1. Визначення загального вмісту, %, Фосфору в суперфосфаті

Фосфор визначають у мінеральних добривах у перерахунку на дифосфор пентаоксид.

Робота 1. Приготувати 200 $см^3$ розчину суперфосфату, який містить 2 г досліджуваного суперфосфату

Хід роботи

1. Підготовка суперфосфату до аналізу. Пробу суперфосфату розтирають у ступці.

2. Взяття наважки суперфосфату на технічних вагах.

а) маса бюкса з суперфосфатом –

б) маса порожнього бюкса –

в) маса суперфосфату –

3. Приготування розчину суперфосфату

Взяту наважку суперфосфату поміщають у фарфорову чашку, добавляють 10 $см^3$ сульфатної(VI) кислоти (1:4) і нагрівають, перемішуючи на пісочній бані або на азбестованій сітці до виділення білої пари сульфатної (VI) кислоти. Нагрівання продовжуютъ до утворення густої маси, стежачи за тим, щоб вона не пересохла. Чашку охолоджують і переносять осад з чашки у мірну колбу на 200 $см^3$, ретельно змиваючи дистильованою водою стінки чашки, розводять до риски цією ж водою, закривають колбу пробкою, добре перемішують і фільтрують розчин крізь сухий фільтр.

Робота 2. Визначити вміст дифосфор пентаоксиду в досліджуваному зразку суперфосфату

Хід роботи

1. Підготовка мікробюретки (або бюретки) до титрування.

Бюретку заповнюють стандартним 0,1 *М* розчином натрій гідроксиду .

2. Підготовка фільтрату до титрування.

Піпеткою відбирають 10 $см^3$ одержаного фільтрату і переносятъ у конічну колбу (~ 100-150 $см^3$) для титрування, додають 1-2 краплі розчину метилоранжевого, нейтралізують надлишком кислоти, додаючи спочатку 2 *М,* а потім 0,1 *М* розчин натрій гідроксиду до переходу червоного кольору індикатора в оранжевий. Потім добавляють 1-2 краплі фенолфталеїну, 1 $см^3$ насиченого розчину калій оксалату і 1 г натрій хлориду.

3. Виконання титрування.

Підготовлений розчин до титрування швидко титрують 0,1 М розчином натрій гідроксиду. Проводять кілька титрувань до одержування відтворюваних результатів і записують середній об'єм розчину NaOH – $V_{ср}$(NaOH), який витрачається на титрування однієї аліквоти фільтрату:

l-ше титрування	- $см^3$ розчину NaOH
2-ге титрування	- $см^3$ розчину NaOH
3-тє титрування	- $см^3$ розчину NaOH

V (NaOH) =

4. Обчислення вмісту, %, Фосфору у зразку суперфосфату, який аналізують:

$$w(\%)P_2O_5) = \frac{M(1/2P_2O_5)\cdot c(NaOH)\cdot V_{ср}(NaOH)\cdot V_к(P_2O_5)}{V_п(P_2O_5)\cdot 1000\cdot m(суперфосфату)}\cdot 100\%$$

де $M(1/2P_2O_5)$ - молярна маса речовини еквівалента дифосфор пентаоксиду з урахуванням числа атомів Фосфору, г/моль;

c(NaOH) - молярна концентрація речовини еквівалента натрій гідроксиду у розчині, моль/дм^3;

$V_{ср}(NaOH)$ - середній об'єм розчину натрій гідроксиду, який затрачається на одне титрування, см^3;

$V_к(P_2O_5)$ - об'єм колби приготовленого розчину суперфосфату, см^3;

$V_п(P_2O_5)$ - об'єм аліквоти для одного титрування, об'єм піпетки, см^3;

m(суперфосфату) - наважка суперфосфату, г;

1000 - коефіцієнт для перерахунку у грами.

2. Визначення вмісту, %, Калію в калійних добривах

Калій визначаютьу калійних добривах у перерахунку на калій оксид. Вміст Калію в добривах необхідно знайти для оцінки якості і встановлення доз внесення добрива.Є кілька методів визначення вмісту Калію в добривах. Але найпростішим у виконанні і дає задовільні результати при визначенні вмісту Калію є використання Натрій гідрогентартрату $NaHC_4H_4O_6$, як осаджувача.

Суть методу у тому, що натрій гідрогентартрат з нейтрального розчину солей Калію (приклад: KCI, KNO_3, K_2SO_4)осаджує калій - йони з

досліджуваного зразка сполук Калію:

$$KCl + NaHC_4H_4O_6 = KHC_4H_4O_6 \downarrow + NaCl$$

Надлишок натрій гідрогентартрату відтитровують Натрій гідроксидом:

$$NaHC_4H_4O_6 + NaOH = NaC_4H_4O_6 + H_2O$$

За різницею кількостей речовини натрій гідрогентартрату, яку взяли і надлишок якої відтитрували, розраховують вміст Калію в добриві.

Робота 1. Приготувати 100 $см^3$ розчину калійного добрива, який містить 5 г досліджуваного зразка добрива

Хід роботи

1. Підготовка калійного добрива до аналізу.

Пробу калійного добрива добре розтирають у ступці, переносять у фарфорову чашку і висушують у сушильній шафі за температури 105 ^oC до сталої маси.

2. Взяття наважки калійного добрива на технічних вагах:

а) маса бюкса з калійним добривом –

б) маса порожнього бюкса –

в) маса калійного добрива –

3. Приготування розчину калійного добрива.

Взяту Наважку калійного добрива переносять у хімічний стакан на 200 $см^3$, додають 80 $см^3$ дистильованої води і нагрівають, перемішуючи скляною паличкою, на пісочній бані або на азбестованій сітці до повного розчинення солі Калію. Теплий розчин солі відфільтровують у суху мірну колбу на 100 $см^3$, ретельно змиваючи дистилъованою водою стінки стакану, охолоджують, доводять до риски цією ж водою, закривають колбу пробкою і добре

перемішують.

Робота 2. Приготувати 100 $см^3$ водного розчину натрій гідрогентартрату з молярною концентрацією речовини еквівалента 0,33 моль/$дм^3$

Хід роботи

1. Розрахунок наважки натрій гідрогентартрату:

$m(NaHC_4H_4O_6 \cdot H_2O) =$

$= M(NaHC_4H_4O_6 \cdot H_2O) \cdot c(NaHC_4H_4O_6 \cdot H_2O) \cdot V_к(NaHC_4H_4O_6 \cdot H_2O)/1000$

$f_{екв}(NaHC_4H_4O_6 \cdot H_2O) = 1$.

2. Взяття наважки $NaHC_4H_4O_6 \cdot H_2O$:

а) маса бюкса з $NaHC_4H_4O_6 \cdot H_2O$ −

б) маса порожнього бюкса −

в)масса $NaHC_4H_4O_6 \cdot H_2O$ −

3. Приготування розчину натрій гідрогентартрату.

Взяту наважку натрій гідрогентартрату кількісно переносять у мірну колбу місткістю 100 $см^3$, розчиняють у невеликому об'ємі дистильованої води, перемішуючи вміст колби коловими рухами, додають 0,02 г $HgCl_2$ (для запобігання угворення грибів), розбавляють цією ж водою до риски, щільно закривають пробкою і добре перемішуютъ, перевертаючи колбу.

Робота 3. Визначити вміст, %, Калію в досліджуваному зразку калійного добрива

Хід роботи

1. Підготовка мікробюретки (або бюретки) до титрування.

Бюретку заповнюють стандартним 0,1 *М* розчином натрій гідроксиду, попередньо промивши її два рази цим же розчином.

2. Підготовка фільтрату до титрування.

Мікропіпеткою відбирають 2 $см^3$ одержаного фільтрату і переносять у стакан (~ 100-150 $см^3$) додають 3 $см^3$ води, 20 $см^3$ розчину натрій гідрогентартрату з молярною концентрацією речовини еквівалента 0,33 моль/$дм^3$ і перемішують розчин протягом 15 хв скляною паличкою. Цього часу досить для повного осадження калій-йонів. Осад калій гідрогентартрату відокремлюють фільтруванням через сухий фільтр, збираючи фільтрат теж у сухий стакан. 5 $см^3$ одержаного фільтрату переносять піпеткою у колбу для титрування, мірною пробіркою додать 5 $см^3$ дистильованої води і 1-2 краплі розчину фенолфталеїну.

3. Виконання титрування.

Підготовлений розчин до титрування титрують з мікробюретки 0,1 *М* розчином натрій гідроксиду до появи злегка рожевого кольору. Проводять кілька титруванъ до одержування відтворюваних результатів і записуютъ середній об'єм розчину NaOH – $V_{ср}$(NaOH), який витрачається на тирування однієї аліквоти фільтрату:

1-ше титрування - $см^3$ розчину NaOH

2-ге титрування - $см^3$ розчину NaOH

3-тє титрування - $см^3$ розчину NaOH

$$V_{ср}(NaOH) =$$

4. Обчислення вмісту (%) Калію у зразку калійного добрива, який аналізують:

$$n(1/2K_2O) = n(NaHC_4H_4O_6 \cdot H_2O)$$

$$n(NaHC_4H_4O_6 \cdot H_2O) = n_0(NaHC_4H_4O_6 \cdot H_2O) - n(NaOH)$$

$$n_0(NaHC_4H_4O_6 \cdot H_2O) = \frac{c(NaHC_4H_4O_6 \cdot H_2O) \cdot V(NaHC_4H_4O_6 \cdot H_2O)}{1000}, \text{ моль}$$

$$n(NaOH) = \frac{c(NaOH) \cdot V_{ср}(NaOH)}{1000}, \text{моль}$$

$$\mathbf{w(\%) = \frac{[c(NaHC_4H_4O_6 \cdot H_2O) \cdot V(NaHC_4H_4O_6 \cdot H_2O)] - [c(NaOH) \cdot V_{ср}(NaOH)] \cdot V_k(K_2O) \cdot M(1/2K_2O)}{1000 \cdot V_n(K_2O) \cdot m(\text{добрива})} \cdot 100\%}$$

де $c(NaHC_4H_4O_6 \cdot H_2O)$ - молярна концентрація речовини еквівалента натрій гідрогентартрату у розчині, моль/дм^3;

$V(NaHC_4H_4O_6 \cdot H_2O)$ - об'єм доданого розчину натрій гіцрогентартрату, см^3;

$c(NaOH)$ - молярна концентрація речовини еквівалента натрій гідроксиду у розчині, моль/дм^3;

$V_{ср}(NaOH)$ - середній об'єм розчину натрій гідроксиду, який витрачається на одне титрування, $см^3$;

$V_k(K_2O)$ - об'єм колби приготовленого розчину калійного добрива, $см^3$;

$V_n(K_2O)$ - об'єм аліквоти для одного титрування, об'єм піпетки, $см^3$;

m(добрива) - наважка калійного добрива, г;

1000 – коефіцієнт для перерахунку у грами;

$M(1/2K_2O)$ - молярна маса речовин n еквівалента калій оксиду з урахуванням числа атомів Калію, г/моль;

9. Визначення вмісту, %, Нітрогену в амоніачних добривах

Знання вмісту Нітрогену в амоніачних добривах необхідно дял оцінки їх якості та при виробництві добрива. Суть методу полягає в тому, що амоніачні добрива в нейтральному розчині утворюють з формаліном нейтральну органічну сполуку гексаметилентетрамін $(CH_2)_6N_4$. (Відомо, що формалін - це водний розчин формальдегіду – HCOH). При цьому виділяється вільна мінеральна кислота, кількість речовини якої еквівалентна амоніачному Нітрогену в наважці. Приклад, коли виділяються нітратна (V) кислота:

$$4NH_4NO_3 + 6\ HCOH = (CH_2)_6N_4 + 6H_2O + 4HNO_3$$

Нітратну (V) кислоту відтитровують стандартним розчином лугу, на основі чого знаходять вміст Нітрогену в добриві.

Робота 1. Приготувати 250 $см^3$ водного розчину амоніачного добрива, який містить 2 г амоніачної селітри або 5 г амоній сулъфату(VI)

Хід роботи

1. Підготовка добрива.

Добриво (амоній нітрат NH_4NO_3 - амоніачна селітра або амоній сульфат $(NH_4)_2SO_4$) поміщають у фарфорову чашку і висушують за температури 100 ^oC до сталої маси.

2. Взяття наважки добрива на технічних вагах (у бюксі або на годинниковому склі):

а) маса бюкса з добривом -

б) маса порожнього бюкса -

в) маса добрива -

3. Приготування розчину добрива.

Взяту наважку добрива переносять у хімічний стакан (на 150 $см^3$), розчиняють у 50 $см^3$ дистильованої води. Одержаний розчин добрива кількісно переносять у мірну колбу 250 $см^3$, ретельно змиваючи дистильованою водою стінки стакану, доводять до риски цією ж водою, закривають колбу пробкою і добре перемішують. (Якщо при розчиненні наважки розчин виявиться каламутним, то його спочатку фільтрують, збираючи фільтрат і промивні води у мірну колбу, і доводять до риски водою).

Робота 2. Приготувати 100 $см^3$ водного розчину формаліну з масовою часткою розчиненої речовини 25%

У мірну колбу на 100 $см^3$ мірним циліндром переносять 63 $см^3$ розчину формаліну з масовою часткою речовини HCOH 40%, доводять дистильованою водою до риски, щільно закривають і добре перемішують.

Робота 3. Визначити вміст, %, Нітрогену в досліджуваному зразку

амоніачного добрива

Хід роботи

1. Підготовка мікробюретки (або бюретки) до титрування. Бюретку заповнюють стандартним 0,5 *М* розчином натрій гідроксиду, попередньо промивши її два рази цим же розчином.

2. Підготовка розчину амоніачного добрива до титрування

Піпеткою відбирають 15 $см^3$ одержаного розчину і переносять у конічну колбу для титрування (~ 150 - 200 $см^3$), в іншу таку ж колбу для титрування переносять мірним циліндром 15 $см^3$ розчину формаліну і в кожну колбу додають по 2 - 3 краплі розчину індикатора метилового червоного. Якщо виявиться, що розчини кислі, то їх нейтралізують до 0,1 *М* розчином натрій гідроксиду до нейтрального. Розчин формаліну вливають у розчин амоніачного добрива. При цьому розчин зразу ж стає червоним внаслідок перебігу хімічної реакції між амоній сульфатом і формаліном з утворенням вільної сульфатної (VI) кислоти, якщо аналізують амоній сульфат, приклад:

$$2(NH_4)_2SO_4 + 6HCOH = (CH_2)_6N_4 + 6H_2O + 2H_2SO_4$$

У колбу з одержаним розчином кислоти вносять 2 - 3 краплі розчину фенолфталеїну.

3. Виконання титрування.

Підготовлений розчин до титрування титрують з мікробюретки 0,5 *М* розчином натрій гідроксиду до появи злегка світло-рожевого кольору. Під час титрування необхідно стежити за зміною кольору розчину. Спочатку рожевий колір переходить у блідо-жотий, і тільки в кінці титруваня розчин стає світло-рожевого кольору.

Проводять кілька титрувань до одержування відтворюваних результатів і записують середній об'єм розчину NaOH V(NaOH), який витрачається на

титрування однієї аліквоти амоніачного добрива:

1-ше титрування - $см^3$ розчину NaOH

2-ге титрування - $см^3$ розчину NaOH

3-тє титрування - $см^3$ розчину NaOH

$$V_{ср}(NaOH) =$$

4. Обчислення вмісту (%) амоніачного Нітрогену у зразку амоніачного добрива, який аналізують:

$$W(\%)(N) = \frac{M(N)\cdot c(NaOH)\cdot V_{ср}(NaOH)\cdot V_к(N)\cdot 100\%}{1000\cdot V_п(N)\cdot m(добрива)},$$

де W(%)(N) - масова частка Нітрогену в аналізованому добриві, %;

M(N) - молярна маса речовини Нітрогену, г/моль;

c(NaOH) - молярна концентрацjя речовини еквівалента натрій гідроксиду у розчині, моль/ $дм^3$;

$V_{ср}$(NaOH) - середній об'єм розчину натрій гідроксиду, який витрачається на одне титрування, $см^3$;

$V_к$(N) - об'єм приготовлеиого розчину амоніачного добрива, об'єм колби, $см^3$;

$V_п$(N) - об'єм аліквоти розчину амоніачного добрива для одного титрування, об'єм піпетки, $см^3$;

m(добрива) - наважка амоніачного добрива, г;

1000 - коефіцієнт для перерахунку на грами.