує надлишок роданід-іонів у кров'яно-червоний комплекс  $\text{Fe}(\text{CNS})_3$ . Метод використовують для визначення хлоридів при концентрації понад 2 мг/дм<sup>3</sup>.

**Приклад 1.** Наважку забрудненого натрій броміду масою 2,6500 г розчинили у воді й отримали 250 см<sup>3</sup> розчину. До 25 см<sup>3</sup> утвореного розчину додали 40 см<sup>3</sup> 0,1014 н. розчину  $\text{AgNO}_3$ . Надлишок його відтитрували 16,50 см<sup>3</sup> 0,09785 н. розчину  $\text{NH}_4\text{CNS}$  у

присутності  $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ . Визначити вміст  $\text{NaBr}$  в зразку у відсотках.

### *Розв'язок*

1.  $V_1(\text{AgNO}_3)$ , що прореагувало з розчином  $\text{NH}_4\text{CNS}$  – ?

$$V_1(\text{AgNO}_3) \cdot N(\text{AgNO}_3) = V(\text{NH}_4\text{CNS}) \cdot N(\text{NH}_4\text{CNS});$$

$$V_1(\text{AgNO}_3) = V(\text{NH}_4\text{CNS}) \cdot N(\text{NH}_4\text{CNS}) / N(\text{AgNO}_3) = \\ = 16,50 \cdot 0,09785 / 0,1014 = 15,92 \text{ см}^3.$$

2.  $\Delta V(\text{AgNO}_3)$  – ?

$$\Delta V(\text{AgNO}_3) = V(\text{AgNO}_3) - V_1(\text{AgNO}_3);$$

$$\Delta V(\text{AgNO}_3) = 40 - 15,92 = 24,08 \text{ см}^3.$$

3.  $v(\text{AgNO}_3)$ , що прореагувало з  $\text{NaBr}$  – ?

$$v(\text{AgNO}_3) = \Delta V(\text{AgNO}_3) \cdot N(\text{AgNO}_3);$$

$$V(\text{AgNO}_3) = 24,08 \cdot 10^{-3} \text{ дм}^3 \cdot 0,1014 \text{ моль/дм}^3 = 2,4417 \cdot 10^{-3} \text{ моль}.$$

4.  $v(\text{NaBr})$ , що прореагувало з  $\text{AgNO}_3$  – ?

$$v(\text{NaBr}) = v(\text{AgNO}_3) = 2,4417 \cdot 10^{-3} \text{ моль}.$$

5.  $v(\text{NaBr})$ ,  $m(\text{NaBr})$ ,  $\omega(\text{NaBr})$  в зразку – ?

$$25 \text{ мл розчину NaBr містить } 2,4415 \cdot 10^{-3} \text{ моль},$$

$$250 \text{ мл} - 2,4415 \cdot 10^{-2} \text{ моль}, \text{ що відповідає}$$

$$2,4415 \cdot 10^{-2} \cdot 102,694 = 250,73 \cdot 10^{-2} = 2,5073 \text{ г солі}.$$

$$\omega(\text{NaBr}) = (2,5073 \cdot 100) / 2,6500 = 94,62 \text{ \%}.$$

*Відповідь:* вміст  $\text{NaBr}$  в зразку складає 94,62 %.

## **Практична частина**

### ***Визначення солоності води методом Мора***

Природну воду об'ємом  $25 \text{ см}^3$  (вимірюють піпеткою) поміщають у конічну колбу об'ємом  $150 \dots 250 \text{ см}^3$  й додають 3–4 краплі індикатору калій хромату. Воду титрують  $0,005 \text{ н.}$  робочим розчином аргентум нітрату до утворення цегляного осаду аргентум хромату.

Проводять не менш, ніж три досліди, результати титрування яких не повинні відрізнятись більше, ніж на 0,1 см<sup>3</sup>.

Концентрацію хлорид-іонів ( $C_x$ ), мг/дм<sup>3</sup>, обчислюють за формулою

$$C_x = \frac{35,45 \cdot V_i \cdot N \cdot 1000}{V},$$

де  $V_1$  і  $N$  – об'єм і нормальна концентрація робочого розчину  $\text{AgNO}_3$ ;  $V$  – об'єм проби води, см<sup>3</sup>; 35,45 – молярна маса еквівалента хлорид-іона; 1000 – коефіцієнт переведення грамів у міліграми.

Зробити загальні висновки по роботі.

### Запитання та задачі

#### **Варіант 1**

1. Записати реакції, що лежать в основі методу визначення хлорид-іонів методом Мора.
2. Недоліки методу Фольгарда.
3. Визначити наважку хімічно чистого  $\text{NaCl}$ , якщо на її титрування потрібно 20 см<sup>3</sup> 0,01  $M$  робочого розчину  $\text{AgNO}_3$ .

#### **Варіант 2**

1. Записати реакції, що лежать в основі методу визначення хлорид-іонів методом Гей-Люссака.
2. Вказати недоліки методу Мора.
3. Яку наважку органічної речовини ( $M = 187,5$  г/моль), що містить один атом хлору, потрібно взяти для аналізу, щоб після виділення з неї стехіометричної кількості хлорид-іонів і додавання 25 см<sup>3</sup> 0,050  $M$  розчину  $\text{AgNO}_3$  на титрування залишку аргентум нітрату витратити 10 см<sup>3</sup> 0,025  $M$  розчину  $\text{KSCN}$ ?

#### **Варіант 3**

1. Записати реакції, що лежать в основі методу визначення хлорид-іонів методом Фольгарда.
2. Вказати недоліки методу Гей-Люссака.
3. Розрахувати масову частку  $\text{KCl}$  в розчині, якщо на титрування 25,00 см<sup>3</sup> витрачено 8,35 см<sup>3</sup> 0,0506  $M$  розчину  $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ ?

#### **Варіант 4**

1. Записати реакції, що лежать в основі визначення хлорид-іонів меркуриметричним методом.

2. Пояснити, чому в методі Мора треба додержуватися кислого середовища.

3. Яку наважку суміші з масовою часткою  $\text{NaBr}$  15 % і  $\text{NaCl}$  75 % потрібно взяти для аналізу, щоб на її титрування витрачалося  $15 \text{ см}^3$  0,15  $M$  розчину  $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ ?

### **Варіант 5**

1. Пояснити дію індикаторів-реагентів та абсорбційних індикаторів.

2. Перелічити умови реакцій, що використовуються в методі осадження.

3. Визначити наважку суміші, що містить по масі 36 %  $\text{NaBr}$  і 46 %  $\text{KBr}$ , яку взяли для визначення бромідів меркуриметричним методом. Було витрачено  $20,04 \text{ см}^3$  0,050  $M$  розчину  $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ .

### **Варіант 6**

1. Навести приклади катіонів, що заважають при визначенні хлорид-іонів методом Мора. Відповідь пояснити.

2. Пояснити дію індикатору в методі Фольгарда.

3. Визначити масу наважки суміші з масовою часткою  $\text{NaCl}$  56 % і  $\text{KCl}$  41 %, яку треба взяти для аналізу, щоб при титруванні хлорид-іонів витратити приблизно  $20 \text{ см}^3$  0,12  $M$  розчину аргентум нітрату.

### **Варіант 7**

1. Навести приклади аніонів, що заважають при визначенні хлорид-іонів методом Мора. Відповідь пояснити.

2. Записати формулу речовини, що використовується в якості титранту в методі Фольгарда та пояснити, до якого типу титрування відноситься цей метод.

3. Установлено, що на титрування  $20,00 \text{ см}^3$  розчину  $\text{AgNO}_3$  потрібно  $21,00 \text{ см}^3$  розчину  $\text{NH}_4\text{SCN}$ . До наважки 0,1173 г  $\text{NaCl}$  додали  $30,00 \text{ см}^3$  розчину  $\text{AgNO}_3$ , а на титрування надлишку  $\text{Ag}^+$  витратили  $3,20 \text{ см}^3$  розчину  $\text{NH}_4\text{SCN}$ . Визначити молярну концентрацію розчинів  $\text{AgNO}_3$  і  $\text{NH}_4\text{SCN}$ .

### **Варіант 8**

1. Навести приклади катіонів, що заважають при визначенні хлорид-іонів методом Фольгарда. Відповідь пояснити.

2. Пояснити дію індикатора при виконанні дослідів методом Мора.

3. Розрахувати молярну концентрацію  $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ , якщо на титрування 0,1050 г  $\text{NaCl}$  пішло 20,00  $\text{cm}^3$  розчину  $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ .

4. До розчину 0,3850 г речовини, що містить хлориди, додали 25,05  $\text{cm}^3$  0,1200  $M$  розчину  $\text{AgNO}_3$ . На титрування надлишку  $\text{AgNO}_3$  витрачено 3,50  $\text{cm}^3$  0,1120  $M$  розчину  $\text{NH}_4\text{SCN}$ . Визначити масову частку хлору в наважці речовини.

#### **Варіант 9**

1. Навести приклади аніонів, що заважають при визначенні хлорид-іонів методом Фольгарда. Відповідь пояснити.

2. Пояснити, чи зручно використовувати метод Мора при визначенні іодид-іонів.

3. 10,00  $\text{cm}^3$  розсолу розбавили в мірній колбі місткістю 500  $\text{cm}^3$ . На титрування 25,00  $\text{cm}^3$  цього розчину витрачено 22,38  $\text{cm}^3$  0,10  $M$  розчину  $\text{AgNO}_3$ . Обчислити масову концентрацію  $\text{NaCl}$  у розсолі.

#### **Варіант 10**

1. Навести приклади аніонів, що заважають при визначенні хлорид-іонів меркурOMETричним методом. Відповідь пояснити.

2. Пояснити, яка речовина є установочною при визначенні точної концентрації аргентум нітрату.

3. Визначити молярну концентрацію  $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ , якщо на титрування 0,1050 г  $\text{NaCl}$  витратили 20,00  $\text{cm}^3$  розчину  $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ .

### **РОБОТА № 5. ІНСТРУМЕНТАЛЬНЕ ВИЗНАЧЕННЯ ОКИСНО-ВІДНОВНОГО ПОТЕНЦІАЛУ ТА pH ПРИРОДНИХ ВОД**

*Мета роботи:* ознайомлення з принципом роботи рН-метра, набуття навичок калібрування та роботи з потенціометрами різних марок для вимірювання рН природних вод та визначення їх окисно-відновного потенціалу.

#### **Теоретичні відомості**

Кислотність (величина рН) природних вод – один з основних узагальнених показників вод, який показує вміст іонів  $\text{H}^+$ . Згідно з визначенням  $\text{pH} = -\lg[\text{H}^+]$ . У більшості природних вод концентрація водневих іонів зумовлена наявністю  $\text{CO}_2$  та гідрокарбонатів. В цих випадках рН коливається в межах 4,4...8,3. На цей показник впливає також вміст гумусових речовин, гідролізованих солей

слабких електролітів, основних карбонатів та гідроксидів металів, які утворюються внаслідок поглинання  $\text{CO}_2$  при фотосинтезі. Крім того, в поверхневих водах можуть міститися сильні кислоти та луки із стічних вод.

Для виміру кислотності застосовують потенціометри – рН-метри.

В якості індикаторного електрода використовують скляний електрод. Згідно з рівнянням Нернста  $\varphi = \varphi^0 + 0,05816 \lg[\text{H}^+]$ , його електродний потенціал змінюється на 58,16 мВ при 20 °С, при зміні рН розчину на одиницю.

Вплив температури регулюють термокомпенсатором.

Результат визначення рН не залежить від кольоровості, каламутності, наявності суспендованих речовин, вільного хлору, окисників та відновників, більшості солей (крім великих кількостей  $\text{NaCl}$ ). Точність вимірювання залежить від чистоти та стану поверхні скляної кульки.

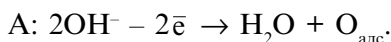
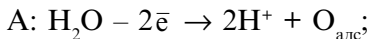
Величина окисно-відновного потенціалу  $\varphi_h (E_h)$  вод залежить від активності (концентрації) окисників та відновників у воді та зовнішніх умов за законом Нернста

$$\varphi_h = \varphi^0 + \frac{RT}{nF} \ln \frac{C_{\text{окис}}}{C_{\text{відн}}}.$$

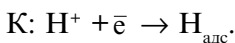
Крім того, на значення  $\varphi_h$  впливає газовий склад води. Для запобігання впливу кисню повітря визначення  $\varphi_h$  треба проводити одразу після відбору проби та використовувати ізольовану комірку.

Індикаторним електродом є платиновий, а електродом порівняння – хлоросрібний. При зануренні у досліджений зразок води на платиновому електроді виникає потенціал і він набуває певного знаку.

Якщо в парі з хлоросрібним електродом він є анодом (заряджується негативно), на ньому відбуваються процеси окиснення:



Якщо платиновий електрод виступає в ролі катода (заряджується позитивно), на ньому йдуть процеси відновлення:



Таким чином, завдяки електрохімічним процесам на електроді адсорбуються атомізовані форми кисню або водню, які теж впливають на величину  $\Phi_h$ , тому вимірювання окисно-відновного потенціалу води завжди супроводжуються додатковим вимірюванням рН.

### *Апаратура та прилади*

Найбільш поширені типи вітчизняних рН-метрів – рН-340, І-102, І-160. Два останні – іономери, ними можна вимірювати не тільки рН розчинів, але й вміст одно- та двовалентних катіонів і аніонів. Шкала цих пристроїв калібрується в мілівольтах та в одиницях рН.

До складу рН-метру входять зовнішнє джерело постійного струму (звичайно використовується кислотний або лужний акумулятор з  $E = 2,0$  В), набір опорів, нормальний елемент Вестона, гальванометр та досліджуваний гальванічний елемент, ЕРС якого вимірюється. Цей елемент складається з індикаторного електрода та електрода порівняння, занурених у досліджуваний розчин.

ЕРС елемента вимірюється компенсаційним способом, за яким, при встановленні рівноваги (компенсації) шляхом послідовного включення опорів, струм в колі припиняється. В цьому випадку ЕРС досліджуваного гальванічного елемента дорівнює ЕРС зовнішнього джерела струму. Припинення струму в ланцюгу фіксується відхиленням стрілки гальванометра.

Скляні електроди, що випускаються серійно для виміру рН (ЭСЛ-ПГ-05, ЭСЛ-41М-04, ЭСЛ-63-07, ЭСЛ-43-07) придатні для роботи в інтервалі рН від 0 до 14. Стандартний потенціал скляних електродів залежить від сорту електродного скла й змінюється з часом, тому перед застосуванням їх калібрують за стандартними розчинами відповідних електролітів. Калібрування проводять за використанням наборів фіксаналів – речовин з певним значенням рН або буферних розчинів. Буферні розчини – це розчини суміші слабких основ чи кислот і їх солей. При додаванні до них невеликих кількостей кислот чи основ, або при невеликому розбавленні, їх величини рН залишаються сталими. Прикладом таких розчинів є ацетатно-амонійний буфер – суміш ацетатної кислоти та амоній ацетату.

Скляний електрод перед застосуванням вимочують протягом доби у дистильованій воді або дві години в 2%-му розчині хлорид-

ної кислоти. При роботі з рН-метром торкатися поверхні скляного електрода гострими предметами або витирати скляну кульку фільтрувальним папером не можна, тому що при цьому руйнується гелева поверхня електрода.

Хлоросрібні електроди випускаються декількох марок (ЭВЛ-1М3, ЭВЛ-1М1). При роботі з ними необхідно стежити за тим, щоб внутрішня посудина була заповнена насиченим розчином КСl.

## **Практична частина**

### *Дослід 1. Виготовлення буферного розчину для калібрування рН-метра*

Ознайомитись з набором стандартних буферних розчинів, які використовуються для калібрування рН-метра, скласти таблицю, в якій вказати речовину буферу й рН розчину.

Отримати у лаборанта фіксанал стандартного буферного розчину та приготувати вказаний на етикетці об'єм розчину. Для цього слід використати мірну колбу вказаного об'єму, скляну лійку, бойок, промивну склянку. Після кількісного перенесення речовини буферного розчину, у мірну колбу до мітки додати дистильовану воду. Розчин перемішати, декілька разів перевертаючи колбу, закрити пробкою до повного розчинення речовин. Отриманий розчин налити у стаканчик об'ємом 50 см<sup>3</sup> і занурити в нього електроди. Попередньо їх треба промити дистильованою водою та промокнути з боків фільтрувальним папером.

### *Дослід 2. Ознайомлення з типами рН-метрів. Калібрування рН-метру*

Розглянути стаціонарні лабораторні потенціометри, які працюють в режимі рН-метрів при використанні скляного водневого електрода і в режимі іономерів з використанням іоноселективних електродів; рН-метр для роботи в польових умовах.

Калібрування рН-метру проводиться викладачем з використанням виготовлених буферних розчинів. Студент записує у робочий зошит марки рН-метрів, їх конструктивні особливості, мету та порядок калібрування.

### *Дослід 3. Вимірювання рН річкової та стічної води*

Досліджені води помістити у стаканчик об'ємом 50 см<sup>3</sup> та вимі-

рвати їх рН спочатку грубо (шкала 0...14 рН), потім – з точністю до 0,01 рН на шкалі з чотирма одиницями рН (рН-340) і на іономері І-160 з точністю до 0,001 рН. Виконати два-три вимірювання. Записати порядок вимірювання та значення водневого показника води у лабораторний журнал.

#### ***Дослід 4. Вимірювання рН ґрунтової витяжки***

Отримати у лаборанта зразок ґрунту, помістити його у стаканчик об'ємом 150...200 см<sup>3</sup>, додати 100 см<sup>3</sup> дистильованої води (виміряти циліндром) і ретельно перемішати ґрунт з водою. Почекати декілька хвилин, доки основна маса ґрунту перейде в осад, і перелити частину водної ґрунтової витяжки у стаканчик. Виміряти рН отриманого розчину і зробити висновок про стан ґрунту.

#### ***Дослід 5. Вимірювання окисно-відновного потенціалу природної води***

Вимірювання  $\phi_h$  провести рН-метром, замінивши скляний електрод на платиновий. В комірку налити природну воду, зачекати п'ять хвилин і виміряти потенціал по шкалі *mV*. Подальші вимірювання провести через 10, 20 хвилин, доки два сусідні значення не будуть відрізнятися більше, ніж на 3...5 мВ. Значення  $\phi_h$  записати у зошит.

Зробити загальний висновок по роботі.

### **Запитання та задачі**

#### ***Варіант 1***

1. Записати схему дослідженого гальванічного елемента та електродні реакції, що відбуваються в електролітичній комірці досліджуваного елемента.

2. Обчислити рН розчину, в якому потенціал водневих електродів дорівнює: –201 мВ; –431 мВ; –183 мВ; –413 мВ.

#### ***Варіант 2***

1. До яких типів електродів відноситься скляний електрод? Описати його будову.

2. Як зміниться концентрація водневих іонів при зменшенні потенціалу водневого електрода від 0 до –100 мВ?

#### ***Варіант 3***

1. Описати процеси, що відбуваються на мембрані скляного електрода. Якими параметрами визначається його потенціал?

2. Обчислити концентрацію іонів  $H^+$  у розчині, в якому потенціал водневого електрода дорівнює  $-236$  мВ.

#### **Варіант 4**

1. До яких типів електродів відноситься хлоросрібний електрод? Описати його будову.

2. Розрахувати потенціал водневого електрода в розведених розчинах кислот: а)  $0,01$  М  $HClO$ ; б)  $0,05$  М  $HCl$ ; в)  $0,01\%$ -й  $HClO_4$ .

#### **Варіант 5**

1. Описати процеси, що відбуваються у хлоросрібному електроді. Якими параметрами визначається його потенціал?

2. ЕРС гальванічного елемента, складеного з двох водневих електродів, дорівнює  $0,272$  В. Чому дорівнює рН розчину, в який занурено анод, якщо катод занурено в розчин з рН = 1?

#### **Варіант 6**

1. Навести класифікацію електрохімічних методів аналізу.

2. ЕРС гальванічного елемента, складеного з двох водневих електродів, дорівнює  $0,272$  В. Чому дорівнює рН розчину, в який занурено анод, якщо катод занурено в розчин з рН = 3?

#### **Варіант 7**

1. Навести класифікацію іоноселективних електродів. Пояснити їх типи та принцип дії.

2. Водневий електрод занурений у розчин з рН = 2. Як зміниться потенціал електрода, якщо розчин нейтралізувати до рН = 7? Розрахувати ЕРС елемента, складеного з таких електродів.

#### **Варіант 8**

1. Основи потенціометричного титрування. Види кривих титрування.

2. Гальванічний елемент складається із срібного й водневого стандартних електродів. Навести схему цього гальванічного елемента, записати рівняння електродних процесів і сумарної реакції та розрахувати його ЕРС.

#### **Варіант 9**

1. Основи полярографічного аналізу. Будова та принцип дії полярографа. Типи полярографічних кривих.

2. Чому дорівнює потенціал водневого електрода, якщо рН = 1, рН = 7, рН = 10? Скласти гальванічні елементи з водневих електродів. Як називаються такі гальванічні елементи?

### **Варіант 10**

1. Кількісні та якісні визначення в полярографічному аналізі.
2. Гальванічний елемент складається із двох водневих електродів, один з яких стандартний. В який з перелічених розчинів слід занурити другий електрод, щоб одержати найбільшу ЕРС: 0,1 М НСL; 0,01 М НСL; 0,001 М НСL?

## **РОБОТА № 6. ВИКОРИСТАННЯ ФОТОМЕТРИЧНИХ МЕТОДІВ В АНАЛІЗІ ВОД**

*Мета роботи:* ознайомлення з принципом роботи спектрофотометра та концентраційного фотоколориметра, набуття навичок роботи з ними, визначення невідомої концентрації певної речовини із градуовального графіка методом додатків і методом диференціальної спектрофотометрії.

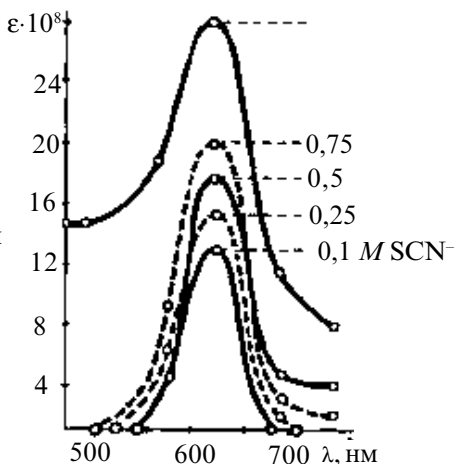
### **Теоретичні відомості**

Фотометрія відноситься до методів молекулярної абсорбційної спектроскопії й заснована на поглинанні речовинами електромагнітного випромінювання. В залежності від енергії фотонів, що поглинаються, розрізняють абсорбційну спектроскопію у видимій, ультрафіолетовій та інфрачервоній сферах.

Енергія фотонів в УФ- і видимій ділянках спектра достатня для переходів валентних електронів у молекулах з одного енергетичного рівня на інший. Цей перехід завжди супроводжується зміною коливальної й обертальної енергій електронів. Тому молекулярний спектр складається з багатьох спектральних ліній, що зливаються в одну смугу поглинання.

Електронні спектри поглинання представляють собою криві залежності оптичної густини  $A$ , пропускання  $T$  або молярного коефіцієнта поглинання  $\epsilon$  від довжини хвилі світла  $\lambda$  чи хвильового числа  $\nu$ . Довжина хвилі, при якій спостерігається максимальне поглинання, позначається  $\lambda_{\max}$ , а відповідне цьому значенню  $\epsilon$  –  $\epsilon_{\max}$ . Положення максимуму поглинання є важливою оптичною характеристикою речовини, а характер і вид спектра характеризують її якісну індивідуальність (рис. 1).

Рис. 1. Приклад спектрів поглинання. Залежність  $\epsilon = f(\lambda)$  комплексів  $[\text{Co}(\text{CNS})_4]$  для різних концентрацій лігандів



### Характеристики спектрів поглинання

У забарвлених речовин максимум поглинання знаходиться переважно у видимій області спектру (340...700 нм), зустрічаються додаткові смуги в інших областях спектра. Зміна складу, будови та концентрації поглинаючих речовин призводить до зміни спектральних властивостей поглинаючих систем.

### Закони світлопоглинання

#### 1. Закон Бугера–Ламберта–Бера:

$$\lg \frac{I_0}{I} = \epsilon l c \quad \text{або} \quad A = \epsilon l C,$$

де  $l$  – товщина шару, см, світлопоглинаючої речовини з молярною концентрацією  $C$ ,  $I_0$  – інтенсивність потоку падаючого світла;  $I$  – інтенсивність світла на виході із шару світлопоглинаючої речовини;  $I < I_0$  послаблення потоку;  $\epsilon$  – молярний коефіцієнт поглинання (погашення);  $A$  – оптична густина дослідженого розчину.

Значення  $\epsilon$  характеризує здатність речовини поглинати світло, що визначається будовою молекули. Квантово-механічними розрахунками доведено, що для молекул у розчинах максимальна величина  $\epsilon$  складає приблизно  $10^5$  (на практиці звичайно  $10^3 \dots 10^4$ ).

Величину  $I/I_0$  називають *пропусканням* і позначають  $T$  ( $0 < T < 1$ ).

Оптична густина  $A = \lg \frac{I_0}{I} = -\lg T$ .

Основний закон світлопоглинання не враховує природу поглинаючого середовища й характер випромінювання, що поглинається. Тому він є універсальним і справедливим для всіх абсорбційних спектроскопічних методів.

Лінійний характер залежності  $A = f(C)$  часто порушується, особливо в області високих концентрацій речовини або високих значень оптичних густин. Основні причини цього явища складаються в *немонохроматичності світла, його розсіянні та відбитті*. На стан систем також впливають хімічні процеси.

2. *Закон адитивності оптичних густин*. Якщо в розчині присутні кілька поглинаючих речовин, то оптична густина розчину дорівнює сумі внесків кожного з компонентів

$$A = \varepsilon_1 l C_1 + \varepsilon_2 l C_2 + \varepsilon_3 l C_3 + \dots$$

### ***Метрологічні характеристики спектрофотометричних методів***

*Нижня границя визначуваних концентрацій*. Мінімальне значення  $A_{\min}$ , яке можна виміряти з необхідною точністю, складає 0,01, а величини  $l$ , які найчастіше використовуються в аналітичній практиці, дорівнюють 1 см. Звідси  $C_{\min}$  складають  $10^{-7} M$  (практично вимірюють концентрації  $10^{-6} \dots 10^{-4} M$ , чи  $0,1 \dots 10$  мкг/см<sup>3</sup>). Спектрофотометричні методи відносяться до середньочутливих.

*Відтворюваність*. Випадкові погрішності, що зумовлюють відтворюваність результатів аналізу, викликані погрішностями при готуванні аналізованих розчинів, повнотою переведення визначуваних компонентів у сполуки, впливом сторонніх компонентів та ін.

Для визначення концентрації з погрішністю, що не перевищує подвоєної мінімальної, треба вимірювати оптичну густину в діапазоні 0,1...1,0 на спектрофотометрах і 0,1...0,7 – на фотоелектроколориметрах. При вимірюванні дуже низьких чи дуже високих значень  $A$  погрішність різко зростає.

*Селективність*. Селективність забезпечують головним чином на стадії пробопідготовки – вибором реагенту, селективно взаємодіючого з обумовленою речовиною, а також умов визначення (рН, маскування, розділення компонентів екстракцією та ін).

### ***Апаратура фотометричного аналізу***

Спектри поглинання знімають на спектрофотометрах, наприклад, *Specord UV VIS* – Німеччина, СФ-16 – Росія.

На приладах для вимірювання світлопоглинання включають джерело випромінювання, монохроматор чи світлофільтр для виділення смуги визначеної ширини, кюветне відділення, детектор, перетворювач та індикатор сигналу. Як джерело світла використовують лампи накаливання, в УФ-зоні – водневі та дейтерієві. Для виділення потрібної смуги довжин використовують призми та дифракційні ґратки, у фотометрах – світлофільтри.

Для прийому сигналу застосовують фотомножники або фотоеlementи.

Об'єктом спектрофотометричних вимірювань, як правило, є розчини. Розчини поміщають у кювету – посудину з плоскими рівнобіжними прозорими гранями. Розчин порівняння і досліджений розчин поміщають у кювети однакової товщини.

### ***Будова фотоелектричного концентраційного колориметра КФК-2***

Однопроменевий фотоколориметр КФК-2 призначений для виміру пропускання та оптичної густини забарвлених розчинів, суспензій, емульсій і колоїдних розчинів в області спектра 315...980 нм.

Світло від галогенної малогабаритної лампи проходить послідовно через систему лінз і світлофільтрів, кювету з розчином порівняння чи з досліджуванним розчином. Далі світловий потік поділяється на два промені, що попадають на фотодіод і фотоеlement. Пропускання та оптична густина реєструється мікроамперметром, відцифрованим у одиницях цих величин. Прилад КФК-2 комплектується набором прямокутних кювет на 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 і 5,0 см.

Всього в пристрої одинадцять кольорових світлофільтрів, характеристики деяких з них надані в табл. 1.

*Таблиця 1.*

| Маркірування |               | $\lambda_{max}$ , нм | Напівширина смуги пропускання, мм |
|--------------|---------------|----------------------|-----------------------------------|
| на диску     | світлофільтра |                      |                                   |
| 3            | 400           | 400±5                | 45±10                             |
| 4            | 440           | 440±10               | 40±15                             |
| 5            | 490           | 490±10               | 35±10                             |
| 6            | 540           | 540±10               | 25±10                             |
| 7            | 590           | 590±10               | 25±10                             |
| 8            | 670           | 670±5                | 20±5                              |

Загальний вид приладу КФК-2 представлений на рис. 2.

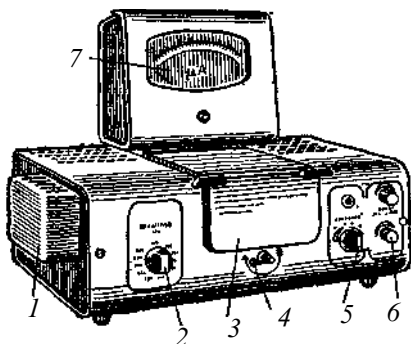


Рис. 2. Загальний вид приладу КФК-2:

1 – освітлювач; 2 – рукоятка введення кольорових світлофільтрів; 3 – кюветне відділення; 4 – рукоятка переміщення кювет з розчином порівняння і досліджуванним розчином; 5 – рукоятка "Чутливість" для введення фотоприймачів у світловий потік; 6 – рукоятка настроювання приладу на 100%-ве пропущення; 7 – мікроамперметр

Послідовність операцій при визначенні концентрації речовини в розчині на приладі КФК-2 наступна:

підключити пристрій до джерела струму, зачекати 5 хвилин для стабілізації режиму роботи;

виставити необхідний світлофільтр рукоятками 2 і 5;

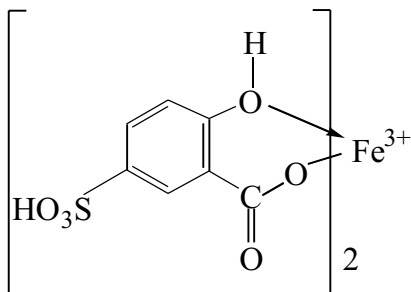
встановити "електричний нуль" за допомогою ручки 6 (чітко та точно);

в кюветне відділення встановити розчин порівняння та настроїти положення стрілки на 0;

в кюветне відділення встановити досліджений розчин і виміряти його оптичну густину.

## Практична частина

*Дослід 1. Фотометричне визначення вмісту іонів Феруму (III) в природних водах*



Іони Феруму (3+) з сульфосаліциловою кислотою (SSal) утворюють різні за складом комплекси в залежності від ступені окиснення та кислотності середовища. При рН 1,8...2,5 утворюється комплекс Fe(SSal)<sub>2</sub> червоно-фіолетового кольору ( $\lambda_{\text{max}} = 510 \text{ нм}$ ,  $\epsilon = 1,8 \cdot 10^3$ );

при рН 8,0...11,5 утворюється комплекс  $\text{Fe}(\text{SSal})_3^{3-}$  жовтого кольору ( $\lambda_{\text{max}} = 416 \text{ нм}$ ,  $\epsilon = 5,8 \cdot 10^4$ ).

Для визначення концентрації розчиненої речовини найчастіше використовується метод градуйованого графіка, який полягає у приготуванні серії розчинів з відомою концентрацією, отриманні значень оптичної густини цих розчинів при оптимальній довжині хвилі, будуванні графіка. Потім готується розчин з невідомою концентрацією, вимірюється його оптична густина та по графіку визначається концентрація.

Для приготування стандартних розчинів заліза в помічені мірні колби на  $50 \text{ см}^3$  внести 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5  $\text{см}^3$  (колби 1...5) стандартного розчину, який містить 0,06  $\text{мг/см}^3$  іонів  $\text{Fe}^{3+}$  (він готується заздалегідь розчиненням 0,5190 г солі  $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_4 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$  в 1  $\text{дм}^3$  дистильованої води з додаванням 5  $\text{см}^3$   $\text{H}_2\text{SO}_4$  конц). Далі в ці колби додати 5,0  $\text{см}^3$  10%-го розчину сульфосаліцилової кислоти (вимірюється піпеткою) та 5,0  $\text{см}^3$  10%-го розчину амоніаку, додати воду до мітки й перемішати. Через 5 хвилин отриманий розчин фотометрувати в кюветі товщиною 1 см при  $\lambda = 400 \text{ нм}$  (світлофільтр № 3). Розчином порівняння є вода. За отриманими даними побудувати градувальний графік та за ним знайти невідому концентрацію іонів Феруму (III) у зразку природної води.

### *Порядок роботи*

1. Приготувати розчин для зняття спектра, додаванням у колбу на  $50 \text{ см}^3$  стандартного розчину  $\text{Fe}^{3+}$  – 5,0  $\text{см}^3$ , 5,0  $\text{см}^3$  10%-го розчину сульфосаліцилової кислоти (вимірюється піпеткою), 5,0  $\text{см}^3$  10%-го розчину амоніаку та води за описаною методикою.

2. Записати спектр на пристрої "Specord UV VIS" (виконує викладач) і визначити зону довжини хвиль з максимальним поглинанням. Визначити оптимальний світлофільтр на пристрої КФК-2.

3. Вислухати пояснення викладача щодо порядку роботи з концентраційним фотоколориметром КФК-2. Коротко записати методику підбору та встановлення світлофільтра, користування кюветами, визначення оптичної густини по шкалі.

4. Приготувати розчини 1...5 для побудови градувального графіку за описаною вище методикою. Визначити їх оптичну густина на фотоколориметрі.

5. Приготувати розчин порівняння, який містить всі компоненти, крім стандартного розчину іонів Феруму (III).

6. Скласти таблицю за поданим зразком.

| Номер<br>п/п | $V$ стандартного<br>розчину Fe, $\text{см}^3$ | Концентрація<br>$\text{Fe}^{3+}$ , $\text{г/дм}^3$ | $A$ |
|--------------|-----------------------------------------------|----------------------------------------------------|-----|
| 1            |                                               |                                                    |     |
| 2            |                                               |                                                    |     |
| 3            |                                               |                                                    |     |
| 4            |                                               |                                                    |     |
| 5            |                                               |                                                    |     |

7. Побудувати граду-  
ювальний графік залежно-  
сті  $A = f(C)$ .

8. Отримати у викла-  
дача природну воду або її  
імітат з невідомою кон-  
центрацією іонів Феруму  
(III) і визначити її. Приго-

тування зразку для фотометрування аналогічно приготуванню стан-  
дартних розчинів. Об'єм взятої для аналізу води 10...15  $\text{см}^3$  (вимі-  
рювати піпеткою). Визначити за градуювальним графіком та об-  
числити концентрацію іонів Феруму (III) у воді в  $\text{г/дм}^3$ .

9. Зробити загальний висновок по роботі.

*Дослід 2. Фотометричне визначення вмісту фосфат-іонів у  
природних водах методом додатків*

Визначення фосфат-іонів у природних та очищених стічних  
водах дозволяє контролювати процес евтрофікації – надмірного  
зростання біологічної рослинності водойм (водоростей і планкто-  
ну), що призводить до інтенсивного "цвітіння" води у весняно-осін-  
ній період.

Зараз найчастіше для визначення малих кількостей фосфат-  
іона у водах використовують фотометричний метод з утворен-  
ням жовтої фосфоромолібденової гетерополікислоти (ФМК) або її  
відновленої форми синього кольору.

Жовта гетерополікислота утворюється при додаванні надлиш-  
ку розчину амоній молібдату  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  до кислого розчи-  
ну, що містить ортофосфат-іон і має формулу  $\text{H}_3[\text{P}(\text{Mo}_3\text{O}_{10})_4] \cdot x\text{H}_2\text{O}$ .  
Під дією відновників (аскорбінової кислоти) у кислому середови-  
щі ФМК перетворюється в синю сполуку з  $\lambda_{\text{max}}$  поглинання при  
820...830 нм.

*Метод додатків* використовується при аналізі невеликої кі-  
лькості зразків, коли побудова градуювального графіка недоці-  
льна. Він дозволяє більш повно виключити вплив складу розчину,  
що аналізується. Спочатку вимірюють оптичну густину розчину  
з невідомою концентрацією  $C_x$  визначуваної речовини –  $A_x$ . Далі  
в досліджений розчин вводять відому кількість розчину з відомою  
концентрацією цієї речовини  $C_a$  та знов вимірюють оптичну гус-

тину розчину  $A_{x+a}$ . Невідому концентрацію знаходять розрахунком або графічним шляхом.

Оптична густина дослідженого розчину  $A_x = \varepsilon C_x l$ , розчину з додатком –  $A_{x+a} = \varepsilon C_{x+a} l$ . Виходячи з цих рівнянь

$$C_x = \frac{C_a A_x}{A_{x+a} - A_x}.$$

При графічному способі знаходження невідомої концентрації розчину проводять наступне. В три однакові мірні колби вносять однакові кількості дослідженого розчину, в другу та третю колби додають певні кількості цього розчину –  $a_1$  та  $a_2$ . Вимірюють оптичні густини цих розчинів –

$A_x, A_{x+a_1}, A_{x+a_2}$ .

На осі абсцис відкладають додаткові кількості стандартного розчину, на осі ординат – відповідні їм оптичні густини розчинів. Через отримані три точки проводять пряму лінію до перетинання її з віссю концентрації. Абсолютне значення відрізка  $OC_x$  відповідає невідомій концентрації розчину (рис. 3).

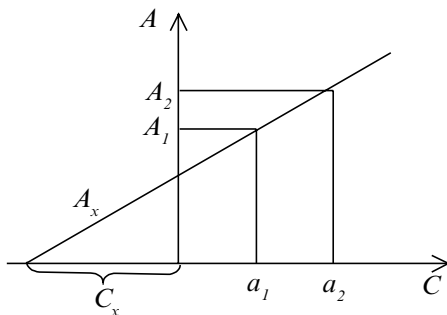


Рис. 3. Графік залежності  $A = f(C)$  в методі додатків

### Порядок роботи

#### 1. Приготування розчинів.

Піпеткою відміряти по  $0,5 \text{ см}^3$  досліджуваного зразка води з фосфат-іонами і помістити у три мірні колби на  $50 \text{ см}^3$ . У другу колбу додатково прилити  $0,50 \text{ см}^3$  стандартного розчину фосфат-іонів з концентрацією  $0,01 \text{ мг фосфору (P) в } 1 \text{ см}^3$  ( $0,0439 \text{ г KН}_2\text{РO}_4$  на  $1 \text{ дм}^3$  розчину), в третю –  $1,00 \text{ см}^3$  цього ж розчину. Далі в кожну колбу додати по  $3 \text{ см}^3$   $1 \text{ M HNO}_3$ ,  $2 \text{ см}^3$   $0,25\%$ -го розчину амоній молібдату,  $0,5 \text{ см}^3$   $10\%$ -го розчину аскорбінової кислоти. Довести загальний об'єм розчину до  $50 \text{ см}^3$ , перемішати та виміряти оптичну густина розчинів через одну хвилину після зливання у кюветі товщиною  $1 \text{ см}$  при  $\lambda = 670\text{--}690 \text{ нм}$  відносно стандартного розчину, що містить всі компоненти, крім дослідженої води і стандартних розчинів фосфат-іонів.

## 2. Скласти таблицю отриманих значень.

| Номер проби | Склад проби | $A$ (оптична густина) | $C(\text{PO}_4^{3-})$ , мг/л                 |
|-------------|-------------|-----------------------|----------------------------------------------|
| 1           |             |                       | 0                                            |
| 2           |             |                       | $\frac{0,5 \cdot 1000 \cdot 10^{-2}}{50} =$  |
| 3           |             |                       | $\frac{1,00 \cdot 1000 \cdot 10^{-2}}{50} =$ |

Вміст фосфат-іонів у воді визначити розрахунковим та графічним способами.

Зробити загальний висновок.

## Задачі та запитання

### *Варіант 1*

1. Класифікація спектроскопічних методів аналізу за природою електромагнітного випромінювання.

2. Пояснити загальні умови колориметричних визначень.

3. Визначити оптичну густину речовини з концентрацією  $C$ , яка при товщині шару 1 см поглинає 50 % світла.

### *Варіант 2*

1. Охарактеризувати молекулярні та атомні спектри.

2. Пояснити суть колориметричних визначень.

3. Визначити концентрацію забарвленої речовини за таких умов: товщина поглинаючого шару 2 см; оптична густина дорівнює 0,7; молярний коефіцієнт світлопоглинання  $3 \cdot 10^4$ .

### *Варіант 3*

1. Принципи і методи атомно-емісійної спектроскопії.

2. Головні переваги спектрофотометричних методів.

3. Визначити оптичну густину забарвленої речовини, якщо  $l = 2$  см,  $\epsilon = 5 \cdot 10^3$ ,  $C = 10^{-4}$  моль/дм<sup>3</sup>.

### *Варіант 4*

1. Закони світлопоглинання.

2. Охарактеризувати типи реакцій, що використовуються у фотометричному аналізі.

3. Забарвлена сполука заліза при товщині кювети 1 см і кон-

центрації  $1 \cdot 10^{-5}$  моль/дм<sup>3</sup>, має оптичну густину 0,9. Знайти молярний коефіцієнт світлопоглинання.

### **Варіант 5**

1. Причини відхилення від основного закону світлопоглинання.
2. Пояснити визначення вмісту забарвленої речовини в розчині методом побудови градувального графіка.
3. Для визначення міді в об'єкті з наважки масою 0,325 г після розчинення та обробки амоніаком було отримано 250 см<sup>3</sup> забарвленого розчину, оптична густина якого в кюветі товщиною 2 см дорівнює 0,254. Визначити вміст міді, якщо  $\epsilon = 423$ .

### **Варіант 6**

1. Основи люмінесцентної спектроскопії.
2. Пояснити визначення невідомої величини методом диференційної спектроскопії.
3. Для комплексу берилію з ацетил-ацетоном у хлороформі при  $\lambda_{\max} = 300$  нм і  $\epsilon = 31600$ . Визначити мінімальну концентрацію берилію, при розчиненні 1,00 г наважки в 50 см<sup>3</sup> в кюветі товщиною 5 см, якщо  $A_{\min}$  достовірна, що показує фотоколориметр дорівнює 0,025. В сполучі відношення Ве : ацетилацетон дорівнює 1:1.

### **Варіант 7**

1. Молярний коефіцієнт поглинання, його фізичний зміст і основні характеристики.
2. Пояснити визначення невідомої величини методом додатків.
3. Для визначення заліза в промисловій воді, мг/дм<sup>3</sup>, із 100 см<sup>3</sup> води після випаровування та обробки реагентом фенатроліном було отримано 25 см<sup>3</sup> забарвленого розчину. Оптична густина його при товщині кювети 1 см дорівнює 0,46. Визначити вміст заліза, якщо  $\epsilon = 1,1 \cdot 10^3$ .

### **Варіант 8**

1. Оптична густина та пропускання. Їх характеристики та співвідношення.
2. Суть методу фотометричного титрування.
3. Для побудови градувального графіка при визначенні фосфору приготували розчин розчиненням 0,25 г Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> в 100 см<sup>3</sup> води. Вказані нижче об'єми цього розчину після обробки розбавили водою до 25 см<sup>3</sup>. При фотометруванні цих розчинів були отримані дані:

|                                       |      |      |      |      |      |
|---------------------------------------|------|------|------|------|------|
| Об'єм станд. розчину, см <sup>3</sup> | 0,1  | 0,25 | 0,50 | 1,0  | 1,5  |
| <i>A</i>                              | 0,06 | 0,10 | 0,13 | 0,22 | 0,31 |

Наважку добрива масою 0,50 г розчинили і після обробки добули 100 см<sup>3</sup> забарвленого розчину з оптичною густиною *A* рівною 0,16. Визначити вміст фосфору в пробі.

### **Варіант 9**

1. Загальні поняття про молекулярні спектри поглинання.
2. Основні переваги фотометричного методу аналізу.
3. Виготовлено чотири стандартних розчини солі Феруму (II), що містять 1,00; 1,05; 1,10; 1,15 мг іонів Феруму. Оптична густина забарвлених розчинів з о-фенантроліном, виміряна відносно першого розчину, була, відповідно 0,24; 0,51; 0,75. Оптична густина дослідженого забарвленого розчину, виміряна в тих же умовах, дорівнює 1,20. Визначити вміст заліза в цьому розчині, якщо для приготування забарвленого розчину використали його 1/5 частину.

### **Варіант 10**

1. Основи та принципи атомно-абсорбційної спектроскопії.
2. Основні недоліки фотометричних методів аналізу.
3. Для визначення молібдену по реакції з дитіолом градувальний графік повинен охоплювати оптичні густини в інтервалі 0,15...1,5. Визначити, яку наважку MoO<sub>3</sub> необхідно розчинити в 25 см<sup>3</sup> лугу, щоб оптичні густини взятих проб об'ємом 1...10 см<sup>3</sup> та розбавлених до 50 см<sup>3</sup> склали 0,15...1,5 при товщині кювети 1 см та молярному коефіцієнті поглинання забарвленої сполуки  $1,3 \cdot 10^4$ .

## **РОБОТА № 7. РОЗДІЛЕННЯ ТА ВИЯВЛЕННЯ ІОНІВ МЕТАЛІВ МЕТОДОМ РОЗПОДІЛЬНОЇ ХРОМАТОГРАФІЇ**

*Мета роботи:* ознайомлення з прийомами виконання та навиками роботи при дослідженні розділення, виявлення та кількісного визначення іонів методом розподільної паперової й тонкошарової хроматографії.

### **Теоретичні відомості**

Паперова (ПХ) і тонкошарова (ТШХ) відносяться до площинних видів хроматографії. Ці два види рідинної хроматографії прості по техніці виконання, експресні, не вимагають складного устат-

кування. Розділення цими методами виконується з використанням різних хроматографічних систем, тому виділяють адсорбційну, розподільну та іонообмінні ПХ і ТШХ. Тонкошарову хроматографію використовують частіше, ніж паперову.

Паперова і тонкошарова хроматографії подібні за технікою виконання аналізу. У ПХ носієм нерухомої фази, наприклад води, є целюлозне волокно паперу, у методі ТШХ – різні сорбенти (алюміній оксид, силікагель, клітковина та ін.), нанесені на пластинку тонким шаром. Схема процесу показана на рис. 5.

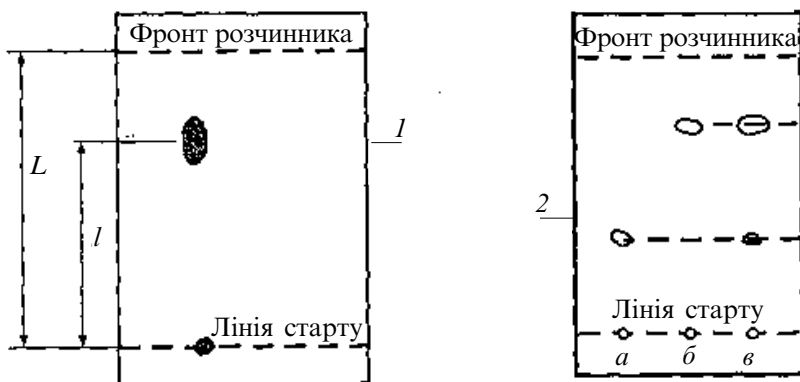


Рис. 5. Розділення іонів методами ТШХ і ПХ:

1 – типова хроматограма; 2 – схема хроматограми розділення двокомпонентної суміші: а, б – "свідки", в – суміш

В обох методах використовують хроматографічні системи рідина–твердий сорбент і рідина–рідина–твердий сорбент, причому як рухливу фазу використовують різні розчинники або їх суміші, органічні та неорганічні кислоти.

Хроматографічне розділення у площинних видах хроматографії зумовлено переносом компонентів рухливої фази вздовж шару нерухомої фази з різними швидкостями відповідно до коефіцієнтів розподілу компонентів, що розділяються. Ці компоненти на пластинці чи на смужці паперу утворюють окремі зони (плями), положення яких характеризується величинами  $R_f$  – відносною швидкістю переміщення компонентів у тонкому шарі чи по паперовій смужці. Експериментально величину  $R_f$  визначають як відношення відстані  $l$ , пройденої речовиною, до відстані  $L$ , пройденої розчин-

ником від старту до лінії фронту:

$$R_f = \frac{l}{L}.$$

Відповідно до визначення  $R_f$  завжди  $< 1$ . Величина  $R_f$  залежить від природи носія (активність, природа і товщина шару сорбенту), якості та природи розчинника, способу нанесення проби, детектування, тобто від техніки експерименту, температури та деяких інших факторів. В ідеальному випадку (лінійна ізотерма)  $R_f$  не залежить від концентрації речовини, що розділяється та присутності інших компонентів. Відтворюваність значень  $R_f$  у ТШХ значно краще, ніж у ПХ, і складає  $\pm 0,05 R_f$ .

### *Одержання й аналіз площинних хроматограм*

На смужці хроматографічного паперу або на тонкому шарі сорбенту проводять гострим олівцем стартову лінію на відстані 1 см від нижнього краю паперу (пластинки). Пробу наносять мікропіпеткою чи капіляром на лінію старту. Діаметр плями не повинний перевищувати 2...3 мм; чим менше пляма, тим краще розділення.

У ТШХ найчастіше використовують висхідний спосіб одержання хроматограм. Для цього застосовують скляні, металеві чи пластмасові пластинки, покриті тонким шаром сорбенту (нерухома фаза) звичайно товщиною 100...300 мкм. Досліджувану речовину наносять мікропіпеткою на стартову лінію, як у ПХ, і поміщають пластинку в камеру, що містить розчинники (рухлива фаза) для розділення компонентів.

Хроматографування в ПХ і ТШХ продовжують доти, поки розчинник не пройде від лінії старту  $\sim 10$  см. Після цього хроматограму виймають з камери і підсушують на повітрі. Якщо утворюються невидимі зони, хроматограми виявляють.

*Якісний аналіз.* Якщо на хроматограмі утворюються забарвлені зони, то проводять візуальні спостереження. Невидимі хроматограми виявляють відповідними реагентами. По характерному фарбуванню кольорових зон, що утворюються, судять про склад аналізованої проби.

Для виявлення компонентів використовують також метод, заснований на вимірі величин  $R_f$  для стандартного розчину та досліджуваного розчинів речовини, що виявляється. Ідентифікація компонентів цим способом може бути здійснена, якщо проводити

хроматографування та визначення  $R_f$  для стандартного і досліджуваного розчинів в одній камері, на однакових смужках паперу чи на одній і тій самій пластинці. Після прояву обох хроматограм визначають  $R_f$  досліджуваного та стандартного розчинів. Після співставлення їх, роблять висновок про наявність у досліджуваному розчині тих чи інших компонентів.

*Кількісний аналіз* здійснюють безпосередньо на хроматограмі (на шарі сорбенту чи на папері). Іншим способом аналізовану речовину (пляму) вимивають із шару сорбенту (з паперової смужки) після вирізання зони, і отриманий розчин аналізують яким-небудь методом.

Безпосередньо на хроматограмі кількісний аналіз можна здійснювати за розміром плями (напівкількісне визначення), спектрофотометричним методом по спектрах поглинання (фотоденситометрія) і по спектрах відбиття, а також флуориметричним, рентгенофлуоресцентним і радіометричним методами. Визначення компонентів після змивання можна виконати, наприклад, спектрофотометричним методом. Відносні стандартні відхилення при цьому не перевищують 1 %.

## Практична частина

*Дослід 1. Розділення іонів Кобальту (II), Нікелю (II) та їх напівкількісне визначення методом паперової хроматографії*

На стандартному листі хроматографічного паперу (пластина  $\approx 8 \times 15$  см) малюють простим олівцем стартову лінію на відстані 1 см від початку листа. Далі поміщають пробу дослідженого розчину, що містить катіони  $\text{Co}^{2+}$  та  $\text{Ni}^{2+}$  у кількостях 30 мг/см<sup>3</sup> кожного. Для цього в 2–3 прийоми наносять капіляром краплю, кожний раз підсушуючи папір над електроплиткою до висихання чергової порції. Діаметр плями не повинен перевищувати 2–3 мм. Далі через відстань 1 см таким же чином наносять стандартні насичені розчини солей  $\text{Co}^{2+}$  та  $\text{Ni}^{2+}$ . На дно хроматографічного стакану наливають 10...15 см<sup>3</sup> рухливого розчинника (суміш ацетону, концентрованої хлоридної кислоти та води у співвідношенні 87:8:5). Далі папір обережно поміщають в хроматографічний стакан, таким чином, щоб рухливий розчинник не торкався стартової лінії. Розчинник піднімається по паперу протягом 30...40 хви-

лин. Коли рухливий розчинник пройде приблизно 10 см шляху, папір витягують з стакану й підсушують над плиткою.

Далі хроматограму проявляють (виявляють місце знаходження відповідного іону). Для проявлення хроматограми її змочують реагентами, які "відкривають" відповідні іони, для цього торкаються пензликом окремих ділянок шляхів чистих розчинів солей. Іони  $\text{Co}^{2+}$  відкривають насиченим розчином калій роданіду  $\text{KCNS}$ , при цьому зона кобальту (II) забарвлюється в блакитний колір. Після чергового підсушування хроматограми її змочують пензликом, зануреним в аміачний розчин диметилгліоксиму на межі між стартовою лінією та зоною кобальту (не торкатися зони кобальту!). При цьому проявляється червоно-малинова зона нікелю. Після підсушування хроматограми визначають  $R_f$  за формулою

$R_f = \frac{l}{L}$ , де  $l$  – відстань від лінії старту до середини зони певного компонента;  $L$  – відстань від лінії старту до лінії фронту, що пройшов розчинник.

Заповнити таблицю:

| Іон              | Проявник                               | Видимий ефект                | $R_f$ | $R_{f\text{експерим}}$ |
|------------------|----------------------------------------|------------------------------|-------|------------------------|
| $\text{Ni}^{2+}$ | Диметилгліоксим, 10%-й аміачний розчин | Червоно-малинове забарвлення | 0,13  |                        |
| $\text{Co}^{2+}$ | Калій роданід насич.                   | Блакитне забарвлення         | 0,54  |                        |
| $\text{Fe}^{3+}$ | Калій роданід, насич.                  | Червоно-буре забарвлення     | 0,70  |                        |

Порівняти отримані значення зі значеннями із контрольної хроматограми стандартних розчинів речовин.

Напівкількісно визначити вміст компонентів в розчині, порівнюючи діаметри плям контрольного розчину з відомою концентрацією стандартних розчинів.

## *Дослід 2. Розділення та виявлення іонів Феруму (III) та Плюмбуму (II) методом тонкошарової хроматографії*

Розділення проводять на пластинці *Silufol*, яка складається з алюмінієвої фольги з нанесеним тонким шаром твердого носія – суміші силікагелю з крохмалем. Попередньо через пластинку пропускають нерухливу рідку фазу й повільно висушують пластину

на повітрі протягом доби. Висушені пластини зберігають у екскаторах без доступу повітря.

На волого-сухій пластинці відмічають лінію старту простим олівцем на відстані 1,0...1,5 см від нижнього кінця пластини. На цю лінію капіляром наносять проби стандартних і досліджуваного розчинів на відстані 1 см один від одного. Плями наносять, як описується в досліді 2.1. Діаметр плям не повинен перевищувати 2...3 мм.

У стакан об'ємом 500...700 мл вносять 5...10 мл рухливої рідкої фази – суміші хлоридної кислоти концентрованої, ацетону та води у об'ємному співвідношенні 8:87:5. Пластину поміщають у рідину й стакан закривають склом або чашкою Петрі.

Після того, як розчинник (рідка фаза) пройде не менше 10 см відстані від лінії старту, розвиток хроматограми припиняють, пластину виймають з розчинника та просушують під тягою над плиткою. Для проявлення хроматограми її обробляють пензликами, змоченими насиченими розчинами реагентів-проявників, згідно таблиці в області концентрування певного іона. Цю область визначають, проводячи пензликом з розчином речовини-проявника вздовж проходження стандартного розчину цього іона, згідно значень  $R_f$  з таблиці.

| Іон              | Проявник                                                                        | Видимий ефект     | $R_f$ | $R_{f\text{експерим}}$ |
|------------------|---------------------------------------------------------------------------------|-------------------|-------|------------------------|
| $\text{Fe}^{3+}$ | Гексаціаноферрат (II) калію $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ , 10%-й розчин | Синє забарвлення  | 0,1   |                        |
| $\text{Pb}^{2+}$ | Калій іодид, 10%-й розчин                                                       | Жовте забарвлення | 0,70  |                        |

Після висушування пластини над електроплиткою вимірюють відстані проходження розчинника та певного іону (до середини плями) і розраховують  $R_f$  експериментальне. Порівнюють це значення з табличними даними (див. таблицю).

### *Дослід 3. Кількісне визначення іонів нікелю (II)*

Крапля розчину солі нікелю (II), що нанесена на хроматографічний папір, просочений диметилгліксимом, утворює рожеву пляму. Якщо в місті нанесення краплі реагенту менше, ніж потрібно для зв'язування всієї кількості іонів нікелю, то надлишок іонів виноситься з первинної зони рухливим розчинником, утворюючи

при цьому забарвлену зону у вигляді піку. Висота піку пропорційна концентрації нікелю в розчині.

### *Порядок роботи*

Визначення проводять на хроматографічному папері марки "хроматографічна 2", просоченому заздалегідь 0,12%-м водним розчином диметилглюксиму і висушеному на повітрі.

1. На відстані 15...20 мм від нижнього краю паперу провести стартову лінію перпендикулярно волокнам паперу.

2. Із стандартного розчину солі нікелю концентрацією 1000 мкг/см<sup>3</sup> (наважку NiCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O розчиняють в 100 см<sup>3</sup> 0,1 НСl) відповідним розбавленням (по краплям) приготувати набір стандартних розчинів з вмістом нікелю 50; 100; 150; 200; 250 мкг/см<sup>3</sup>, кожний з яких розміщують на окремому часовому склі.

3. На стартову лінію нанести кожний з розчинів, вбираючи їх спеціально підготовленим капіляром об'ємом 0,002...0,005 см<sup>3</sup> (точний об'єм спитати у лаборанта) на відстані 10...15 мм. Нанесення треба проводити не менше двох раз. Після нанесення кожного розчину необхідно промити капіляр три рази дистильованою водою. Діаметр плями повинен бути 2–3 мм. Останнім нанести точний об'єм розчину невідомої концентрації.

4. В хроматографічний стакан налити 15 см<sup>3</sup> 12%-го водного розчину гліцерину, опустити в нього хроматографічний папір, попередньо закріпивши його на штативі так, щоб шар рухливого розчинника не торкався лінії старту. Проявлення триває протягом 20...25 хв.

5. Після проявлення хроматограму просушити і виміряти лінійкою величини піків.

6. По висотам піків побудувати градувальник графік  $h = f(C)$ , де  $h$  – висота піка,  $C$  – концентрація іону Нікелю (II) в розчині, мкг/см<sup>3</sup>. За графіком визначити невідому концентрацію Нікелю (II) в дослідженому розчині.

Зробити загальний висновок по роботі.

### **Задачі та запитання**

#### ***Варіант 1***

1. Рідинна адсорбційна хроматографія. Теоретичні основи та принципи методу.

2. Адсорбенти в розподільній хроматографії.

3. При хроматографуванні стандартних розчинів бісмуту та стануму були отримані наступні відстані від лінії старту до центру плями для кожного з них: 8,7 см та 5,1 см, розчинник за цей час пройшов відстань 12 см. Визначити  $R_f$  для кожного з компонентів.

### **Варіант 2**

1. Класифікація адсорбентів в газорідинній хроматографії.

2. Рідкі фази в розподільній хроматографії.

3. При хроматографуванні розчинів солей Купруму (II) та Нікелю (II) були отримані наступні відстані від лінії старту до центру плями для кожного з них: 5,7 см та 1,7 см, розчинник за цей час пройшов відстань 10 см. Визначити  $R_f$  для кожного з компонентів.

### **Варіант 3**

1. Типи нерухомих рідких фаз в газорідинній хроматографії.

2. Класифікація хроматографічних методів за механізмом взаємодії сорбента та сорбата.

3. Методом тонкошарової хроматографії отримані значення  $R_f$  іонів плумбуму та міді в двох системах розчинників. Система 1:  $R_f$  плумбуму дорівнює 0,70; міді – 0,77; система 2:  $R_f$  плумбуму дорівнює 0,50; міді – 0,66. Вибрати найкращу систему для розділення іонів та обґрунтувати відповідь.

### **Варіант 4**

1. Типи рухомих рідких фаз в газорідинній хроматографії. Приклади використання цього методу.

2. Навести класифікацію хроматографічних методів за технікою виконання. Коротко описати методи.

3. При хроматографуванні на папері стандартних розчинів солей міді, бісмуту та нікелю були отримані наступні відстані від лінії старту до центру плями для кожного з них: 7,7 см, 1,0 см та 1,3 см, розчинник за цей час пройшов відстань 10 см. При хроматографуванні аналізованого розчину за тих самих умов були отримані плями на відстані 1,56 см та 9,24 см, розчинник за цей час пройшов відстань 12 см. Які компоненти були в аналізованому розчині?

### **Варіант 5**

1. Кількісний і якісний аналіз хроматограм в газорідинній хроматографії.

2. Принципи елюентної хроматографії.

3. При хроматографуванні на папері стандартних розчинів солей Pb(II), Zn(II) та Cd(II) були отримані відстані від лінії старту до центру плями для кожного з них: 7,0 см; 9,4 см та 1,11 см, розчинник за цей час пройшов відстань 10 см. При хроматографуванні аналізованого розчину за тих самих умов були отримані плями на відстані 11,5 см та 1,24 см, розчинник за цей час пройшов відстань 12 см. Які компоненти були в аналізованому розчині?

### **Варіант 6**

1. Основні вузли та їх функції в газовому хроматографі.

2. Принципи витиснювальної хроматографії.

3. Методом ТШХ було проведено розділення суміші двох цукрів в системі розчинників метилетилкетон – ацетатна кислота – метанол. Отримані наступні результати:  $l_1 = 3$  см,  $l_2 = 2,7$  см. Розчинник пройшов шлях 10 см. Які цукри знаходилися в розчині, якщо  $R_f$  ксилози дорівнює 0,39, цукрози – 0,29, манози – 0,32.

### **Варіант 7**

1. Адсорбенти та рідка фаза в рідинній хроматографії.

2. Теоретичні основи іонообмінної хроматографії.

3. Методом ТШХ було проведено розділення суміші двох неорганічних іонів у системі розчинників н-бутиловий спирт – хлоридна кислота–вода. Отримані наступні результати:  $l_1 = 1,1$  см;  $l_2 = 5,7$  см, розчинник пройшов шлях 10 см. Які іони знаходилися в розчині, якщо  $R_f$  для іонів Bi(III) складає 0,1, іонів Al(III) – 0,15, іонів Co(II) – 0,54.

### **Варіант 8**

1. Властивості, будова, принцип дії катіонітів.

2. Коефіцієнт розподілення та його визначення.

3. При хроматографуванні суміші двох органічних речовин отримані наступні відстані від лінії старту до центру плями для кожного з них: 8,7 см та 5,1 см, розчинник за цей час пройшов відстань 12 см. Визначити значення відносної швидкості переміщення цих компонентів.

### **Варіант 9**

1. Властивості, будова, принцип дії аніонітів. Приклади використання іонообмінної хроматографії.

2. Особливості ВЕРХ (високоєфективної рідинної хроматографії). Конструкційні особливості хроматографів ВЕРХ.

3. Методом тонкошарової хроматографії отримані значення  $R_f$  фруктози та цукрози в двох системах розчинників. Система 1:  $R_f$  фруктози дорівнює 0,31; цукрози – 0,29; система 2:  $R_f$  фруктози дорівнює 0,50; цукрози – 0,36. Вибрати найкращу систему для розділення цукрів та обґрунтувати відповідь.

### **Варіант 10**

1. Теоретичні основи методу розподільної хроматографії.

2. Детектори в хроматографії.

3. При хроматографуванні на пластинках Silufol суміші солей цинку, кадмію та ртуті були отримані наступні відстані від лінії старту до центру плями для кожного з них: 9,7 см, 1,1 см та 6,1 см, розчинник за цей час пройшов відстань 10 см. При хроматографуванні аналізованого розчину за тих самих умов були отримані плями на відстані 1,31 см та 7,4 см, розчинник за цей час пройшов відстань 12 см. Які компоненти були в аналізованому розчині?

## **РЕКОМЕНДОВАНА ЛІТЕРАТУРА**

1. *Васильев В. П.* Аналитическая химия: Учеб. для вузов: В 2 кн. – М.: Дрофа, 2004. – Кн. 1. – 368 с.; Кн. 2. – 384 с.

2. *Золотов Ю.А.* Химические тест-методы анализа. – М.: Едиториал УРСС, 2002. – 304 с.

3. *Логинов Н.Я., Воскресенский А.Г., Солодкин И.С.* Аналитическая химия: Учебн. пособие для студентов химико-биологических и биолого-химических специальностей пед. ин-тов. – М.: Просвещение. – 1975. – 478 с.

4. *Набиванець В.М., Сухан В.В., Калабіна Л.В.* Аналітична хімія природного середовища: Підручник. – К.: Либідь, 1996. – 304 с.

5. Основы аналитической химии: Учебник для вузов: В 2 кн. / Под ред. *Ю.А. Золотова*. – М.: Высш. шк., 1999. – Кн. 1. – 351 с.; Кн. 2. – 494 с.

6. *Сегеда А.С.* Аналітична хімія. Якісний аналіз: Навчально-методичний посібник. – К.: ЦУЛ. – 2002. – 524 с.

7. *Сегеда А.С.* Аналітична хімія. Якісний аналіз і кількісний аналіз. – Навчально-методичний посібник. – К.: ЦУЛ, Фітоцентр. – 2003. – 312 с.

8. *Сегеда А.С.* Лабораторний практикум з аналітичної хімії. Якісний і кількісний аналіз. – К.: ЦУЛ, Фітосоціоцентр. – 2004. – 280 с.

9. Физико-химические методы анализа: Практическое руководство / *В.Б. Алесковский, В.В. Бардин, М.И. Булатов* и др.; Под ред. *В.Б. Алесковского* – Л.: Химия, 1988. – 376 с.

## ЗМІСТ

|                                                                                                     |           |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| <i>Робота № 1. Розрахунки в титриметричному аналізі.....</i>                                        | <i>3</i>  |
| <i>Робота № 2. Виготовлення стандартних і робочих розчинів у титриметричному аналізі .....</i>      | <i>10</i> |
| <i>Робота № 3. Визначення твердості природної води.....</i>                                         | <i>18</i> |
| <i>Робота № 4. Визначення солоності природної води.....</i>                                         | <i>24</i> |
| <i>Робота № 5. Інструментальне визначення окисно-відновного потенціалу та рН природних вод.....</i> | <i>30</i> |
| <i>Робота № 6. Використання фотометричних методів в аналізі вод.....</i>                            | <i>36</i> |
| <i>Робота № 7. Розділення та виявлення іонів металів методом розподільної хроматографії.....</i>    | <i>46</i> |
| <i>Рекомендована література.....</i>                                                                | <i>55</i> |