

**Державний вищий навчальний заклад  
“Запорізький національний університет”  
Міністерства освіти і науки України**

**Л.О. Омелянчик, Т.В. Панасенко, О.В. Ткачук, О.І. Панасенко**

**АНАЛІТИЧНА ХІМІЯ  
КІЛЬКІСНИЙ АНАЛІЗ**

**Методичні вказівки до лабораторних робіт  
для студентів I курсу біологічного факультету  
спеціальності “Біологія”, “Екологія”**

**Затверджено  
вченою радою ЗНУ  
Протокол № ?  
від ??.06.2007р.**

**Запоріжжя 2007**

**УДК:** 54(076)  
М 545

Л.О. Омелянчик, Т.В. Панасенко, О.В. Ткачук. Аналітична хімія. Кількісний аналіз: Методичні вказівки до лабораторних робіт для студентів I курсу біологічного факультету спеціальності “Біологія”, “Екологія” – Запоріжжя: ЗНУ, 2007. – 36 с.

Методичні вказівки призначені для студентів, що навчаються за спеціальностями “Біологія” та “Екологія”. В даних вказівках систематизовані лабораторні роботи та контрольні запитання і завдання для домашньої підготовки до занять з розділів гравіметричного та титриметричного методів аналізу.

Рецензент ***Б.П. Зоря***

Відповідальний за випуск ***Л.О.Омелянчик***

## Зміст

Ваговий аналіз (гравіметрія).....	4
Приклади вагових визначень.....	4
Титриметричний (об'ємний) аналіз.....	10
Визначення концентрації в титриметричному аналізі.....	11
Розрахунки в титриметричному аналізі.....	12
Розрахунки маси речовин за результатами титрування.....	13
Способи приготування титрантів.....	14
Метод кислотно-основного титрування.....	16
Загальна характеристика методу кислотно-основного титрування.....	16
Індикатори методу нейтралізації.....	16
Характеристика кривих титрування методу кислотно-основного титрування.....	17
Приготування титранту HCl та його стандартизація.....	18
Приготування розчину натрію тетраборату і його стандартизація.....	19
Приготування титранту КОН і його стандартизація.....	20
Приклади кількісних визначень метода кислотно-основного титрування.....	21
Методи оксидиметрії.....	24
Метод перманганатометрії.....	24
Йодометрія.....	26
Метод комплексонометрії.....	30
Приготування титранту трилону Б і його стандартизація.....	30
Приклади кількісних визначень методом комплексонометричного титрування.....	32
Список рекомендованої літератури.....	35

## 1 Ваговий аналіз (гравіметрія)

В основі вагового методу аналізу лежать закони постійності складу і закон еквівалентів. Гравіметричний аналіз проводиться в двох варіантах: виділенням якого-небудь компонента в елементарному вигляді (методи відгонки) і у вигляді сполуки певного складу (методи осадження).

В методах відгонки певну складову частину досліджуваної речовини відганяють, визначаючи таким чином її вміст у речовині. Більш широко використовується у ваговому аналізі метод осадження.

Ваговим методом визначають кристалізаційну воду в солях, гігроскопічну воду в ґрунті, добривах, рослинному матеріалі.

Гравіметричним методом визначають вміст фосфору в фосфоритах, апатитах, фосфорних добривах, ґрунтах; вміст кальцію та магнію в вапняках, силкатах; вміст алюмінію та заліза у фосфоритах та іншій мінеральній сировині.

### 1.1 Приклади вагових визначень

#### 1.1.1. Визначення кристалізаційної води в кристалічному барію хлориді

**Прилади та реактиви:** скляні бюкси, сушильна шафа, ексикатор, аналітичні терези, барію хлорид (кристалогідрат).

#### *Хід роботи*

1. Чистий скляний бюкс висушують у сушильній шафі при 120 - 125° до постійної маси і зважують на аналітичних терезах.
2. Сіль барію хлориду швидко розтирають у фарфоровій ступці і зважують (1– 3) г у приготовлений бюкс.
3. Бюкс із сіллю ставлять у сушильну шафу і витримують при температурі 120 – 125° приблизно 2 години.
4. Після висушування бюкс ставлять в ексикатор і через 15 хвилин зважують. Висушування повторяють до постійної маси бюкса із сіллю. В даному аналізі запис результатів досліджень може мати наступний вигляд:

маса пустого бюкса –  $m_1$ ;

маса бюкса із сіллю до висушування –  $m_2$ ;

наважка солі –  $g = m_2 - m_1$ ;

маса бюкса із сіллю після висушування –  $m_3$ ;  
маса кристалізаційної води в наважці –  $m = m_2 - m_3$ .

Визначають вміст води в кристалогідраті ( $y$  %) за формулою:

$$\omega(H_2O) = \frac{m}{g} \times 100 \%$$

### 1.1.2 Визначення вологості речовин

**Прилади:** сушильна шафа, аналітичні терези, скляні бюкси, ексікатор.

#### *Хід роботи*

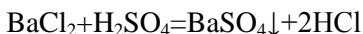
1. Висушують бюкс до постійної маси.
2. Зважують середню пробу (середня проба має бути складена з великої кількості малих порцій, які взяті в різних місцях матеріалу, що аналізуються).
3. Зважують у бюкс наважку (2-5г ) подрібненого матеріалу і висушують при температурі 100-120°C до постійної маси. При визначенні вологості ґрунту, кормів (сіна, соломи) підтримують температуру 100-105°C. Амонійні солі сушать при більш низькій температурі:  $(NH_4)_2SO_4$  - 100°C;  $NH_4Cl$  - 80°C; сечовина – 65-70°C.
4. Визначають %-ний вміст води у зразку.

### 1.1.3 Визначення барію в кристалічному барію хлориді ( $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ )

**Прилади та реактиви:** аналітичні терези, електроплитки, водяні бані, штативи з кільцем, сушильна шафа, муфельна піч, ексікатор, скляні бюкси, стакани, скляні палички, фільтри (синя стрічка), лійки, тиглі, барію хлорид (кристалогідрат).

**Розчини:** хлороводневої кислоти (2н), сульфатної кислоти (0,2н), срібла нітрату (0,1н).

Для визначення барію використовують метод осадження барію у вигляді малорозчинного барію сульфату:



### **Розрахунок наважки речовини**

Для аналізу рекомендується брати такі наважки речовини, щоб вага прожареного кристалічного осаду ( $G$ ) була 0,5г.

Величину наважки розраховують за формулою:

$$q = \frac{a \cdot M_a \cdot G}{c \cdot M_b}$$

$M_a$  – молярна маса речовини, що аналізують;

$M_b$  – молярна маса вагової форми;

$q$  – наважка речовини, що аналізують;

$G$  – маса вагової форми;

$a, c$  – коефіцієнти в рівнянні реакцій.

### **Розрахунок об'єму розчинника**

Для гравіметричних визначень, які виконуються методом осадження, далі розраховують об'єм розчинника.

Наважку речовини, що аналізують, розчиняють у такому об'ємі розчинника, щоб отримати розчин із масовою долею речовини – 0,5-1 %.

$$\omega = \frac{q}{m(p-ну)} \cdot 100\% ;$$

$$m(p-ну) = m(p-ка) + q;$$

$$\rho(p-ка) = \frac{m(p-ка)}{V(p-ка)}.$$

Отримуємо формули:

$$m(p-ну) = \frac{q \cdot 100}{\omega} ;$$

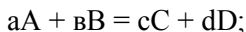
$$m(p-ка) = m(p-ну) - q;$$

$$V(p-ка) = \frac{m(p-ка)}{\rho(p-ка)},$$

$\omega$  – масова доля розчиненої речовини;  
 $m(p-ка)$  – маса розчинника;  
 $V(p-ка)$  – об'єм розчинника;  
 $\rho(p-ка)$  – густина розчинника.

### ***Розрахунок маси осаджувача***

Розрахунок маси осаджувача ведуть, виходячи зі стехіометричного співвідношення реагентів:



Для повноти осадження використовують надлишок осаджувача, в 1,5 раза більше, ніж за рівнянням реакції.

$$m(B) = \frac{b \cdot M(B) \cdot g(A)}{a \cdot M(A)}$$

$g$  – наважка речовини, що аналізують.

### ***Хід роботи***

1. В бюксі або на годинниковому склі зважують точну наважку (0,5г) кристалічного барію хлориду, кількісно переносять її у стакан, розчиняють в 50 мл води, додають 5мл 2н HCl і нагрівають майже до кипіння.
2. У другому стакані нагрівають до кипіння півторакратний надлишок осаджувача – розчин (0,2 н) H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. По краплі додають гарячий розчин сульфатної кислоти до гарячого розчину барію хлориду, постійно помішуючи скляною паличкою.
3. Стакан з осадом та паличкою накривають папером і прогрівують на киплячій водяній бані.
4. Коли осад осадять, перевіряють повноту осадження іону Ba<sup>2+</sup>, для чого обережно по стінці стакану чи палички додають 1-2 краплі H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> і спостерігають чи з'явиться муть. Потім залишають стакан з осадом для його дозрівання на декілька годин.
5. Рідину над осадом декантують на фільтр, не каламутячи осад. Осад промивають 2-3 рази методом декантування підкисленою дистильованою водою (5мл 2н HCl на 100мл води). Кожний раз використовують 20-30 мл промивної рідини. Після цього осад промивають 2-3 рази дистильованою водою до виділення іонів Cl<sup>-</sup> (проба з AgNO<sub>3</sub>).

6. Осад кількісно переносять на фільтр. Фільтр з осадом підсушують у сушильній шафі разом із лійкою.
7. Висушений фільтр з осадом переносять у прожарений і точно зважений тигель і прожарюють осад у муфельній печі 10-15 хвилин при 300°C.
8. Переносять тигель в ексікатор для охолодження та зважують. Прожарювання повторюють до тих пір, поки різниця двох останніх зважувань буде не більше 0,0002г.
9. Усі дані заносять у лабораторний журнал, визначають масу осаду і розраховують вміст барію у кристалічному барії хлориді.

Формула для розрахунку результатів аналізу:

$$X = \frac{G \cdot M_1 \cdot 100}{g \cdot M_2};$$

$X$  – вміст частини, яку визначають у %;

$G$  – маса вагової форми після прожарювання;

$M_1$  – молярна маса частини, яку визначають у грамах;

$M_2$  – молярна маса вагової форми;

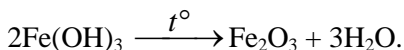
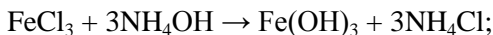
$g$  – наважка речовини, яку аналізують у грамах.

#### 1.1.4 Визначення заліза (III) у розчинах

**Прилади та реактиви:** електроплитки, сушильна шафа, муфельна піч, штативи з кільцем, стакани, скляні палички, фільтри (біла стрічка), лійки, тиглі.

**Розчини:** нітратна кислота (2н), амонію гідроксид (10%), амонію нітрат (2%), срібла нітрат (0,1н).

Найбільш поширеним способом вагового визначення заліза є осадження його у вигляді гідроксиду й зважування отриманого оксиду.





### *Хід роботи*

1. Розчин, який аналізують (містить не більш 0,1г заліза), підкислюють 3-5мл 2н  $\text{HNO}_3$  і обережно нагрівають, не даючи рідині закипіти.
2. До гарячого розчину додають краплями 10% розчин аміаку до появи слабого запаху, після чого вміст стакану добре перемішують скляною паличкою і розбавляють приблизно до 80-100мл гарячою дистильованою водою.
3. Дають рідині відстоятися 5 хвилин, після чого перевіряють повноту осадження додаванням 1-2 крапель розчину аміаку.
4. Зливають на фільтр (біла стрічка) шар рідини, промивають методом декантування декілька разів гарячим 2% розчином  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  і кількісно переносять на фільтр.
5. Осад на фільтрі промивають до повного видалення іонів  $\text{Cl}^-$  (перевірка промивних вод на іони  $\text{Cl}^-$  дією  $\text{AgNO}_3$ ).
6. Промитий осад просушують у сушильній шафі разом із фільтром і переносять у прожарений до постійної маси тигель.
7. Фільтр обвуглюють на маленькому полум'ї спиртівки так, щоб він не загорівся. Потім проводять прожарювання у муфельній печі при температурі 800-900°C до постійної маси.
8. Результати аналізу записують у журнал. Розрахунок проводять як у попередній роботі.

### *Контрольні питання*

1. У чому суть гравіметричного методу аналізу?
2. Класифікація методів гравіметричного аналізу.
3. Назвіть операції вагового визначення методом осадження.
4. Яким вимогам мають відповідати осад в гравіметричного методі аналізу? Яких умов необхідно дотримуватися при осадженні кристалічних та аморфних осадів?
5. Дати визначення поняттям: осаджувана та вагова форми. Які вимоги висуваються до цих форм?
6. Для чого проводять визрівання осадів?
7. Що значить: прожарити тигель до постійної маси?
8. Як визначають вміст кристалізаційної води в кристалогідратах? Який температурний режим витримують при висушуванні кристалогідратів?

9. Яку величину наважки рекомендують брати для аналізу? Як розрахувати величину наважки?
10. Які вимоги пред'являються до розчинника? Як розрахувати об'єм розчинника?
11. Які вимоги пред'являються до осаджувача? Як розрахувати масу осаджувача?
12. Які осадки придатні для гравіметричних визначень  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Ba}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Bi}^{3+}$  за значенням добутоків розчинності?
13. Які вагові форми мають осадки:  $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{Fe}(\text{OH})_3$ ,  $\text{AgCl}$ ,  $\text{BaSO}_4$ ,  $\text{CaC}_2\text{O}_4$ ?
14. Чому кальцій осаджують у ваговому аналізі  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ ? Чим краще осадити іон  $\text{Ag}^+$ : розчином  $\text{NaCl}$  чи  $\text{NH}_4\text{Cl}$ ?
15. Яка з названих солей кальцію:  $\text{CaSO}_4$ ;  $\text{CaCO}_3$ ;  $\text{CaC}_2\text{O}_4$  більш підходить для визначень  $\text{Ca}^{2+}$  ваговим методом?
16. При визначенні заліза (III) в розчинах, що аналізують перед додаванням осаджувача, підкислюють. Для чого це роблять?

## 2 Титриметричний (об'ємний) аналіз

Титриметричний аналіз базується на точному вимірюванні об'єму розчину реактиву відомої концентрації (титранту), котрий витрачено на реакцію з певним об'ємом розчину досліджуваної речовини.

Процес додавання одного розчину, який міститься в бюретці, до другого розчину, для визначення концентрації одного з них, називається **титруванням**.

В титриметричному аналізі розчин із точно відомою концентрацією називають **титрантом** або **титрованим робочим розчином**.

При титруванні до розчину, концентрацію якого визначають, поступово додають титрант, доки кількість молей еквівалентів його дорівнювала би кількості молей еквівалентів речовини, яку визначають. Цей момент титрування називають **точкою еквівалентності**.

Точку еквівалентності фіксують за допомогою речовин, які змінюють колір в точці еквівалентності в залежності від природи середовища. Ці речовини називають **індикаторами**.

## 2.1 Визначення концентрації в титриметричному аналізі

а) **Молярна концентрація  $C_M$  [моль/л]**. Молярна концентрація виражається числом молей речовини в 1л розчину:

$$C_M = \frac{\nu}{V}$$

де  $\nu$  – кількість розчиненої речовини, моль;

$V$  – об'єм розчину, л

Використовують, наприклад, таку форму позначення молярної концентрації:

$$C_M (\text{HCl}) = 0,1 \text{ моль/л, або } 0,1\text{M HCl.}$$

б) **Молярна концентрація еквівалента (нормальна концентрація)  $C_N$  [моль-екв/л], (у формулах іноді позначається  $N$ )**. Нормальна концентрація визначається числом еквівалентів речовини в 1л розчину :

$$C_N = \frac{E}{V},$$

де  $E$  - кількість еквівалентів розчиненої речовини, моль·екв;

$V$ - об'єм розчину, л.

Використовують таку формулу запису нормальної концентрації

$$C_N (\text{H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ моль·екв/л, або } 1\text{н H}_2\text{SO}_4$$

в) **Титр розчину  $T(A)$ , [г/мл]** (простий титр) – це маса речовини  $A$  в грамах, яка міститься в 1мл розчину:

$$T = \frac{m}{V},$$

де  $m$  – маса розчиненої речовини, г;

$V$  – об'єм розчину, мл.

Знаючи нормальну концентрацію розчину речовини  $A$ , обчислюють простий титр  $T(A)$  за формулою:

$$T(A) = \frac{C_n(A) \cdot m_e(A)}{1000}$$

Використовують таку форму позначення титру, наприклад, титру HCl:

$$T(\text{HCl}) = 0,01000\text{г/мл.}$$

г) **Титр по речовині, яку визначають  $T_{A/B}$ , [г/мл]** – це маса речовини В в грамах, що реагує з 1мл розчину реактиву А.

Приклад форми запису титру по речовині, яку визначають:

$$T_{\text{HCl/NaOH}}$$

таке позначення читають: титр хлоридної кислоти за натрію гідроксидом.

Наприклад, титр хлоридної кислоти за натрію гідроксидом дорівнює:

$$T_{\text{HCl/NaOH}} = 0,01000\text{г/мл}$$

Це означає: 0,01000г NaOH титрується 1мл розчину HCl, тобто число молей NaOH, що містяться в 0,01000г NaOH дорівнює числу молей HCl, що містяться в 1мл розчину HCl, або 0,01000г NaOH реагує з 1мл розчину HCl.

Формула переходу від простого титру  $T(A)$  до титру по речовині, яку визначають  $T_{A/B}$ , має вигляд:

$$T_{A/B} = \frac{T(A) \cdot m_e(B)}{m_e(A)}$$

де  $m_e(A)$ ,  $m_e(B)$  – еквівалентні маси речовин А і В, г/моль.

## 2.2 Розрахунки в титриметричному аналізі

Всі розрахунки в титриметричному аналізі базуються на понятті точки еквівалентності.

Точка еквівалентності – момент титрування, в якому число молей еквівалентів титранту дорівнює числу молей еквівалентів речовини, яку визначають.

Розрахунки проводять за законом еквівалентів для об'ємних визначень за результатами титрування. При цьому обчислюють:

- концентрації розчинів;
- маси речовин, які визначають.

## Розрахунки концентрації розчинів

### *Визначення нормальної концентрації $C_N(A)$ через відому нормальну концентрацію $C_N(B)$*

Якщо розчин аліквотної частки речовини А об'ємом  $V(A)$  мл титрують розчином речовини В з відомою нормальною концентрацією  $C_N(B)$ , об'єм розчину  $V(B)$  мл речовини В знаходять за результатами титрування.

Нормальну концентрацію розчину речовини А обчислюють так:

$$C_N(A) \cdot V(A) = C_N(B) \cdot V(B)$$

Звідси розраховують нормальну концентрацію  $C_N(A)$  розчину речовини А:

$$C_N(A) = \frac{C_N(B) \cdot V(B)}{V(A)}$$

### 2.3 Розрахунки маси речовин за результатами титрування

Визначення маси речовин проводять:

- за результатами титрування аліквотної частки розчину;
- за результатами титрування окремої наважки.

### *Визначення маси за результатами титрування аліквотної частки*

Коли відомі концентрація титранту В, об'єми  $V(B)$  і аліквотної частки  $V(A)$ , в точці еквівалентності маємо:

$$C_N(A) \cdot V(A) = C_N(B) \cdot V(B)$$

тоді:

$$m(A) = \frac{C_N(B) \cdot V(B) \cdot m_e(A)}{V(A)}$$

де  $m_e(A)$  – молярна маса еквівалента речовини А, г/моль.

### *Визначення маси речовини за результатами титрування точної маси наважки*

Коли відомі концентрація титранту В і об'єм  $V(B)$ , в залежності від способу вираження концентрації розчину В використовують наступні формули визначення маси:

- концентрація титранту В виражена через нормальну концентрацію  $C_N(B)$ .

В точці еквівалентності маємо:

$$\frac{m(A)}{m_e(A)} = \frac{C_n(B) \cdot V(B)}{1000}$$

тоді:

$$m(A) = \frac{C_H(B) \cdot V(B) \cdot m_e(A)}{1000}$$

- концентрація титранту В виражена через титр Т (В).

В точці еквівалентності справедлива рівність:

$$\frac{m(A)}{m_e(A)} = \frac{T(B) \cdot V(B)}{m_e(B)}$$

де  $m_e(B)$  – молярна маса еквівалента речовини В.

Тоді:

$$m(A) = \frac{T(B) \cdot V(B) \cdot m_e(A)}{m_e(B)}$$

- концентрація титранту виражена через титр по речовині, яку визначають  $T_{B/A}$ :

$$m(A) = T_{B/A} \cdot V(B)$$

Коли ж титрується не вся кількість визначуваної речовини, а лише частка її, яка міститься в аліквоті розчину, враховують співвідношення:

$$\frac{V_K}{V_n}$$

де  $V_K$  – об'єм мірної колби, мл;  $V_n$  – об'єм піпетки Мора, мл.

Тоді:

$$m(A) = \frac{T_{B/A} \cdot V(B) \cdot V_K}{V_n}$$

## 2.4 Способи приготування титрантів

За способом приготування титровані розчини діляться на **первинні стандартні розчини, вторинні стандартні розчини і фіксанальні.**

**Первинні стандартні розчини** – це розчини, які отримують розчиненням наважки вихідної речовини, взятої на аналітичних вагах, в мірній колбі заданого об'єму.

**Первинні стандартні (вихідні) речовини** – це речовини, які відповідають таким вимогам:

- відповідність складу речовини її хімічній формулі;
- стійкість речовини як в сухому вигляді, так і в розчині;
- бажано, щоб вона мала якомога більшу молярну масу еквівалента.

Приклади вихідних речовин:  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ;  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ;  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ;  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  та інші.

Розрахунки нормальної концентрації первинного стандартного розчину.

$$T = \frac{m}{V}; \quad T = \frac{C_H \cdot m_E}{1000};$$

$$C_H = \frac{T \cdot 1000}{m_e}.$$

**Вторинні стандартні розчини** – це розчини, точну концентрацію яких визначають за допомогою розчину вихідної речовини шляхом титрування.

Розрахунки нормальної концентрації вторинного стандартного розчину.

$$C_H(A) \cdot V(A) = C_H(B) \cdot V(B)$$

Звідси розраховують нормальну концентрацію  $C_H(A)$  розчину речовини А:

$$C_H(A) = \frac{C_H(B) \cdot V(B)}{V(A)}$$

Поправковий коефіцієнт  $K_{\text{п}}$  – число, що показує відношення практичної концентрації  $(C_{\text{п}})_{\text{пр}}$  речовини в розчині до її теоретичної концентрації  $(C_{\text{п}})_{\text{теор}}$ . Наприклад, потрібно приготувати розчин з теоретичною концентрацією 0,1000 моль/л. Практично приготовлений розчин з концентрацією 0,1056 моль/л. Тоді

$$K_{\text{п}} = \frac{0,1056}{0,1000} = 1,056$$

**Фіксанальні розчини** – це розчини, які отримують розчиненням 0,1 еквівалента маси речовини, що міститься в запаяній скляній ампулі, в мірній колбі ємністю 1л.

### 3 Метод кислотно-основного титрування

#### 3.1 Загальна характеристика методу кислотно-основного титрування

До методу кислотно-основного титрування відносяться об'ємні методи визначення, в основі яких лежить реакція:



Цим методом визначають кислоти, основи, солі слабких кислот і солі слабких основ, а також іноді речовини, які реагують з такими солями. Можливе роздільне визначення компонентів, які мають різні кислотно-основні властивості в їх суміші. Застосування неводних розчинників (спирт, ацетон та ін.), в яких ступінь дисоціації кислот і основ дуже змінюється, дає можливість збільшити число речовин, які можна визначити титруванням кислотами або лугами.

**Основними титрантами методу кислотно-основного титрування є розчини сильних кислот  $\text{HCl}$  або  $\text{H}_2\text{SO}_4$  і розчини лугів  $\text{NaOH}$  або  $\text{KOH}$**

#### 3.2 Індикатори методу нейтралізації. Вибір рН-індикаторів

**Точку еквівалентності** в методі кислотно-основного титрування визначають за допомогою кислотно-основних індикаторів, тобто рН-індикаторів.

**рН-індикатори** - це органічні речовини, які мають характер кислот, основ або амфолітів, що змінюють своє забарвлення залежно від рН розчину. Індикатор підбирають для титрування враховуючи основні характеристики: інтервал переходу й показник титрування.

**Інтервал переходу рН-індикатора** - це інтервал значень рН, в якому різко змінюється забарвлення індикатора. Інтервал переходу розраховується за формулою:

$$pH_{ind} = pK_{ind} \pm 1$$

де  $pK_{ind}$  - силовий показник індикатора;

$$pK_{ind} = -\lg K_{ind}$$

**Показник титрування (рТ)** - це значення рН, при якому спостерігається різка зміна забарвлення індикатора і закінчується титрування з ним.



**Вибір індикатора.** Індикатор підбирають таким чином, щоб зміна забарвлення індикатора відбувалась в межах стрибка титрування (0,1% в той чи інший бік від точки еквівалентності), або в точці еквівалентності.

Щоб вибрати індикатор, необхідно:

- написати рівняння реакції;
- розрахувати значення рН розчину в межах стрибка титрування,
- визначити рН розчину в точці еквівалентності.

***рН-індикатор вибирають таким чином, щоб інтервал переходу індикатора знаходився в межах стрибка титрування.***

Якщо обчислюють рН розчину в точці еквівалентності для титрування ***вибирають той індикатор, у якого величина рТ дорівнювала б величині рН розчину в точці еквівалентності, або знаходилася в межах рТ±0,3.***

Таким чином, для вибору індикатора дуже важливо вміти розрахувати рН розчину в процесі титрування, або визначити рН в точці еквівалентності.

### **3.3 Характеристика кривих титрування методу кислотно-основного титрування**

***Кривою титрування*** називається графічне зображення зміни рН розчину залежно від об'єму доданого розчину титранта (або відсотків відтитрованості) в процесі поступового титрування. Криві титрування характеризуються різкою зміною рН розчину поблизу точки еквівалентності - стрибком титрування.

***Стрибок титрування*** обчислюється в інтервалі 0,1% невідтитрованої речовини і 0,1% надлишку титранта.

Величина стрибка титрування залежить:

- від сили кислоти й основи, тобто їх здатності дисоціювати (Кд): чим сильніше кислота, тим більший стрибок;
- від концентрації: чим більша концентрація, тим більший стрибок;
- від температури: з підвищенням температури стрибок зменшується.

Останнє обумовлено тим, що іонний добуток води ( $K_{H_2O}$ ) дорівнює  $10^{-14}$  при 25°C. З підвищенням температури іонний добуток води зростає і при 80°C, наприклад, дорівнює  $2,4 \cdot 10^{-13}$ .

При титруванні розчину сильної кислоти лугом при 80°C рН розчину в точці еквівалентності дорівнює не 7, а 6,31:

$$pH = -\lg \sqrt{2,4 \cdot 10^{-13}} = 6,31$$

До точки еквівалентності рН розчину від температури не залежить, в точці ж еквівалентності і після точки еквівалентності - чим вища температура, тим менша величина рН розчину, тим вужчий стрибок титрування.

**Криві титрування використовуються для вибору рН-індикатора. Інтервал переходу і рТ індикатора повинні знаходитись в межах стрибка титрування.**

### 3.4 Приготування титранту НСІ (вторинного стандартного розчину) та його стандартизація

**Прилади та реактиви:** аналітичні терези, піпетки, циліндри, штативи, лійки, бюретки, конічні колби, мірні колби (250, 500мл), натрію тетраборат ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ).

**Розчини:** хлоридна кислота (конц.), метиловий оранжевий чи метиловий червоний.

#### *Хід роботи*

1. Розраховують, який об'єм концентрованої НСІ потрібно взяти для приготування 500мл 0,1н розчину?

а) визначають еквівалентну масу соляної кислоти:

$$m_e = \frac{M}{1}$$

б) визначають масу НСІ, необхідну для приготування 500мл 0,1н розчину:

$$m(\text{HCl}) = \frac{C_H \cdot m_e \cdot V(p - nu)}{1000};$$

в) визначають масу концентрованого розчину НСІ ( $\omega=36\%$ ), необхідну для приготування 500мл 0,1н розчину:

$$m(p - nu) = \frac{m \cdot 100}{\omega};$$

г) об'єм розчину обчислюють за формулою:

$$V = \frac{m(p - nu)}{\rho}$$

2. Ареометром визначають густину концентрованої соляної кислоти і по таблиці (довідник з аналітичної хімії) знаходять молярну

концентрацію (масову частку) розчину, яка відповідає даній густині.

3. Відміряють за допомогою піпетки або маленького циліндра хлоридну кислоту; вливають цю кількість в мірну колбу на 500мл і доводять до мітки дистильованою водою. Закривають колбу і перемішують приготований розчин.

### 3.5 Приготування розчину натрію тетраборату (первинного стандартного розчину) і його стандартизація

1. Готують 100мл 0,1н розчину натрію тетраборату (установчий розчин). Розраховують масу кристалогідрату.
2. Зважування проводять попередньо на технічних терезах; а потім на аналітичних:  
маса натрію тетраборату з тиглем –  $m_1$ ;  
маса пустого тигля –  $m_2$ ;  
наважка наважки –  $m = m_1 - m_2$ ;
3. Наважку розчиняють в дистильованій воді і доводять до мітки.
4. Розраховують нормальну концентрацію розчину за формулою:

$$T = \frac{m}{V}; \quad T = \frac{C_H \cdot m_e}{1000};$$

$$C_H = \frac{T \cdot 1000}{m_e}.$$

5. Установлюють нормальну концентрацію титранту НСІ. Для цього заповнюють розчином кислоти бюретку і встановлюють нуль.
6. Піпеткою відміряють 10 мл розчину натрію тетраборату, переносять в колбу для титрування, додають 1-2 краплі індикатора (метилового червоного чи метилового оранжевого) і титрують кислотою до слабкого рожевого забарвлення. Для порівняння готують розчин “свідок”: 20 мл дистильованої води, 1-2 краплі індикатора й краплю 0,1н розчину соляної кислоти.
7. Титрування проводять 3 рази. Усі отримані результати заносять в лабораторний журнал у вигляді таблиці

№ п/п	V <sub>бури</sub> мл	V <sub>кислоти</sub> мл	V <sub>сер</sub> (кислоти) мл

Нормальну концентрацію розчину кислоти обчислюють за формулою:

$$C_H(\kappa - m_i) = \frac{C_H(\text{бури}) \cdot V(\text{бури})}{V_{\text{сер}}(\kappa - m_i)}$$

### 3.6 Приготування титранту КОН (вторинного стандартного розчину) і його стандартизація.

**Прилади та реактиви:** аналітичні терези, технохімічні терези, штативи, мірні колби (250, 500 мл), конічні колби, лійки, піпетки, бюретки, калію гідроксид, щавлева кислота.

**Розчини:** фенолфталеїн.

#### *Хід роботи*

1. Розраховують наважку КОН, необхідну для приготування 500 мл 0,1н розчину:

$$m(\text{KOH}) = \frac{C_H(\text{KOH}) \cdot m_e(\text{KOH}) \cdot V(p - n_u)}{1000}$$

2. Зважують на технохімічних терезах розраховану наважку лугу, розчиняють її у дистильованій воді і доводять до мітки в мірній колбі на 500 мл.
3. Готують установчий розчин щавлевої кислоти ( $V = 250$ мл,  $C_H = 0,1$ моль/л) аналогічно з приготуванням установчого розчину натрію тетраборату.
4. Розраховують нормальність отриманого розчину
5. Встановлюють нормальність титранту лугу. Для цього піпеткою відбирають в колбу для титрування установчий розчин щавлевої кислоти приливають 1-2 краплі фенолфталеїну.
6. В бюретку наливають титрант (розчин лугу) і титрують розчин щавлевої кислоти розчином лугу до рожевого забарвлення, що не зникає при перемішуванні протягом 30 секунд. Титрування повторюють 3 рази.
7. Всі отримані результати заносять в лабораторний журнал в вигляді таблиці і розраховують нормальність розчину лугу за формулою:

$$C_H(\text{лугу}) = \frac{C_H(\kappa - \text{тл}) \cdot V(\kappa - \text{тл})}{V_{\text{сер}}(\text{лугу})}$$

### 3.7 Приклади кількісних визначень методом кислотно-основного титрування.

#### 3.7.1 Визначення невідомої концентрації кислоти чи лугу.

**Прилади та реактиви:** штативи, конічні колби, піпетки, бюретки.

**Розчини:** титрований розчин лугу, титрований розчин кислоти, фенолфталеїну.

#### *Хід роботи*

- 1) В колбу відбирають піпеткою певний об'єм розчину, що аналізують, приливають 1-2 краплі індикатора і титрують:
  - а) робочим розчином кислоти, якщо аналізований розчин - розчин -лугу.
- 2) Титрування проводять декілька разів, визначають середній об'єм титранту і розраховують невідому концентрацію розчину, що аналізують.

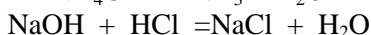
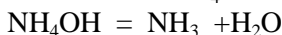
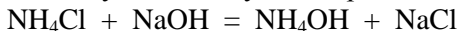
Цим методом можна визначати вміст органічної кислоти в витяжках із рослинної сировини (щавлю, ревеню) чи в фруктових соках.

#### 3.7.2 Визначення вмісту (в %) аміаку в амонійній суміші методом зворотнього титрування

**Прилади та реактиви:** аналітичні терези, електроплитки, мірні колби (200 або 250 мл), конічні колби, піпетки, бюретки, фільтрувальний папір.

**Розчини:** титрований розчин лугу, титрований розчин кислоти, реактив Неслера, метиловий оранжевий.

Процес визначення описується наступними рівняннями:



## *Хід роботи*

1. Зважують на аналітичних вагах приблизно 0,7 г  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ ,  $\text{NH}_4\text{Cl}$  чи  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  і розчиняють в дистильованій воді в мірній колбі на 200-250 мл.
2. Відмірюють піпеткою в колбу для титрування 20-25 мл розчину солі амонію, додають 30 мл 0,1 н розчину лугу і кип'ячать до повного видалення аміаку. Повноту видалення аміаку перевіряють таким чином: смужку фільтрувального паперу змоченого розчином реактиву Неслера вносять в пару, яка виділяється. Відсутність червоно-бурого забарвлення свідчить про видалення аміаку.
3. До охолодженого розчину додають 10-15 мл дистильованої води, приливають 1-2 краплі метилового оранжевого і відтитрують надлишок лугу розчином хлоридної кислоти відомої нормальності. Визначення повторюють три рази.
4. Розрахунки процентного вмісту аміаку в солі проводять за формулою:

$$\omega(\text{NH}_3) = \frac{C_n(\text{л}) \cdot V(\text{л}) - C_n(\text{HCl}) \cdot V(\text{HCl}) \cdot m_e(\text{NH}_3) \cdot V_k \cdot 100}{m \cdot V_n \cdot 1000}$$

де  $C_n(\text{л}) \cdot V(\text{л})$ - кількість  $\text{NaOH}$ , яка взята для розкладання солі амонію,

$C_n(\text{HCl}) \cdot V(\text{HCl})$ - кількість соляної кислоти, яка витрачена на титрування надлишку лугу, який не вступив в реакцію з амонійною сіллю,

$m_e(\text{NH}_3)$  – еквівалентна маса аміаку,

$V_k$  – об'єм мірної колби,

$m$  – наважка солі амонію,

$V_n$  – об'єм розчину, що взятий для титрування .

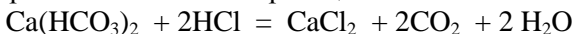
Отриманий результат порівнюють з теоретичним вмістом аміаку в досліджуваній солі.

### **3.7.3 Визначення тимчасової твердості води.**

**Прилади та реактиви:** конічні колби, піпетки, бюретки.

**Розчини:** титрований розчин хлоридної кислоти, метилового оранжевого.

Карбонатну (тимчасову) твердість визначають титруванням певного об'єму води титрованим розчином хлоридної кислоти з метиловим оранжевим. Рівняння реакції:



### *Хід роботи*

1. В конічну колбу відмірюють піпеткою 100 мл води, що аналізують.
2. Додають 2-3 краплі метилового оранжевого і титрують розчином хлоридної кислоти до переходу жовтого забарвлення індикатора в світло-рожеве.
3. Повторюють титрування три рази і розраховують середнє значення об'єму хлоридної кислоти.
4. Розраховують карбонатну твердість в тисячних долях еквівалентної маси на 1 літр води за формулою:

### *Контрольні запитання*

1. Суть методу кислотного титрування. Які речовини визначають методом кислотного титрування? Які титранти використовують в цьому методі?
2. Що таке точка еквівалентності і як її фіксують?
3. Як можна приготувати титровані розчини? Чи всі речовини можна використовувати для приготування таких розчинів шляхом взяття точної наважки (первинні стандартні розчини) розчини з приготуванням титром)?
4. Чим обумовлена зміна забарвлення індикаторів? Суть іонної теорії індикаторів.
5. Криві титрування. Як можна підібрати індикатор для кислотного титрування?
6. Що таке область переходу забарвлення індикатора і показник титрування індикатора?
7. Суть зворотного титрування.
8. З яким індикатором можна вести титрування мурашиної кислоти розчином гідроксиду натрію?
9. Чи можна титрувати розчин аміаку сильною кислотою, використовуючи індикатор метиловий червоний?

## 4 Методи оксидиметрії

Методи об'ємного аналізу, які базуються на реакціях окиснення-відновлення використовуються для кількісного визначення окисників чи відновників в розчині, що аналізують. Методи, що основані на реакціях окиснення-відновлення, зазвичай називають за титрантом, який використовують:

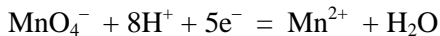
Перманганатометрія – використовують титрант калію перманганат.

Йодометрія – використовують реакції окиснення йодом або відновлення іонами йодиду.

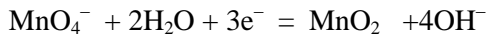
Хроматометрія – в основі лежать реакції окиснення біхромату калію  $K_2Cr_2O_7$ .

### 4.1 Перманганатометрія

Калію перманганат є окисником і в кислому, і в лужному середовищі. При титрування кислих розчинів відновлюється до безбарвних іонів  $Mn^{2+}$ :



В нейтральному і слабколужному середовищі  $MnO_4^-$  відновлюється до  $MnO_2$ :



#### 4.1.1 Приготування титранту $KMnO_4$ і його стандартизація

**Прилади і реактиви:** технохімічні ваги, циліндри чи стакани на 250 мл, склянки із темного скла, лійки, фільтри, штативи, конічні колби, піпетки, бюретки, електроплитки, термометри,  $KMnO_4$ .

**Розчини:** титрант щавлевої кислоти, розчин сульфатної кислоти (2н).

Розчин калію перманганату, як первинний стандартний розчин приготувати не можна, тому готують титрант калію перманганату, як вторинний стандартний розчин; первинний стандартний розчин – щавлева кислота.



### *Хід роботи*

1. Розраховують наважку  $\text{KMnO}_4$  необхідну для приготування 250 мл 0,1 н розчину.
2. На технохімічних терезах беруть наважку на 5-10 % більшу від теоретично розрахованої, переносять її в стакан з мітками ємністю 250 мл, розчиняють в невеликій кількості теплої води, доводять дистильованою водою до 250 мл і добре перемішують.
3. Розчин переливають в склянку із темного скла і залишають на 5-7 діб.
4. Після закінчення вказаного терміну розчин фільтрують і стандартизують за титрантом щавлевої кислоти. Для цього в конічну колбу для титрування відмірюють піпеткою 10 мл розчину щавлевої кислоти 0,1 н, додають 15 мл 2н сульфатної кислоти, нагрівають до 70-80°C (не кип'ятять) і титрують повільно розчином калію перманганату до блідо-рожевого забарвлення. Титрування повторюють 3 рази.
5. Записують в журнал  $V(\text{KMnO}_4)$  затрачений на титрування в кожній пробі і розраховують нормальність розчину калію перманганату.

#### **4.1.2 Приклади кількісних визначень методом перманганометрії.**

##### **Визначення заліза в солі Мора ( $\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )**

**Прилади та реактиви.:** аналітичні терези, мірні колби, піпетки, циліндри.

**Розчини:** титрант калію перманганат, розчин солі Мора, сульфатна кислота (10%, 2 н).

### *Хід роботи*

1. Зважують на аналітичних терезах точну наважку солі Мора (0,5г). Переносять в мірну колбу на 250 мл розчиняють в 10% сульфатній кислоті, доводять до мітки дистильованою водою і перемішують.
2. Піпеткою відмірюють точний об'єм розчину (5 мл), переносять в конічну колбу, підкислюють 10 мл 2н сульфатної кислоти і титрують розчином калію перманганату до світло-рожевого забарвлення.

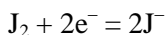
3. Розраховують вміст заліза в солі Мора.

### **Контрольні запитання.**

1. Який принцип лежить в основі методів окисно-відновного титрування?
2. Які методи окисно-відновного титрування використовують в хімічному аналізі? Які реакції лежать в основі цих методів?
3. В чому суть методу перманганатометрії?
4. Як фіксують точку еквівалентності в перманганатометрії?
5. В якому середовищі проводять титрування. Чому?
6. Чому в методі перманганатометрії не використовують соляну чи азотну кислоту для створення кислого середовища?
7. Чи можна приготувати титрант калію перманганату із точної наважки? Чому?
8. Як впливає світло на розчин калію перманганату при його зберіганні?
9. Чому титрування щавлевої кислоти розчином калію перманганату в кислому середовищі потрібно проводити при температурі 70-80° С?
10. Напишіть рівняння реакції калію перманганату з сіллю Мора в кислому середовищі.

## **4.2 Йодометрія.**

Йодометричний метод аналізу базується на окисно-відновних властивостях йоду:



Метод йодометрії використовується як для визначення відновників, так і для визначення окисників. Основними титрантами в йодометрії є розчини йоду та тіосульфату натрію.

При визначенні відновників розчин, що аналізують безпосередньо титрують розчином йоду. При визначенні окисників до розчину, що аналізують додають надлишок йодиду калію і йод, який виділився титрують розчином тіосульфату натрію.

Індикатором в йодометрії є розчин крохмалю. При титруванні йодом тіосульфату (при визначенні окисників) крохмаль потрібно додавати в кінці титрування до солом'яно-жовтого розчину тому, що велика кількість йоду, який виділився, буде адсорбована крохмалем і сповільнюється реакція взаємодії йоду з тіосульфатом натрію.

#### **4.2.1 Приготування титранту натрію тіосульфату і встановлення його нормальності.**

**Прилади та реактиви:** конічні колби, піпетки, бюретки, мірні колби, технохімічні ваги, натрію тіосульфат, натрію карбонат.

**Розчини:** калію йодид (10%), сульфатна кислота 2 н, титрант калію перманганату, крохмаль.

#### *Хід роботи*

1. Розраховують наважку натрію тіосульфату необхідну для приготування 250 мл 0,1 н розчину.
2. На технохімічних вагах беруть наважку натрію тіосульфату, близьку до розрахованої, переносять її в мірну колбу на 250мл, розчиняють в охолодженій дистильованій воді, додають 0,4-0,5 % (по відношенню до маси натрію тіосульфату) натрію карбонату і доводять розчин до мітки. Колбу залишають в темному місці на 5-6 діб.
3. В колбу для титрування наливають послідовно 8-10 мл 10% розчину калію йодиду, 10-15 мл 2н сульфатної кислоти і точний об'єм 10-15 мл титранту калію перманганату. Добре перемішують вміст колби і витримують в темному місці 5 хв. до закінчення реакції.
4. Суміш розбавляють 50-100 мл води і титрують розчином натрію тіосульфату при безперервному помішуванні до зміни бурого забарвлення розчину в солом'яно-жовтий. Потім додають 1-3 мл розчину крохмалю і титрують до знебарвлення розчину.
5. Титрування проводять 2-3 рази. Знаходять середнє значення і розраховують нормальність розчину натрію тіосульфату.

#### **4.2.2 Приготування розчину йоду і встановлення його нормальності.**

**Прилади та реактиви:** технохімічні ваги, мірні колби 250 мл, піпетки, бюретки, конічні колби, йод, калію йодид.

**Розчини:** титрант натрію тіосульфат, крохмаль.

### *Хід роботи*

1. Розраховують наважку для приготування 250 мл 0,1 н розчину йоду.
2. На технохімічних вагах зважують наважку йоду, близьку до розрахованої.
3. У колбу на 250 мл переносять 5-6 г чистого калію йодиду і розчиняють його у 15 мл води. Потім переносять в колбу наважку йоду і після його розчинення доливають водою до мітки.
4. Відібрану аліквоту розчину 10 мл титрують розчином натрію тіосульфату так, як вказано в попередньому визначенні.
5. Титрування повторюють 3 рази, визначають середній об'єм і розраховують нормальність йоду.

### **4.2.3 Приклади кількісних визначень методом йодометрії**

#### **4.2.3.1 Визначення міді (II) в мідному купоросі**

**Прилади та реактиви:** аналітичні терези, циліндри, мірні колби, конічні колби, піпетки, бюретки, міді сульфат ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ).

**Розчини:** калію йодид (10%), сульфатної кислоти (2н), титрант розчин натрію тіосульфату, крохмаль.

### *Хід роботи*

1. Зважують точну наважку мідного купоросу (6 г).
2. Розчиняють в мірній колбі на 250 мл.
3. Відбирають піпеткою аліквотну частину розчину (10 мл) в колбу для титрування, додають циліндром 8 мл 10%-ного розчину калію йодиду та 8 мл розчину 2н сульфатної кислоти. Розчин добре перемішують та залишають в темному місці на 5 хвилин.
4. Титрують вміст колби розчином натрію тіосульфату до солом'яно-жовтого кольору, додають 2 мл розчину крохмалю та продовжують титрування до зникнення синього забарвлення. Титрування повторюють 3 рази.
5. Визначають вміст міді в мідному купоросі у відсотках.

#### **4.2.3.2 Визначення вмісту хрому в калію дихроматі**

**Прилади та реактиви:** аналітичні терези, циліндри, мірні колби (250мл), конічні колби, піпетки, бюретки, калію дихромат.

**Розчини:** калію йодид (10%), сульфатної кислоти (2н), титрований розчин натрію тіосульфату, крохмаль.

#### *Хід роботи*

1. Зважують точну наважку калію дихромату (1,2 г) кількісно переносять її в мірну колбу на 250 мл, розчиняють та доводять водою до мітки.
2. Відмірюють піпеткою точний об'єм розчину 10 мл переносять в конічну колбу, додають циліндром 8 мл 10%-ного розчину калію йодиду та 8 мл розчину 2н сульфатної кислоти. Розчин добре перемішують та залишають в темному місці на 5 хвилин.
3. Після цього додають 50-100 мл води і титрують розчином натрію тіосульфату до солом'яно-жовтого кольору, додають 2мл розчину крохмалю та продовжують титрування до зникнення синього та появи зеленого забарвлення.
4. Титрування повторюють 3 рази.
5. Визначають вміст хрому в калію дихроматі у відсотках.

#### **4.2.3.3 Визначення вмісту $\text{Na}_2\text{S}$ в технічному натрію сульфіді**

**Прилади та реактиви:** аналітичні терези, циліндри, мірні колби (250мл), конічні колби, піпетки, бюретки, натрію сульфід технічний.

**Розчини:** титрант йоду, хлоридної кислоти (2н), титрант натрію тіосульфат.

#### *Хід роботи*

1. Зважують точну наважку (приблизно 1 г) натрію сульфіді кількісно переносять її в мірну колбу на 250 мл, розчиняють та доводять водою до мітки.
2. Відбирають піпеткою точний об'єм розчину 20 мл переносять в конічну колбу. Після цього додають точний об'єм розчину йоду (20 мл), 10 мл розчину 2н хлоридної кислоти.
3. Йод, що не прореагував (надлишок) відтитровують розчином натрію тіосульфату.
4. Титрування повторюють 3 рази. Обчислюють вміст натрію сульфіді в аналізованому розчині в відсотках. Для цього спочатку визначають об'єм розчину йоду, який прореагував із взятим об'ємом аналізованого розчину:

$$V(J_2) = V_1(J_2) - \frac{V(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) \cdot C_n(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O)}{C_n(J_2)}$$

де  $V(J_2)$ - об'єм титрованого розчину, витрачений на реакцію з розчином аналізованого розчину,

$V_1(J_2)$  - об'єм титрованого розчину йоду, доданого до проби аналізованої речовини.

### **Контрольні запитання**

1. В чому суть методу йодометрії ?
2. Який індикатор використовують в методі йодометрії?
3. Назвіть умови виконання йодометричних визначень?
4. Як проводиться визначення окисників йодометричним методом?
5. Як проводиться визначення відновників методом йодометрії?
6. Чи можна приготувати титрант натрію тіосульфат шляхом розчинення точної наважки? Чому?
7. Напишіть рівняння реакцій, які лежать в основі кількісних визначень міді в мідному купоросі, хрому в калію дихроматі, натрію сульфіді в технічному натрію сульфіді.

### **5. Метод комплексонометрії**

В методі комплексонометрії як титрант часто часто застосовують розчин комплексону III (трилон Б).

Трилон Б – це динатрієва сіль етилендіамінтетраоцтової кислоти, яка з іонами металу утворює стійку малодисоційовану внутрішньо-комплексну сіль – комплексонат.

#### **Приготування титранту трилону Б і його стандартизація**

**Прилади і реактиви:** техно-хімічні терези, аналітичні терези, мірні колби (250 – 1000 мл), конічні колби, піпетки, бюретки, трилон Б, кислотний хром темно-синій.

**Розчини:** кальцію хлорид або магнію сульфат (фіксанал), амонію хлорид (20%), амонію гідроксид (20%).

Розраховують наважку трилону Б, необхідну для приготування 250 мл 0,1 н розчину за формулою:

$$m(Tr.B) = \frac{C_n \cdot m_e \cdot V(p - ну)}{1000}$$

де  $C_n$  – нормальна концентрація трилону Б

$m_e$ - еквівалентна маса трилону Б

$V_{p-ny}$  –об'єм розчину

Титрант трилону Б можна приготувати двома способами:

1. Шляхом взяття точної наважки хімічно чистого препарату – первинний стандартний розчин.

2. Шляхом приготування титранту трилону Б приблизної концентрації (0,1н) – вторинний стандартний розчин і стандартизація його за розчином кальцію хлориду або магнію сульфату, приготовлених з фіксаналів.

### **Спосіб 1**

- 1) Беруть точну наважку хімічно чистого трилону Б близьку до розрахованої і розчиняють в мірній колбі на 250 мл.
- 2) Знаючи величину наважки, розраховують нормальність розчину за формулою:

$$C_n = \frac{a \cdot 1000}{m_e \cdot V_{p-ny}}$$

### **Спосіб 2**

- 1) На техно-хімічних терезах зважують наважку трилону Б близьку до розрахованої і готують титрант в колбі на 250 мл.
- 2) Розчин стандартизують за кальцієм хлоридом чи магнію сульфатом, приготовлених з фіксаналів. Для цього відбирають піпеткою 10 мл приготовленого із фіксаналу розчину  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  або  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , додають 5 мл буферного розчину, 50 мл дистильованої води,  $\approx 0,03$  г індикатора кислотного хрому темно-синього і титрують розчином трилонуБ до переходу винно-червоного забарвлення в синє.
- 3) Розраховують нормальність розчину трилону Б.

Для приготування аміачного буферного розчину змішують 100 мл 20% розчину амонію хлориду ті 100 мл 20% розчину амоніаку і доводять об'єм до мітки в колбі на 1 л.

## 5.2 Приклади кількісних визначень методом комплексометричного титрування

### 5.2.1 Визначення загальної твердості води

**Прилади та реактиви:** мірні колби, конічні колби, піпетки, бюретки.

**Розчини:** аміачний буферний розчин, титрант - розчин трилону Б, еріохром чорний Т.

#### *Хід роботи*

1. В колбу для титрування відмірюють піпеткою 100 мл досліджуваної проби води (можна водопровідної), приливають 5 мл аміачного буферного розчину і додають краплями розчин індикатора (еріохрома чорного Т до появи добре видимого, але не дуже темного винно-червоного забарвлення).
2. Титрують аналізовану воду розчином трилону Б до переходу винно-червоного забарвлення в синє.
3. Титрування повторюють 3 рази, знаходять середнє значення об'єму комплексону, витраченого на титрування.
4. Загальну твердість води обчислюють за формулою:

$$T_{в.} = \frac{C_n \cdot V_{TrB} \cdot 1000}{V_{води}}$$

де  $C_n$  – нормальна концентрація трилону Б  
 $V_{TrB}$  – об'єм трилону Б, витраченого на титрування  
 $V_{води}$  – об'єм проби води, взятий для визначення.

Для переходу в градуси твердості, одержане значення твердості в моль/л множать на 2,8.

Об'єм аналізованої проби води залежить від вмісту солей кальцію та магнію і знаходиться в межах від 10 до 100 мл:

Твердість води, градуси	1-15	15-30	30-60	60
Об'єм проби води, мл	100	50	25	10



### 5.2.2 Визначення кальцію та магнію у водній витяжці із ґрунту

**Прилади та реактиви:** ступка, сито (діаметр отворів 1 мм), технохімічні терези, колби (1 л), конічні колби, піпетки, бюретки, ґрунт, фільтри, лійки, стакани, мурексид, еріохром чорний Т.

**Розчини:** аміачний буферний розчин, титрант - розчин трилону Б, натрію гідроксид (2н).

Комплексонометричним методом можна визначати вміст іонів  $\text{Ca}^{2+}$  та  $\text{Mg}^{2+}$  при їх сумісній присутності в ґрунтовому розчині. Суть методу полягає в тому, що спочатку визначають сумарний вміст іонів  $\text{Ca}^{2+}$  та  $\text{Mg}^{2+}$ , титруючи водну витяжку ґрунту, розчином трилону Б в присутності хромогена чорного спеціального (еріохрома чорного Т). Після цього знаходять вміст іонів  $\text{Ca}^{2+}$ , титруючи водну витяжку ґрунту розчином трилону Б в присутності індикатора мурексиду. За різницею цих двох визначень знаходять вміст іонів  $\text{Mg}^{2+}$ .

#### *Хід роботи*

1. Із сухого ґрунту, подрібненого в ступці і просіяного через сито, беруть наважку 50 г, переносять в колбу на 1 л, додаючи 500 мл прокип'яченої дистильованої води, закривають корком і струшують протягом 3-5 хвилин.
2. Одержану суспензію фільтрують через складчастий фільтр. Якщо фільтрат буде мутним, то його вдруге фільтрують через цей же фільтр.
3. В колбу для титрування відмірюють піпеткою 50 мл досліджуваної проби, приливають 5 мл аміачного буферного розчину і додають 1 мл розчину індикатора еріохрома чорного Т до появи добре видимого, але не дуже темного винно-червоного забарвлення.
4. Титрують аналізовану пробу розчином трилону Б до переходу винно-червоного забарвлення в синє.
5. Титрування повторюють 3 рази, знаходять середнє значення об'єму комплексону, витраченого на титрування.
6. Вміст кальцію та магнію в 50г ґрунту або в 50 мл проби обчислюють за формулою:

$$(Ca^{2+}, Mg^{2+}) = \frac{C_n \cdot V_{ТрБ} \cdot 1000}{V_{вод.вит.}}$$

- де  $C_n$  – нормальна концентрація трилону Б  
 $V_{ТрБ}$  – об'єм трилону Б, витраченого на титрування  
 $V_{вод.вит.}$  – об'єм проби водної витяжки, взятий для визначення.
7. 50 мл водної витяжки переносять в колбу для титрування, додають 2,5 мл 2н розчину натрію гідроксиду 30-40 мг мурексиду і титрують розчином трилону Б до появи синьо-фіолетового забарвлення, яке не зникає впродовж 2-3 хвилин
  8. Титрування повторюють 3 рази і знаходять середнє значення об'єму.
  9. Вміст кальцію в 50 г ґрунту обчислюють за формулою:

$$(Ca^{2+}) = \frac{C_n \cdot V_{ТрБ} \cdot 1000}{V_{вод.вит.}}$$

10. Вміст магнію знаходять за різницею:

$$(Mg^{2+}) = (Ca^{2+}, Mg^{2+}) - (Ca^{2+})$$

### **Контрольні запитання**

1. Яка реакція лежить в основі методу комплексометрії? Який титрант використовується в цьому методі?
2. Для визначення яких іонів можна використати трилон Б.
3. Які індикатори використовують в методі комплексометрії?
4. Чому титрування в методі комплексометрії виконують в присутності буферної суміші?
5. Які методи титрування використовують в комплексометрії?
6. Для чого кип'ятять дистильовану воду, яку використовують для одержання ґрунтової витяжки (при визначенні кальцію та магнію)?

## Список рекомендованой літератури

### Основна література

1. Харитонов Ю.А. Аналитическая химия. Количественный анализ. –М.: Высшая школа, 2003.
2. Алексеев В.Н., Курс качественного химического полумикроанализа. - М.: Химия, 1973.
3. Основы аналитической химии /Под ред. Крешкова А.П. – М.: Химия,1976.
4. Логинов Н.Я., Воскресенский А.Г., Солодкин И.С., Аналитическая химия. – М.: Просвещение, 1979.
5. Практикум по аналитической химии /Под ред. Пономарева В.Д., Ивановой Л.И. – М.: Высшая школа, 1983.
6. Полеес М.Э., Душечкина И.Н., Аналитическая химия. – М.: Медицина, 1987.

### Додаткова література

1. Основы аналитической химии. Практическое руководство/ Под.ред. Ю.А. Золотова.- М.: Высш.шк., 2001.
2. Лурье Ю. Справочник по аналитической химии.- М.:Химия, 1981.
3. Основы аналитической химии: В 2т./ Под ред. Ю.А.Золотова – М.: Высш.шк., 1999.
4. Основы аналитической химии. Практическое руководство/ Под.ред. Ю.А. Золотова.- М.: Высш.шк., 2001.

Методичне видання  
(українською мовою)

**Л.О. Омелянчик, Т.В. Панасенко, О.В. Ткачук**

*АНАЛІТИЧНА ХІМІЯ  
КІЛЬКІСНИЙ АНАЛІЗ*

*Методичні вказівки до лабораторних робіт  
для студентів I курсу біологічного факультету  
спеціальності “Біологія”, “Екологія”*

Рецензент

Відповідальний за випуск **Л.О. Омелянчик**

Коректор **О.В. Ткачук**