

**Міністерство освіти і науки України
Державний вищий навчальний заклад
«Прикарпатський національний університет імені Василя Стефаника»
Факультет природничих наук**

О.В. Кузишин, Л.В. Базюк, Л.Я. Мідак

ЛАБОРАТОРНИЙ ПРАКТИКУМ

з дисципліни «Аналітична хімія довкілля»

Івано-Франківськ, 2021

УДК 330.332(447)(075.8)

ББК 24.4я 73

К 89

Рекомендовано до друку ухвалою Вченої ради Факультету природничих наук ДВНЗ «Прикарпатський національний університет імені Василя Стефаника», протокол № від листопада 2021 року

Упорядники:

О.В. КУЗИШИН, доцент, кандидат фізико-математичних наук

Л.В. БАЗЮК, доцент, кандидат фізико-математичних наук

Л.Я. МІДАК, доцент, кандидат хімічних наук

РЕЦЕНЗЕНТИ:

Т.М. ТАРАС – кандидат хімічних наук, доцент, завідувач кафедри хімії середовища та хімічної освіти ДВНЗ «Прикарпатський національний університет імені Василя Стефаника»;

Н.І. ГЛІБОВИЦЬКА – кандидат біологічних наук, викладач кафедри екології технічних наук, Івано-Франківського національного технічного університету нафти і газу.

Кузишин О.В., Базюк Л.В., Мідак Л.Я.

К 89 Лабораторний практикум з дисципліни «Аналітична хімія доквілля» для студентів спеціальності 101 Екологія. – Івано-Франківськ: пп Голіней О.М., 2021. – 87 с. – 100 пр.

Лабораторний практикум складається з двох частин. У першій частині приведено загальні правила роботи в хімічній лабораторії та заходи безпеки. Друга частина містить теоретичні відомості та методичні вказівки до виконання лабораторних робіт з курсу «Аналітична хімія доквілля». Опис лабораторних робіт поданий за схемою: мета і завдання роботи, засоби виконання роботи, теоретичні основи методу, хід роботи, розрахунки за отриманими результатами, контрольні запитання.

УДК 330.332(447)(075.8)

ББК 24.4я 73

© Упор. Кузишин О. В., Базюк Л.В., Мідак Л.Я., 2021

© ДВНЗ «Прикарпатський національний університет імені Василя Стефаника»

ЗМІСТ

Вимоги до оформлення звіту з лабораторної роботи.....	4
1. Загальні правила роботи в хімічній лабораторії.....	4
2. Заходи безпеки.....	5
Лабораторна робота №1. Визначення кислотності та лужності води.....	7
Лабораторна робота №2. Визначення карбонатної твердості води та наявності різних форм карбонатної кислоти.....	16
Лабораторна робота №3. Приготування і стандартизація робочих розчинів у методі комплексонометрії. Визначення загальної твердості води і вмісту йонів Кальцію та Магнію.....	21
Лабораторна робота №4. Приготування і стандартизація розчинів у методі перманганатометрії. Визначення перманганатної окиснюваності води методом Кубеля.....	30
Лабораторна робота №5. Приготування та стандартизація робочих розчинів у методі йодометрії. Визначення розчиненого у воді кисню методом Вінклера.....	36
Лабораторна робота №6. Приготування і стандартизація робочих розчинів у методі аргентометрії. Визначення вмісту хлорид-йонів у воді методом Мора.....	44
Лабораторна робота №7. Визначення нітрит- та нітрат-йонів у воді.....	48
Лабораторна робота №8. Визначення Феруму у природній воді.....	53
Лабораторна робота №9. Підготовка зразка ґрунту до аналізу та визначення його структури.....	57
Лабораторна робота №10. Визначення гігроскопічної вологи в ґрунті. Ґрунтова волога та водні властивості ґрунту.....	59
Лабораторна робота №11. Визначення активної, обмінної та гідролітичної кислотності ґрунту.....	62
Лабораторна робота №12. Визначення гумусу в ґрунті за методом І.В.Тюріна (в модифікації В.Н. Симакова). Якісне визначення різних форм гумусу в ґрунті та їх властивості.....	63
Лабораторна робота №13. Визначення катіонів у водних витяжках ґрунту.....	67
Лабораторна робота №14. Визначення аніонів у водних витяжках ґрунту.....	70
Лабораторна робота №15. Якісне визначення деяких органічних речовин ґрунту.....	72
Лабораторна робота №16. Визначення вмісту вуглекислого газу у повітрі навчальної лабораторії.....	74
Лабораторна робота №17. Визначення сульфур(IV) оксиду в повітрі навчальної лабораторії.....	76
Лабораторна робота №18. Визначення нітроген(IV)оксиду в повітрі навчальної лабораторії.....	78
Лабораторна робота №19. Визначення гідроген сульфід у повітрі навчальних лабораторій.....	81
Перелік рекомендованої та використаної літератури.....	84

ВИМОГИ ДО ОФОРМЛЕННЯ ЗВІТУ ДО ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ

У звіті вказують мету роботи, дають перелік приладів, реактивів та посуду, що застосовується при виконанні лабораторної роботи; складають схеми приладів та устаткування, на якому проводять експеримент; вказують умови, в яких виконувалася робота, описують результати дослідження та рівняння хімічних реакцій. Записи повинні бути акуратними, з широким інтервалом між рядками та полями. Рівняння для розрахунків величин, що визначаються в досліді, наводять у загальному вигляді та з підставленими даними. Звіт закінчується висновками та відповідями на запитання, які були поставлені до кожного досліді і лабораторної роботи.

1. ЗАГАЛЬНІ ПРАВИЛА РОБОТИ В ХІМІЧНІЙ ЛАБОРАТОРІЇ

З перших днів роботи в лабораторії студент повинен привчити себе до акуратності та уваги, відсутність яких часто буває причиною недостовірності результатів експерименту, а також може привести до нещасних випадків.

Під час роботи в хімічній лабораторії необхідно знати і виконувати наступні правила:

1. Перед приходом на заняття слід ознайомитися з темою за методичним посібником, підручником та конспектом лекцій.
2. Перед виконанням лабораторної роботи потрібно прочитати відповідний опис, підготувати всі прилади та реактиви, необхідні для проведення дослідів, та з'ясувати всі незрозумілі питання у викладача.
3. Потрібно дотримуватися всіх заходів безпеки, що вказані в спеціальній інструкції з техніки безпеки та методичному посібнику.
4. На робочому місці потрібно підтримувати чистоту і порядок, не загромождувати сторонніми предметами. Всі предмети повинні знаходитися в певному порядку, так, щоб було зручно їх брати. Штатив з пробірками та набором реактивів потрібно ставити перед собою, справа від нього залишити вільне місце для лабораторного журналу і методичного посібника.

5. Методичний посібник і книги під час виконання лабораторних робіт потрібно оберігати від попадання на них води і хімічних реактивів. Забороняється ставити склянки з реактивами на книги і зошити.
6. При використанні реактивів необхідно дотримуватися наступних правил:
- Під час виконання роботи потрібно користуватися незабрудненими реактивами.
 - Не можна брати реактиви і крапельні піпетки з інших штативів. Якщо деякі реактиви і лабораторне обладнання відсутні, потрібно звернутися до інженера лабораторії.
 - Склянки з реактивами загального користування повинні знаходитися на означеному місці, їх не можна переносити на робочі столи.
 - Перш ніж брати реактив з полички, потрібно уважно прочитати етикетку з назвою реактиву, після виконання досліду повернути реактив на те ж місце.
 - Усі склянки з реактивами потрібно тримати закритими і відкривати їх тільки під час досліду; закривати не плутаючи корки, оскільки реактиви при цьому забруднюються.
 - Сухі реактиви відбирати чистим шпателем.
 - Реактиви, що не були використанні в досліді, не можна знову висипати в склянку з чистим реактивом. Їх потрібно передати інженеру лабораторії.
 - Дорогі та отруйні реактиви (сполуки срібла, ртуті та ін.) після проведення дослідів не можна виливати в раковину. Їх потрібно зливати в окремі склянки.
7. Без дозволу викладача не можна виконувати досліди, яких немає у відповідному посібнику.

2. ЗАХОДИ БЕЗПЕКИ

1. Усі роботи з отруйними речовинами, речовинами, що мають сильний запах, а також з кислотами, що випаровуються, і кислими розчинами потрібно проводити у витяжній шафі. При виконанні дослідів потрібно використовувати

тільки розчини з вказаною концентрацією і дотримуватися рекомендованого дозування.

2. Досліди з легкозаймистими рідинами (вуглеводні, ацетон, діетиловий етер та інші) проводити у витяжній шафі. Категорично забороняється використання відкритого вогню або електронагрівальних приладів з відкритою спіраллю.

3. Розжарені предмети потрібно ставити тільки на азбестовий картон.

4. При роботі з металічним натрієм або іншими лужними металами потрібно остерігатися попадання на них води (можливий вибух!). Зберігати лужні метали потрібно під шаром гасу або вазелінової олії. Різати лужні метали повинен лаборант, і ні в якому разі, не можна кидати обрізки у смітник або раковину.

5. Під час нагрівання розчинів в пробірці потрібно користуватися пробіркотримачем, спрямовуючий отвір пробірки у протилежний від студента та його сусіда напрямок.

6. Не нахилитися над киплячою рідиною або речовинами, що можуть розплавлятися, для запобігання попадання речовини в обличчя.

7. Запах речовин слід визначати обережно, не нахилиючись над пробіркою і не вдихаючи на повні груди. Направляти пару речовини легким рухом руки.

8. Під час роботи з твердими лугами (подрібненні великих шматків, виготовленні сумішей для плавлення) обов'язково потрібно надягати захисні окуляри. Брати луги потрібно тільки щипцями або пінцетом. Необхідно ретельно прибрати залишки лугу з робочого столу.

9. Під час розбавлення кислот, особливо сірчаної (сульфатної), кислоту потрібно вливати обережно, невеликими порціями, до води, а не навпаки.

10. Якщо під час роботи кислота або луг потрапили на тіло, потрібно змити їх сильним потоком води і звернутися до лаборанта або викладача за допомогою.

11. У лабораторії категорично забороняється палити або споживати їжу.

12. Не можна кидати у водопровідні раковини папір, бите скло, залишки металів.

13. У разі нещасного випадку необхідно миттєво звернутися до інженера лабораторії або викладача!

Лабораторна робота №1

Тема: Визначення кислотності та лужності води.

Мета: визначити вільну та загальну кислотність та лужність води. Ознайомитись з методикою визначення із застосуванням реакцій нейтралізації.

Знати:

- суть кислотно-основного титрування;
- особливості фіксування точки еквівалентності в методі нейтралізації;
- суть визначення кислотності та лужності.

Вміти:

- визначати вільну та загальну кислотність води;
- визначати вільну та загальну лужність води.

САМОСТІЙНА РОБОТА НА ЗАНЯТТІ

1. Виконання тестових завдань (перевірка домашньої самопідготовки).
2. Виконання лабораторної роботи.
3. Обговорення та математична обробка експериментальних результатів.
4. Обговорення висновків та оформлення протоколу (залік лабораторної роботи).

Теоретичні відомості

Кислотно-основне титрування (метод нейтралізації)

До кислотно-основного титрування відносять методи, в яких використовують реакцію нейтралізації, тобто взаємодію йонів гідроксонію H_3O^+ з йонами OH^- :



Або спрощено:



Метод нейтралізації дає змогу кількісно визначати кислоти, основи та солі, які здатні гідролізувати. Його широко використовують у клінічних лабораторіях для визначення кислотності шлункового соку, сечі, жіночого молока, соку підшлункової залози та інших біологічних рідин.

У санітарно-гігієнічних дослідженнях метод нейтралізації використовують для визначення кислотності різноманітних харчових продуктів, під час аналізу питної та стічних вод, повітря тощо.

Робочими розчинами методу нейтралізації є розчини сильних кислот і лугів, які швидко й кількісно реагують з речовинами, здатними вступати в реакцію нейтралізації. Титровані розчини кислот готують, використовуючи хлоридну, сульфатну та перхлоратну кислоти.

Як робочі розчини лугів використовують розчини гідроксидів натрію, калію або барію, які є стійкими в разі зберігання їх у пластиковій або парафіновій тарі без доступу вуглекислого газу з повітря. Усі названі титранти є розчинами зі встановленим титром.

Як первинні стандарти для встановлення точної концентрації розчинів кислот використовують натрій тетраборат декагідрат або натрій карбонат.

Для встановлення точки еквівалентності в методі нейтралізації використовують кислотно-основні індикатори, які за своєю природою є слабкими органічними кислотами або основами.

Особливості фіксування точки еквівалентності в методі нейтралізації

Більша або менша точність фіксування точки еквівалентності залежить від якості й кількості індикатора, а також від порядку титрування. Кількість індикатора повинна бути 1-2 краплі на 25 мл розчину.

Порядок титрування також є дуже важливим при фіксуванні точки еквівалентності. Наприклад, якщо титрувати кислоту лугом у присутності метилового оранжевого, то закінчення титрування повинне супроводжуватися зміною забарвлення від однієї краплі лугу з рожевого в жовте. Цей перехід забарвлення сприймається важко й не може бути встановлений достатньо точно. Набагато легше фіксувати зворотну зміну забарвлення, тобто перехід з жовтого в рожеве. Тому титрування з метиловим оранжевим рекомендують проводити від лугу до кислоти.

При титруванні від кислоти до лугу з фенолфталеїном відбувається легко вловимий перехід забарвлення (від безбарвного до рожевого). Однак і зворотна зміна його спостерігається досить точно. Тому порядок титрування не має тут такого значення, як при вживанні метилового оранжевого.

Варто звернути увагу на ті обставини, що при різному порядку титрування титрують до різних відтінків забарвлення й, отже, до різних величин рН. Відомо, що при титрування сильних кислот сильними лугами (або навпаки) рН за повної нейтралізації (точка еквівалентності) дорівнює 7. Тоді очевидно, що при титруванні лугу кислотою з метиловим оранжевим титрування закінчують (щоб не сильно перетитрувати) при рН 4,0 (забарвлення змінюється від жовтого до жовтогарячого). Якщо титрувати кислоту лугом, то титрування слід закінчувати при рН 4,4 (від рожевого до жовтого забарвлення). Під час титрування з фенолфталеїном кислоти лугом титрування закінчують при рН 9 (поява слабого рожевого забарвлення), а від лугу до кислоти при рН 8,2 (знебарвлення).

Щоб легше зафіксувати зміну забарвлення в момент закінчення титрування, зручно, особливо при титруванні з метиловим оранжевим, користуватися так званим **свідком**. Для приготування такого свідка в колбу вміщують приблизно таку ж кількість дистильованої води, яким буде загальний об'єм рідини на момент закінчення титрування. Додавши стільки крапель метилового оранжевого, скільки його будуть вживати при титруванні, додають туди ж з бюретки 1-2 краплі кислоти, щоб з'явилося дуже слабке, але помітне рожеве забарвлення розчину. До такого ж відтінку намагаються довести забарвлення досліджуваного розчину при титруванні.

Застосування свідка дає можливість не тільки впевненіше й точніше встановити момент кінця нейтралізації, але й увести виправлення на той надлишок кислоти, що витрачається при титруванні з метиловим оранжевим, щоб викликати досить помітне порозовіння його.

Іноді поряд з описаним свідком (або замість нього) застосовується також інший свідок, що відрізняється від першого відсутністю кислоти й маючий чисто-жовте забарвлення. Помістивши обидва свідки поруч з розчином, що

титрують, і увесь час порівнюючи з ними забарвлення розчину, можна ще точніше зафіксувати момент закінчення нейтралізації.

Визначення кислотності води

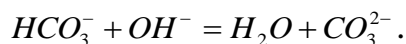
Кислотність природних вод залежить в основному від вмісту розчиненого вільного діоксиду вуглецю та слабких гумінових та інших слабких органічних кислот. Визначення кислотності проводять, як правило, одразу після відбору проби води.

Кислотність води визначається титруванням проби води 0,1Н розчином NaOH. При титруванні електрометричним методом за допомогою рН-метру, кінець титрування вільної кислотності має місце при $pH \approx 4,5$, а загальної кислотності при $pH \approx 8,3$.

При звичайному титруванні з використанням індикаторів метилового оранжевого (інтервал переходу забарвлення $pH=3-4,4$, а $pT=4$) і фенолфталеїну (інтервал переходу забарвлення $pH=8,2-10$, а $pT=9$) кількість 0,1Н розчину NaOH, при використанні якого рН розчину досягає значення 4,4, відповідає вільній кислотності, а 9 – загальній кислотності. Якщо рН досліджуваної води більше за 9 (забарвлення фенолфталеїну рожеве), то її кислотність дорівнює нулю. Треба чітко з'ясувати, присутністю яких речовин зумовлена вільна і загальна кислотність і що таке активна реакція середовища.

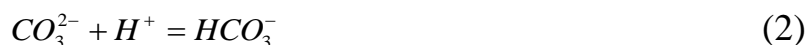
Визначення лужності води

Під загальною лужністю води розуміють суму аніонів OH^- , CO_3^{2-} , HCO_3^- , що містяться у воді. Одночасно всі аніони існувати не можуть внаслідок протікання кислотно-лужної взаємодії:



Йони HCO_3^- існують при рН 4-9. При $pH < 9$ тільки гідрокарбонат-йони зумовлюють загальну лужність води. Йони OH^- , CO_3^{2-} існують при $pH > 9$ і зумовлюють вільну лужність води.

Метод визначення загальної лужності води і її компонентів базується на титруванні проби води 0,1Н розчином HCl у присутності метилоранжу до переходу забарвлення від жовтого до жовтогарячого. При цьому можливе протікання таких реакцій:



Вільна лужність визначається титруванням проби води 0,1Н розчином HCl у присутності фенолфталеїну до знебарвлення його розчину ($pH < 8,2$).

Якщо титрування проводити за допомогою рН-метру (електрометричний метод), то кінець титрування вільної лужності має місце при $pH \approx 8,3$, а загальної лужності при $pH \approx 4,5$.

При звичайному титруванні з використанням індикаторів метилового оранжевого і фенолфталеїну кількість 0,1Н розчину HCl, при використанні якого рН розчину досягає значення 8,2 (знебарвлення фенолфталеїну), відповідає вільній лужності, а 4 (перехід жовтого забарвлення в жовтогаряче) – загальній лужності. Якщо рН досліджуваної води менше за 4 (забарвлення

метилового оранжевого - жовтогаряче чи червоне), то її лужність дорівнює нулю. Визначення лужності треба проводити безпосередньо після відбору проби води, але не пізніше, ніж через 24 год.

Експериментальна частина

Прилади та реактиви:

1. Хлоридна кислота HCl (конц.) та 0,1Н розчин.
2. Натрій тетраборат $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ (бура).
3. Натрій гідроксид $NaOH$ 0,1Н розчин.
4. Індикатори: метилоранж і фенолфталеїн -0,1%-ні розчини.
5. Бюретка місткістю 25 см³.
6. Колби мірні (250, 500, 1000 см³).
7. Конічна колба місткістю 250 см³.
8. Піпетки місткістю 10, 20 см³ та 100 см³.

Зміст роботи

1. Приготування і стандартизація робочого розчину HCl

Для виконання роботи необхідно:

- а) приготувати стандартний розчин бури ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$);
- б) приготувати приблизно 0,1Н розчин HCl ;
- в) визначити точну концентрацію HCl шляхом титрування розчину бури розчином HCl .

1.1. Приготування стандартного 0,1Н розчину бури

Розраховують наважку бури $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$, необхідну для приготування 0,1 Н розчину в об'ємі, що співвідноситься із місткістю мірної колби.

Розраховану наважку бури беруть на аналітичних терезах у попередньо зваженому бюксі або на годинниковому склі. Зважувати на аналітичних терезах точно розраховану кількість не прийнято, оскільки на це йде багато часу, наважка повинна бути близькою до теоретичної.

Наважку переносять до ретельно вимитої мірної колби через суху лійку. Залишки в бюксі та на воронці ретельно змивають гарячою дистильованою водою з промивалки, добре промивають лійку, потім додають гарячої води 2/3 місткості колби, виймають лійку й обертальними рухами перемішують зміст колби до повного розчинення бури. Розчин охолоджують до кімнатної температури, додають дистильовану воду до позначки, щільно закривають колбу пробкою і ретельно перемішують розчин.

Знаходять поправочний коефіцієнт (К):

$$K = \frac{m_{н. (практик.)}}{m_{н. (теор.)}}, \text{ де}$$

$m_{н. (теор.)}$ – теоретично розрахована наважка, г;

$m_{н. (практик.)}$ – практично взята наважка, г

і визначають концентрацію отриманого розчину:

$$C = K \cdot 0,1 \text{ [моль/дм}^3\text{]},$$

де C – нормальна концентрація розчину бури, моль-екв/дм³.

1.2. Приготування приблизно 0,1Н розчину HCl

Розраховують, яка кількість грамів HCl повинна міститися в 250 см³ 0,1Н розчину. Потім для подальших розрахунків визначають густину наявної хлоридної кислоти. Її вимірюють ареометром, для чого останній занурюють у

циліндр з кислотою, а потім за таблицею (див. довідник) знаходять відсоткову концентрацію її за знайденою густиною кислоти. Розраховують, в якій кількості кислоти, що є в лабораторії, міститься потрібне число грамів чистого HCl. Але оскільки зважувати кислоту незручно, то перераховують масу її на об'єм V, виходячи із співвідношення:

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

де m – маса кислоти, г;

ρ – густина кислоти, г/см³.

Відміряють знайдений об'єм кислоти маленьким циліндром або піпеткою, розводять дистильованою водою до 250 см³ у мірній колбі і ретельно перемішують отриманий розчин.

1.3. Визначення нормальної концентрації розчину хлоридної кислоти за бурою – стандартизація розчину хлоридної кислоти

Нормальність кислоти встановлюється титруванням розчину бури з метиловим оранжевим 0,1N розчином хлоридної кислоти.

Хлоридну кислоту наливають через лійку в ретельно вимиту бюретку, яку перед тим ополіскують невеликими порціями розчину, для виведення залишків води, вище нульової позначки.

Заповнюють розчином носик бюретки, витиснувши з нього повітряні бульбашки. Потім знімають лійку й встановлюють нижній край меніска хлоридної кислоти на нульовій позначці.

Хід визначення. Виконуючи всі правила, переносять піпеткою, яку двічі ополіскують розчином бури, в чисту конічну колбу 10 або 20 см³ розчину бури, не видуваючи останню краплю з піпетки, а знімаючи її дотиком кінця піпетки до внутрішньої стінки колби для титрування, додають 2-3 краплини метилового оранжевого, після чого колбу підставляють під бюретку таким чином, щоб кінець бюретки ввійшов у колбу на 1-2 см, і починають титрування, поклавши заздалегідь під колбу білий аркуш паперу. Титрування проводять, підтримуючи колбу правою рукою, а лівою, відкриваючи кран бюретки, обережно невеликими порціями доливають хлоридну кислоту, при цьому вміст колби безперервно перемішують плавними обертальними рухами.

Титрування вважають закінченим у той момент, коли забарвлення індикатора в розчині перейде (від додавання однієї краплі хлоридної кислоти) з жовтого в жовтогаряче (рН 4).

Під час титрування зручно користуватися «свідком». Для цього в окрему колбу відміряють циліндром 50 см³ дистильованої води, додають 1-2 краплини, метилового оранжевого, а із бюретки – 1 краплину розчину хлоридної кислоти. Розчин повинен мати помітне жовтогаряче забарвлення. При користуванні «свідком» титрування закінчують, коли розчин прийме колір «свідка». Визначають за бюреткою (з точністю до сотих мілілітра) об'єм розчину кислоти, витраченої на титрування, і занотовують дані в журнал.

Титрування повторюють кілька разів до отримання не менше, ніж трьох результатів, що відрізняються не більше, як на 0,1 см³, причому кожного разу рівень розчину в бюретці треба встановлювати на нуль, а при відліку стежити за тим, щоб око було на рівні меніску.

Знаходять середнє значення об'ємів хлоридної кислоти, витрачених на титрування, враховуючи тільки результати, що сходяться, і визначають її нормальну концентрацію із співвідношення

$$C_{\text{бури}} \cdot V_{\text{бури}} = C_{\text{HCl}} \cdot V_{\text{HCl}},$$

де $C_{\text{бури}}$ і C_{HCl} – нормальні концентрації відповідних розчинів, моль/дм³;

$V_{\text{бури}}$ і V_{HCl} – об'єми відповідних розчинів, см³.

Отримані результати занотовують у вигляді таблиці:

№ п/п	Кількість см ³ розчину бури, взятого на титрування	Концентрація бури, моль/дм ³	Кількість см ³ розчину HCl, витраченого на титрування	Концентрація HCl, моль/дм ³
1.				

2. Приготування та стандартизація робочого розчину лугу

У методі нейтралізації, в якості розчинів лугів, використовують 0,1N розчини гідроксидів калію або натрію.

Оскільки NaOH і KOH енергійно реагують з CO₂ повітря, утворюючи на поверхні реактиву карбонати, та є гігроскопічними, то їх розчини готують не за точною наважкою, а приблизно 0,1N. Точну концентрацію розчинів NaOH або KOH визначають титруванням 0,1N розчином хлоридної кислоти.

Розчини NaOH і KOH готують таким чином. Відважують на технохімічних вагах NaOH або KOH у кількості, трохи більшій, ніж треба за розрахунком для виготовлення 0,1 N розчину.

2.1. Приготування 0,1N розчину NaOH

Для приготування 1 дм³ 0,1N розчину натрій гідроксиду наважка NaOH повинна бути 4 г, але замість розрахованих 4 г NaOH беруть 5 – 6 г. Наважку вміщують у склянку, швидко ополіскують 2 – 3 рази малими порціями води. Промитий їдкий натр вміщують у калібровану на 1 дм³ колбу і готують розчин. Спочатку слід долити невелику кількість води, а коли реактив розчиниться, дають розчинові охолонути і доводять об'єм розчину до позначки.

2.2. Стандартизація приготовленого розчину натрій гідроксиду

Стандартизацію розчину NaOH виконують за стандартизованим робочим розчином HCl або за 0,1 N розчином HCl, який приготували з фіксаналу. Для титрування сильної кислоти натрій гідроксидом можна вибрати будь-який індикатор, рН якого найближче підходить до рН=7 (точка еквівалентності). У випадку титрування сильних кислот лугами (або навпаки) можуть використовуватися і метилоранж, і фенолфталеїн).

Хід визначення. До колби на 200-250 см³ піпеткою вміщують 10-20 см³ 0,1 N розчину HCl, додають 2-3 краплини метилового оранжевого і швидко титрують із бюретки розчином NaOH до переходу кольору від червоного через оранжевий до жовтого від однієї краплини HCl (рН 4,4). Користуючись кількома індикаторами (метиловий оранжевий, фенолфталеїн), перевіряють нормальність розчину лугу.

З фенолфталеїном розчин HCl титрують від безкольорового до слаборожевого забарвлення (рН 9), яке не зникає протягом 30 с. Чи є різниця в результатах титрування і чому? Поясніть, чому при титруванні сильних кислот лугами (або навпаки) можна використовувати і метиловий оранжевий і

фенолфталеїн? Титрування повторюють не менш ніж 3 рази; різниця у вимірюванні об'єму не повинна перевищувати 0,1 см³.

Розрахунок концентрації лугу виконують за формулою:

$$C_{NaOH} = \frac{C_{HCl} \cdot V_{HCl}}{V_{NaOH}} \text{ моль/дм}^3,$$

де C_{HCl} – нормальна концентрація кислоти, моль/дм³;

V_{HCl} – об'єм кислоти, що пішла на титрування, см³;

V_{NaOH} – об'єм лугу, що взяли для титрування, см³.

Отримані результати занотують до звіту у вигляді таблиці:

№ п/п	Кількість мл розчину HCl, взятого на титрування	Концентрація HCl, моль/дм ³	Кількість см ³ розчину NaOH, витраченого на титрування	Концентрація NaOH, моль/дм ³
1.				
2.				
3.				

3. Визначення вільної кислотності води (рН<4,4)

У конічну колбу на 200-250 см³ піпеткою налити 100 см³ досліджуваної води, додати 3–4 краплини розчину метилового оранжевого і титрувати 0,1Н робочим розчином їдкого натру до появи жовтого забарвлення індикатора (рН=4,4). Вільну кислотність (K_B) розраховують за формулою:

$$K_B = \frac{C_{NaOH} \cdot V_{NaOH} \cdot 1000}{V_{H_2O}} \text{ ммоль/дм}^3,$$

де C_{NaOH} – нормальна концентрація розчину NaOH, моль/дм³;

V_{NaOH} – об'єм 0,1Н розчину NaOH, витраченого на титрування у присутності метилового оранжевого, см³;

V_{H_2O} – об'єм проби досліджуваної води, взятої для титрування, см³.

4. Визначення загальної кислотності води

У конічну колбу на 200-250 см³ піпеткою вмістити 100 см³ досліджуваної води, додати 2–3 краплини розчину фенолфталеїну і титрувати 0,1Н робочим розчином NaOH до появи слабо рожевого забарвлення розчину (рН=9), яке не зникає протягом 30 с.

Загальну кислотність (K_3) розраховують за формулою:

$$K_3 = \frac{C_{NaOH} \cdot V_{NaOH} \cdot 1000}{V_{H_2O}} \text{ ммоль/см}^3,$$

де C_{NaOH} – нормальна концентрація розчину NaOH, моль/дм³;

V_{NaOH} – об'єм 0,1Н розчину NaOH, витраченого на титрування у присутності фенолфталеїну, см³;

V_{H_2O} – об'єм проби досліджуваної води, взятої для титрування, см³.

5. Визначення вільної лужності (рН>9)

У конічну колбу на 200-250 см³ відміряти піпеткою 100 см³ досліджуваної води, додати 2–3 краплини фенолфталеїну і титрувати 0,1Н

розчином HCl до знебарвлення розчину від однієї краплини розчину HCl (об'єм V_1). Вільну лужність (L_B) розраховують за формулою:

$$L_B = \frac{V_{HCl} \cdot C_{HCl} \cdot 1000}{V_{H_2O}} \text{ ммоль/дм}^3, \quad (4)$$

де C_{HCl} – нормальна концентрація розчину HCl, моль/дм³;

$V_{1\ HCl}$ – об'єм 0,1N HCl, витрачений на титрування у присутності фенолфталеїну, см³;

V_{H_2O} – об'єм проби води, взятої для дослідження, см³.

6. Визначення загальної лужності води

У конічну колбу місткістю 250 см³ піпеткою відміряти 100 см³ досліджуваної води, додати 2-3 краплини метилового оранжевого і титрувати 0,1N робочим розчином HCl до переходу забарвлення від жовтого до оранжевого (pH=4) - об'єм V_2 . Розрахунок лужності загальної (L_3) ведуть за формулою:

$$L_3 = \frac{C_{HCl} \cdot V_{2\ HCl} \cdot 1000}{V_{H_2O}} \text{ ммоль/дм}^3, \quad (5)$$

де C_{HCl} – нормальна концентрація робочого розчину HCl, моль/дм³.

$V_{2\ HCl}$ – об'єм робочого розчину HCl, що пішов на титрування в присутності метилового оранжевого, см³;

V_{H_2O} – об'єм проби води, взятої для дослідження, см³.

Примітка. Загальну і вільну лужність можна визначити в інший спосіб – в одній пробі води.

Хід визначення. Спочатку знаходять вільну лужність, титруючи пробу води 0,1N розчином HCl з фенолфталеїном (V_1) до знебарвлення (див. дослід 2.2.1). Потім до цієї ж проби води, після зникнення рожевого забарвлення, додають 2-3 краплини метилового оранжевого і продовжують титрувати 0,1N розчином HCl до переходу забарвлення від жовтого до жовтогарячого (V_3).

Тоді, вільну лужність розраховують за формулою (4), а загальну лужність за формулою:

$$L_3 = \frac{C_{HCl} \cdot (V_{1\ HCl} + V_{3\ HCl}) \cdot 1000}{V_{H_2O}}, \text{ ммоль/дм}^3. \quad (6)$$

За результатами такого визначення різних видів лужності води можна розкласти лужність на **гідратну, карбонатну і гідрокарбонатну** та оцінити внесок кожної з них у загальну лужність води.

1) Якщо $V_1 = V_3$, то лужність води зумовлена виключно йонами CO_3^{2-} і така лужність має назву карбонатної лужності. Для обчислення карбонатної лужності використовують об'єм $2V_1$.

2) Якщо $V_1 > V_3$, то компонентами лужності води є йони CO_3^{2-} і OH^- . Ці йони зумовлюють карбонатну і гідратну лужність, відповідно. Для обчислення карбонатної лужності використовують об'єм $2V_3$, гідратної лужності – об'єм $(V_1 - V_3)$.

3) Якщо $V_1 < V_3$, то компонентами лужності води є йони CO_3^{2-} , HCO_3^- . Ці йони зумовлюють карбонатну і гідрокарбонатну лужність води. Для

обчислення карбонатної лужності використовують об'єм $2V_1$, гідрокарбонатної ($V_3 - V_1$). Загальну лужність обчислюють з урахуванням ($V_1 + V_3$).

Оцініть, які йони зумовлюють лужність води та внесок кожної з лужностей води в загальну лужність води.

КОНТРОЛЬНІ ЗАПИТАННЯ

1. У чому суть методу нейтралізації, які реакції лежать в його основі?
2. Які речовини можна визначити методом нейтралізації і чому? Наведіть приклади.
3. Які робочі розчини використовують у методі нейтралізації? Якої концентрації їх готують і чому?
4. Які речовини використовують як вихідні, які вимоги до них ставляться?
5. Які індикатори використовують у методі нейтралізації? Що таке інтервал переходу і показник титрування індикатора?
6. На чому ґрунтується вибір індикатора, яке значення при цьому має стрибок рН на кривій титрування?
7. Наведіть приклади кривих титрування.
8. Скільки літрів 37%-ного розчину HCl (густиною $1,19 \text{ г/см}^3$) потрібно взяти, щоб приготувати 200 см^3 $0,1 \text{ Н}$ розчину HCl?
9. Скільки мілілітрів 2 Н розчину NaOH потрібно взяти, щоб приготувати 500 см^3 $0,1 \text{ Н}$ розчину NaOH?
10. Скільки грамів $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ необхідно взяти для приготування 500 см^3 розчину, що використовують для визначення концентрації приблизно $0,1 \text{ Н}$ розчину HCl?
11. Скільки грамів $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ необхідно взяти для приготування 250 см^3 розчину, що використовують для визначення концентрації приблизно $0,1 \text{ Н}$ розчину HCl?
12. На титрування 20 см^3 $0,1 \text{ Н}$ розчину NaOH пішло 25 см^3 розчину HCl. Визначити молярну та нормальну концентрації розчину HCl, кількість грамів HCl, що міститься в 1 дм^3 цього розчину.
13. Які значення рН (7 , >7 , <7) мають розчини таких речовин: CH_3COONa , CH_3COOH , Na_2CO_3 , NH_4Cl , NaCl ? Вкажіть, які робочі розчини потрібно використовувати під час титрування означених розчинів за методом нейтралізації, які індикатори треба застосовувати в кожному окремому випадку для визначення точки еквівалентності?
14. Скільки грамів CH_3COOH міститься у розчині, якщо на його титрування витрачено 15 см^3 $0,1 \text{ Н}$ розчину NaOH.
15. Що таке кислотність води, присутністю яких сполук вона зумовлена?
16. Що таке загальна, вільна, активна кислотності води?
17. Як визначають різні форми кислотності води?
18. Що таке лужність води, присутністю яких сполук вона зумовлена?
19. Що розуміють під загальною та вільною лужністю води?
20. Що таке гідрокарбонатна, карбонатна та гідратна лужність води?
21. Як визначають різні форми лужності?
22. Які речовини зумовлюють водночас і загальну кислотність, і загальну лужність води?

23. При визначенні кислотності стічних вод на титрування 100 см³ води (за фенолфталеїном) витрачено 10 см³ 0,1Н розчину NaOH. Чому дорівнює кислотність води?
24. На титрування 100 см³ досліджуваної води витрачено за метилоранжем 5 см³, а за фенолфталеїном 2 см³ 0,1Н розчину HCl. Визначити вільну і загальну лужність води.
25. рН води дорівнює 6. Які показники якості води можна визначити методом нейтралізації?

Лабораторна робота №2

Тема: Визначення карбонатної твердості води та наявності різних форм карбонатної кислоти.

Мета: визначити тимчасову усувну та неусувну карбонатну твердість води. Ознайомитись з методикою визначення карбонатної кислоти та її форм у воді

Знати:

- суть кислотно-основного титрування;
- особливості фіксування точки еквівалентності в методі нейтралізації;
- суть визначення карбонатної твердості та карбонатної кислоти.

Вміти:

- визначати тимчасову усувну та неусувну карбонатну твердість води;
- визначати карбонатну кислоту та її форми у воді.

САМОСТІЙНА РОБОТА НА ЗАНЯТТІ

1. Виконання тестових завдань (перевірка домашньої самопідготовки).
2. Виконання лабораторної роботи.
3. Обговорення та математична обробка експериментальних результатів.
4. Обговорення висновків та оформлення протоколу (залік лабораторної роботи).

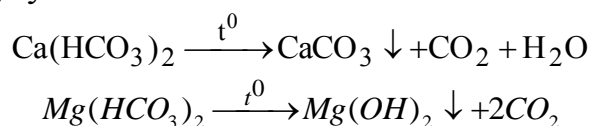
Теоретичні відомості

Карбонатна твердість природної води зумовлена наявністю у воді гідрокарбонатів кальцію і магнію, які зумовлюють також лужність води.

Різниця між лужністю загальною (Л_З) і вільною (Л_В) дорівнює вмісту гідрогенкарбонат-йона. Цю величину, виражену в ммоль-екв/дм³, називають *карбонатною* або *тимчасовою твердістю води* (Т_К):

- при рН > 9 Т_К = Л_З – Л_В (ммоль-екв/дм³);
- при рН < 9 Т_К = Л_З (ммоль-екв/дм³).

Карбонатна твердість називається тимчасовою тому, що вона майже повністю може бути усунена кип'ятінням:



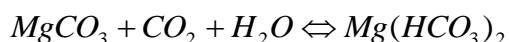
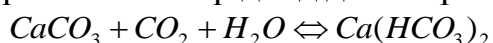
Тимчасову твердість поділяють на усувну і неусувну.

Карбонатна кислота та її форми вмісту у воді

Карбонатна кислота у воді може бути присутня у трьох формах: **вільної (CO₂)**, **напівз'язаної (HCO₃⁻)** та **зв'язаної (CO₃²⁻)**.

Карбон (IV) оксид CO_2 , під час розчинення у воді, частково вступає з нею у взаємодію з утворенням карбонатної кислоти. Окремо визначити вміст карбон(IV)оксид і карбонатної кислоти у воді важко, тому сумарну концентрацію цих компонентів приймають за концентрацію **вільної** карбонатної кислоти. Так як тільки близько 1% розчиненого карбон(IV)оксиду утворює карбонатну кислоту, розрахунок вмісту вільної карбонатної кислоти ведеться на CO_2 . Концентрація вільної карбонатної кислоти в поверхневих водах може досягати 10-30 мг/л.

Напівзв'язаною формою карбонатної кислоти у воді є **гідрогенкарбонат-йони** HCO_3^- , які утворюються в процесі дисоціації карбонатної кислоти за першим ступенем: $\text{H}_2\text{CO}_3 = \text{H}^+ + \text{HCO}_3^-$, а також у результаті розчинення карбонатних порід під дією карбонатної кислоти:



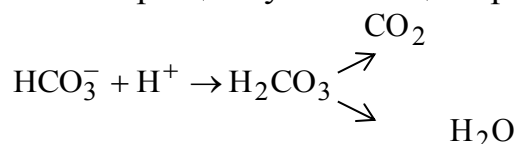
Гідрогенкарбонат-йони – найпоширеніша форма карбонатної кислоти в природних водах (до 300 мг/л). Вони зумовлюють лужність і карбонатну твердість води.

Під час дисоціації карбонатної кислоти за другим ступенем утворюються карбонат-йони: $\text{HCO}_3^- \Leftrightarrow 2\text{H}^+ + \text{CO}_3^{2-}$ (**зв'язана форма** карбонатної кислоти). Вони містяться тільки в лужних водах (при $\text{pH} > 9$) у присутності йонів Ca^{2+} і Mg^{2+} . Вміст CO_3^{2-} у природних водах невеликий внаслідок малої розчинності кальцій карбонату.

Визначення вмісту вільного CO_2 проводять титруванням проби води 0,1N розчином лугу NaOH у присутності фенолфталеїну. При цьому CO_2 переходить в гідрогенкарбонат-йон:



Гідрогенкарбонат-йони (HCO_3^-) титруються 0,1N розчином HCl у присутності метилового оранжевого. При цьому має місце перебіг реакції:



У кінці титрування реакція, як можна бачити з рівняння, повинна бути слабокислою, тому за індикатор беруть метиловий оранжевий.

Експериментальна частина

Прилади та реактиви:

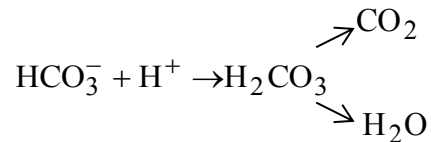
1. Колби для титрування місткістю 250 cm^3 .
2. Піпетки місткістю 100 cm^3 .
3. Бюретки місткістю 25 cm^3 .
4. Робочий розчин; 0,1N HCl.
5. 0,1N розчин NaOH; 0,1N розчин HCl.
6. Індикатори: фенолфталеїн та метилоранж (метиловий оранжевий).

Зміст роботи

1. Визначення карбонатної твердості води при $\text{pH} < 9$

У конічну колбу місткістю 250 cm^3 піпеткою вмістити 100 cm^3 досліджуваної води. Додати 2-3 краплини метилового оранжевого. Титрувати

пробу води 0,1 Н робочим розчином НСІ до переходу забарвлення від жовтого до жовтогарячого (V_1). При цьому має місце реакція:



Титрування повторити кілька разів, вибрати три результати, що збігаються, і визначити середній об'єм 0,1 Н розчину НСІ. Карбонатну твердість (T_K) розраховують за формулою:

$$T_K = \frac{C_{\text{HCl}} \cdot V_{\text{HCl}} \cdot 1000}{V_{\text{H}_2\text{O}}} \text{ ммоль-екв/дм}^3 \quad (1)$$

де C_{HCl} – нормальна концентрація робочого розчину НСІ, моль/дм³;

V_{HCl} – об'єм робочого розчину хлоридної кислоти, см³;

$V_{\text{H}_2\text{O}}$ – об'єм взятої для аналізу води, см³.

2. Визначення карбонатної твердості води при рН > 9

а) до 100 см³ проби води додають 2-3 краплини розчину фенолфталеїну і титрують 0,1 Н розчином НСІ до знебарвлення (V_1);

б) до 100 см³ проби води додають 2-3 краплини метилового оранжевого і титрують 0,1 Н розчином НСІ від жовтого до жовтогарячого кольору (V_2).

Твердість карбонатну (T_K) обчислюють за формулою:

$$T_K = \frac{(V_2 - V_1) \cdot C_{\text{HCl}} \cdot 1000}{V_{\text{H}_2\text{O}}} \text{ ммоль-екв/дм}^3,$$

де V_2 – об'єм 0,1 Н розчину НСІ, витрачений на титрування у присутності метилового оранжевого, см³;

V_1 – об'єм 0,1 Н розчину НСІ, витрачений на титрування у присутності фенолфталеїну, см³;

C_{HCl} – нормальна концентрація розчину НСІ, моль/дм³;

$V_{\text{H}_2\text{O}}$ – об'єм проби води, взятий для аналізу, см³.

3. Визначення усувної та неусувної твердості води

Визначення неусувної карбонатної твердості (T_H) проводять, як описано у досліді 1, після кип'ятіння досліджуваної води протягом 30 хвилин. Обчислення T_H ведуть за формулою (1).

Усувна карбонатна твердість води (T_U) розраховується як

$$T_U = T_K - T_H, \text{ (ммоль-екв/дм}^3\text{)}.$$

4. Визначення вільної карбонатної кислоти CO_2

Піпеткою відміряти 100 см³ досліджуваної води, додати 2-3 краплини фенолфталеїну і титрувати 0,1Н розчином NaOH (розчин лугу додавати краплями). При цьому кожен раз закривати колбу гумовою пробкою і перемішувати вміст колби плавним похитуванням до появи слабого рожевого забарвлення розчину, яке не повинно зникати протягом 30 с. У точці еквівалентності рН буферного розчину, що утворився, буде дорівнювати 8,37.

Під час титрування слід користуватися «свідком». Занотувати результати титрування і виконати розрахунок вмісту вільної вуглекислоти за формулою:

$$C_{\text{CO}_2} = \frac{C_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}} \cdot M_e \cdot 1000}{V_{\text{H}_2\text{O}}} \text{ мг/дм}^3,$$

де C_{NaOH} – нормальна концентрація розчину лугу, моль/дм³;

V_{NaOH} – об'єм розчину лугу, см³;

M_e – молярна маса еквіваленту CO_2 , що дорівнює 44 г/моль;

$V_{\text{H}_2\text{O}}$ – об'єм проби води, взятої для аналізу, см³.

5. Визначення вмісту гідрогенкарбонат-йонів (напівзв'язаної карбонатної кислоти) при $4 < \text{pH} < 9$

У конічну колбу піпеткою відміряти 100 см³ досліджуваної води, додати 2-3 краплини метилового оранжевого і титрувати 0,1 Н розчином HCl від жовтого до жовтогарячого забарвлення індикатора ($\text{pH}=4$)

Розрахунок вмісту HCO_3^- проводять за формулою:

$$C_{\text{HCO}_3^-} = \frac{C_{\text{HCl}} \cdot V_{\text{HCl}} \cdot M_e \cdot 1000}{V_{\text{H}_2\text{O}}} \text{ мг/дм}^3,$$

де C_{HCl} – нормальна концентрація розчину HCl , моль/дм³;

V_{HCl} – об'єм розчину HCl , що пішов на титрування, см³;

M_e – молярна маса еквіваленту HCO_3^- , що дорівнює 61 г/моль;

$V_{\text{H}_2\text{O}}$ – об'єм проби досліджуваної води, взятої для аналізу, см³.

6. Розрахунок агресивної карбонатної кислоти

Визначення агресивної карбонатної кислоти виконують, користуючись даними додатку 2. Введемо позначення: нехай S – це сума вільної і напівзв'язаної карбонатної кислоти ($C_{\text{CO}_2} + C_{\text{HCO}_3^-}$), мг/дм³; q – сума напівзв'язаної і агресивної карбонатної кислоти, мг/дм³.

Складемо знайдені кількості вільної і напівзв'язаної карбонатної кислоти (останню знаходять множенням ммоль/дм³ HCO_3^- на 22). Отриману суму знаходять в графі «S», а в графі «q» – суму напівзв'язаної та агресивної карбонатної кислоти. Кількість агресивної карбонатної кислоти знаходять, відніманням вмісту напівзв'язаної кислоти від числа у графі «q».

Приклад. Вміст йону $\text{HCO}_3^- = 4,55$ ммоль/дм³ і вільної карбонатної кислоти $\text{CO}_2 = 60$ мг/дм³, тоді вміст напівзв'язаної карбонатної кислоти буде $4,55 \times 22 = 100$ мг/дм³, сума вільної та напівзв'язаної карбонатної кислоти буде $100 + 60 = 160$ мг/дм³. Знаходимо число 160 в графі «S» і відповідно йому число в графі «q» – 118,1. Цифра 118,1 є сумою напівзв'язаної та агресивної карбонатної кислоти.

Віднімаючи вміст напівзв'язаної вуглекислоти від суми напівзв'язаної та агресивної карбонатної кислоти, знаходимо кількість агресивної карбонатної кислоти:

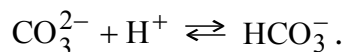
$$\text{CO}_2 = 118,1 - 100 = 18,1 \text{ (мг/дм}^3\text{)}.$$

7. Визначення карбонат-йонів CO_3^{2-} та гідрогенкарбонат-йонів HCO_3^- у воді при сумісній присутності ($\text{pH} > 9$)

7.1. Визначення вмісту йонів CO_3^{2-}

У конічну колбу місткістю 250 см³ відміряти циліндром 100 см³ досліджуваної води, додати 2-3 краплини фенолфталеїну і титрувати 0,1 Н

розчином HCl до зникнення рожевого забарвлення (V_1) При цьому перебігає реакція:



Розрахунок вмісту карбонатів виконують за формулою:

$$C_{\text{CO}_3^{2-}} = \frac{C_{\text{HCl}} \cdot V_{\text{HCl}} \cdot Me \cdot 1000}{V_{\text{H}_2\text{O}}} \text{ мг/дм}^3,$$

де C_{HCl} – нормальна концентрація розчину HCl, моль/дм³;

V_{HCl} – об'єм 0,1N розчину HCl, що пішов на титрування у присутності фенолфталеїну, см³;

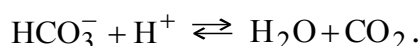
Me – молярна маса еквіваленту CO_3^{2-} , яка дорівнює 60 г/моль;

$V_{\text{H}_2\text{O}}$ – об'єм проби води, взятої для аналізу, см³.

Розчин не виливають, а діють так, як описано нижче.

7.2. Визначення вмісту йонів HCO_3^-

До відтитрованої з фенолфталеїном проби води (див. 7.1) додати 2-3 краплини метилового оранжевого і титрувати 0,1 N розчином HCl до появи жовтогарячого забарвлення. При цьому гідрогенкарбонат-йони (і наявні раніше, і ті, що утворилися при титруванні CO_3^{2-} - йонів), перетворюються у вільну карбонатну кислоту



Розрахунок вмісту гідрогенкарбонатів виконують за формулою:

$$C_{\text{HCO}_3^-} = \frac{(V_2 - V_1) \cdot C_{\text{HCl}} \cdot Me \cdot 1000}{V_{\text{H}_2\text{O}}} \text{ мг/дм}^3,$$

де V_2 – об'єм HCl, витрачений на титрування з метиловим оранжевим, см³;

V_1 – об'єм HCl, витрачений на титрування проби води з фенолфталеїном, см³;

C_{HCl} – нормальна концентрація кислоти, моль/дм³;

Me – молярна маса еквіваленту HCO_3^- , що дорівнює 61 г/моль;

$V_{\text{H}_2\text{O}}$ – об'єм проби води, взятої для аналізу, см³.

Примітка. Визначення вмісту йонів HCO_3^- можна здійснити і в інший спосіб – окремим титруванням однієї проби води в присутності фенолфталеїну (V_1), а другої проби води – в присутності метилового оранжевого (V_3).

Тоді, розрахунок вмісту гідрогенкарбонатів виконують за формулою:

$$C_{\text{HCO}_3^-} = \frac{(V_3 - 2V_1) \cdot C_{\text{HCl}} \cdot Me \cdot 1000}{V_{\text{H}_2\text{O}}}.$$

КОНТРОЛЬНІ ЗАПИТАННЯ

1. Що таке карбонатна твердість води, в яких одиницях вона вимірюється?
2. Наявністю яких сполук у воді зумовлена карбонатна твердість води?
3. Якими способами можна усунути карбонатну твердість води?
4. Як визначають карбонатну твердість? Дати обґрунтування вибору індикатора при визначенні карбонатної твердості.
5. Скласти рівняння реакції:

- а) розклад гідрогенкарбонатів кальцію і магнію;
 б) гідроліз гідрогенкарбонатів кальцію і магнію;
 в) взаємодія кальцій гідрогенкарбонату з хлоридною кислотою та кальцій гідроксидом.
5. Твердість води, що містить кальцій гідрогенкарбонат, дорівнює 3 ммоль-екв/л. Скільки грамів кальцій гідрогенкарбонату міститься в 1 м³ цієї води?
 6. На титрування 100 мл води в присутності метилоранжу витрачено 5 мл 0,1N розчину HCl. Після кип'ятіння цієї води протягом години на титрування 100 мл води витрачено 1,5 мл 0,1N розчину HCl. Визначити усувну та неусувну карбонатну твердість води.
 7. Що називають вільною, напівзв'язаною та зв'язаною карбонатною кислотою?
 8. Що таке рівноважна карбонатна кислота, як змінюється її наявність при підвищенні карбонатної твердості води і зростанні концентрації йонів Ca²⁺?
 9. Яка вуглекислота називається агресивною? Поясніть дію агресивної вуглекислоти на бетон і корозію металічних труб.
 10. Методика визначення вільної вуглекислоти, карбонат- та- гідрогенкарбонат-йонів.
 11. Обчислення агресивної CO₂ за даними аналізу.
 12. Визначити у воді концентрацію HCO₃⁻ – йону, коли відомо, що рН = 9, концентрація CO₃²⁻ – йону = 6 моль/дм³. Константа дисоціації карбонатної кислоти за другим ступенем K₂ = 4,69 · 10⁻¹¹, t = 25°C.

Лабораторна робота №3

Тема: Приготування і стандартизація робочих розчинів у методі комплексометрії. Визначення загальної твердості води і вмісту йонів кальцію та магнію.

Мета: Засвоїти основи трилонометрії, готувати робочі розчини трилонометрії і встановлювати їх нормальність. Визначити загальну твердість води та вміст у ній йонів Кальцію, Магнію та сульфат-йонів.

Знати:

- теоретичні основи методу комплексометрії;
- вихідні речовини методу трилонометрії;
- приклади кількісного визначення речовин методами комплексометрії;

Вміти:

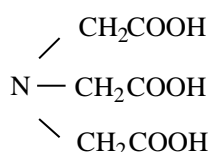
- готувати розчини вихідних речовин методу комплексометрії;
- застосовувати металохромні індикатори в аналізах методу комплексометрії;
- визначати вміст йонів Кальцію та Магнію;
- визначати якісний та кількісний вміст сульфат-йонів.

САМОСТІЙНА РОБОТА НА ЗАНЯТТІ

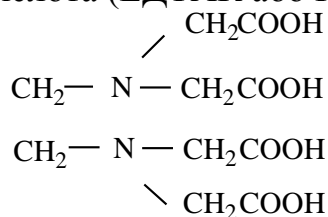
1. Виконання тестових завдань (перевірка домашньої самопідготовки).
2. Виконання лабораторної роботи.
3. Обговорення та математична обробка експериментальних результатів.
4. Обговорення висновків та оформлення протоколу (залік лабораторної роботи).

Теоретичні відомості

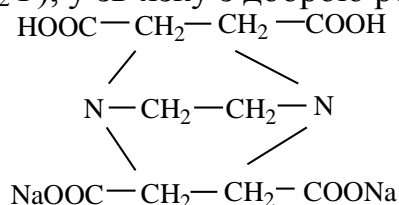
Метод комплексонометрії заснований на реакціях, що супроводжуються утворенням комплексних сполук катіонів з органічними полідентантними лігандами – комплексонами. При цьому утворюються комплексні сполуки, які називають внутрікомплексними або хелатними комплексними сполуками. Комплексонами називають складні органічні сполуки, що є похідними амінополікарбонових кислот. Наприклад: нітрилтриацетатна кислота (НТА або H_3Y) – комплексон I:



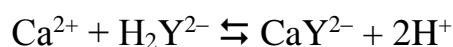
Етилендіамінтетраацетатна кислота (ЕДТАК або H_4Y) – комплексон II:



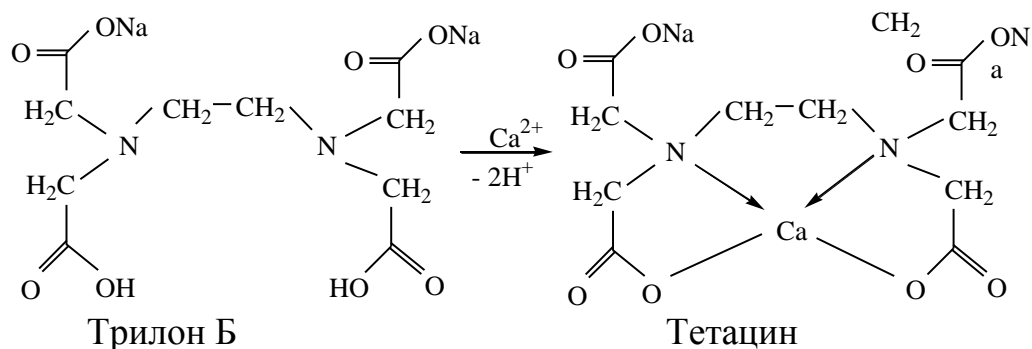
На практиці найчастіше застосовують динатрієву сіль етилендіамінтетраацетатної кислоти – комплексон III або трилон Б ($Na_2EДТА$ або ЕДТА, скорочено Na_2H_2Y), у зв'язку з доброю розчинністю солі у воді:



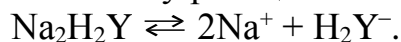
ЕДТА утворює з багатьма катіонами металів стійкі малодисоційовані розчинні у воді внутрішньокмлексні солі. У комплексах частина зв'язків носить йонний характер, частина – донорно-акцепторні. Трилон Б з йонами металів будь-якого заряду утворює чотирьох-, п'яти- або шестикоординаційні комплекси з п'ятичленними циклами. Атом металу знаходиться в оточенні атомів Оксигену і атомів Нітрогену, що знаходяться в цис-положенні. Утворення хелату натрій едетату з йонами Кальцію можна зобразити таким спрощеним рівнянням:



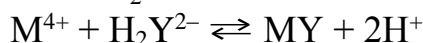
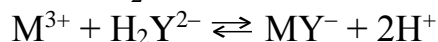
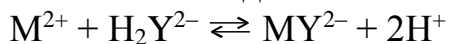
або в структурному вигляді:



Стійкість комплексів з ЕДТА зростає із збільшенням заряду центрального йону, тому однозарядні катіони комплексометрично у водних розчинах не визначають. Метод, в якому використовують трилон Б, називають *трилонометрією*. Трилонометричний метод аналізу заснований на миттєвому утворенні малодисоційованих комплексних сполук різних катіонів з Трилоном Б. Трилон Б – білий розчинний у воді порошок. Розчини Трилон Б дуже стійкі, тому можна застосовувати досить розведені розчини (до 0,0001 М). У водному розчині трилон Б дисоціює і має кислу реакцію.



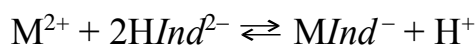
У реакціях комплексоутворення між Трилоном Б та йонами металів протікають стехіометричні реакції у співвідношенні 1:1, причому незалежно від валентності металу. Отже, молярна маса еквівалента ЕДТА та йона металу рівна їх молярним масам. Процес взаємодії ЕДТА з солями дво-, три- і чотиривалентних катіонів схематично подають такими йонними рівняннями:



З наведених реакцій випливає, що на 1 моль йонів металу, незалежно від ступеня окисації металу, йде 1 моль Трилон Б і звільняється 2 моль йонів гідрогену. Комплексні сполуки, що утворюються при цьому відрізняються лише за зарядами. Йони гідрогену знижують рН розчину, в результаті підвищується кислотність середовища, тому потрібна комплексна сполука може не утворитися. Тому титрування проводять у буферному розчині, підтримуючи певне значення рН. Все це дозволяє використовувати ЕДТА для титриметричного визначення солей металів. Для приготування робочого розчину цього комплексону використовують дигідрат динатрієвої солі етилендіамінтетраацетатної кислоти $\text{Na}_2\text{EDTA} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ($M = 372,25$ г/моль). Його молярну концентрацію еквівалента і титр встановлюють за допомогою розчинів магній сульфату або кальцій хлориду точно відомої концентрації.

Індикатори комплексометричного титрування

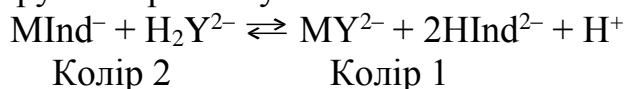
Для визначення точки еквівалентності у методі комплексометричного титрування часто використовують метал-індикатори, що являють собою органічні барвники, які утворюють з катіонами металів забарвлені комплекси, розчинні у воді:



Колір 1

Колір 2

Ці комплексні сполуки менш стійкі, ніж внутрішньокмлексні солі, які утворюються при титруванні розчину катіона комплексом:



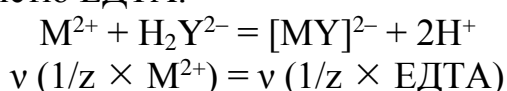
У точці еквівалентності, коли всі катіони металічних елементів зв'язані Трилоном Б, розчин набуває забарвлення індикатора.

Найбільш широке застосування в комплексометрії має еріохром чорний (хромоген чорний). В залежності від рН розчину існують три забарвлені форми цього барвника. При рН < 6 розчин має винно-червоний колір, при рН = 7–11 – синій колір, при рН > 11,5 – жовто-оранжевий колір. У слаболужному розчині хромоген чорний утворює з йонами магнію, цинку та деякими іншими катіонами комплекси, що інтенсивно забарвлені у винно-червоний колір. При рН = 8–10 перехід забарвлення індикатора з винно-червоного на синє забарвлення проявляється найбільш виразно. Стійкість комплексів металів з ЕДТА залежить від йона металу, його заряду і від рН середовища. Найбільш стійкі комплекси утворюються з багатозарядними комплексами *p*-і *d*-елементів. Найменш стійкі комплекси утворюють *s*-елементи. Титрування ЕДТА проводиться за певних умов, з яких велике значення має рН аналізованого розчину. У сильноокислих розчинах утворюються менш стійкі комплексні сполуки, а в сильнолужних розчинах утворюються осаді гідроксидів визначуваних катіонів. Тому для підтримання рН на певному рівні титрування проводять у присутності буферного розчину, який підтримує стале значення рН. Титрування більшості катіонів проводять в амоніачному буферному середовищі при рН 8-9. Іноді поряд з буферними розчинами додають допоміжні комплексоутворювачі, наприклад натрій тартрат, триетиламін, натрій цитрат, а також натрій ацетат.

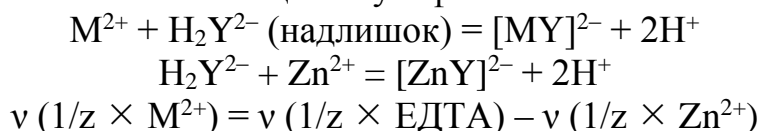
Методи комплексометричного титрування

Комплексометричне титрування може бути виконано різними методами:

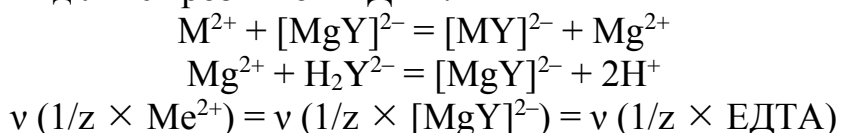
а) методом прямого титрування – визначуваний метал відтитровують еквівалентною кількістю ЕДТА:



б) методом зворотного титрування – додають надлишок комплексону і відтитровують його магній чи цинк сульфатом:



в) методом замісного титрування – до йону металу додають розчин до утворення малостійкого комплексу магнію та відтитровують катіон Магнію, що виділився розчином ЕДТА:



Деякі метали (Co, Ni, Cu, Al) утворюють дуже міцні комплекси з індикатором, забарвлення розчину змінюється безповоротно. Тому дані метали

титрують в присутності іншого індикатора або використовують метод зворотного титрування. До розчину додають певну кількість Трилону Б, надлишок якого титрують розчином солі Магнію або Цинку. Метод зворотного титрування застосовують і в тому випадку, якщо металічні елементи (Pb, Hg, In та ін) утворюють слабо забарвлені комплекси з ЕДТА. Процес титрування може бути охарактеризований кривою титрування, побудованою в координатах: РМ – V, де РМ – взятий з оберненим знаком логарифм концентрації йонів металічного елемента М, V – об'єм титранта. Стрибок титрування на кривій титрування залежить від стійкості комплексної сполуки і в значній мірі залежить від рН середовища.

Твердість води

У залежності від вмісту солей Кальцію та Магнію воду поділяють за ступенем твердості. Твердість за хімічним складом буває карбонатною і некарбонатною.

Карбонатна твердість – твердість води, обумовлена наявністю в ній гідрокарбонатів кальцію і магнію, а некарбонатна – зумовлена хлоридами та сульфатами кальцію і магнію. Карбонатна твердість ще називається тимчасовою, оскільки усувається кип'ятінням, некарбонатна – постійна. Сума тимчасової і постійної дають загальну твердість:

За ступенем твердості воду поділяють:

- м'яка – не більше 4 мг-екв/дм³ (40);
- середньої твердості – 8-4 мг-екв/дм³ (40-80);
- тверда – 8-12 мг-екв/дм³ (80-120);
- дуже тверда – понад 12 мг-екв/дм³ (120).

Примітка. Твердість води в Україні визначається градусами: 10° – 1мг-екв Ca²⁺ і Mg²⁺ на 1дм³ води.

Методи боротьби з твердістю води

1. Кип'ятіння – виведення з води вуглекислого газу, а це означає, що зменшується концентрація гідрокарбонатів і зростає концентрація карбонатів.
2. Додавання соди для зменшення некарбонатної твердості.
3. Використання антинакіпінів (містить трифосфат натрію Na₃PO₄).
4. Метод використання гашеного вапна.
5. Катіонітний спосіб – використовують катіони – синтетичні іонообмінні смоли і алюмосилікати. Якщо пропускати воду крізь шари катіону, то йони Na⁺ будуть обмінюватися на йони Кальцію і Магнію. Йони Ca²⁺ Hg²⁺ переходять з розчину в катіоніт, а йони Na⁺ – з катіоніту в розчин; твердість при цьому усувається
6. Вапняно-содовий спосіб – усувається одночасно карбонатна і некарбонатна твердість.

Визначення вмісту сульфат-йонів у воді

Сульфат-йони потрапляють у воду при розчиненні осадових порід, до складу яких входить гіпс CaSO₄·2H₂O, а також у результаті окиснення сірководню або сірки, які містяться в промислових стічних водах. Присутність

у воді сульфатів у великій кількості небажана тому що, наприклад, Na_2SO_4 порушує діяльність шлунково-кишкового тракту, а солі $CaSO_4$ і $MgSO_4$ зумовлюють твердість води і погіршують її органолептичні властивості - вода набуває гіркої присмаку. Вода, що містить велику кількість сульфатів і хлоридів, має підвищену корозійну активність.

Вміст сульфат-йонів у питній воді згідно з ГОСТ 4389 не повинен перевищувати 250,0 мг/дм³.

Проби води під час визначення сульфатів не консервують.

Кількісно сульфат-йони визначають комплексометричним методом за допомогою трилону Б. Сутність методу полягає в тому, що до аналізованої води додають надлишок йонів Ba^{2+} (повільно додають розчин $BaCl_2$). Частина йонів барію зв'язують сульфат-йони в нерозчинний осад $BaSO_4$. Йони Ba^{2+} , що залишилися в розчині, відтитровують стандартним розчином трилону Б, з яким йони барію утворюють комплексні сполуки. Вміст сульфат-йонів розраховують за різницею витрат трилону Б, який йде на зв'язування йонів Барію, до і після осаджування сульфат-йонів.

Оскільки досліджувана вода завжди містить йони Ca^{2+} і Mg^{2+} , які також утворюють комплексні сполуки з трилоном Б, то на присутність цих йонів потрібно ввести відповідні поправки.

Експериментальна частина

Прилади та реактиви:

1. Бюкси для наважок.
2. Мірна колба місткістю 1 дм³.
3. Піпетки місткістю 100 см³, 50 см³, 25 см³, 1 см³.
4. Мірні циліндри місткістю 10 – 25 см³.
5. Конічні колби для титрування.
6. Бюретки для титрування місткістю 25 см³.
7. Амонійна буферна суміш (рН=9,2).
8. Робочий 0,05 Н розчин трилону Б.
9. Індикатор еріохром чорний.
10. 0,1 Н, 2 Н та 10%-вий розчини NaOH.
11. Індикатор мурексид (1 масова частина мурексиду + 99 масових частин NaCl).
12. Стандартний розчин $BaCl_2$ і $MgCl_2$ (10 г $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ і 4 г $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ в 1 л води).
13. 10%-вий розчин $BaCl_2$.
14. 0,1 Н розчин HCl .
15. Індикатор метиловий червоний.

Зміст роботи

1. Приготування і стандартизація робочих розчинів

1.1. Приготування 0,05 Н розчину трилону Б

Розрахувати наважку трилону Б, необхідну для приготування 1 дм³ 0,05 Н розчину ($M = 372,2$ г/моль). Трилон Б зважити на технічних терезах, перенести

в мірну колбу, розвести в дистильованій воді, додаючи останню невеличкими порціями, довести до позначки і добре перемішати.

1.2. Приготування 0,05 Н розчину $MgSO_4 \cdot 7H_2O$

Розраховану наважку $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ зважити на аналітичних терезах і розвести в мірній колбі місткістю 1 дм³, добре перемішати.

1.3. Приготування амонійної буферної суміші

20 г хлориду амонію марки х.ч. розвести в 100 см³ дистильованої води й перемішати із 100 см³ 20%-вого розчину NH_4OH , довести дистильованою водою до 1 дм³.

1.4. Приготування індикатора

Змішують 0,25 г еріохрому чорного з 50 г сухого $NaCl$.

1.5. Визначення концентрації робочого розчину трилону Б (стандартизація)

Визначення проводять при $pH = 9,2$. У конічну колбу відміряти піпеткою 100 см³ 0,05 Н розчину магній сульфату, додати циліндром 5 см³ амонійної буферної суміші та декілька кристалів індикатора еріохрому чорного. Титрувати трилоном Б до переходу вишнево-червоного забарвлення в синє. Обчислити нормальну концентрацію трилону Б за формулою:

$$C_{TP} = \frac{C_{MgSO_4} \cdot V_{MgSO_4}}{V_{TP}} \text{ моль-екв/дм}^3,$$

де C_{TP} – нормальна концентрація робочого розчину трилону Б, моль-екв/дм³;

C_{MgSO_4} – нормальна концентрація розчину сульфату магнію, моль-екв/дм³;

V_{MgSO_4} – об'єм розчину сульфату магнію, взятого для титрування, см³;

V_{TP} – об'єм розчину трилону Б, що пішов на титрування, см³.

2. Визначення загальної твердості води

Визначення проводять при $pH = 9,2$. У конічну колбу місткістю 250 см³ відміряти піпеткою необхідний об'єм води, що аналізується, в залежності від припущеної твердості (див. табл.1). Додати 5 см³ амонійної буферної суміші і 5-6 кристалів індикатора еріохрому чорного. Титрувати 0,05 Н робочим розчином трилону Б до переходу вишнево-червоного забарвлення в синє, весь час енергійно перемішуючи вміст колби. «Свідком» може бути перетитрована проба, оскільки при доданні надмірної кількості трилону Б забарвлення більше не змінюється.

Таблиця 1

Рекомендований об'єм досліджуваної води і концентрації трилону Б залежно від припущеної твердості

Припущена твердість води, ммоль-екв/дм ³	Об'єм проби води для аналізу, см ³	Концентрація розчину трилону Б, моль-екв/дм ³
0,005 – 5,0	50	0,05
5,0 – 10,0	25	0,05
10,0 – 20	10	0,05

Записати результати титрування і зробити розрахунок загальної твердості води T_3 за формулою:

$$T_3 = \frac{C_{TP} \cdot V_{TP} \cdot 1000}{V_{H_2O}} \text{ ммоль-екв/дм}^3,$$

де C_{TP} – нормальна концентрація робочого розчину трилону Б, моль-екв/дм³;

V_{TR} – об'єм робочого розчину трилону Б, см³;

V_{H_2O} – об'єм проби води, взятої для титрування, см³.

3. Визначення вмісту йонів Кальцію у воді

Визначення вмісту йонів Ca²⁺ проводять при рН ~ 12. У конічну колбу місткістю 250 см³ відміряти певний об'єм досліджуваної води (див. табл. 2)

Таблиця 2

Рекомендований об'єм досліджуваної води і концентрація трилону Б залежно від концентрації йонів кальцію у воді

Концентрація іонів, ммоль-екв/дм ³	Об'єм проби води, см ³	Концентрація трилону Б моль екв/дм ³
0,5 – 2,5	100	0,05
2,5 – 5,0	50	0,05
5,0 – 10,0	25	0,05

Додати 2 см³ 10%-вого розчину NaOH. Внести декілька кристалів суміші мурексиду з NaCl (на кінці шпателя). Після розчинення індикатора розчин забарвлюється в рожевий колір. Титрувати 0,05N розчином трилону Б при енергійному перемішуванні до появи лілового забарвлення. Титрувати в присутності «свідка» – перетитрованої проби. Вміст йонів Ca²⁺ розрахувати за формулою:

$$X_{Ca^{2+}} = \frac{C_{TR} \cdot V_{TR} \cdot Me \cdot 1000}{V_{H_2O}} \text{ мг/дм}^3,$$

де C_{TR} – нормальна концентрація робочого розчину трилону Б, моль екв/дм³;

V_{TR} – об'єм робочого розчину трилону Б, що пішов на титрування, см³;

Me – молярна маса еквівалента Кальцію (20,04), г/моль;

V_{H_2O} – об'єм проби води, взятої для титрування, см³.

Вміст йонів Магнію розраховують як

$$X_{Mg^{2+}} = T_{заг.} - T_{Ca^{2+}} \text{ ммоль-екв/дм}^3,$$

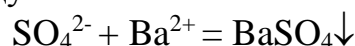
або

$$X_{Mg^{2+}} = (T_{заг.} - T_{Ca^{2+}}) \cdot Me_{Mg^{2+}} \text{ мг/дм}^3,$$

де $Me_{Mg^{2+}}$ – молярна маса еквівалента йонів Магнію, яка дорівнює 12,15 г/моль.

4. Якісне визначення сульфат-йонів

Якісне визначення сульфат-йонів базується на реакції осадження сульфат-йонів розчином барій хлориду:



Хід визначення. До 10 см³ проби води додають 2-3 краплі 0,1 N розчину хлоридної кислоти та 0,5 см³ 10%-вого розчину $BaCl_2$. При вмісті сульфатів 5-50 мг/дм³ виникає опалесценція або слабке помутніння, при більшому вмісті сульфатів випадає осад.

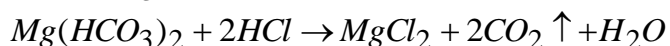
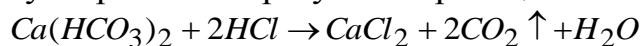
5. Кількісне визначення сульфат-йонів

Дослід 1. У конічну колбу на 200-250 см³ набирають 50 см³ аналізованої води і циліндром додають 5 см³ амонійного буферного розчину (для створення і підтримки рН 9,2) і декілька кристалів індикатора еріохрому чорного Т. Отриманий розчин титрують 0,05 N розчином трилону Б від винно-червоного

до синього кольору і занотовують до журналу об'єм трилону Б (V_1), витрачений на титрування проби води.

Дослід 2 (холостий дослід). У конічну колбу на 200-250 см³ набирають 50 см³ дистильованої води і піпеткою додають 1 см³ стандартного розчину $BaCl_2$, що містить йони магнію. Йони Магнію потрібні для більш точного встановлення точки еквівалентності. Далі до води циліндром додають 5 см³ амонійного буферного розчину (для створення і підтримки рН=9,2) і декілька кристалів індикатора еріохрому чорного Т. Отриманий розчин титрують 0,05 Н розчином трилону Б від винно-червоного до синього кольору і занотовують до журналу об'єм трилону Б (V_2), витрачений на титрування проби води.

Дослід 3. У конічну колбу на 200-250 см³ набирають 50 см³ аналізованої води, додають 2-3 краплі розчину індикатора метилового червоного і підкисляють пробу води 0,1 Н розчином хлоридної кислоти до появи червоного забарвлення. Колбу встановлюють на газовий пальник та кип'ятять 3-5 хв. від початку закипання. При цьому спостерігають, щоб протягом усього процесу кип'ятіння колір розчину залишався червоним. Якщо він стане блідим, або жовтим потрібно додати ще декілька краплин 0,1 Н розчину HCl . Присутність HCl потрібна для того, щоб гідрокарбонати кальцію та магнію перевести у добре розчинні хлориди кальцію та магнію, а кип'ятіння – для інтенсивного видалення CO_2 , який утворюється в результаті реакцій:



Після кип'ятіння до розчину додають 1 см³ стандартного розчину $BaCl_2$, що містить йони магнію і кип'ятять ще 10-15 сек. для більш повного осадження йонів SO_4^{2-} йонами Ba^{2+} . Далі розчин охолоджують 10-15 хв. і нейтралізують 0,1 Н розчином $NaOH$ до появи жовтого кольору. Потім до води циліндром додають 5 см³ амонійного буферного розчину і декілька кристалів індикатора еріохрому чорного Т. Отриманий розчин титрують 0,05 Н розчином трилону Б від винно-червоного до синього кольору і занотовують до журналу об'єм трилону Б (V_3), витрачений на титрування проби води.

Вміст сульфат-йонів (X) розраховують за формулою:

$$X = \frac{(V_1 + V_2 - V_3) \cdot C_H \cdot M_E \cdot 1000}{V_4} \text{ мг/дм}^3,$$

де C_H – нормальна концентрація трилону Б;

M_E – молярна маса еквіваленту йонів SO_4^{2-} , що дорівнює 48 г/моль-екв;

V_4 – об'єм аналізованої води (50 см³).

КОНТРОЛЬНІ ЗАПИТАННЯ

1. Яка сутність методів комплексонометричного аналізу?
2. Вимоги до реакцій, які використовуються в комплексонометричних методах аналізу?
3. Вплив рН на перебіг реакції під час титрування?
4. Індикатори, які використовуються в комплексонометричних методах аналізу?
5. Метод трилометрії. Робочі розчини методу, їх приготування та стандартизація.

6. Напишіть структурну формулу трилону Б і назвіть його за систематичною номенклатурою.
7. Як реагує трилон Б з йонами двовалентних металів? Які комплексні сполуки при цьому утворюються і як їх називають?
8. Присутністю яких солей зумовлена загальна й постійна твердість води?
9. Які методи існують для визначення загальної твердості води? Як визначають постійну твердість?
10. Які індикатори використовують у комплексонометричному методі визначення йонів кальцію та магнію у воді? На чому засновано їх використання?
11. В якому середовищі проводиться комплексонометричне визначення загальної твердості води, чим це пояснюється? Поясніть дію амоніачної буферної суміші.
12. Які йони заважають визначенню загальної твердості води комплексонометричним методом, як ліквідувати їх вплив?
13. В 1 м^3 води міститься $55,5 \text{ г CaCl}_2$ й 120 г MgSO_4 . Чому дорівнюватиме загальна твердість води?
14. Розрахувати, скільки г трилону Б треба взяти для приготування 2 дм^3 $0,01 \text{ Н}$ розчину ($M = 372,2 \text{ г/моль}$).
15. У вигляді яких сполук може існувати сульфат-йон у воді?
16. Чому вода, яка містить багато сульфатів, не придатна для питних цілей?
17. У чому сутність визначення сульфатів у воді?
18. У мірній колбі на 200 см^3 розчинили наважку $1,1256 \text{ г MgSO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$. До 20 см^3 цього розчину додали 25 см^3 $0,012 \text{ М}$ розчину трилону Б. На титрування надлишку трилону Б пішло $9,05 \text{ см}^3$ $0,01 \text{ М}$ розчину ZnSO_4 . Розрахуйте вміст магнію в наважці.
19. На титрування 20 см^3 стічної води, яка містить NiCl_2 , пішло 21 см^3 $0,02 \text{ М}$ розчину трилону Б. Розрахуйте масу NiCl_2 в 10 м^3 води.

Лабораторна робота №4

Тема: Приготування і стандартизація розчинів у методі перманганатометрії. Визначення перманганатної окиснюваності води методом Кубеля.

Мета: Засвоїти основи перманганатометрії, навчитися готувати робочі розчини перманганатометрії і встановлювати їх нормальність. Визначати перманганатну окиснюваність води методом Кубеля.

Знати:

- вихідні речовини методу перманганатометрії;
- приклади кількісного визначення речовин методом перманганатометрії;
- способи вираження концентрації розчинів;

Вміти:

- провести розрахунок наважки для приготування розчину заданої концентрації;
- приготувати розчин;
- визначати перманганатну окиснюваність води методом Кубеля.

САМОСТІЙНА РОБОТА НА ЗАНЯТТІ

1. Виконання тестових завдань (перевірка домашньої самопідготовки).
2. Виконання лабораторної роботи.
3. Обговорення та математична обробка експериментальних результатів.
4. Обговорення висновків та оформлення протоколу (залік лабораторної роботи).

Теоретичні відомості

Низку методів кількісного аналізу, що ґрунтуються на окисаційно-відновних реакціях, об'єднують під загальною назвою оксидиметрія. За допомогою цих методів визначають вміст відновників та окисників у розчинах.

Залежно від того, яку конкретну окисаційно-відновну реакцію використовують, в оксидиметрії розрізняють окремі методи: перманганатометрія (реакція відновлення калій перманганату KMnO_4), йодометрія (відновлення йоду або окиснення йодид-йона), броматометрія (реакція відновлення калій бромату KBrO_3) тощо. З перелічених методів найширшого застосування в клінічній та санітарно-гігієнічній практиці набули перманганатометрія та йодометрія.

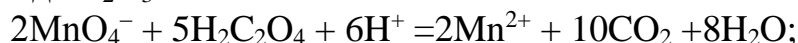
Метод перманганатометрії ґрунтується на реакції окиснення різних речовин перманганат-йонем, тобто робочим розчином є розчин KMnO_4 . Реакцію проводять у сильноокислому середовищі, в якому перманганат-йон MnO_4^- виявляє найсильніші окисаційні властивості і може реагувати з більшістю відновників. При відновленні калій перманганату утворюються практично безбарвні йони Мангану(II).

Для встановлення точки еквівалентності немає потреби використовувати індикатори, оскільки сам перманганат-йон інтенсивно забарвлений і надлишкова крапля титранту зумовлює рожеве забарвлення розчину. Тому титрування проводять до появи блідо-рожевого забарвлення, яке не зникає впродовж 30с.

Перманганатометрію використовують у клінічній практиці для визначення сечової кислоти, ферменту каталази, йонів Кальцію, Калію в крові, в санітарно-гігієнічній практиці – для дослідження якості питної води та аналізу стічних вод.

Вихідні речовини методу перманганатометрії

Щоб установити нормальність розчину перманганату, найчастіше користуються дигідратом оксалатної кислоти $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ або натрій оксалатом. Іноді використовують також сіль Мора – $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, арсен(III) оксид As_2O_3 та ін.



$$f_{\text{екв}}(\text{KMnO}_4) = 1/5$$

$$M_{\text{екв}}(\text{KMnO}_4) = f_{\text{екв}}(\text{KMnO}_4) M(\text{KMnO}_4) = 158,04/5 = 31,61 \text{ г/моль}$$

$$f_{\text{екв}}(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 1/2$$

$$M_{\text{екв}}(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = f_{\text{екв}}(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$$

$$M(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 126,04/2 = 63,02 \text{ г/моль}$$

Реакція між калій перманганатом і оксалатною кислотою безпосередньо не відбувається або відбувається дуже повільно. Навпаки, швидкість реакції між перманганатом і йонами Мангану(II), в результаті якої утворюється

манган(IV) оксид, досить велика; найшвидше взаємодіють MnO_2 і $H_2C_2O_4$. Тому зрозуміло, що збільшення концентрації йонів двовалентного Мангану в розчині впливає на швидкість сумарної реакції відновлення перманганат-йона оксалатною кислотою.

Окиснюваність води

Для характеристики кількості органічної речовини, що знаходиться в воді прийнята величина так званої окиснюваності води.

Проба на окиснюваність – один із санітарних показників якості питної та природної води, що характеризує вміст в ній відновників (йонів Феруму(II), сульфідів, нітритів, органічних речовин тощо). Окиснюваність виражають числом міліграм калій перманганату, витраченого на окиснення речовин в 1 дм^3 води. Для питної води цей показник не повинен перевищувати $2 \text{ мг } O_2/\text{дм}^3$ (згідно з ГОСТ 23268.12). Для річкових вод виділяють наступні градації окиснення ($\text{мг } O_2/\text{дм}^3$):

- дуже мала до 2;
- мала 2-5;
- середня 5-10;
- підвищена 10-20;
- висока 20-30;
- дуже висока – вище 30.

Окиснюваність є дуже зручним комплексним параметром, що дозволяє оцінити загальне забруднення води органічними речовинами. Органічні речовини, що знаходяться у воді дуже різноманітні за своєю природою і хімічними властивостями. Їхній склад формується як під впливом внутрішньо водоемних біохімічних процесів, так і за рахунок надходження поверхневих і підземних вод, атмосферних опадів, промислових і господарсько-побутових стічних вод.

Величина окиснюваності природних вод може варіюватися в широких межах від часток міліграмів до десятків міліграмів O_2 на 1 дм^3 води. Поверхневі води мають більш високу окиснюваність (а значить і більш «багаті» органікою) у порівнянні з підземними. Так, гірські річки й озера характеризуються окиснюваністю $2-3 \text{ мг } O_2/\text{дм}^3$, річки рівнинні – $5-12 \text{ мг } O_2/\text{дм}^3$, річки з болотним живленням – десятки міліграмів на 1 дм^3 .

Підземні ж води мають у середньому окиснюваність на рівні від сотих до десятих часток міліграма кисню на 1 дм^3 (виключення складають води в районах нафтогазових родовищ, торф'яників, у сильно заболочених місцевостях).

Найбільші значення окиснювання властиві річковим водам, які мають багато гумусових речовин, наприклад, річки Півночі.

У практиці водоочищення для природних малозабруднених вод визначають перманганатну окиснюваність, а в більш забруднених водах – як правило, біхроматну окиснюваність (ХСК – «хімічне споживання кисню»). Тому виділяють *перманганатну окиснюваність* за оксидником калій перманганатом ($KMnO_4$) (якщо вода містить незначну кількість органічних речовин), та *біхроматну окиснюваність* за оксидником калій дихроматом

($K_2Cr_2O_7$) (за умови високого вмісту органічних речовин, включно з важкоокиснюваними), а також йодатну та церієву.

Суть перманганатометричного визначення окиснюваності води полягає в окисненні відновників, що містяться в ній, надлишком $KMnO_4$ в кислотному середовищі. Калій перманганат, що не прореагував, вводять в реакцію з надлишком оксалатної кислоти, а надлишок оксалатної кислоти відтитрують розчином $KMnO_4$.

Біхроматну окиснюваність (ХСК) використовують як міру вмісту органічної речовини в пробі води, особливо у водоймах і водотоках, підданих сильному впливу господарської діяльності людини. Таким чином ХСК застосовують для характеристики стану водотоків і водойм, надходження побутових і промислових стічних вод (у тому числі і ступеня їхнього очищення), а також поверхневого стоку. Відповідно до вимог до складу і властивостей води водойм у пунктах питного водокористування величина ХСК не повинна перевищувати $15 \text{ мгO}_2/\text{дм}^3$.

Експериментальна частина

Прилади та реактиви:

1. Колба конічна місткістю 250 см^3 .
2. Піпетка місткістю 100 см^3 .
3. Лійка.
4. Бюретка місткістю 25 см^3 .
5. Стандартний $0,01 \text{ Н}$ розчин $H_2C_2O_4$.
6. Робочий розчин $KMnO_4$ (приблизно $0,01 \text{ Н}$).
7. Розбавлений розчин $H_2SO_4(1:3)$. Додають при збовтуванні 1 об'єм концентрованої сульфатної кислоти ($\rho=1,84 \text{ г/см}^3$) до 3 об'ємів дистильованої води.
8. Концентрований розчин $KMnO_4$, підкислений H_2SO_4 .
9. Концентрований розчин HCl .
10. Скляні кульки або капіляри.

Зміст роботи

1. Приготування $0,01 \text{ Н}$ розчину $KMnO_4$

Розраховують наважку $KMnO_4$, необхідну для приготування 250 см^3 $0,01 \text{ Н}$ розчину. Розраховану наважку зважують на технохімічних терезах і переносять у склянку або колбу. Потім відміряють 250 см^3 води і приблизно половину її нагрівають до кипіння. Невеликими порціями гарячої води обробляють наважку $KMnO_4$, час від часу зливаючи розчин в іншу мірну склянку.

Коли вся наважка розчиниться, дають розчину охолонути, переливають у склянку місткістю 250 см^3 , туди ж додають залишки води. Нерозчинену частину наважки відкидають.

Розчин ретельно перемішують і залишають відстоюватися у темному місці 7-10 днів. Після чого починають визначення концентрації.

2. Приготування стандартного 0,01N розчину оксалатної кислоти

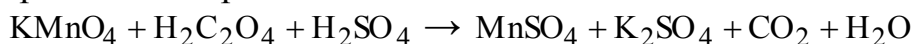
Розраховують наважку оксалатної кислоти $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, необхідну для приготування 250 см^3 0,01 N розчину. Беруть наважку на аналітичних терезах у попередньо зваженому бюксі або на годинниковому склі. Переносять наважку в мірну колбу і розчиняють її $20\text{-}25 \text{ см}^3$ холодної дистильованої води, потім додають $15\text{-}20 \text{ см}^3$ гарячої води невеликими порціями. Після того, як уся наважка розчиниться, дають розчині охолонути, обережно доливають водою до мітки і добре перемішують. Обчислюють нормальну концентрацію отриманого розчину.

3. Визначення точної концентрації KMnO_4

Заповнюють бюретку до верхнього меніску розчином KMnO_4 , перед тим двічі ополіскуючи її розчином KMnO_4 . До конічної колби відбирають піпеткою $20\text{-}25 \text{ см}^3$ 0,01 N розчину оксалатної кислоти, додають до нього $10\text{-}15 \text{ см}^3$ 2 N розчину H_2SO_4 і нагрівають до температури $75\text{-}80^\circ\text{C}$, не доводячи до кипіння.

Отриманий гарячий розчин оксалатної кислоти титрують розчином KMnO_4 , додаючи його повільно по краплях доти, поки розчин у колбі не забарвиться у блідо-рожевий колір, що не зникає протягом 1-2 хвилин.

При цьому протікає така реакція:



(методом напівреакції розставити коефіцієнти).

Титрування з результатами, що збігаються і відрізняються не більш ніж на 0,1 мл, повторюють тричі; об'єм розчину KMnO_4 , що пішов на титрування, занотовують до журналу, визначають середнє значення і починають обчислення нормальної концентрації розчину KMnO_4 за формулою

$$C_{\text{KMnO}_4} \cdot V_{\text{KMnO}_4} = C_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4} \cdot V_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4},$$

де C_{KMnO_4} – нормальна концентрація робочого розчину калій перманганату, моль-екв/дм³;

$C_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4}$ – нормальна концентрація стандартного розчину оксалатної кислоти, моль-екв/дм³;

V_{KMnO_4} – об'єм розчину KMnO_4 , що пішов на титрування, см³;

$V_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4}$ – об'єм розчину оксалатної кислоти, взятий для титрування, см³.

4. Попередня обробка посуду

Щоб уникнути помилки, пов'язаної з випадковим забрудненням колби домішками, здатними до окиснення, перед визначенням окиснюваності води у колбу налити $100\text{-}150 \text{ см}^3$ концентрованого розчину калій перманганату, підкисленого сульфатною кислотою, закрити колбу лійкою і кип'ятити на протязі 3 – 5 хвилин. Якщо на стінках колби з'являються коричневі плями MnO_2 , то вміст колби злити знов у ту ж склянку, де знаходиться концентрований розчин KMnO_4 , а колбу спочатку обробити концентрованою хлоридною кислотою, а потім дистильованою водою і знову кип'ятити з тим же розчином калій перманганату. Цю операцію повторити 2-3 рази, після чого ополоснути колбу дистильованою водою.

5. Визначення перманганатної окиснюваності води

У заздалегідь підготовлену конічну колбу місткістю 250 см³ піпеткою вмістити 100 см³ досліджуваної води, додати 20 см³ сульфатної кислоти (1:3) і долити з бюретки точно 20 см³ 0,01 Н розчину КМnO₄. При цьому розчин повинен набути інтенсивного рожевого забарвлення. Колбу закрити лійкою і суміш кип'ятити 10 хвилин (починаючи з початку кипіння). Щоб не було бурхливого кипіння, в колбу можна вмістити скляні капіляри. Час кипіння повинен витримуватись точно. Під час кипіння спостерігати за забарвленням розчину. Якщо забарвлення рідини у процесі кип'ятіння помітно слабшає, додати ще кілька см³ 0,01 Н розчину калій перманганату і знову кип'ятити. Необхідно домагатись такого стану, щоб при кип'ятінні інтенсивність забарвлення зберігалась. Якщо в процесі кип'ятіння розчин буріє, це свідчить про нестачу сульфатної кислоти.

Кількість доданого калій перманганату записати у звіт.

До трохи охолодженого розчину (60-70°C) долити з бюретки 20 см³ 0,01 Н оксалатної кислоти і перемішати рідину збовтуванням. Коли рідина знебарвиться і стане прозорою, знов її підігріти і надлишок доданої оксалатної кислоти відтитрувати тим же 0,01 Н розчином КМnO₄ до появи слабо-рожевого забарвлення, що не зникає протягом 2-3 хвилин. Об'єм кислоти і калій перманганату записати в робочий зошит.

Холостий дослід: відбирають 100 см³ дистильованої води і роблять з нею усі операції, які проводили з досліджуваною водою.

Розрахунок перманганатної окиснюваності води (X) ведуть за формулою

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot C_{\text{KMnO}_4} \cdot 8 \cdot 1000}{V} \text{ мг/дм}^3,$$

де V_1 – загальний об'єм 0,01Н розчину КМnO₄, доданого до проби води при визначенні окиснюваності води, см³;

V_2 – об'єм 0,01Н розчину КМnO₄, витрачений на окиснення 20 см³ 0,01 Н розчину щавлевої кислоти в холостому досліді;

V – об'єм проби води, см³;

C_{KMnO_4} – нормальна концентрація розчину КМnO₄, моль-екв/дм³;

8 – молярна маса еквіваленту кисню; г/моль.

Обчислення виконують з точністю $\pm 0,1$ мг.

КОНТРОЛЬНІ ЗАПИТАННЯ

1. На чому ґрунтується оксидиметрія, та на які методи її поділяють?
2. Які речовини кількісно визначають цим методом?
3. Які робочі розчини використовуються в методі перманганатометрії і якої концентрації? Чи можна їх виготовляти за точною наважкою?
4. Що є індикатором у методі перманганатометрії і на чому ґрунтується його використання?
5. Які вихідні речовини використовують для визначення концентрації перманганату калію?
6. В якому середовищі проводять титрування методом перманганатометрії, чим це зумовлено? Для чого потрібно нагрівання?

7. Чи можна визначити концентрацію розчинів оксидантів методом перманганатометрії? Навести приклади.
8. Методом напівреакції розставити коефіцієнти і визначити еквіваленти та еквівалентні маси оксидантів та відновників у таких реакціях:
- $$\text{KMnO}_4 + \text{KNO}_2 + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow \text{MnSO}_4 + \text{K}_2\text{SO}_4 + \text{KNO}_3 + \text{H}_2\text{O}$$
- $$\text{KMnO}_4 + \text{MnSO}_4 + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{MnO}_2 + \text{K}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$$
- $$\text{KMnO}_4 + \text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3 + \text{KOH} \rightarrow \text{K}_2\text{MnO}_4 + \text{K}_2\text{CrO}_4 + \text{K}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O}$$
9. Наважку KMnO_4 1,87 г розчинили в воді та довели об'єм розчину до 500 мл. Обчислити приблизно нормальну концентрацію розчину KMnO_4 в кислому середовищі.
10. Яку наважку $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ необхідно взяти для приготування 250 cm^3 0,02 Н розчину?
11. Що розуміють під окиснюваністю води? Що таке часткова і повна окиснюваність?
12. В яких одиницях вимірюється окиснюваність води?
13. Яка окиснюваність джерельної, артезіанської і річкової води? Яка окиснюваність питної води?
14. Чому калій перманганатом неможливо визначити повну окиснюваність води?
15. Для визначення перманганатної окиснюваності взята проба води об'ємом 100 cm^3 . Об'єм доданого 0,01Н розчину KMnO_4 становить 20 cm^3 . Об'єм цього ж розчину, що пішов на титрування надлишків 0,01Н розчину щавлевої кислоти склав 5 cm^3 . Об'єм долитого розчину щавлевої кислоти становить 20 cm^3 . Визначити окиснюваність води. Чи є ця вода придатною для питних цілей?

Лабораторна робота №5

- Тема:** Приготування та стандартизація робочих розчинів у методі йодометрії. Визначення розчиненого у воді кисню методом Вінклера.
- Мета:** Засвоїти метод йодометрії, робочі розчини йодометрії, визначати розчинений у воді кисень методом Вінклера.

Знати:

- вихідні речовини методу йодометрії;
- приклади кількісного визначення речовин методом йодометрії;
- метод Вінклера.

Вміти:

- провести розрахунок наважки для приготування розчину заданої концентрації;
- приготувати розчини;
- провести визначення розчиненого кисню у воді методом Вінклера.

САМОСТІЙНА РОБОТА НА ЗАНЯТТІ

1. Виконання тестових завдань (перевірка домашньої самопідготовки).
2. Виконання лабораторної роботи.

3. Обговорення та математична обробка експериментальних результатів.
4. Обговорення висновків та оформлення протоколу (залік лабораторної роботи).

Теоретичні відомості

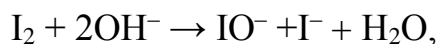
Йодометрія – один з титриметричних методів аналізу, який застосовують у клінічних лабораторіях для визначення вмісту цукру та окиснювального ферменту пероксидази в крові, а в санітарно-гігієнічних лабораторіях – для визначення «активного» хлору в хлорному вапні, залишкового хлору в питній воді тощо.

Метод йодометрії ґрунтується на двох реакціях – відновлення йоду до йодид-іонів та окиснення їх до вільного йоду:

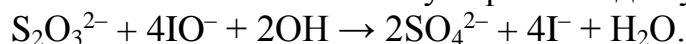


За першою реакцією визначають вміст відновників, використовуючи як титрант робочий розчин йоду. Другу реакцію застосовують для визначення окисників, користуючись робочим розчином натрій тіосульфату.

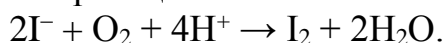
Йодометричне визначення проводять у нейтральному або слабкокислотному середовищі, що пояснюється можливістю перебігу побічних реакцій у лужному та сильнокислотному середовищах. У лужному середовищі йод утворює гіпойодид-іон:



а утворений аніон IO^- може окиснювати тіосульфат-йон до сульфат-йона:

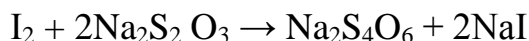


Під час титрування сильнокислотних розчинів можливе окиснення йодид-іонів киснем повітря за реакцією:



Робочі розчини методу йодометрії

У разі проведення аналізу методом йодометрії як титранти використовують розчини натрій тіосульфату пентагідрату $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ та йоду. Розчини натрій тіосульфату використовують для титрування вільного йоду:



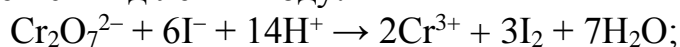
$$f_{екв}(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 1$$

$$M_{екв}(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = f_{екв}(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O)M(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 1 \cdot 248,19 = 248,19 \text{ (г/моль)}$$

$$f_{екв}(I_2) = 1/2;$$

$$M_{екв}(I_2) = f_{екв}(I_2)M(I_2) = 253,82/2 = 126,91 \text{ (г/моль)}.$$

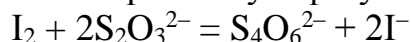
З метою стандартизації розчину натрій тіосульфату використовують калій дихромат $K_2Cr_2O_7$. Визначення проводять за методикою *непрямого титрування*, яка полягає ось у чому: до розчину дихромату з точно відомою концентрацією додають надлишок калій йодиду в кислотному середовищі, при цьому відбувається виділення йоду:



$$f_{екв}(K_2Cr_2O_7) = 1/6$$

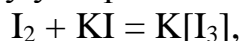
$$M_{екв}(K_2Cr_2O_7) = f_{екв}(K_2Cr_2O_7)M(K_2Cr_2O_7) = \frac{249,18}{6} = 49,03 \text{ (г/моль)}$$

У результаті реакції дихромат-йон утворює еквівалентну кількість йоду, який потім титрують розчином натрій тіосульфату:



Як індикатор для встановлення точки еквівалентності використовують крохмаль, який за наявності йоду набуває синього забарвлення. Особливістю застосування розчину крохмалю є те, що його слід додавати в кінці титрування, коли основна частина йоду вже відтитрована і розчин має світло-жовте забарвлення.

Враховуючи незначну розчинність йоду у воді (близько 0,2 г/дм³), його робочий розчин готують розчиненням наважки йоду в концентрованому розчині калій йодиду. При цьому утворюється комплексний йон I₃⁻ за схемою:



що значно збільшує розчинність йоду у воді.

Для приготування розчину беруть дещо більшу, ніж обчислена, наважку йоду, враховуючи наявність можливих домішок та його здатність до сублимації. Стандартизацію виготовленого розчину проводять за робочим розчином натрій тіосульфату.

Приклади кількісного визначення речовин методом йодометрії

Йодометрія – універсальний метод об'ємного аналізу, за допомогою якого можна проводити визначення як оксидників, так і відновників.

Аналіз відновників виконують або безпосереднім титруванням розчином йоду, або методом оберненого титрування. В останньому випадку до певного об'єму досліджуваного розчину відновника добавляють надлишок титрованого розчину йоду, а потім йод, що не прореагував з відновником, відтитровують робочим розчином натрій тіосульфату.

Можливість використання двох способів визначення відновників пояснюється тим, що методом прямого титрування можна визначати лише речовини, які швидко й кількісно реагують з йодом, зокрема натрій тіосульфат і аскорбінову кислоту. Однак більшість відновників реагують з йодом повільно і не до кінця. Тому для їх визначення використовують *метод оберненого титрування*, за яким до розчину відновника добавляють надлишок йоду і залишають розчин на 10-15 хв. Це дає можливість виконати реакцію кількісно.

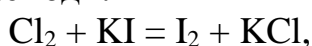
Визначення оксидників проводять *методом непрямого титрування*. З цією метою до підкисненого досліджуваного розчину добавляють надлишок розчину калій йодиду. В результаті реакції оксидник витісняє з калій йодиду еквівалентну кількість вільного йоду, який відтитровують робочим розчином натрій тіосульфату.

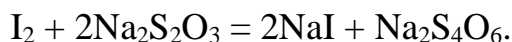
Визначення хлору у воді

Вміст молекулярного хлору та його сполук (гіпохлорити, хлораміни) у питній воді та поверхневих водах є наслідком її дезинфекції хлоруванням, а також попадання в них промислових стоків. У практиці хімічного аналізу хлор і його сполуки окисної дії називають «активним хлором».

Для аналітичного визначення «активного хлору» застосовують титриметричний метод – йодометрію.

Аналіз ґрунтується на взаємодії:





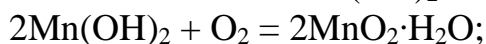
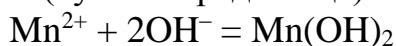
Кількість йоду, що утворюється, еквівалентна кількості хлору у воді. Йод титрують розчином натрій тіосульфату у присутності індикатора – крохмалю.

Точність визначення хлору методом йодометрії залежить від вмісту великої кількості органічних сполук.

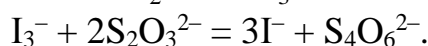
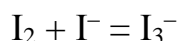
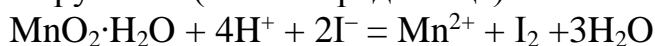
Хімічний метод Вінклера для визначення розчиненого кисню

Серед методів визначення концентрації розчиненого кисню найстарішим, але актуальним залишається хімічний метод Вінклера. У цьому методі розчинений кисень кількісно реагує з осадженим манган(II)гідроксидом. При підкисненні сполуками мангану більш високої валентності вивільняється йод з розчину йодиду в кількостях еквівалентних кількості кисню. Не можна впевнено говорити про утворення лише сполук мангану(III) або (IV). На думку деяких авторів, утворюється суміш гідроксидів. Вивільнений йод далі визначається титруванням натрій тіосульфатом. Як індикатор використовується крохмаль.

Стадія фіксування кисню (лужне середовище):



Йодометричне титрування (кисле середовище)



В міру використання цього методу в природних водах було відзначено істотний вплив редокс-активних домішок. Але, незважаючи на це, методична простота і надійність дозволила вже 1925 році включити метод Вінклера до збірки стандартних хімічних методів аналізу вод. Нижче коротко представлені ті труднощі, які можуть виникати при проведенні аналізу за Вінклером при наявності у воді редокс-домішок, якими можуть бути:

1. Fe²⁺ та Fe³⁺. Сполуки Fe²⁺ на стадії фіксації кисню можуть виступати як конкуренти щодо мангану. Прореагувавши з киснем, утворюється ферум(III)гідроксид, кінетика взаємодії якого з йодидом в кислому середовищі сповільнена.

2. Нітрити. Зазвичай присутність у воді нітритів обумовлена мікробіологічними перетворенням в амоній нітрат. Відомо, що нітрити в кислому середовищі здатні окиснювати йодид йони, викликаючи тим самим завищені результати у методі Вінклера. Тим не менше, при вмісті у воді до 0,05-0,1 мг N/л можна застосовувати прямий метод Вінклера. В даний час найпоширенішим способом нейтралізації впливу нітритів вважається використання добавки натрій азиду. Крім застосування азидів є й інші способи припинення або врахування впливу нітритів: застосування сечовини або сульфамінової кислоти. Всі ці реактиви руйнують нітрит до молекулярного азоту.

3. Органічні речовини. Зрозуміло, що вплив органічних речовин, як виражених відновників буде проявлятися на всіх етапах визначення розчиненого кисню за методом Вінклера. Молекулярний кисень, окиснені форми мангану, молекулярний йод – всі вони досить сильні окисники для

взаємодії з органічними домішками. Якщо вода багата органічними речовинами (окиснюваність 15-30 мгО₂ / л і більше), то є необхідним вводити поправку на їх взаємодію. Наприклад, пропонується проводити паралельну йодну пробу, знаходячи тим самим, скільки йоду витратилося на йодування органічних домішок.

4. Сульфіді і Н₂S. Виявлено, що вміст в аналізованій воді сульфідів призводить до заниження результатів методу Вінклера. При цьому взаємодія сульфідів з оксидниками носить стехіометричний характер: 1 моль кисню і 2 моль сульфідів. У результаті реакції виділяється елементарна сірка. Оскільки в методі Вінклера сильними оксидниками є крім кисню також йод і Манган(III, IV), то у формулюванні механізму взаємодії сульфідів з оксидниками є різні думки. Так, деякі автори вважають, що сульфід взаємодіє з окисненими формами мангану, а інші – з йодом. Був розроблений метод одночасного визначення сульфідів і кисню в пробі води. Автори, використовуючи солі Zn, осаджують ZnS, який далі відокремлюють і визначають спектрофотометрично, а тоді проводять визначення розчиненого кисню. Раніше була використана подібна схема, але використовувався не сульфат, а ацетат Zn. При взаємодії кисню і сульфідів можливо також утворення тіосульфату, як проміжної сполуки. Також було запропоновано спосіб врахування такого тіосульфату за методом холостої проби.

Протягом усієї першої половини 20-го століття в ході лабораторних і польових робіт був зібрана велика експериментальна база за результатами визначення кисню методом Вінклера. Були виявлені розбіжності в результатах визначень розчиненого кисню в одних і тих же водах за методами, що розрізняються тільки деталями, наприклад способом стандартизації розчину тіосульфату, концентрацією реагентів, способом титрування (усього розчину або малих аліквот) та ін У результаті таких робіт було сформульовано ряд потенційних джерел принципових помилок методу в чистих водах: окиснення йодиду киснем повітря; випаровування молекулярного йоду; вміст розчиненого кисню у додаються реактивах в процедурі фіксації кисню; домішка молекулярного йоду в йодиді; розбіжність точки кінця титрування, точку еквівалентності; мала стійкість розчинів натрій тіосульфату і відповідно необхідність частого стандартизації; помилки під час стандартизації натрію тіосульфату; трудність титрування малих кількостей йоду; використання крохмалю як індикатор: його нестійкість і зменшення чутливості з підвищенням температури.

Експериментальна частина

Прилади та реактиви:

1. Натрій тіосульфат пентагідрат Na₂S₂O₃·5H₂O;
2. Лужний розчин KI:
 - а) 150 г KI розчиняють у 100 мл дистильованої води;
 - б) 500 г NaOH або 700 г KOH розчиняють у 500 мл дистильованої води;
 - в) обидва розчини змішують і доводять об'єм до 1 дм³;
3. Розчин MnCl₂ або MnSO₄ (зважують 425 г MnCl₂·4H₂O; або 480 г MnSO₄·4H₂O, розводять у дистильованій воді і доводять до 1 дм³);
4. 4М розчин сульфатної кислоти (ρ = 1,84 г/см³);

5. 0,5% -вий розчин крохмалю;
6. 7%-вий розчин калій йодиду;
7. $K_2Cr_2O_7$;
8. ацетатна кислота (льодяна);
9. мірні колби місткістю 200-250см³;
10. конічна колба (200см³);
11. термометр;
12. бюретка;
13. піпетка;
14. аналітичні терези;
15. лійки.

Зміст роботи

1. Приготування робочого розчину натрій тіосульфату

Розрахувати наважку $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ для приготування 0,02 Н розчину об'ємом який був заданий. Зважити її на технохімічних терезах, розчинити в темній склянці необхідної місткості і залишити стояти 7–10 днів у темному місці.

2. Приготування стандартного 0,02 Н розчину $K_2Cr_2O_7$

Розрахувати наважку калій дихромату, необхідну для приготування 250 мл 0,02 Н розчину $K_2Cr_2O_7$, зважити її на аналітичних терезах. Кількісно перенести наважку, яку взяли, до мірної колби об'ємом 250см³ і розчинити у воді. Потім долити водою до позначки і добре перемішати. Розрахувати концентрацію виготовленого розчину.

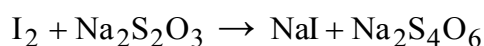
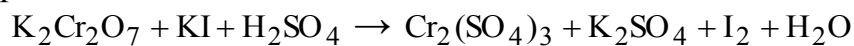
3. Встановлення концентрації робочого розчину $Na_2S_2O_3$ методом заміщення

Наповнюють бюретку розчином $Na_2S_2O_3$ і встановлюють рівень останнього на нулі. У велику конічну колбу наливають 5-7 см³ 7%-вого розчину KI і 10-15 см³ розчину H_2SO_4 (1:4). До отриманої суміші, додержуючись всіх правил, додають піпеткою 20 см³ 0,02 Н розчину $K_2Cr_2O_7$. Потім накривають колбу годинниковим склом і дають постояти в темному місці 5-7 хвилин. Після цього годинникове скло знімають, ополіскують його над колбою, розводять виготовлений розчин до об'єму приблизно 200 см³ дистильованою водою і розпочинають титрувати до світло-жовтого забарвлення, а потім додають 5 см³ розчину крохмалю і продовжують титрування до знебарвлення.

Перевіряють точність титрування. Для цього до відтитрованого розчину додають одну краплину 0,02 Н розчину $K_2Cr_2O_7$. Якщо розчин перетитрований, то повинно з'явитися стійке синє забарвлення.

Визначення повторюють кілька разів до отримання не менш, ніж три подібних результати, що різняться не більш як на 0,1 мл. Знаходять середнє значення об'єму і нормальну концентрацію.

Рівняння реакцій мають такий вигляд:



Методом напівреакцій розставити коефіцієнти. Обчислити еквіваленти і молярні маси еквівалентів оксидників і відновників.

4. Визначення хлору у воді

У конічну колбу відбирають 500–1000мл води, відповідно до концентрації «активного хлору» 10^{-1} мг/мл. До проби води доливають 5 мл льодяної ацетатної кислоти і приблизно 1 г кристалічного калій йодиду. Отриманий розчин жовтого кольору повільно титрують (на білому фоні) розчином натрій тіосульфату до утворення світло-жовтого забарвлення. Потім у розчин додають 1-2 мл розчину крохмалю, що викликає інтенсивно-синє забарвлення. Далі повільно продовжують титрування до зникнення синього забарвлення.

Таким же чином проводять контрольне титрування дистильованої води.

Вміст «активного хлору» (мг/л) обчислюють за формулою:

$$C_x = \frac{(V_1 - V_2) \cdot C_{екк} \cdot M_E \cdot 1000}{V},$$

де C_x – концентрація хлору, мг/дм³;

V_1 – об'єм робочого розчину $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, витраченого на титрування проби води, см³;

V_2 – об'єм робочого розчину $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, витраченого на титрування в контрольному досліді, см³;

V – об'єм проби води, см³;

M_E – молярна маса еквівалентів хлору, 35,5 г/моль;

$C_{екк}$ – молярна концентрація еквівалентів $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, моль/дм³.

5. Визначення розчиненого у воді кисню методом Вінклера

Перед безпосереднім визначенням відкалібрувати кисневу склянку. Для цього зважити на технічних терезах з точністю до 0,01 г порожню склянку з пробкою, а потім заповнену по вінця дистильованою водою. Різниця ваги дає вагу дистильованої води та її об'єм.

У відкалібровану склянку певної ємкості за допомогою лійки з гумовою трубкою, яка опущена на дно, обережно налити по вінця досліджувану воду, таким чином, щоб на внутрішній поверхні не залишилося пухирців повітря. Занурюючи піпетку до половини склянки, долити по 1 см³ розчину манган(II)хлориду або манган(II)сульфату і розчину лужної суміші (KOH+KI). Закрити склянку пробкою. При цьому частина води (2 см³) буде витиснута із склянки пробкою. На дні склянки утворюється білий осад $\text{Mn}(\text{OH})_2$. Вміст склянки старанно перемішати і поставити склянку для відстоювання утвореного осаду не менш ніж на 10 хвилин. За цей час під дією кисню води білий осад $\text{Mn}(\text{OH})_2$ буріє в результаті утворення MnO_2 . Потім пробу підкисляють, додаючи піпеткою 3 см³ розчину сульфатної кислоти (1:4). Піпетку спочатку занурюють майже до поверхні осаду і в міру витікання розчину її повільно піднімають так, щоб осад не скаламутився. При цьому бурій осад MnO_2 розчиняється, а розчин в наслідок утвореного йоду стає жовтого кольору. Суміші дають постояти в темному місці 5-7 хвилин. Потім розчин переливають у чисту конічну колбу місткістю 500 см³ і негайно титрують 0,02 N розчином натрій тіосульфату до світло-жовтого забарвлення.

Додають 1 см³ 0,5%-вого розчину крохмалю і продовжують титрувати до зникнення синього кольору.

Вміст розчиненого кисню (C_X) обчислюють за формулою:

$$C_X = \frac{C_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \cdot V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \cdot 8 \cdot 1000}{V_{\text{H}_2\text{O}} - 2} \text{ мг О}_2/\text{дм}^3,$$

де $C_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$ – нормальна концентрація натрій тіосульфату, моль/дм³;

$V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$ – об'єм розчину $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, витрачений на титрування, см³;

8 – молярна маса еквіваленту кисню, г/моль;

$V_{\text{H}_2\text{O}}$ – об'єм проби води, см³;

2 – об'єм води, яка вилася при фіксації розчиненого кисню, см³.

Визначити еквіваленти і молярні маси еквівалентів оксидників та відновників.

Ступінь насичення води киснем (%) визначають за формулою

$$O_2 = \frac{C_X \cdot 100}{C_0}$$

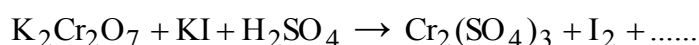
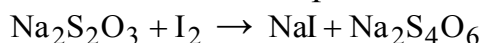
де C_X – рівноважна концентрація кисню в мг/л за температури води, взятої для аналізу, та атмосферного тиску 760 мм рт.ст.

Величину C_0 для різних температур обчислюють за формулою

$$C_0 \text{ (мг/дм}^3\text{)} = 4,505 \cdot 10^{-3} \cdot t^2 - 3,716 \cdot 10^{-1} \cdot t + 14,650.$$

КОНТРОЛЬНІ ЗАПИТАННЯ

1. Які оксидаційно-відновні процеси лежать в основі методу йодометрії? Складіть електронні рівняння цих процесів.
2. Які робочі розчини застосовують для визначення відновників і оксидників? Як готують ці розчини?
3. Які речовини застосовують для визначення концентрації натрій тіосульфату?
4. Чому дорівнюють еквіваленти натрій тіосульфату і йоду?
5. Назвіть умови, додержування яких обов'язкове при йодометричних визначеннях.
6. Який індикатор застосовується при йодометричних визначеннях? Як його готують і в який момент при титруванні додають?
7. Чим відрізняється метод заміщення від методу прямого титрування в йодометрії?
8. Скласти рівняння оксидаційно-відновних реакцій:



Визначити еквіваленти і молярні маси еквівалентів оксидників і відновників у цих реакціях.

9. Скільки см³ 0,5 Н розчину $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ потрібно для титрування йоду, який виділиться при взаємодії 50 см³ 0,2 Н розчину KMnO_4 з надлишком KI у присутності H_2SO_4 ?

10. Як потрапляє розчинений кисень до природної води?

11. Значення розчиненого кисню для життя вищих організмів у воді?

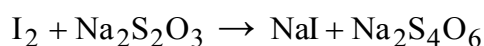
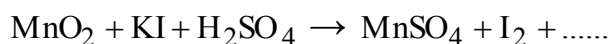
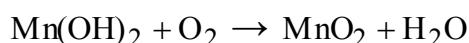
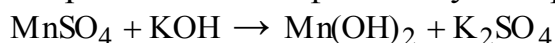
12. Від яких факторів залежить концентрація в воді розчиненого кисню?

13. Сутність йодометричного методу визначення розчиненого кисню.

14. Як характеризує розчинений кисень якість природних вод?

15. В яких одиницях виражають кількість розчиненого кисню в воді?

16. Методом напівреакцій розставити коефіцієнти у всіх рівняннях



Лабораторна робота №6

Тема: Приготування і стандартизація робочих розчинів у методі аргентометрії. Визначення вмісту хлорид-йонів у воді методом Мора.

Мета: Засвоїти метод аргентометрії, робочі розчини аргентометрії, визначати вміст хлорид-йонів у воді методом Мора.

Знати:

- вихідні речовини методу аргентометрії;
- приклади кількісного визначення речовин методом аргентометрії;
- метод Мора

Вміти:

- провести розрахунок наважки для приготування розчину заданої концентрації;
- приготувати розчини;
- провести визначення хлорид-йонів у воді методом Мора

САМОСТІЙНА РОБОТА НА ЗАНЯТТІ

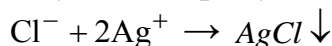
1. Виконання тестових завдань (перевірка домашньої самопідготовки).
2. Виконання лабораторної роботи.
3. Обговорення та математична обробка експериментальних результатів.
4. Обговорення висновків та оформлення протоколу (залік лабораторної роботи).

Теоретичні відомості

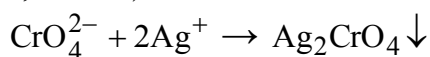
Як головний стандартний розчин в аргентометрії використовують розчин AgNO_3 . Аргентум(I)нітрат у водному розчині – нестійка речовина в наслідок перебігу оксидаційно-відновних реакцій за участю Ag^+ -йонів, які є оксидниками багатьох органічних домішок у воді. Тому розчин AgNO_3 готують за приблизною наважкою, а потім стандартизують за первинним стандартним 0,05 Н розчином NaCl .

Метод Мора

Титриметричне визначення хлоридів аргентометричним методом Мора ґрунтується на утворенні в нейтральному або слаболужному середовищі (рН 6-10) малорозчинного осаду аргентум(I) хлориду ($D_P = 1,78 \cdot 10^{-10}$):



Для встановлення кінця титрування використовують індикатор – калій хромат K_2CrO_4 , який з надлишком йонів Аргентуму утворює бурий осад аргентум(I) хромату ($DP = 1,1 \cdot 10^{-12}$):



Можливість титриметричного визначення хлоридів у присутності хромат-йонів пояснюється тим, що осад аргентум(I) хлориду менш розчинний, ніж осад аргентум(I) хромату:

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

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

Очевидно, що бурий осад аргентум(I) хромату почне утворюватися тільки після того, коли повністю випаде осад аргентум(I) хлориду.

Метод Мора застосовують для визначення хлоридів у воді при концентрації понад 2 мг/дм³. Без додаткового розбавлення можна титрувати проби води з концентрацією хлоридів до 100 мг/дм³.

Визначенню хлоридів заважають сульфіти, сульфіди та тіосульфати, які можна розкласти гідроген пероксидом у лужному середовищі. Ортофосфат-йони заважають при концентрації понад 25 мг/дм³, йони Феруму – при концентрації > 10 мг/дм³.

Для питної води вміст хлорид-йонів не повинен перевищувати 250 мг/дм³ згідно з ДСТУ 4079 або ГОСТ 4245.

Експериментальна частина

Прилади та реактиви:

1. Піпетки;
2. Бюретки місткістю 25 см³;
3. Колби конічні місткістю 250 см³;
4. Крапельниця з фенолфталеїном;
5. Колориметрична пробірка;
6. Мірна колба місткістю 200, 250 см³;
7. 0,05 Н розчин $AgNO_3$;
8. Суспензія амоній гідроксиду.
9. 5%- вий розчин калій хромату.
10. 10%-вий розчин $AgNO_3$.
11. 0,1 Н розчин $NaOH$ і H_2SO_4 .
12. $NaCl$, ч. д. а.
13. $AgNO_3$, ч. д. а.
14. Насичений розчин калій хромату (індикатор)
15. Дистильована вода.

Зміст роботи

1. Приготування 0,05Н розчину $AgNO_3$

Для приготування 0,05 Н розчину $AgNO_3$ спочатку розраховують наважку, необхідну для виготовлення 1 дм³ розчину. Оскільки $E_{AgNO_3} = 1$ моль, а $M_E = 169,89$ г/моль, то наважка солі $m(AgNO_3) = 169,89 \times 0,05 \cdot 1 = 8,494$ г солі.

Оскільки в продажі не буває хімічно чистого (х. ч.) AgNO_3 , робочі розчини солі Аргентум(I) готують приблизної концентрації. 8-9 г аргентум(I) нітрату (зважені на технохімічних терезах) розводять в 1 л води, добре перемішують і зберігають у посудині з темного скла.

2. Приготування стандартного розчину NaCl

Спочатку розраховують наважку NaCl , необхідну для приготування 0,05 Н розчину. Взявши на аналітичних терезах з точністю до 0,0002 г наважку NaCl , переносять її крізь лійку в мірну колбу на 1 дм³ і розчиняють у воді. Розводять дистильованою водою до позначки, щільно закривають колбу пробкою і старанно перемішують. За наважкою розраховують концентрацію отриманого розчину.

3. Визначення концентрації робочого розчину AgNO_3

Вливають у конічну колбу для титрування піпеткою певний об'єм 0,05 Н розчину NaCl (20,00-25,00 см³). Додають 1-2 краплини індикатора K_2CrO_4 і титрують розчином AgNO_3 , який приготували (див. дослід 1) до отримання осаду бурого кольору. Колбу під час титрування ставлять на білий папір і збовтують. Титрування повторюють три рази. Відхилення результатів титрування не повинно перевищувати 0,1 см³.

Результати титрування занотовують до таблиці

№	Об'єм NaCl , см ³	Концентрація NaCl	Об'єм AgNO_3 , см ³	Концентрація AgNO_3
1.				
2.				
3.				

Обчислення нормальної концентрації робочого розчину AgNO_3 ведуть за середнім об'ємом AgNO_3 , що пішов на титрування

$$C_{\text{AgNO}_3} = \frac{C_{\text{NaCl}} \cdot V_{\text{NaCl}}}{V_{\text{AgNO}_3}} \text{ моль/дм}^3,$$

де C_{AgNO_3} – нормальна концентрація розчину AgNO_3 , моль/дм³;

C_{NaCl} – нормальна концентрація розчину NaCl , моль/дм³;

V_{AgNO_3} – об'єм розчину AgNO_3 , що пішов на титрування, см³;

V_{NaCl} – об'єм розчину NaCl , взятий для титрування, см³.

4. Якісне визначення хлорид-йонів

У колориметричну пробірку наливають 5 см³ води і додають три краплини 10%-вого розчину аргентум(I)нітрату. Приблизний вміст хлорид-йонів визначають за характером осаду або муті відповідно до вимог таблиці:

Характеристика осаду або муті	Вміст Cl^- йону, мг/дм ³
Опалесценція або слабка муть	1 – 10
Велика муть	10 – 50
Утворюються пластівці, осаджуються не одразу	50 – 100
Білий об'ємний осад	більш 100

5. Кількісне визначення хлорид-йонів методом Мора

Залежно від результатів якісного визначення відбирають у конічну колбу 100 см³ досліджуваної води (або менший її об'єм 10-15 см³) і доводять до 100 см³ дистильованою водою. Без розведення визначають хлориди в концентрації до 400 мг/дм³. рН титрованої проби повинен бути в межах 6,5 – 10. Якщо це не

так, то треба додати 2 краплини фенолфталеїну. При появі рожевого забарвлення прилити по краплях 0,1 Н розчин H_2SO_4 до знебарвлення. За відсутності забарвлення нейтралізувати пробу 0,1 Н розчином $NaOH$ до появи рожевого забарвлення, що зникає при помішуванні.

Якщо вода каламутна, її фільтрують через беззольний фільтр, промитий гарячою водою.

Відміряний об'єм води вносять у дві конічні колби і додають по 1 cm^3 розчину K_2CrO_4 . Одну пробу титрують робочим 0,05 Н розчином аргентум(I)нітрату до появи бурого відтінку, другу використовують як контрольну пробу. При значному утриманні хлоридів утворюється осад $AgCl$, що заважає визначенню. У цьому випадку до відтитрованої першої проби додають 2-3 краплини титрованого розчину $NaCl$ до зникнення оранжевого відтінку, потім титрують іншу пробу, користуючись першою як контрольною.

Вміст хлорид-йону (X) обчислюють за формулою:

$$X = \frac{C_{AgNO_3} \cdot V_{AgNO_3} \cdot M_{eCl^-} \cdot 1000}{V_{H_2O}} \text{ мг/дм}^3,$$

де C_{AgNO_3} – нормальна концентрація робочого розчину аргентум(I)нітрату, моль/дм³;

V_{AgNO_3} – об'єм розчину аргентум(I)нітрату, витрачений на титрування, cm^3 ;

M_{eCl^-} – молярна маса еквіваленту хлорид-йону $Me = 35,45$ г/моль;

V_{H_2O} – об'єм проби, взятої для титрування, cm^3 .

Розбіжність між результатами повторних визначень при вмісті Cl^- від 20 до 200 мг/дм³ – 2 мг/дм³, при більш високому утриманні – 2 відн. %.

КОНТРОЛЬНІ ЗАПИТАННЯ

1. У чому сутність методу аргентометрії?
2. Які робочі розчини застосовують у методі аргентометрії?
3. Як готують робочі розчини, встановлюється їх точна концентрація?
4. Який індикатор застосовується в аргентометрії?
5. Застосування методу аргентометрії в аналізі води.
6. Яка умова випадіння осадів?
7. Чим зумовлено використання K_2CrO_4 в якості індикатору в методі Мора?
5. Який порядок випадіння осадів при титруванні хлорид-йонів розчином аргентум(I) нітрату в присутності калій хромату.
8. Визначити концентрацію розчину $AgNO_3$, коли відомо, що на титрування 20 cm^3 розчину, в 250 cm^3 якого утримується 0,7312 г $NaCl$, витрачено 18,25 cm^3 розчину $AgNO_3$.
9. Скільки йонів хлору утримується у воді (в мг/л), якщо на титрування 100 cm^3 води витрачено 25 cm^3 0,05Н розчину $AgNO_3$. Чи можна використовувати цю воду для питних цілей?
10. На розчин, що вміщує 0,01 М хлорид- та йодид-йонів, діють розчином аргентум(I) нітрату. Яка з солей $AgCl$ ($DP \approx 10^{-16}$) чи AgI ($DP \approx 10^{-10}$) випаде в осад у першу чергу?

Лабораторна робота №7

Тема: Визначення нітрат- та нітрит-йонів у воді.

Мета: Набути навички визначення біогенних забруднювачів на прикладі нітрит- та нітрат-йонів у воді

Знати:

- суть методу фотоелектрокалориметрії;
- хімізм дії та наслідки потрапляння біогенів до організму;
- сутність методу визначення нітратів та нітритів.

Вміти:

- виходячи з даних стандартного розчину розрахувати вміст нітритного Нітрогену, C_N , мг/мл в 1 мл стандартного, робочого і еталонних розчинів;
- виходячи з даних стандартного розчину розрахувати вміст нітрит-йонів, $C(NO_2^-)$, мг/мл в 1 мл стандартного, робочого і еталонних розчинів;
- дати екологічну оцінку забруднення природних вод біогенами.

САМОСТІЙНА РОБОТА НА ЗАНЯТТІ

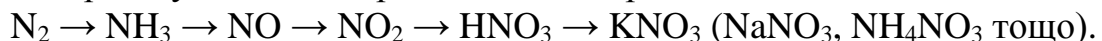
1. Виконання тестових завдань (перевірка домашньої самопідготовки).
2. Виконання лабораторної роботи.
3. Обговорення та математична обробка експериментальних результатів.
4. Обговорення висновків та оформлення протоколу (залік лабораторної роботи).

Теоретичні відомості

Добрива на основі нітритів, сечовини, похідних амоніаку та сполук фосфору відносяться до небезпечних типів поллютантів, для окиснення яких необхідний Оксиген. Такого типу відходи при скиданні в природні водойми окиснюються розчиненим у них Оксигеном, що призводить до різкого збільшення його витрат, зниження вмісту Оксигену у воді до рівня, недостатнього для підтримання життя.

Утворення нітритів у морській і річковій воді пояснюється розкладанням відмерлих організмів з утворенням амонійних солей і їхнього окиснення.

Солі нітратної кислоти відносяться до найбільш важливих кисневих сполук Нітрогену. Схема їх промислового отримання:

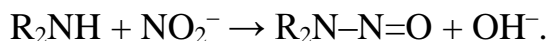


Нітрати у вигляді добрив і промислових відходів значно насичують поживними речовинами водні системи, у яких відбувається накопичення органічних відкладів, підсилюється ріст водяних рослин, тобто при такому виді забруднень водойма дрібнішає, заболочується. Прийнято говорити, що система піддалася *евтрофікації*.

Наслідки накопичення нітритів призводять до повного вичерпання кисню у воді; анаеробні бактерії, що існують у ній, поступаються місцем анаеробним. У результаті продукції реакцій окиснення – CO_2 , HNO_3 , H_3PO_4 тощо замінюються на продукти відновних реакцій – CH_4 , H_2S , NH_3 . З води зникають

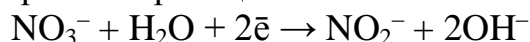
морські водорості, фітопланктон, риби, поступово вода набуває смердючого запаху.

Підвищений вміст нітратів у питній воді й овочах викликає захворювання крові – метгемоглобінемію, до якої особливо схильні діти. Дія нітритів, використовуваних у якості харчових добавок, консервантів, що знаходяться в біомасі кормів, є небезпечною для організму в зв'язку з утворенням у шлунку ссавців за реакцією з харчовими амінами нітрозамінів – найсильніших канцерогенів:

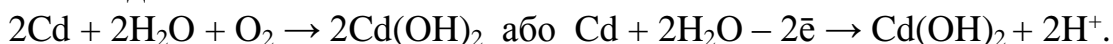


Отруєння має місце вже при концентрації 0,2-0,3%. Встановлена ГДК нітрат-йонів у питній воді – 45 мг/дм³. За «Єдиними критеріями якості вод» показник вмісту нітратів в незначно забрудненій воді є в межах до 0,05 мг/дм³. Вміст нітритів у питній воді недопустимий, він не повинен перевищувати в залежності від класу води 10⁻³-0,1 мг/дм³. У воді господарсько-побутового призначення ГДК нітритів і нітратів за Нітрогеном – 10 мг/дм³. У зв'язку з вищевикладеним, контроль води на вміст нітрат- та нітрит-йонів є необхідним і важливим хімічним аналізом.

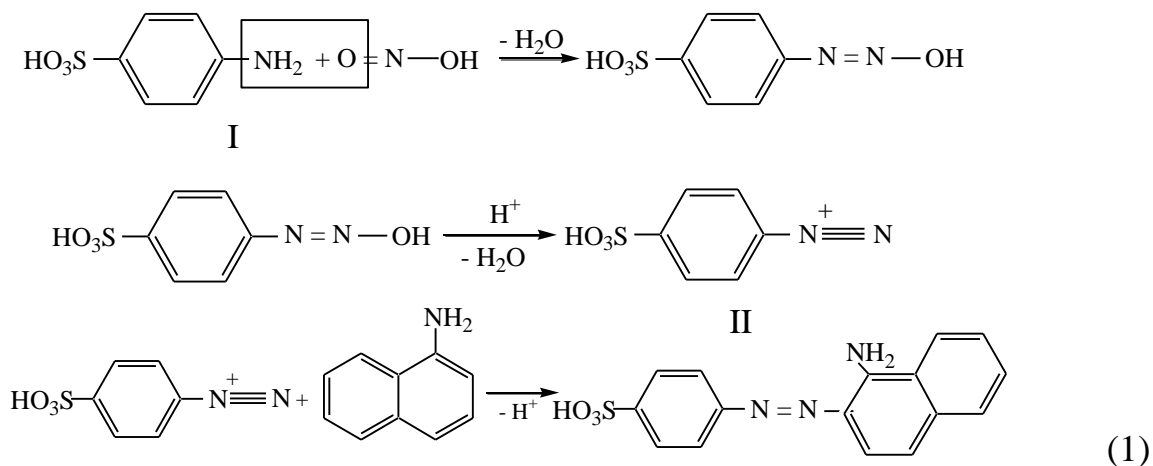
Сутність методу визначення нітратів. В основі методу лежить відновлення нітратів до нітритів за реакцією:



і подальше визначення нітрит-йонів. У якості відновника використовують металевий кадмій:



Для визначення нітритів застосовують фотоелектроколориметричний метод. В основі методу лежить забарвлення розчинів, що містять нітрит-аніон, в рожево-червоний колір різної інтенсивності в залежності від концентрації нітриту під дією так званого реактиву Грісса–Ілосвая. Рожеве забарвлення є характерним для хромофорів, що утворюються під дією реактиву Грісса–Ілосвая. Ці хромофори – діазосполуки, що характеризуються наявністю в молекулі азогрупи –N=N–, яка зв'язує ароматичні або гетероциклічні сполуки між собою. І стадія являє собою діазотування сульфанілової кислоти (I) нітритами, а на першій стадії відбувається азосполучення діазосполуки (II) з α -нафтиламином в *орто*- або *пара*-положення. Хімізм процесу виражається рівняннями:



Інтенсивність забарвлення при дії індикатора отриманого розчину оцінюється величиною оптичної густини D , знятої на фотоелектрокалориметрі. Концентрацію нітрит-йонів знаходять за калібрувальним графіком, попередньо побудованим для приготовлених еталонних розчинів заданої концентрації. Метод є надзвичайно чутливим – $0,5 \text{ мкг NO}_2/\text{дм}^3$, а при визначенні нітратів – $2 \text{ мкг N}/\text{дм}^3$ води.

За відомою залежністю, що виражається законом Ламберта-Бугера-Бера, можна визначити концентрацію речовини, вимірявши інтенсивність світлового потоку, що пройшов крізь розчин:

$$I = I_0 \cdot 10^{-kcl}, \quad (2)$$

де I – інтенсивність світлового потоку, що пройшов крізь розчин;

I_0 – інтенсивність падаючого світлового потоку;

k – молярний показник поглинання – стала, що є характеристичною величиною для даної сполуки і залежить від довжини хвилі джерела випромінювання, $\text{м}^2/\text{моль}$;

c – концентрація розчину, $\text{моль}/\text{дм}^3$;

l – товщина поглинаючого шару, зазвичай ширина кювети, у якій проводиться визначення, м .

Фізичний зміст закону Ламберта-Бугера-Бера полягає в тому, що світлопоглинання для розчинів тієї ж самої речовини за однакової його концентрації і товщині шару розчину є однаковим. Після логарифмування і деяких математичних перетворень рівняння (2) набуде вигляду:

$$\lg I = \lg I_0 - kcl, \text{ тобто } \lg\left(\frac{I_0}{I}\right) = kcl, \quad (3)$$

оскільки відношення $\lg\left(\frac{I_0}{I}\right) = D$ називається **оптичною густиною**, то:

$$D = kcl, \quad (4)$$

тобто оптична густина є прямо пропорційною концентрації певної забарвленої речовини і товщині шару розчину. Використовуючи спеціальні прилади – спектрофотометри і фотоелектрокалориметри, можна виміряти оптичну густина розчину і за цією величиною визначити концентрацію речовини.

Експериментальна частина

Прилади та реактиви:

1. Фотоелектрокалориметр (ФЕК) типу ФЭК-56, ФЭК-60;
2. Піпетки вимірювальні 1 і 2 мл з ціною поділки 0,1 мл;
3. Колби мірні місткістю 100 см^3 – 2шт.; 50 см^3 – 6шт.;
4. Реактив Грісса-Ілосвая – суміш однакових об'ємів розчинів α -нафтиламіну в 12% ацетатній кислоті (з розрахунку $0,2 \text{ г } \alpha$ -нафтиламіну на 150 см^3 розчину ацетатної кислоти) і розчину сульфанілової кислоти у 12% ацетатній кислоті (з розрахунку $0,5 \text{ г}$ сульфанілової кислоти на 150 см^3 розчину ацетатної кислоти);
5. Стандартний розчин NaNO_2 , який містить $0,4927 \text{ г NaNO}_2$ в 1 дм^3 води;
6. Проба води;
7. Дистильована вода.

Зміст роботи

1. Приготування робочого розчину NaNO_2

Зі стандартного розчину піпеткою відбирають 1 см^3 , вміщують його у мірну колбу місткістю 100 см^3 і доводять до риски дистильованою водою.

Виходячи з даних стандартного розчину

- розрахувати вміст нітритного Нітрогену C_N , мг/см^3 в 1 см^3 стандартного, робочого і еталонних розчинів;
- розрахувати вміст нітрит-йонів $C(\text{NO}_2^-)$, мг/см^3 в 1 см^3 стандартного, робочого і еталонних розчинів. Усі розрахунки занести в таблицю результатів.

2. Приготування еталонних розчинів для побудови калібрувального графіка

У 6 мірних колбочок (на 50 см^3) внести відповідно таблиці 0; 0,4; 0,8; 1,2; 1,6; 2 см^3 робочого розчину, доводять до риски дистильованою водою. Додають до кожної колби і до проби води по 2 см^3 реактиву Грісса-Ілосвая, закривають пробкою і ретельно перемішують. Розчин у «нульовій» колбі (дистилят + індикатор) служить у якості порівняльного під час визначення оптичної густини і заливається у кювету порівняння: величина його оптичної густини віднімається від оптичної густини еталонних розчинів або проби.

Через 30-40 хв. після появи забарвлення вимірюють оптичні густини усіх розчинів і досліджуваної проби на ФЭК (або СФ-16) у кюветі довжиною 3 см із зеленим світлофільтром ($\lambda = 540 \text{ нм}$), результати заносять до таблиці.

Побудову калібрувального графіка здійснюють, в залежності від завдання викладача, у координатах $D = f(C_N)$ $D = f(C(\text{NO}_2^-))$ і визначають за калібрувальним графіком концентрацію нітритного Нітрогену (або нітрит-йонів) у пробі води. Їхні масові концентрації обчислюють за формулою:

$$C_{N(\text{NO}_2^-)} = \frac{c \cdot 1000}{V}, \text{ мг/дм}^3,$$

де c – кількість N або NO_2^- за графіком;

V – об'єм проби.

Виходячи з отриманих результатів, розрахувати вміст NO_3^- і порівняти усі дані з ГДК нітрат-, нітрит-йонів та з лімітуючим показником Нітрогену (див. теоретичну частину); дати висновок про відповідність води встановленим стандартам.

Найменування розчину, його концентрація і параметри	Вміст Нітрогену см^3	Номер еталонного розчину						Проба води
		Нульова	1	2	3	4	5	
Стандартний розчин NaNO_2		–	–	–	–	–	–	–
Робочий розчин NaNO_2		0	0,4	0,8	1,2	1,6	2,0	–
Об'єм реактиву Грісса-Ілосвая, см^3	–	2	2	2	2	2	2	2
Вміст	–	–						

Нітрогену C_N , мг/см ³								
Вміст нітрит- йонів $C(NO_2^-)$, мг/см ³	Робочий розчин	–						
Оптична густина, D	–	–						
$C_N =$ мг/дм ³	$C(NO_2^-) =$ мг/дм ³					Висновок:		

КОНТРОЛЬНІ ЗАПИТАННЯ

1. Які переваги методу колориметрії?
2. Що таке оптична густина розчину?
3. Як змінюється оптична густина розчину залежно від концентрації, товщини шару розчину та молярного коефіцієнта поглинання.
4. Яка роль Нітрогену у біогеохімічному функціонуванні живої речовини?
5. Масова частка Нітрогену у добриві становить 14%. Нітроген входить до складу добрива у вигляді сечовини $CO(NH_2)_2$. Обчислити масову частку сечовини.
6. Які сполуки Нітрогену входять до складу харчових добавок? Чи накопичуються вони в організмі? У чому суть їхньої токсичності?
7. Яка ГДК нітрат-, нітрит-йонів у питній воді?
8. Які наслідки накопичення нітритів у воді?
9. Що таке евтрофікація?
10. Сутність методу визначення нітратів та нітритів у природних водах.
11. Напишіть основні способи добування та хімічні властивості амоніаку, амоній нітрату, нітроген(IV)оксиду, бісмут(III) нітрату.
12. Закінчити рівняння окисно-відносних реакцій:

$Mg + N_2$ (нагрівання) =	$NH_2OH + KMnO_4 + H_2SO_4 =$
$NH_3 + CuO =$	NH_4NO_2 (нагрівання) =
$NH_3 + O_2 =$	$NH_2OH + HI =$
$NH_3 + Br_2 =$	$HNO_2 + HMnO_4 =$
N_2H_4 (нагрівання) =	$HNO_2 + Br_2 + H_2O =$
$N_2H_4 + O_2 =$	$NaNO_2 + PbO_2 + H_2SO_4 =$
$N_2H_4 + AgNO_3 + NaOH =$	$NaNO_2 + FeSO_4 + H_2SO_4 =$
$KMnO_4 + NaNO_2 + H_2SO_4 =$	HNO_3 (концентрована) + HCl
$KMnO_4 + N_2H_4 + H_2SO_4 =$	(концентрована) =
$NH_2OH + CuSO_4 + NaOH =$	$Zn + HNO_3$ (розбавлена) =
$HNO_3 + Hg$ (надлишок) =	
13. До розчину суміші нітратної та сульфатної кислот масою 200 г додали надлишок розчину барій хлориду. При цьому утворилося 46,6 г осаду, який відділили. Для нейтралізації одержаного фільтрату використали 72,63 мл розчину калій гідроксиду ($\rho=1,285$ г/см³) з масовою часткою лугу 30 %. Розрахуйте масові частки кислот (%) у вихідному розчині.
14. Визначити об'єм амоніаку, який треба розчинити в 457,4мл води, щоб отримати розчин з масовою часткою NH_3 8,5%.
15. Скільки води треба додати до 50г розчину нітратної кислоти з масовою часткою 30%, щоб отримати розчин з масовою часткою 10%?

16. Визначити масу Калій нітрату, що міститься в 350мл розчину з масовою часткою 15%. Густина розчину 1,1г/см³.
17. Який об'єм водню (н.у.) витратиться на добування амоніаку масою 200 кг, якщо його вихід за оптимальних умов синтезу дорівнює 94%.
18. З водню об'ємом 134,4 л (н.у.) і надлишку азоту синтезували амоніак кількістю речовини 1,2 моль. Визначте вихід амоніаку.
19. При розчиненні в розбавленій нітратній кислоті 12,16 г суміші порошоків заліза та міді виділилося 3,584 дм³ нітроген(II) оксиду (н.у.). Визначити масовий склад суміші порошоків.
20. У лабораторії є розчин нітратної кислоти ($\rho=1,181$ г/см³) з масовою часткою кислоти 30%. Який об'єм цього розчину потрібно змішати з водою для приготування 400 мл розчину з масовою часткою цієї ж кислоти 14% і густиною 1,078 г/см³? (170 мл)

Лабораторна робота №8

Тема: Визначення Феруму у природній воді.

Мета: Набути навички визначення біогенних забруднювачів на прикладі у воді.

Знати:

- суть методу фотоелектроколориметрії;
- хімізм дії та наслідки потрапляння біогенів до організму;
- сутність методу визначення вмісту заліза у воді.

Вміти:

- визначати вміст Феруму у воді.
- дати екологічну оцінку забруднення природних вод біогенами.

САМОСТІЙНА РОБОТА НА ЗАНЯТТІ

1. Виконання тестових завдань (перевірка домашньої самопідготовки).
2. Виконання лабораторної роботи.
3. Обговорення та математична обробка експериментальних результатів.
4. Обговорення висновків та оформлення протоколу (залік лабораторної роботи).

Зміст роботи

1. Визначення вмісту у воді загального Феруму

Приготування робочих розчинів

Основний стандартний розчин солі Fe^{3+} (1 см³ розчину містить 0,1 мг Fe) – 0,08607 г свіжоперекристалізованих залізо-амонійних галунів $NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ розчиняють в мірній колбі ємністю 100 см³ у невеликій кількості дистильованої води, додають 0,5 см³ сульфатної кислоти (густина 1,84 г/см³) і доводять об'єм розчину дистильованою водою до мітки.

Робочий стандартний розчин солі Fe^{3+} (1 см³ розчину містить 0,01 мг Fe) готують в день проведення аналізу розведенням основного стандартного розчину в 10 разів дистильованою водою.

Калій (або амоній) роданід– 10% -й розчин.

Нітратна кислота – розведена 1:1.

1.1. Якісне визначення Феруму з наближеною кількісною оцінкою

В пробірку наливають 10 см³ досліджуваної води, додають 4-5 крапель HNO₃ (1:1) і 0,2 см³ 10% розчину KCNS або NH₄CNS. Після внесення кожного реактиву вміст пробірки перемішують. Наближений вміст Феруму визначають за таблицею.

Забарвлення при розгляді збоку	Забарвлення при розгляді зверху вниз	Вміст Fe в мг/дм ³
Забарвлення відсутнє	Забарвлення відсутнє	<0,05
Ледь помітне жовтувато – рожеве	Надзвичайно слабке жовтувато - рожеве	0,1
Дуже слабке жовтувато - рожеве	Слабке жовтувато - рожеве	0,25
Слабке жовтувато - рожеве	Світле жовтувато - рожеве	0,5
Світле жовтувато - рожеве	Жовтувато - рожеве	1,0
Сильне жовтувато - рожеве	Жовтувато - червоне	2,0
Світле жовтувато - червоне	Яскраво червоне	> 2,0

1.2. Кількісне визначення за допомогою фотоелектроколориметра

Побудова калібрувального графіка: у мірні колби місткістю 25 см³ послідовно вливають 0,00; 0,25; 0,50; 0,75; 1,00; 1,50; 2,00; 3,00; 4,00; 5,00 см³ робочого стандартного розчину солі Fe³⁺ (в 1 см³ розчину - 0,01 мг Fe), додають в кожен з колб по 1 см³ HNO₃ (1:1), потім послідовно додають в кожен колбу з 4 см³ KCNS (або NH₄CNS), доводять об'єм розчину до мітки дистильованою водою, ретельно перемішують і відразу ж вимірюють оптичну густину розчинів з синім світлофільтром. За отриманими даними будують калібрувальний графік залежності оптичної густини (A) від вмісту Fe.

Аналіз досліджуваного розчину: у мірну колбу місткістю 25 см³ відбирають 20 см³ досліджуваної води або менший об'єм, якщо вміст Fe більше 1 мг/дм³, додають 1 см³ HNO₃ (1:1), 4 см³ KCNS, перемішують і вимірюють оптичну густину із синім світлофільтром. За калібрувальним графіком знаходять вміст Феруму.

Розрахунок

Вміст загального заліза (C_x) обчислюють за формулою

$$C_x = \frac{C_{град} \cdot 25}{V},$$

де C_{град} – концентрація Fe, визначена за калібрувальним графіком (мг/дм³);

V – об'єм проби, взятої для визначення (см³);

25 – об'єм мірної колби (см³).

2. Визначення вмісту йонів Феруму

Реактиви та матеріали:

розчин амоній хлориду (C(1/1NH₄Cl)=2 моль/дм³), розчин амоній гідроксиду (ω(NH₄OH)=12,5%), розчин сульфосаліцилової кислоти (ω(HO₃SC₆H₃(OH)COOH)=20%), розчин нітратної кислоти (ρ= 1,4 г/см³), стандартний розчин залізоамонійних галунів (C(Fe³⁺)=0,1 мг/см³), робочий розчин залізоамонійних галунів (розчинити 25,0 см³ стандартного розчину залізоамонійних галунів в мірній колбі об'ємом 250 см³).

Посуд та прилади: фотоколориметр КФК-2, мірні колби (100 см³, 500 см³), піпетки (1, 2, 10, 20, 50, 100 см³), лійки для фільтрування, фільтрувальний папір, хімічні стакани (250 см³), електроплитки.

Хід визначення: пробу об'ємом 100 см³ (чи меншого об'єму, але доведеного до 100 см³ дистильованою водою), що містить 0,01÷1,0 мг йонів Феруму, помістити у хімічний стакан, додати 0,5 см³ концентрованої нітратної кислоти і упарити на електроплитці, приблизно вдвічі. Концентрований розчин розбавити водою і відфільтрувати, збираючи фільтрат у мірну колбу об'ємом 100 см³. Фільтр промити, а фільтрат у колбі довести до об'єму близько 80 см³. До обробленої таким чином проби прилити піпетками 2 см³ розчину амоній хлориду, 2 см³ розчину сульфосаліцилової кислоти, 2 см³ розчину амоній гідроксиду, перемішати суміш і дистильованою водою довести об'єм у мірній колбі до 100 см³, знову перемішати. Через 5 хв. виміряти оптичну густину за відношенням до холостої проби, вибравши відповідний світлофільтр.

Побудова калібрувальної кривої

У ряд стаканів різними піпетками точно виміряти 0; 1,0; 2,0; 10,0; 20,0; 40,0; 60,0; 80,0 см³ робочого стандартного розчину, що відповідає концентрації 0; 0,1; 0,2;...10 мг Феруму в 1 дм³. У еталонах визначити йони Феруму методом, що описаний вище. Оптичну густину визначити при вибраному світлофільтрі по відношенню до холостої проби (холостою пробєю є перший розчин еталонної серії, куди стандартний розчин Феруму не вводили). За одержаними даними побудувати графік в координатах «оптична густина – масова частка Феруму».

Розрахунки:

$$C(Fe) = \frac{C_x(Fe) \cdot V_1}{V(H_2O)},$$

де $C_x(Fe)$ – масова концентрація йонів Феруму, що знайдена за калібрувальним графіком, мг/дм³;

V_1 – об'єм мірної колби, у якій велось визначення, см³;

$V(H_2O)$ – об'єм проби води, взятої для аналізу, см³.

3. Фотометричне визначення загального вмісту Fe²⁺ і Fe³⁺ з роданідом

Реактиви:

Сульфатна кислота, розбавлена 1:2;

Калій перманганат, розчин 0,02 М;

Оксалатна кислота 0,02 М;

Хлоридна кислота, розчин 1:1;

Калій тіоціанат, розчин 20%-ий у воді;

Ферум(III)хлорид, розчин з концентрацією 0,005 мг Fe/см³.

Проведення визначення: У широкогорлу колбу на 200 см³ переносять 50 см³ добре перемішаної проби води, яка містить не більше 4,0 мг Феруму в 1 дм³, або менший об'єм проби, розбавленої до 50 см³. Далі додають 2,5 см³ розбавленої сульфатної кислоти (1:2), 2,5 см³ 0,02 моль/дм³ розчину калій перманганату і кип'ятять суміш впродовж 3-5 хв, поки не випарується приблизно 5 см³ рідини. Гарячий розчин знебарвлюють оксалатною кислотою і обережно приливають розчин калій перманганату до повторної появи рожевого забарвлення. Якщо окиснений розчин каламутний, його фільтрують після охолодження і об'єм доводять до 50 см³. Потім приливають 2,5 см³ хлоридної

кислоти (1:1) і перемішують, додають 5 см³ 20% розчину амоній або калій тіоціанату, знову перемішують і одразу ж вимірюють оптичну густину при λ=500 нм. Вводять поправку на оптичну густину холостої проби, яку готують таким же чином, але з дистильованою водою, і за градувальним графіком знаходять вміст Феруму.

Для побудови градувального графіка у ряд колб для кип'ятіння вносять 0; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 20,0; 30,0; 40,0 см³ стандартного розчину солі феруму(III) з концентрацією 0,005 мг Fe/см³ і доводять об'єм до 50 см³ дистильованою водою. У цих розчинах відповідно міститься Феруму 0; 0,0025; 0,005; ... 0,200 мг. Далі роблять так, як описано вище. Віднімають оптичну густину холостого розчину і будують градувальний графік.

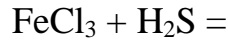
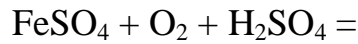
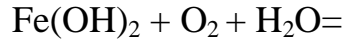
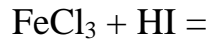
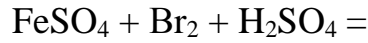
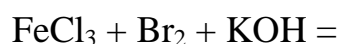
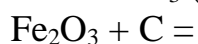
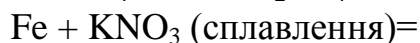
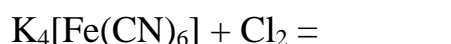
Концентрацію Феруму, мг/дм³ (C_x), обчислюють за формулою:

$$C_x = \frac{a \cdot 1000}{V},$$

де *a* – кількість Феруму, знайдена за градувальним графіком, мг;
V – об'єм проби, см³.

КОНТРОЛЬНІ ЗАПИТАННЯ

1. Назвіть форми Феруму у поверхневих водах.
2. Назвіть форми Феруму у підземних водах.
3. Чим обумовлена наявність Феруму у воді?
4. Назвіть негативні явища підвищеного вмісту Феруму у воді.
5. Назвіть хімічні методи видалення Феруму з води.
6. Як впливають гумінові речовини на процес осадження заліза?
7. Назвіть суть методу якісного виявлення Феруму.
8. Назвіть реагентні методи видалення Феруму, їх характеристика.
9. Назвіть безреагентні методи видалення Феруму, їх характеристика.
10. Назвіть основні методи кількісного визначення Феруму у воді.
11. Суть методу визначення Феруму роданідом.
12. Дописати окисно-відновні реакції:



13. Визначте масу осаду, добутого в результаті зливання розчину масою 20 г з масовою часткою Ферум(III)сульфату 8% з 17,44 см³ розчину барій хлориду з масовою часткою 15% (густина розчину барій хлориду 1,1465г/см³).

14. Ферум, що міститься у 10 см³ аналізованого розчину FeSO₄, було окиснено до Ферум(III) і осаджено у вигляді гідроксиду. Маса прожареного осаду дорівнює 0,4132 г. Обчисліть молярну концентрацію FeSO₄ у вихідному розчині.
15. Скільки грамів основної солі утвориться при взаємодії 1 моль ферум(III)хлориду і 40г натрій гідроксиду?
16. Порошок заліза масою 0,32 г під час обробки хлоридною кислотою витіснив 0,112 дм³ водню. Обчисліть масову частку заліза в зразку?
17. Яка маса і кількість речовини ферум(III) гідроксиду розкладається під час нагрівання, якщо виділяється вода кількістю речовини 1,2 моль?
18. На повне розчинення ферум(III) гідроксиду масою 56 г витратили 250 г розчину хлоридної кислоти. Визначте масову частку кислоти (%) в розчині.
19. Дописати рівняння реакцій гідролізу сполук. Вкажіть рН середовища:

FeCl ₃ + H ₂ O =	FeCl ₃ + K ₂ CO ₃ + H ₂ O =
Fe(NO ₃) ₃ + H ₂ O =	Ca(FeO ₂) ₂ + H ₂ O =
FeSO ₄ + H ₂ O =	Fe ₂ (SO ₄) ₃ + 3Na ₂ CO ₃ + 3H ₂ O =
Fe ₂ (SO ₄) ₃ + H ₂ O =	Fe ₂ (SO ₄) ₃ + 3Na ₂ S + 6H ₂ O =

20. Напишіть основні способи добування та хімічні властивості заліза, ферум(II) оксиду, ферум(III) гідроксиду та калій ферату.

Лабораторна робота №9

Тема: Підготовка зразка ґрунту до аналізу та визначення його структури.

Мета: навчитись правильно готувати зразки ґрунту до лабораторних аналізів; вивчити методику та структурний склад ґрунту.

Обладнання та реактиви: аркуш цупкого паперу, шпатель, коробка, фарфорова ступка з товкачиком, набір сит, електронна вага.

Зміст роботи

1. Відбір зразків здійснювався відповідно до ДСТУ 4287:2004

Методом конверту, використовуючи ніж та шпатель з прикопом, відбирають по 1 кг об'ємної проби. Для хімічного аналізу об'єднана проба становить не менше, ніж з п'ять точкових проб, взятих з одного майданчика.

Для контролю забруднення ґрунту важкими металами, точкові проби відбирають пошарово з глибини від 0 до 5 см та від 5 до 20 см, масою не більше 0,2 кг кожна. Під час відбору точкових проб і складання об'єднаної проби повинна бути виключена можливість їх вторинного забруднення. Точкові проби ґрунтів, призначені для визначення важких металів, відбираються інструментом, що не містить метали. Перед відбором точкових проб, стінки прикопки слід зачистити ножем з поліетилену чи полістирену або пластмасовим шпателем.

У процесі транспортування і зберігання ґрунтових проб повинні бути вжиті заходи щодо попередження можливості їх вторинного забруднення та взаємного змішування.

2. Доведення зразка ґрунту до повітряно-сухого стану

Взятий зразок ґрунту розсипати на цупкому папері товщиною 1,5-2 см. Довести зразок до сухого стану (ґрунт має бути сухий на дотик), щодня його перемішуючи, сушіння проводити за кімнатної температури. Для захисту зразка від пилу прикрити його під час сушіння папером.

3. Відбір середнього зразка ґрунту

Після доведення зразка до повітряно-сухого стану вибрати із зразка частину ґрунту, розрівняти його на папері рівним шаром і надати йому форми прямокутника, розділити на чотири частини діагональними лініями. Відібрати дві протилежні частини (два протилежні «трикутники»), старанно перемішати ґрунт, що залишився, і знову розрівняти на папері, надавши йому прямокутника. Повторити попередні операції кілька разів, аж поки на папері не залишиться близько 300-400 г ґрунту. Це буде середній зразок, який пересипають в коробку і вкладають у неї відповідну етикетку.

4. Підготовка подрібненого ґрунту

Із середнього зразка взяти близько 100 г ґрунту послідовним поділом. Розтерти відібраний ґрунт у ступці. Повністю просіяти ґрунт крізь сито з діаметром отворів 1 мм. Якщо частина ґрунту не пройшла крізь отвори сита, то його слід подрібнити і знову просіяти; треба добиватися повного проходження зразка крізь сито, а не відсівати з нього дрібнозернистої частини, бо однорідний зразок штучно поділиться на неоднорідні частини. Пересипати подрібнений ґрунт у пакет і написати на ньому, з якого ґрунту і горизонту взято даний зразок, зазначивши також глибину його взяття.

5. Просіювання зразків ґрунту

Скласти всі сита набору так, щоб зверху було сито з найбільшими отворами, а донизу діаметр отворів поступово зменшувався (порядок розміщення сит зверху донизу: 10 мм, 7 мм, 5 мм, 3 мм, 2 мм, 1 мм, 0,5 мм, 0,25 мм). Встановити внизу колонки сит піддонник. Із зразка повітряно-сухого ґрунту після видалення великого коріння рослин взяти наважку близько 300-350 г масою з точністю до 0,1 г. Помістити наважку на верхнє сито і, нахилиючи набір сит, круговим рухом просіяти ґрунт. Зважити структурні фракції, що залишилися на ситах і пройшли в піддонник, записуючи їх розмір. Очевидно, що на верхньому ситі будуть структурні частинки розміром, більше 10 мм (фракція > 10 мм), на ситі з розміром отворів 7 мм – структурні частинки розміром від 7 до 10 мм (фракція 7-10 мм), на ситі з діаметром отворів 5 мм – структурні частинки розміром від 5 до 7 мм (фракція 5-7 мм) і т. д. У піддоннику міститиметься практично розпилена частина ґрунту з розміром частинок і найдрібніших грудочок, менше 0,25 мм (фракція < 0,25 мм).

Обчислити відсотковий вміст у ґрунті структурних часток різного діаметра (за їх фракціями) за формулою:

$$X = \frac{A \times 100}{P}, \quad (1)$$

де X – відсотковий вміст у ґрунті структурних часток даного розміру (фракції);

A – маса структурних часток даного розміру;

P – маса ґрунту, взятого для просіювання (наважка).

Результати визначення структурного складу повинні бути представлені не тільки в цифрах (табл.2.1), а й графічно (діаграма або графік) в координатах: розмір фракції n , мм – відсотковий вміст, %.

Таблиця 1

Результати визначення структурного складу ґрунту

Розмір фракції, мм	>10	10-7	7-5	5-3	3-2	2-1	1-0,5	0,5-0,25	<0,25
Маса фракції, г									
Вміст фракції, %									

КОНТРОЛЬНІ ЗАПИТАННЯ

1. Вкажіть основні важливості відбору зразків ґрунту.
2. Назвіть правильну глибину відбирання зразка ґрунту?
3. Вкажіть змішаний зразок ґрунту?
4. Як довести зразок ґрунту до повітряно-сухого стану?
5. Чи потрібно відбирати проби ґрунту відповідно ГОСТу?
5. Що таке структурність ґрунту?
6. Від чого залежить структура ґрунту?
7. Назвіть основні типи структури ґрунту.
8. Структура різних типів ґрунтів.
9. Елементарний та фазовий склад ґрунту.

Лабораторна робота №10

Тема: Визначення гігроскопічної вологи в ґрунті. Ґрунтова волога та водні властивості ґрунту.

Мета: вивчити методику визначення гігроскопічної вологи у зразках ґрунту, а також визначити водні властивості ґрунту.

Обладнання і реактиви: алюмінієві бюкси, сушильна шафа, технічні ваги, важки, ґрунтовий ніж, бур, аналітичні ваги, ексикатори, зразки ґрунту, фарфорова ступка, фарфорова чашка, набір сит, скляні трубки, штатив, лійка.

Зміст роботи

1. Визначення гігроскопічної вологи

У чистий, попередньо зважений алюмінієвий бюкс із кришкою поміщають відповідну наважку повітряно-сухого ґрунту (для суглинистих ґрунтів 5-10 г, для піщаних 10-15 г). Бюкс із ґрунтом розташовують у сушильній шафі, відкривають кришку і просушують 5 год. за температури $T=100-105^{\circ}\text{C}$. Через 5 годин бюкс із ґрунтом виймають із шафи, закривають кришкою, охолоджують у ексикаторі не менше 30 хв. та зважують. Обчислюють різницю між першим і другим зважуванням, яка становитиме кількість гігроскопічної вологи у взятій наважці ґрунту.

Виконують обчислення відсоткового вмісту гігроскопічної вологи за формулою:

$$ГВ = \frac{B-A}{B-A} \times 100\%,$$

де ГВ – гігроскопічна волога, %;

А – маса бюкса без ґрунту, г;

Б – маса бюкса з ґрунтом після висушування, г;

В – маса бюкса з ґрунтом (повітряно-сухим) до висушування, г.

Результати визначення гігроскопічної вологи в ґрунті заносять у табл. 1.

Таблиця 1

Результати визначення гігроскопічної вологи в ґрунті

Горизонт та глибина взяття зразка ґрунту, см	№ зразка	Маса порожнього бюкса, г (А)	Маса бюкса з повітряно-сухим ґрунтом, г (В)	Маса бюкса з абсолютн о сухим ґрунтом, г (Б)	Маса гігроскопічної вологи, (В-Б)	Вміст гігроскопічної вологи, % ГВ (W)

Для перерахунку результатів аналізу повітряно-сухого ґрунту на абсолютно сухий використовують коефіцієнт гігроскопічності (КГ), який розраховують за формулою:

$$КГ = \frac{100}{100 - ГВ},$$

де ГВ – відсотковий вміст гігроскопічної води.

Як користуватись цим коефіцієнтом? Наприклад, було розраховано, що КГ = 1,3. У результаті аналізу повітряно-сухого ґрунту виявилось, що масова частка гумусу в ґрунті становить 4,22%. Для перерахунку на абсолютно-сухий ґрунт, одержаний результат множать на коефіцієнт гігроскопічності (КГ): $4,22 \times 1,3 = 5,48 \%$).

2. Визначення капілярної вологості (КВ) і швидкості капілярного підняття

Взяти скляну трубку довжиною 15 см і діаметром 3-5 см та з одного кінця обв'язати марлевою серветкою, під яку підкладають паперовий фільтр. Поміщають трубку у фарфоровий стакан об'ємом 100 см³ і зважують. Це буде маса тари (А).

Наповнюють трубку повітряно-сухим ґрунтом (для рівномірного наповнення треба в процесі наповнення постукувати по стінці трубки). Після заповнення ґрунтом, трубку разом із стаканом зважують. Це буде маса тари + повітряно-сухий ґрунт (Б).

На дно стакану наливають воду в кількості, яка покриває нижній кінець трубки на 2 см. Воду в чашку підливають в міру поглинання її ґрунтом. Відмічають час, коли трубку поміщають у чашку, а потім і час, коли ґрунт заповнюється капілярною водою.

Після заповнення капілярів ґрунту водою, надлишок води з чашки виливають, а ґрунт з тарою зважують. Одержують масу тари і ґрунту у стані КВ (капілярної вологи) (В). Розраховують КВ за формулою:

$$КВ = \frac{В-Б}{Б-А} \times 100\%,$$

де А – маса тари, г;

Б – маса тари + абсолютно сухий ґрунт, г;

В – маса тари + ґрунт, капіляри якого заповнені водою, г.

Розраховують швидкість підняття води по капілярах:

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

де l – шлях, пройдений водою по капілярах ґрунту, см;

T – час, за який вода пройшла цей шлях, хв .

3. Визначення водопроникності ґрунту

Швидкість просочування води через ґрунт залежить від його механічного складу, структурного стану, ступеня ущільнення. Наявність у ґрунті значної кількості колоїдних сполук та перегнійних речовин послаблюють його водопроникність. Водопроникність характеризується швидкістю просочування води через певний шар ґрунту або це кількість води, яка просочилась через даний шар ґрунту у визначений проміжок часу.

Скляну трубку довжиною 35 см та діаметром 3-4 см з одного кінця обв'язують марлею або полотном. Трубку закріплюють на штативі у вертикальному положенні марлевою пов'язкою донизу. На висоті 20,0 і 24,0 см восковим олівцем на трубці наносять мітки. У трубку насипають ґрунт до висоти 20 см. Для рівномірного розподілу ґрунту в трубці її легко струшують.

Під обв'язаний марлею кінець трубки підставляють лійку, закріплену в кільці штативу та колбочку. На ґрунт починають лити воду, підтримуючи рівень води на мітці 24 см, включивши секундомір, спостерігають і відмічають час появи першої краплі через марлю, якою обв'язаний нижній кінець трубки.

Результати виражають часом проходження води через шар ґрунту товщиною в 20 см при поперечному розрізі його діаметр 40 мм. За швидкістю просочування води в різних ґрунтах роблять висновки про їх водопроникність.

За швидкістю вбирання води розрізняють ґрунти:

- добре водопроникні (швидкість вбирання понад 150 мм за першу годину);
- середньо водопроникні (швидкість вбирання 50-150 мм за першу годину);
- слабо водопроникні (швидкість вбирання менше 50 мм за першу годину).

КОНТРОЛЬНІ ЗАПИТАННЯ

1. Що таке вологість ґрунту?
2. Для чого визначають гігроскопічну вологу?
3. Що таке гігроскопічна волога?
4. Як визначити гігроскопічну вологу?
5. Назвіть основні форми ґрунтової води.
6. Капілярна вода, які її основні властивості.
7. Водопроникність ґрунту.
8. Назвіть водні властивості ґрунту, які Вам відомі.
9. Вологоємність, її типи.
10. Яка вода має найбільше значення для рослин?

Лабораторна робота №11

Тема: Визначення активної, обмінної та гідролітичної кислотності ґрунту.

Мета: навчитись визначати кислотність ґрунту згідно із загальноприйнятими методиками.

Обладнання та реактиви: рН-метр, колба плоскодонна об'ємом 50-100 та 200-250 мл, мірний циліндр об'ємом 50 мл або мірна колба об'ємом 25 та 50 мл, скляний стакан об'ємом 50 мл, колба конічна об'ємом 100-150 мл, колба мірна об'ємом 100 мл, піпетка об'ємом 50 мл, бюретка об'ємом 25 або 50 мл, фільтри середньої щільності.

Зміст роботи

1. Визначення активної кислотності ґрунту потенціометричним методом

20 г повітряно-сухого ґрунту, розтертого і просіяти крізь сито з отворами діаметром 1 мм, зважити з точністю до 0,1 г і перенести у плоскодонну колбу місткістю 100 мл. Прилити мірним циліндром 50 мл дистильованої води, щоб співвідношення «ґрунт:вода» становило 1:2,5, закрити пробкою, ретельно збовтати протягом 1 години та залишити на 0,5 год. для відстоювання. Прозору частину зливають у скляний стаканчик і вимірюють pH_{H_2O} потенціометричним методом.

2. Визначення обмінної кислотності потенціометричним методом

Даний метод застосовують під час масових аналізах, а обмінну кислотність ґрунту вимірюють в одиницях pH_{KCl} .

20 г повітряно-сухого ґрунту, розтертого і просіяного крізь сито з діаметром отворів 1 мм, зважують з точністю до 0,1 г і переносять у плоскодонну колбу місткістю 100 мл. Мірним циліндром приливають 50 мл 1,0 н розчину KCl (pH 5,6-6,0). Колбу закривають пробкою і періодично збовтують протягом 1 години. Після відстоювання в чистий скляний стаканчик зливають прозору частину суспензії і вимірюють pH_{KCl} потенціометричним методом.

3. Визначення гідролітичної кислотності за методом Г. Каппена

40 г повітряно-сухого ґрунту, розтертого і просіяного крізь сито з отворами діаметром 1 мм зважують з точністю до 0,1 г. Наважку вміщують у колбу об'ємом 250-300 мл, приливають 100 мл розчину CH_3COONa ($pH = 8,3-8,4$), закривають пробкою і збовтують 1 год. Годинне збовтування можна замінити 3-хвилинним з наступним відстоюванням протягом доби і періодичним (5-6 разів) збовтуванням. Суспензію фільтрують крізь сухий складчастий фільтр (діаметром 11-12,5 см) середньої щільності (біла стрічка). Перед титруванням вміст склянки збовтують від руки і переносять на фільтр більшу частину ґрунту. Перші 10-20 мл фільтрату відкидають, щоб видалити домішки, які перейшли в нього. В подальшому, якщо фільтрат мутний, його перефільтровують крізь той же фільтр. Відбирають піпеткою 50 мл прозорого фільтрату, вміщують у конічну колбу об'ємом 250 мл, додають 2-3 краплі фенолфталеїну і титрують 0,1 н розчином NaOH до слабо-рожевого забарвлення, яке не зникає протягом однієї хвилини. Якщо фільтрат забарвлений, то титрування здійснюють у присутності «свідка». За кількістю витраченого на титрування луґу розраховують величину гідролітичної кислотності в мг-екв. на 100 г ґрунту за формулою:

$$H_{\Gamma} = \frac{a \cdot C_{\text{H}} \cdot K_{\text{NaOH}} \cdot 2 \cdot 100 \cdot K_{\text{H}_2\text{O}}}{P} \times 1,75,$$

- де a – об'єм розчину NaOH, який пішов на титрування 50 мл фільтрату, мл;
 C_{H} – нормальність розчину NaOH, моль-екв/л;
 K_{NaOH} – поправочний коефіцієнт на нормальність розчину NaOH;
 2 – число перерахунку проби, яка титрується (50 мл) на весь об'єм розчину (100 мл);
 100 – коефіцієнт перерахунку результатів аналізу на 100 г повітряно-сухого ґрунту;
 P – наважка повітряно-сухого ґрунту, г;
 1,75 – умовний коефіцієнт для введення поправки на повноту витіснення всього гідрогену під час однократної обробки ґрунту розчином CH_3COONa ;
 $K_{\text{H}_2\text{O}}$ – коефіцієнт гігроскопічності.

КОНТРОЛЬНІ ЗАПИТАННЯ

1. Що таке кислотність ґрунту?
2. Якими йонами зумовлюється кислотність ґрунту?
3. Що таке актуальна кислотність?
4. Що таке обмінна кислотність? Чому її вважають найшкідливішою?
5. Що називається гідролітичною кислотністю?
6. За допомогою якої формули розраховують гідролітичну кислотність ґрунту в мг-екв. на 100 г?
7. Як кислотність ґрунту впливає на ріст рослин?
8. Особливості визначення гідролітичної кислотності за методом Г. Каппена.
9. Кислотність ґрунтів України. Причини її підвищення.
10. Чи можливо визначити кислотність ґрунту в домашніх умовах? Опишіть відомі методи.

Лабораторна робота №12

Тема. Визначення гумусу в ґрунті за методом І.В.Тюріна (в модифікації В.Н. Симакова). Якісне визначення різних форм гумусу в ґрунті та їх властивості

Мета: вивчити методику та визначити вміст гумусу в ґрунті методом І.В.Тюріна, а також навчитися визначити ґрунтовий склад гумусу.

Обладнання та реактиви: зразки ґрунту, ступка, сито з діаметром отворів 0,25 мм, електронна вага, бюретка, дві конічні колби об'ємом 100 мл, електрична плитка з азбестовою сіткою, промивалка, годинник; 0,4 н розчин калій дихромату $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ у розведеній (1:1) H_2SO_4 ; 0,2 н розчин солі Мора; розчин дифеніламіну (приготування: 0,5 г дифеніламіну розчинити в 100 мл концентрованої сульфатної кислоти і до цього розчину обережно долити 20 мл дистильованої води), 50 % розчин H_2SO_4 ; 0,01н розчин KMnO_4 ; 1 н розчин NaOH; 10 % розчин HCl; дистильована вода.

Зміст роботи

1. Визначення гумусу в ґрунті за методом І.В. Тюріна (в модифікації В.Н. Симакова)

З підготовленого для визначення гумусу ґрунту беруть відповідно зважену його кількість (наважку). Величина її залежить від передбачуваного вмісту гумусу в ґрунті (табл. 1).

Таблиця 1

Передбачуваний вміст гумусу, %	Наважка ґрунту, г
< 1	1,0
1-2	1,0-0,5
2-4	0,5-0,2
4-7	0,2-0,15
7-10	0,15-0,10
10-15	0,10-0,05

Наважку ґрунту беруть із зразка, просіяного крізь сито з діаметром отворів 0,25 мм. Просівати треба весь зразок, щоб не було відсівання різних його фракцій з різним вмістом перегною. Обережно, не розсипаючи, висипають на дно конічної колби об'ємом 100мл наважку ґрунту. Вливають у колбу з ґрунтом 10 мл 0,4 н розчину $K_2Cr_2O_7$ розчиненого в розведеній (1:1) сульфатній кислоті.

Вміст обережно перемішують круговими рухами колби. Колбу закривають лійкою і ставлять на попередньо нагріту електричну плитку з азбестовою сіткою під витяжною шафою. З моменту появи бульбашок газу, розчин повинен кипіти протягом 5 хв. Слідкують за колбою і не допускають бурного кипіння. Інакше збільшиться концентрація сульфатної кислоти, що може привести до розпаду хроматної кислоти, а відтак і до неправильних результатів.

Якщо під час кипіння розчин хромової суміші позеленів, то потрібно повторити визначення, зменшивши наважку ґрунту або збільшивши об'єм дихроматної суміші, взятої для окиснення.

Після закінчення кип'ятіння колбу знімають з плитки і охолоджують у витяжній шафі. Лійку, а також стінки колби змивають дистильованою водою з промивалки, витративши для цього 25-30 мл води. Розчин переносять через лійку у конічну колбу об'ємом 250 мл, змиваючи декілька разів дистильованою водою до об'єму 100-150 мл.

До розчину додають 10 крапель 85%-ної ортофосфатної кислоти і стільки ж крапель дифеніламіну, все ретельно перемішують і титрують 0,2 н розчином солі Мора до переходу червоно-бурого забарвлення через синє та брудно-фіолетове в темно-зелене. Після того, як розчин забарвиться у фіолетовий колір, титрувати необхідно дуже обережно, додаючи розчин солі Мора по одній краплі і старанно розмішувати титровану рідину, оскільки перехід на синє і зелене відбувається під час додавання 1-2 краплі титранту. Після закінчення титрування відмічають і записують об'єм солі Мора, що пішов на титрування залишку калій дихромату.

Паралельно проводять холостий дослід. Всі операції виконують так, як і під час аналізу ґрунту, тільки замість наважки ґрунту беруть на кінчику тонкого

шпателя трошки накаленої пемзи, піску або лесу для рівномірного кипіння. Різниця між холостим і дослідним титруванням має бути не менше 3-4 і не більше 8-10 мл 0,2 н розчину солі Мора. За порушення цього правила слід змінити наважку ґрунту. Тоді за повторного визначення у першому випадку наважку ґрунту треба збільшити у 2-3 рази, а в другому – зменшити у 1,5-2 рази.

Вміст гумусу у наважці ґрунту вираховують за формулою:

$$A = \frac{(a-b) \times K_m \times 0,0010362 \times 100 \times K_G}{P},$$

де А – вміст гумусу в ґрунті, %;

а – об'єм солі Мора, витраченої на холосте титрування калій дихромату, мл;

б – об'єм солі Мора, витраченої на титрування залишку калій дихромату, мл;

Р – наважка повітряно-сухого ґрунту, г;

К_м – поправка до титру солі Мора (0,98);

0,0010362 – маса гумусу, яку окиснює хромова суміш, що відповідає 2 мл 0,2 н солі Мора, г;

К_Г – коефіцієнт гігроскопічної вологи.

$$K_G = \frac{100}{100 - ГВ},$$

де ГВ – відсотковий вміст гігроскопічної води.

Вміст загального органічного Карбону чи Карбону гумусу у відсотках від маси сухого ґрунту, розраховують за формулою:

$$C(\%) = \frac{(a-b) \times N_m \times K_m \times 0,003 \times 100 \times K_G}{P},$$

де N_м – нормальність солі Мора, моль-екв/л;

0,003 – значення міліеквівалента Карбону, г

Для розрахунку вмісту гумусу в мінеральних ґрунтах за вмістом у них органічного Карбону (С) слід пам'ятати, що умовно прийнято вміст С в гумусі за 58 %. Ділення 100% на 58% дає коефіцієнт перерахунку вмісту органічного Карбону в гумус, який дорівнює 1,724. Отже:

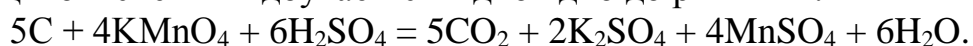
$$\text{Вміст гумусу, \%} = 1,724 \times C, \%$$

2. Якісне визначення різних форм гумусу у ґрунті та їх властивості

2.1. Визначення водорозчинних форм ґрунтового гумусу

Зважити 20 г ґрунту і перенести у конічну колбу об'ємом 100-200 мл. Додати 50 мл дистильованої води, добре перемішати. Відстоюють 3-4 хв., ще раз перемішують і знову відстоюють. Відстояний розчин через лійку з фільтром відфільтровують у колбу об'ємом 50-100 мл. Одержана витяжка містить водорозчинні (в тому числі і органічні) сполуки. Як правило, колір витяжки світло-жовтий.

У конічну колбу об'ємом 50-100 мл наливають 20 мл водної витяжки, додають 1 мл 50% розчину сульфатної кислоти. Паралельно проводять холостий дослід: для цього у конічну колбу наливають 20 мл дистильованої води і також додають 1 мл 50% розчину H₂SO₄. В обидві колби (з водною витяжкою і з дистильованою водою) почергово з бюретки додають краплями 0,01н KMnO₄ до появи стійкого рожевого забарвлення, що не зникає протягом 30 с. Реакція окиснення відбувається відповідно до рівняння:



Кількість KMnO_4 буде характеризувати кількість водорозчинних форм ґрунтового гумусу. Різниця кількості витраченого KMnO_4 на забарвлення однакових об'ємів водної витяжки та дистильованої води вказує на кількість водорозчинних форм ґрунтового гумусу.

2.2. Визначення інтенсивності коагуляції водних витяжок з ґрунту

У 4 пробірки розливають по 2 мл водної витяжки з ґрунту. Доливають по 5мл 0,1н розчинів: FeCl_3 – в першу пробірку; CaCl_2 – в другу пробірку, NaCl – в третю і HCl – в четверту. Вміст кожної пробірки збовтують, вміщують у штатив і витримують 5 хв. Поява осаду у вигляді пластівців вказує на те, що пройшла коагуляція. Умовними знаками показують її ступінь (+ + + сильна, + + середня, + слабка, – відсутня). Результати спостережень занести в табл. 2.

Таблиця 2

Результати спостережень інтенсивності коагуляції водних витяжок з ґрунту

Назва ґрунту, горизонту	Об'єм розчину KMnO_4 , що пішов на титрування, мл	Колір витяжки	Інтенсивність коагуляції електролітами			
			FeCl_3	CaCl_2	NaCl	HCl

2.3. Аналіз лужної витяжки

Готують лужну витяжку з ґрунту. Для цього у колбу із залишками від водної витяжки додають 50 мл 1н NaOH . Колбу кілька разів збовтують і відстоюють. Темно-бурий розчин відфільтровують через ту ж лійку, що і в першій частині, у колбу об'ємом 50-100 мл. Лужну витяжку (3мл) переносять у пробірку, куди потім під час періодичного помішування поступово доливають 3 мл 10 % HCl . Через деякий час розчинні в лузі гумінові кислоти коагулюють і у вигляді бурих пластівців випадають в осад на дно пробірки. Заміряють висоту та діаметр осаду, вираховують його об'єм. За цим показником можна приблизно визначити кількість гумінових кислот у різних ґрунтах.

Визначити здатність до коагуляції гумінових кислот аналогічно досліді 2.2. Результати занести в табл. 3.

Таблиця 3

Результати спостережень інтенсивності коагуляції лужних витяжок з ґрунту

Назва ґрунту, горизонту	Колір витяжки	Інтенсивність коагуляції електролітами			
		FeCl_3	CaCl_2	NaCl	HCl

Чорна маса, що залишилась на фільтрі та в колбі, нерозчинна у воді і лузі, є гуміном.

КОНТРОЛЬНІ ЗАПИТАННЯ

1. Гумус головні поняття та його складові частини.
2. Основні джерела утворення гумусу.
3. Основні процеси, що призводять до утворення гумусу.
4. Суть та принципи визначення гумусу в ґрунтах.

5. Для яких типів ґрунтів метод І.В.Тюріна в модифікації В.Н. Симакова не підходить?
6. Назвіть складові частини органічної речовини гумусу.
7. Неспецифічні органічні речовини гумусу.
8. Властивості фульвокислот та гумінових кислот.
9. Як змінюється склад гумусу в різних типах ґрунтів.
10. Методи виділення з ґрунту різних форм гумусу.

Лабораторна робота №13

Тема: Визначення катіонів у водних витяжках ґрунту.

Мета: набути навички якісного аналізу й експериментального розпізнавання катіонів, що містяться у ґрунтах.

Обладнання і реактиви: порцелянова чашка об'ємом 50-100 мл, електрична плита, мікроскоп, предметне скло, мікропробірки; повний набір реактивів для якісного аналізу катіонів і досліджувані розчини солей.

Зміст роботи

1. Приготування водної витяжки

Зважити 100 г повітряно-сухого ґрунту, просіяного крізь сито з діаметром отворів 1мм. Перенести його у колбу об'ємом 750 мл, прилити 500 мл дистильованої води (співвідношення ґрунт:вода 1:5), яка не містить CO₂, а також домішок кальцію, магнію та купруму (свіжо-перегнана або прокип'ячена, оскільки вуглекислий газ обумовлює перехід карбонатів кальцію та магнію у легкорозчинні форми і дані аналізу будуть неточні: збільшиться загальна лужність та сухий залишок):



Колбу закривають пробкою, збовтують 3 хв. і відразу фільтрують, переносячи на простий складчастий фільтр як можна більше ґрунту. Для фільтрації застосовують лійки діаметром 12-15 см. Перші мутні порції фільтрату знову на фільтр, поки фільтрат не стане прозорим. Краї фільтру, який вміщено в лійку, повинні бути вище країв лійки приблизно на 1 см, а витяжка, яка фільтрується, у свою чергу на 1-1,5 см не повинна доходити до країв лійки. Після закінчення фільтрування фільтрат добре перемішують і колбу закривають пробкою; щоб запобігти випаровуванню витяжки і не забруднити її різними газами (NH₃, пари HCl та ін.), які можуть бути в лабораторії. Аналіз водної витяжки проводять відразу ж після закінчення фільтрування, бо вона через 1-2 доби після отримання легко загниває. Водні витяжки з торфу та лісових підстилок готують за відношення 1:20, тобто беруть 25 г повітряно-сухого торфу і 500 мл дистильованої води [4].

2. Якісний аналіз катіонів

2.1. Визначення рН розчинів солей амонію

У пробірку з 2-3 краплинами солі амонію занурити смужку універсального індикатора. Як змінилося забарвлення індикатора?

У іншу пробірку внести також 2-3 краплі досліджуваного розчину. Який колір індикаторного папірця тепер, про що це свідчить?

2.2. Характерна реакція на катіон амонію

У пробірку з 4-5 краплями розчину амоній хлориду додаємо такий же об'єм розчину КОН і нагріваємо. Відчувається запах амоніаку. Вологий лакмусовий папірець підносимо над пробіркою, він синіє, це свідчить про присутність NH_3 .

В іншу пробірку вносимо 4-5 крапель досліджуваного розчину і також додаємо 4-5 крапель лугу КОН та нагріваємо. Якщо стає відчутно запах амоніаку, а вологий лакмусовий папірець синіє, то в розчині присутні катіони амонію. Написати рівняння відповідної реакції та описати зовнішній ефект.

2.3. Виявлення йонів амонію реактивом Несслера

У пробірку додаємо 1-2 краплі будь якої солі амонію та 3-4 краплі реактиву Несслера, утворюється червоно-цегляний осад.

1-2 краплі досліджуваного розчину поміщаємо у пробірку і також додаємо реактиву Несслера. Написати рівняння відповідної реакції та описати зовнішній ефект.

2.4. Якісне виявлення катіонів Mg^{2+}

У дві пробірки приливаємо: у першу – розчин MgCl_2 , а в іншу – досліджуваний. Надалі до обох додаємо Натрій гідрогенортофосфат в присутності NH_4OH і NH_4Cl , у першій пробірці утворюється білий кристалічний осад магній амоній сульфату, у другій лише якщо в досліджуваному розчині присутні йони Mg^{2+} . Написати рівняння відповідної реакції, описати зовнішній ефект. Для чого у розчин додавати NH_4OH і NH_4Cl ?

2.5. Якісне виявлення йонів Ca^{2+}

У пробірку налити 2 краплі розчину кальцій хлориду. Додати 1 краплю 1М спиртового розчину H_2SO_4 , до утворення білого осаду CaSO_4 .

Ті ж досліди робимо із розчином який досліджуємо, додаємо по 2 краплі на предметне скло та у пробірку, а також розчини сульфатної кислоти. Якщо присутній Ca^{2+} отримаємо такі ж результати.

Написати рівняння відповідної реакції та описати зовнішній ефект.

2.6. Якісне виявлення йонів Fe^{2+} та Fe^{3+}

Щоб виявити йони Феруму у дві пробірки вносимо відповідні солі де присутні Fe^{2+} та Fe^{3+} У першу пробірку з Ферум(II) приливаємо декілька крапель $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, червона кров'яна сіль, утворюється темно-синій осад «турнбуленової сині».

У другу ж пробірку з Fe^{3+} додаємо Калій фероціанід, $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3$, утворюється синій аморфний осад «берлінської блакиті», нерозчинний у розведеній хлоридній кислоті.

Відповідно проводимо визначення досліджуваних катіонів в водній витяжці.

Написати рівняння відповідних реакцій та описати зовнішній ефект.

2.7. Якісне виявлення катіонів Ba^{2+}

У пробірку відбираємо 1мл розчину солі Ba^{2+} і додаємо такий же об'єм K_2CrO_4 , утворюється жовтий осад що не розчинний у ацетатній кислоті. Запишіть відповідні рівняння реакції.

Відповідно у іншу пробірку відбираємо 1 мл досліджуваного розчину та додаємо 1 мл K_2CrO_4 . Що спостерігаємо? Написати рівняння відповідної реакції.

2.8. Виявлення катіонів Cr^{3+}

Взявши дві пробірку в одну вносимо 2-3 краплі розчину $Cr_2(SO_4)_3$, а в іншу 2-3 краплі досліджуваного розчину і відповідно до кожної із них додаємо 3-4 краплі розчину KOH ($C=6$ моль/л) і 2 краплі окисника (Cl_2 , $KMnO_4$, 3% H_2O_2) / Нагріваємо суміш. Утворення осаду якого кольору спостерігаємо? Написати рівняння відповідної реакції. [11].

2.9. Якісне виявлення іонів Mn^{2+}

У пробірку поміщують 3-4 краплі розчину солі Mn^{2+} , додають 1-2 краплі розчину лугу і перемішують скляною паличкою до утворення бурого осаду H_2MnO_3 . Потім додають 3-4 краплі розчину Оксалатної кислоти, розчин забарвлюється у рожевий колір [12].

Відповідно проводять інший дослід в якому замість солі Мангану використовують досліджуваний розчин. Написати рівняння відповідної реакції та описати зовнішній ефект.

2.10. Якісне виявлення токсичного мікроелемента Pb^{2+}

2-3 краплі розчину солі Pb^{2+} обробляють 2-3 краплями KI . Утворюється осад жовтого кольору. Додаємо до нього розчин ацетатної кислоти ($C=2$ моль/л), нагріваємо на водяній бані та залишаємо для повільного охолодження. Спостерігаємо через 10-15 хв. випадання блискучих золотих кристалів.

Таку ж кількість досліджуваного розчину вносимо у пробірку і обробляємо Калій йодидом. Якщо утворився жовтий осад продовжуємо відповідно попередньому досліді, відсутність забарвлення свідчить що йонів Плюмбуму немає.

Написати рівняння відповідної реакції та описати зовнішній ефект.

2.11. Якісне виявлення ультрамікроелемента Ag^+

Відбираємо 2 краплі солі Ag^+ і додаємо таку ж кількість розчину K_2CrO_4 , спостерігаємо утворення цегляно-червоного осаду. Отриманий осад розділяємо на 3 частини і до кожної пробірки прикрашуємо розчини ацетатної кислоти, розчин аміаку і розчин нітратної кислоти. Що спостерігаємо? Запишіть відповідні рівняння реакцій.

У 2 пробірку поміщаємо 2 краплі досліджуваного розчину та 2 краплі K_2CrO_4 . Якщо йони Аргентуму присутні спостерігаємо утворення осаду, та продовжуємо його досліджувати відповідно першому досліді.

КОНТРОЛЬНІ ЗАПИТАННЯ

1. Катіони, їх основні характеристики.
2. За допомогою яких реакцій можна визначити катіони NH_4^+ ? Наведіть приклади реакцій.
3. За допомогою яких реагентів можна розділити суміш катіонів по групах?
4. Які реактиви використовують для визначення присутності катіонів Феруму? Запишіть рівняння реакцій.

5. Наведіть основні органічні реагенти, які використовують під час визначення катіонів у якісному аналізі.
6. Які катіони найчастіше присутні у водних витяжках ґрунтів?
7. Опишіть особливості роботи під час отримання водних витяжок ґрунтів і період їх зберігання.
8. Які токсичні мікроелементи Ви знаєте? Напишіть рівняння реакцій їх виявлення.
9. Наведіть основні органічні реагенти, які використовують під час визначення катіонів у якісному аналізі.
10. Під впливом яких факторів формується величина рН у ґрунтах?

Лабораторна робота №14

Тема: Визначення аніонів у водних витяжках ґрунту.

Мета: набути навички якісного аналізу і експериментального розпізнавання аніонів у розчинах ґрунту.

Обладнання та реактиви: сито діаметром отворів 1мм, колба об'ємом 750 мл, лійка діаметром 12-15 см, електрична плита, мікроскоп, пробірки, предметне скло, фарфорова чашка об'ємом 50-100 мл, повний набір реактивів для якісного аналізу аніонів та розчинів їх солей.

Зміст роботи

1. Приготування водної витяжки

Зважити 100 г повітряно-сухого ґрунту, просіяного крізь сито з діаметром отворів 1мм. Перенести його у колбу об'ємом 750 мл, прилити 500 мл дистильованої води (співвідношення ґрунт:вода 1:5), яка не містить CO_2 , а також домішок Кальцію, Магнію та Купруму (свіжо-перегнана або прокип'ячена, оскільки вуглекислий газ обумовлює перехід карбонатів кальцію та магнію у легкорозчинні форми і дані аналізу будуть неточні: збільшиться загальна лужність та сухий залишок):



Колбу закривають пробкою, збовтують 3 хв. і відразу фільтрують, переносячи на простий складчастий фільтр як можна більше ґрунту. Для фільтрації застосовують лійки діаметром 12-15 см. Перші мутні порції фільтрату знову на фільтр, поки фільтрат не стане прозорим. Краї фільтру, який вміщено в лійку, повинні бути вище країв лійки приблизно на 1 см, а витяжка, яка фільтрується, у свою чергу на 1-1,5 см не повинна доходити до країв лійки. Після закінчення фільтрування фільтрат добре перемішують і колбу закривають пробкою; щоб запобігти випаровуванню витяжки і не забруднити її різними газами (NH_3 , пари HCl та ін.), які можуть бути в лабораторії. Аналіз водної витяжки проводять відразу ж після закінчення фільтрування, бо вона через 1-2 доби після отримання легко загниває. Водні витяжки з торфу та лісових підстилок готують за відношення 1:20, тобто беруть 25 г повітряно-сухого торфу і 500 мл дистильованої води.

2. Якісний аналіз аніонів

2.1. Визначення сульфід-аніонів

У дві пробірки відбирають по 2-3 краплі водного розчину натрій сульфату. В одну – крапнути розчин солі амоній хлориду, а в іншу – розчин станум(II) хлориду. Газ з неприємним запахом, що виділяється з першої пробірки, викликає почорніння смужки фільтрувального паперу, прикладеного до отвору пробірки. У другій, навпаки, – помітне виділення осаду. Відповідно в інші дві пробірки наливаємо нашу витяжку та перевіряємо чи присутні сульфід-аніони в нашому розчині. Написати рівняння відповідної реакції та описати зовнішній ефект.

2.2. Визначення карбонат-аніонів CO_3^{2-}

Наливаємо в пробірку 1-2 мл розчину соди Na_2CO_3 , додаємо таку ж кількість розчину HCl , $C = 2$ моль/л. Швидко закриваємо пробірку пробкою з відвідною трубкою, кінець якої опускаємо в баритову воду. Під час утворення CO_2 відбувається скаламучення баритової та вапняної води [11]. Теж проробляємо з витяжкою ґрунту. Написати рівняння відповідної хімічної реакції та описати її зовнішній ефект.

2.3. Визначення NO_2^-

Визначення проводять використовуючи реактив Грісса, взаємодіючи з NO_2^- утворює діазосполуки які характеризуються бурим забарвленням. У 2 пробірки приливаємо досліджуваний розчин та розчин в якому присутній аніон NO_2^- та додаємо реактив Грісса, нагріваємо. Написати рівняння відповідної хімічної реакції та описати її зовнішній ефект.

2.4. Виявлення ортофосфат-аніону PO_4^{3-}

Візьміть 2 пробірки, у одну помістіть 2-3 краплі досліджуваний розчин у іншу 2-3 краплі натрій ортофосфату, до них прилийте такий же об'єм аргентум нітрату. У пробірці де присутній Na_3PO_4 випаде осад жовтого кольору, розчинний у мінеральних кислотах та аміаку, а в іншій, де знаходиться витяжка ґрунту, тільки якщо присутній фосфат-йон [11]. Написати рівняння відповідної реакції та описати зовнішній ефект.

2.5. Виявлення сульфат-йонів SO_4^{2-}

До 2-3 крапель фільтрату додають 2-3 краплі 2н розчину HCl і нагрівають на водяній бані. До нагрітого, підкисленого розчину додають декілька краплин розчину BaCl_2 . Утворення білого кристалічного осаду вказує на присутність аніонів SO_4^{2-} [12]. Написати рівняння відповідної реакції та описати зовнішній ефект.

2.6. Виявлення галогенід-йонів

Виявлення галогенід-йонів проводять за відсутності сульфід-йонів S^{2-} . Якщо в досліджуваному розчині присутні ці йони потрібно їх вилучити. Аніон S^{2-} вилучають із розчину дією цинк сульфату. Для цього до 7-9 крапель досліджуваного розчину додають 4-5 крапель цинк сульфату. Опісля розчин з осадом фільтрують і проводять пробу на повноту осадження.

а) Виявлення хлорид-йонів (Cl^-)

Беремо 2 пробірки в одну поміщаємо розчин, що містить йони Cl^- , а в іншу досліджуваний розчин. До обох пробірок додаємо розчини аргентум(I) нітрату та розведеної HNO_3 , ці реактиви осаджують хлорид-йони у вигляді

білого осаду. Написати рівняння відповідної хімічної реакції та описати її зовнішній ефект.

б) Виявлення бромід- та йодид-іонів (Br^- та I^-) в одній порції розчину

У пробірку з присутніми у ній йонами Br^- і I^- додають 1-2 краплі 2н розчину сульфатної кислоти, декілька крапель бензену та по краплях хлорну воду, весь час добре перемішуючи вміст пробірки. Йод, що виділяється, забарвлює бензенове кільце у фіолетовий колір. При наступному введенні хлорної води забарвлення бензенового кільця зникає. Якщо в розчині присутні йони Br^- , то наступне додавання хлорної води під час перемішування викликає червоно-буре забарвлення бензенового кільця, що характерне для броду.

Відповідно у другу пробірку поміщаємо наш досліджуваний розчин, і в тому ж порядку додаємо реактиви, що й в першу пробірку. Якщо спостерігається така ж реакція, то в досліджуваному розчині також присутні ці йони. Написати рівняння відповідних реакцій та описати зовнішній ефект.

КОНТРОЛЬНІ ЗАПИТАННЯ

1. Опишіть методику визначення сульфат-йонів.
2. Визначення карбонат-аніонів.
3. Особливості визначення галогенід-йонів.
4. Напишіть рівняння реакції, та опишіть методику визначення фосфат-йонів.
5. Запропонуйте способи виявлення нітратів і нітритів.
6. Що називають «груповим реагентом». Та для чого його використовують?
7. Приготування водної витяжки ґрунтів.
8. Підготовка ґрунту для якісного аналізу.
9. Визначення сульфід-аніонів.
10. Які аніони найчастіше присутні в водних витяжках ґрунтів?

Лабораторна робота №15

Тема: Якісне визначення деяких органічних речовин ґрунту.

Мета: вивчити в процесі експерименту якісні реакції органічних речовин різних класів, що можуть бути присутні у ґрунтах

Обладнання і реактиви: пробірки, піпетки, місткістю 2 і 5 мл; мурашина, ацетатна, хлоридна, концентровані HNO_3 і H_2SO_4 кислоти; 10% розчин FeCl_3 ; бензен; 10% розчин NaOH ; 3% розчин метанолу; 2% розчин CuSO_4 ; 3% розчин трихлорацетатної кислоти, розчин фенолу $\text{C} = 0,1$ моль/л; ацетон; гліцерол, крохмаль, глюкоза, анілін, 1% розчин нінгідрину в ацетоні, калій дихромат $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.

Зміст роботи

1. Виявлення бензену

У 2 пробірки поміщаємо суміш концентрованих кислот 2,5 мл H_2SO_4 та 2мл HNO_3 У першу пробірку вносимо 2 мл бензену, а в іншу розчин досліджуваної речовини. Суміш збовтуємо. У пробірці, де попередньо був доданий бензол з'являється запах гіркового мигдалю це свідчить про наявність

нітробензолу, якщо у іншій пробірці також відчутний цей запах, то у досліджуваному розчині також присутній бензин. Написати рівняння відповідної хімічної реакції та описати її зовнішній ефект.

2. Виявлення фенолу

До пробірки наливають 1-2 мл розчину фенолу, збовтують і додають 0,5-1 мл насиченого розчину бромної води. Знову збовтують. Має утворитися білий осад. В іншу пробірку вносимо такий же об'єм досліджуваної речовини та додаємо бромну воду, якщо утворюється осад то фенол присутній у розчині. Написати рівняння відповідної хімічної реакції та описати її зовнішній ефект.

3. Виявлення альдегідів

Показовою реакцією для перевірки наявності в розчині альдегідів є реакція «срібного дзеркала». До чистої пробірки наливають 2 мл свіжоприготовленого 2% розчину аргентум(I) нітрату, по краплі додають розведений розчин аміаку до розчинення осаду, який спочатку з'явився. Потім вносять декілька крапель метанолу і нагрівають пробірку у склянці з гарячою водою.

Щоб дізнатися чи в нашому розчині присутні альдегіди ми проробляємо ті ж маніпуляції тільки додаємо не метаналь, а наш досліджуваний розчин.

Написати рівняння відповідної хімічної реакції та описати її зовнішній ефект.

4. Виявлення гліцеролу

До 2 мл розчину NaOH в пробірці додають CuSO_4 . Після випадання осаду вносять 1-2 мл гліцеролу, збовтують. З'являється яскраво-синє забарвлення. Проводимо такі ж дії і з пробіркою де знаходиться досліджуваний розчин, якщо осад не утворився – гліцерол відсутній. Написати рівняння відповідної хімічної реакції та описати її зовнішній ефект.

5. Виявлення ацетону

У одну пробірку наливають 1мл розчину ацетону, а в іншу – досліджуваного розчину та додають 1 мл 10% розчину NaOH і вносять розчин нітропрусиду, перемішують. Якщо присутній ацетон, то розчин набуде оранжево-червоного забарвлення [11]. Написати рівняння відповідної хімічної реакції та описати її зовнішній ефект.

6. Виявлення аніліну

У пробірці розчиняють 3-4 краплі аніліну у 1 мл води, вносять 3-4 краплі HCl і розчиняють декілька кристаликів калій дихромату $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ і купрум(II) сульфату CuSO_4 нагрівають. Поява зеленого забарвлення та чорних пластівців свідчить про наявність аніліну. Замінюємо анілін на досліджуваний розчин. Якщо забарвлення з'являється, як і в холостій пробі, це означає що в розчині присутній анілін. Написати рівняння відповідної хімічної реакції та описати її зовнішній ефект.

7. Виявлення карбонових кислот

У пробірку вносять 1 мл розчину FeCl_3 , додають 1-2 краплі розчину натрій гідроксиду і вносять 1 мл етанової кислоти, утворюється темно-червоне забарвлення. Відповідно у іншу пробірку приливають таку ж кількість ферум(III) хлориду та NaOH та 1 мл досліджуваного розчину. Напишіть рівняння реакції та опишіть зовнішній ефект.

8. Виявлення глюкози

Налийте у пробірку 2-3 мл розчину глюкози і такий же об'єм розведеного розчину NaOH, додайте декілька крапель розчину CuSO_4 . Нагрійте вміст пробірки. Утворюється розчин яскраво-синього кольору, який під час нагрівання перетворюється у червоний осад [11]. Написати рівняння відповідної хімічної реакції та описати її зовнішній ефект.

9. Якісна реакція на амінокислоти

До 2-3 мл розведеного розчину гліцину додають 4-5 крапель 1% розчину нінгідрину в ацетоні, суміш ретельно перемішують і нагрівають на водяній бані за температури 70°C . Синьо-фіолетовий барвник Руемана свідчить про наявність α -амінокислот. З проліном спостерігається жовте забарвлення. Написати рівняння відповідної хімічної реакції та описати її зовнішній ефект.

КОНТРОЛЬНІ ЗАПИТАННЯ

1. Що доводить поява «срібного дзеркала» під час аналізу глюкози?
2. Який реактив є якісним на фенол? Напишіть реакцію.
3. Як розпізнати етилен, ацетилен та метан? Які з цих газів мають природне джерело?
4. Який реагент використовують для виявлення фенолів? Які зовнішні ефекти при цьому спостерігають?
5. Якою реакцією можна довести, що кінцевим продуктом кислотного гідролізу крохмалю є глюкоза?
6. Чому для визначення глюкози використовують свіжоприготовлений розчин $\text{Cu}(\text{OH})_2$?
7. Для виявлення амінокислот використовують нінгідрин, напишіть рівняння реакції та охарактеризуйте реагенти.
8. Який реактив є характерним для фенолу та аніліну (утворення білого осаду). Спробуйте розрізнити ці речовини. Запишіть рівняння реакцій.
9. Як називають реактив, що має відповідну формулу $\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}]$ та для визначення якої речовини його використовують? Запишіть рівняння реакції.
10. Які органічні сполуки здебільшого присутні у водних витяжках ґрунтів?

Лабораторна робота №16

Тема: Визначення вмісту вуглекислого газу у повітрі навчальної лабораторії.

Мета роботи: закріпити теоретичні знання про хімічний склад повітря, гігієнічне значення карбонатної кислоти; оволодіти експрес-методом визначення карбонатної кислоти у повітрі навчальної лабораторії

Теоретичні відомості

Карбонатна кислота (H_2CO_3) – показник забруднення повітря у приміщенні під час тривалого знаходження у ньому людей. Сама по собі карбонатна кислота у тих концентраціях, в яких вона накопичується у приміщеннях, не може спричинити шкоди організму. Проте із збільшенням її кількості у повітрі підвищується температура та вологість, а також зменшується кількість у ньому легких аерофонів, утворюються гази із поганим запахом.

Якщо вміст вуглекислого газу у лабораторії перевищує 0,1%, то повітря вважається недоброякісним. Для визначення CO₂ у повітрі житлових та спортивних приміщень можна використовувати експрес-метод.

Обладнання та реактиви: медичний шприц об'ємом 100 чи 150 мл; хімічна склянка ємністю 50 або 100 мл; стандартний розчин 0,005% натрій карбонату з фенолфталеїном (1 г хімічно чистого натрій гідрогенкарбонату розчиняють у 200 мл свіжопрокип'яченої дистильованої води та додають 0,5 мл 1% розчину фенолфталеїну і зберігають у флаконі з притертим корком); робочий розчин: відбирають піпеткою 1 мл стандартного розчину додають 99 мл дистильованої води (готують безпосередньо перед використанням).

Зміст роботи

Принцип методу полягає у тому, що пофарбований у рожевий колір розчин натрій гідрогенкарбонату з індикатором фенолфталеїном знебарвлюється, взаємодіючи з CO₂ повітря, перетворюється на натрій карбонат.

У великий шприц набирають 20 мл 0,005% розчину натрій гідрогенкарбонату, попередньо додавши до нього 1-2 мл фенолфталеїну. Відтягуючи поршень, засмоктують до шприца досліджуване повітря та струшують шприц протягом 1 хвилини. Якщо розчин залишається рожевим, то повітря виштовхують із шприца та набирають у нього нову порцію та знову струшують 1 хвилину. Таким чином продовжують додавати нові порції повітря до знебарвлення розчину. Якщо він знебарвлюється до завершення 1 хвилини, то дослід повторюють, але вже з меншою кількістю досліджуваного повітря. Визначивши за спеціальною таблицею об'єм повітря, необхідний для знебарвлення розчину, визначають вміст CO₂ у досліджуваному повітрі (табл.1).

Таблиця 1

Залежність вмісту вуглекислого газу у повітрі від об'єму повітря, що знебарвлює 20 мл 0,005% розчину соди

Об'єм повітря (мл)	Вміст вуглекислого газу, (%)	Об'єм повітря (мл)	Вміст вуглекислого газу, (%)	Об'єм повітря (мл)	Вміст вуглекислого газу, (%)
85	0,317	200	0,186	330	0,116
90	0,310	210	0,174	340	0,112
95	0,298	220	0,168	350	0,108
100	0,286	230	0,162	360	0,102
110	0,270	240	0,156	370	0,098
120	0,259	250	0,150	380	0,093
130	0,235	260	0,144	390	0,089
140	0,228	270	0,138	400	0,085
150	0,216	280	0,134	410	0,081
160	0,209	290	0,130	420	0,076
170	0,201	300	0,128	430	0,073
180	0,195	310	0,123	440	0,068
190	1,190	320	0,120	450	0,063

Під час визначення вмісту вуглекислого газу у повітрі приміщень записують:

1. Дату та час проведення дослідження;
2. Опис приміщення (вказують площу лабораторії, описують вентиляцію).
3. Кількість людей у приміщенні, характер їх діяльності.

Визначення	Об'єм повітря, який засмокувався (мл)	Вміст CO ₂ (%)
1-е		
2-е		
3-е		

4. Висновок (гігієнічна оцінка вмісту CO₂ у повітрі)

КОНТРОЛЬНІ ЗАПИТАННЯ

1. Вкажіть хімічний склад атмосферного повітря.
2. Порівняйте хімічний склад повітря, яке вдихає та видихає людина.
3. Визначте біологічну та фізіологічну роль кисню у процесі дихання.
4. Вкажіть біологічну та фізіологічну роль вуглекислого газу у процесі дихання.
5. Вкажіть біологічну та фізіологічну роль азоту у процесі дихання.
6. Назвіть основні ділянки повітряного середовища залежно від висоти розташування над рівнем моря.
7. Вкажіть гігієнічне значення визначення карбонатної кислоти у повітрі навчальних лабораторій.
8. Назвіть основну складову повітря.
9. Вкажіть динамічний ізомер кисню.
10. Назвіть безбарвний газ без запаху і смаку

Лабораторна робота №17

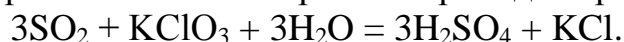
Тема: Визначення сульфур(IV) оксиду в повітрі навчальної лабораторії.

Мета: закріпити теоретичні знання про сульфур(IV) оксид у повітрі, оволодіти експрес-методом визначення сульфур(IV) оксиду в повітрі.

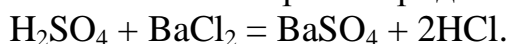
Теоретичні відомості

Сульфур(IV) оксид відносять до подразнювальних речовин, адже він подразнює слизові оболонки очей, носоглотки та дихальних шляхів. Серед газових забруднюючих речовин SO₂ посідає друге місце за кількістю викидів в атмосферу і є основним попередником кислотних дощів, які можуть надавати негативного впливу на всі компоненти довкілля.

Метод визначення SO₂ у приміщенні базується на окисації сульфур(IV) оксиду до сульфур(VI) оксиду (з утворенням сульфатної кислоти) через поглинальний розчин (розчин калій хлорату) з наступним турбідиметричним визначенням утворених сульфат-йонів з барій хлоридом. Під час аспірації повітря зі шприца через поглинальний розчин проходить реакція:



Під час взаємодії сульфатної кислоти з барій хлоридом проходить реакція:



За стандартного об'єму проби повітря, який складає 80 дм³, інтервал вимірювання концентрацій сульфур(IV) оксиду становить 0,08-1,50 мг/м³.

Обладнання та реактиви: медичний шприц об'ємом 100 чи 150 мл; хімічна склянка ємністю 50 або 100 мл; поглинальний розчин калій хлорату (готують шляхом розчинення 4,0 г калій хлорату, зваженого з похибкою $\pm 0,1$ г, у 100 см³ дистильованої води); вихідний стандартний розчин сульфат-іону, концентрацією 0,03моль-екв/дм³ (0,2720 г попередньо просушеного калій сульфату, зваженого з похибкою $\pm 0,0001$ г, розчиняють у 100 см³ дистильованої води); робочий стандартний розчин сульфат-іонів, концентрацією 0,003моль-екв/дм³ (відповідне розведення основного стандартного розчину дистильованою водою виконують безпосередньо перед проведенням аналізу); розчин барій хлориду концентрації 0,3моль-екв/дм³ (розчиняють 3,0 г барій хлориду, зваженого з похибкою $\pm 0,1$ г, в 100 см³ дистильованої води).

Зміст роботи

У великий шприц набирають 10 мл поглинального розчину калій хлорату. Відтягуючи поршень, засмоктують до шприца досліджуване повітря та струшують шприц протягом 1 хвилини. Відзначають об'єм засмоктаного повітря. Потім повітря виштовхують із шприца та набирають у нього нову порцію та знову струшують 1 хвилину. Таким чином продовжують додавати нові порції повітря. Записують загальний об'єм повітря, який було взято для аналізу ($V_0 \approx 100-200$ см³). Аліквоту об'ємом 5,0см³ поглинального розчину переносять у пробірку, додають 1,0 см³ розчину барій хлориду та струшують пробірку. Через 15 хв., пробірку знову струшують та вимірюють оптичну густину розчину (при $\lambda = 400$ нм, у кюветах товщиною поглинаючого шару 1,0 см) відносно дистильованої води. Концентрацію сульфат-іонів знаходять за градуювальним графіком.

Побудування градуювального графіку. У мірні колби об'ємом 100 см³ додають відповідно 1,0; 2,0; 4,0; 8,0; 12,0; 16,0 та 20,0 см³ робочого стандартного розчину сульфат-іону та доводять до мітки дистильованою водою. При цьому отримують стандартні розчини, концентрація сульфат-іонів у 5,0 см³ яких відповідає вмісту сульфур(IV) оксиду відповідно 5,0; 10,0; 20,0; 40,0; 60,0; 80,0 та 100,0 мкг. По 5,0 см³ одержаних стандартних розчинів переносять у пробірку, додають 1,0 см³ розчину барій хлориду та та вимірюють оптичну густину стандартних розчинів (при $\lambda = 400$ нм) у кюветах товщиною поглинаючого шару 1,0 см відносно дистильованої води. За результатами вимірювань будують градуювальний графік в координатах: кількість SO₂ (v, мкг) – оптична густина розчину (D).

Проведення розрахунків. Концентрацію сульфур(IV) оксиду C (мкг/дм³ або мг/м³) у повітрі розраховують за формулою:

$$C = \frac{V_1 \times a}{V_0 \times V_2}, \text{ де:}$$

де a – кількість сульфур(IV) оксиду, яка знайдена за градуювальним графіком, мкг;

V_1 – загальний об'єм поглинального розчину, см³;

V_2 – об'єм аліквоти, який взятий для аналізу, см³;

V_0 – об'єм проби повітря, приведений до нормальних умов, дм³ (об'єм повітря, відібраний для аналізу, приводять до нормальних умов (0°C, 101080 Па) за формулою:

$$V^0 = 237 \cdot p \cdot V / (237 + t) \cdot 101080,$$

де V^0 – об'єм, приведений до нормальних умов, дм³;

V – об'єм відібраного для аналізу повітря дм³;

p – атмосферний тиск при відборі проби повітря, Па;

t – температура повітря в місці відбору проби, °C.

Одержаний результат порівнюють із відповідною величиною ГДК див. [табл. 1], після чого роблять висновок про ступінь забруднення повітря сульфур(IV) оксидом.

Таблиця 1

Граничнодопустимі концентрації забруднюючих речовин у повітрі

Забруднювальна речовина	ГДК, мг/м ³		
	ГДК _{мр}	ГДК _{сд}	ГДК _{рз}
Сульфур(IV) оксид	0,5	0,05	1,0

КОНТРОЛЬНІ ЗАПИТАННЯ

1. Укажіть, до якого класу неорганічних речовин відносять сульфур(IV) оксид? Охарактеризуйте хімічні властивості його.
2. Вкажіть, яке місце посідає сульфур(IV) оксид серед газових забруднювальних речовин.
3. Сутність проведення методу визначення сульфур(IV) оксиду в повітрі?
4. Напишіть, яка реакція проходить під час аспірації повітря через поглинальний розчин?
5. Напишіть молекулярне, повне та скорочене йонне рівняння взаємодії сульфатної кислоти з барій хлоридом.
6. Укажіть інтервал вимірювання концентрацій сульфур(IV) оксиду за стандартного об'єму проби повітря?
7. Опишіть приготування поглинального розчину для проведення аналізу.
8. Проаналізуйте побудову градууювального графіку.
9. Проаналізуйте формулу, яку використовують для визначення концентрації сульфур(IV) оксиду в повітрі.
10. Дайте характеристику таких величин як ГДК, ГДК_{мр}, ГДК_{сд}, ГДК_{рз} визначуваної забруднюючої речовини.

Лабораторна робота №18

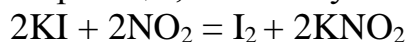
Тема: Визначення нітроген(IV) оксиду в повітрі навчальної лабораторії.

Мета: закріпити теоретичні знання про визначення газових забруднювальних речовин в повітрі, оволодіти експрес-методом визначення нітроген(IV) оксиду в повітрі навчальної лабораторії.

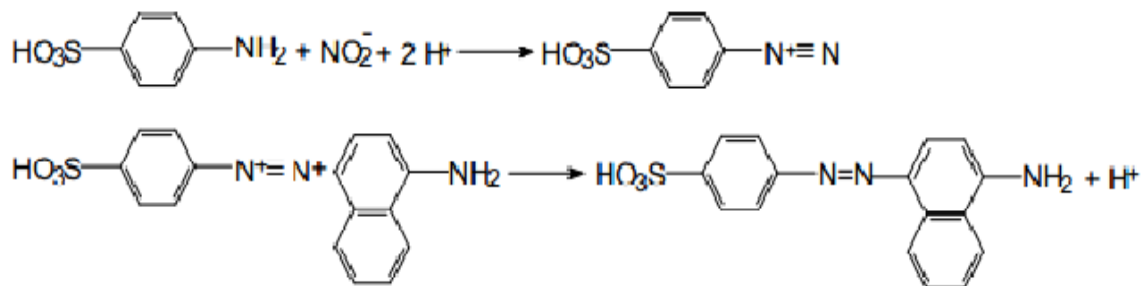
Теоретичні відомості

Оксиди Нітрогену також відносять до забруднювальних речовин подразнювальної дії і вони в значних кількостях потрапляють в повітря як за рахунок природних, так і за рахунок антропогенних джерел. Серед всіх сполук Нітрогену з Оксигеном, найбільш стійким у повітрі є нітроген(IV) оксид, тому

саме цей оксид кислотного характеру визначають у повітрі. Нітроген(IV) оксид також є попередником кислотних дощів [11]. Сутність методу визначення нітроген(IV) оксиду полягає в тому, що NO_2 переводять в нітрит-іони шляхом аспірації повітря через поглинальний розчин, який містить розчин калій йодиду. При цьому проходить реакція, яка описується рівнянням:



Кількість утворених нітрит-іонів, яка пропорційна кількості поглинутого нітроген(IV) оксиду, визначають фотометрично за реакцією утворення азобарвника з реактивом Грісса. Реактив Грісса являє собою суміш амідю сульфанілової кислоти та α -нафтиламіну. При цьому проходять такі реакції, які описуються відповідними рівняннями:



Обладнання та реактиви: медичний шприц об'ємом 100 чи 150 см^3 ; хімічна склянка ємністю 50 або 100 см^3 ; фотоелектрокалориметр; фільтрувальний папір; *поглинальний розчин* (8,0 г калій йодиду, зваженого з похибкою не більше 0,1 г, розчиняють у 100 см^3 дистильованої води); *основний стандартний розчин натрій нітриту* (1,497 г натрій нітриту (NaNO_2), зваженого з похибкою не більше 0,0005 г, розчиняють у мірній колбі об'ємом 1,0 дм^3 у невеликій кількості дистильованої води і доводять водою до мітки дистильованою водою; в 1,0 см^3 розчину міститься 1,0 мг нітрит-йонів; розчин консервують додаванням 1,0 см^3 хлороформу та зберігають в склянці з темного скла протягом кількох місяців, якщо відсутнє помутніння чи випадання осаду); *робочий стандартний розчин натрій нітриту* (1,0 см^3 основного стандартного розчину поміщають у мірну колбу об'ємом 1,0 дм^3 і доводять до мітки дистильованою водою; в 1,0 см^3 цього розчину міститься 0,001 мг нітрит-іонів; розчин готують безпосередньо перед проведенням аналізу); *реактив Грісса* (10,0 г сухого реактиву Грісса, зваженого з похибкою $\pm 0,1$ г, розчиняють в 100 см^3 12%-го розчину оцтової кислоти); *12%-й розчин етанової (оцтової) кислоти* (25 см^3 льодяної оцтової кислоти розбавляють дистильованою водою до об'єму 200 см^3); *0,1%-розчин натрій сульфїту* (0,1 г безводного натрій сульфїту розчиняють у 100 см^3 дистильованої води [11]).

Зміст роботи

Проводять два паралельних досліди. У великий шприц набирають 10 мл поглинального розчину. Відтягуючи поршень, засмоктують до шприца досліджуване повітря та струшують шприц протягом 1 хвилини. Відзначають об'єм засмоктаного повітря. Потім повітря виштовхують із шприца та набирають у нього нову порцію та знову струшують 1 хвилину. Таким чином продовжують додавати нові порції повітря. Записують загальний об'єм повітря, який було взято для аналізу ($V_0 \approx 1\text{-}2\text{дм}^3$). Аліквоту, об'ємом 5,0 см^3 , поглинального розчину переносять у мірну колбу об'ємом 50,0 см^3 ,

додають 2,0 см³ розчину реактиву Грісса і доводять дистильованою водою до мітки. Вміст колби перемішують. Через 40 хв. до розчину додають 0,5 см³ розчину натрій сульфїту для знебарвлення (відновлення) йоду. Вимірюють оптичну густину розчину (при довжині хвилі світлофільтра $\lambda=520$ нм) за відношенням до розчину порівняння (дистильована вода з додаванням розчину реактиву Грісса). Масову частку нітрит-іонів знаходять за градувальним графіком. Результати аналізу усереднюють.

Побудова градувального графіка. В мірні колби об'ємом 50 см³ вносять 0, 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 15,0 см³ робочого стандартного розчину нітрит-іонів та доводять об'єм до мітки дистильованою водою. Одержують розчини з вмістом 0; 0,01; 0,02; 0,04; 0,10; 0,20; 0,30 мг/дм³ нітритів. Далі проводять аналіз та фотометрують як описано вище. За одержаними даними будують градувальний графік: масова частка нітритів (ω , мг) – оптична густина розчину(D). Графік повинен бути прямолінійним.

Проведення розрахунків. Концентрацію NO₂ в повітрі (C) виражають в мг/м³. Розрахунок проводять за формулою:

$$C = \frac{a \times V_1 \times 1000}{V_1 \times V_0}, \text{ де:}$$

де a – кількість NO₂, яка знайдена за градувальним графіком, мг;

V_1 – загальний об'єм поглинального розчину, см³;

V_2 – об'єм аліквоти, відібраної для аналізу, см³;

V_0 – об'єм повітря, приведений до нормальних умов, дм³ (об'єм повітря, відібраний для аналізу, приводять до нормальних умов (0°C, 101080 Па) за формулою:

$$V^0 = 237 \cdot p \cdot V / (237 + t) \cdot 101080,$$

де V^0 – об'єм, приведений до нормальних умов, дм³;

V – об'єм відібраного для аналізу повітря дм³;

p – атмосферний тиск при відборі проби повітря, Па;

t – температура повітря в місці відбору проби, °C.

Одержаний результат порівнюють із відповідною величиною ГДК [табл. 1], після чого роблять висновок про ступінь забруднення повітря.

Таблиця 1

Граничнодопустимі концентрації забруднюючих речовин у повітрі

Забруднювальна речовина	ГДК, мг/м ³		
	ГДК _{мр}	ГДК _{сд}	ГДК _{рз}
нітроген(IV) оксид	0,085	0,04	2,0

КОНТРОЛЬНІ ЗАПИТАННЯ

1. Вкажіть, до якого класу неорганічних речовин відносять нітроген(IV)оксид. Опишіть хімічні властивості даного газу.
2. Вкажіть шляхи потрапляння NO₂ в повітря.
3. Назвіть оксиди, які утворює Нітроген. Дайте їм коротку характеристику. Вкажіть найбільш стійку сполуку Нітрогену з Оксигеном, що міститься в повітрі.
4. Вкажіть метод перетворення нітроген(IV) оксиду в нітрит-іони, напишіть відповідні рівняння реакцій.

5. Зазначте, що являє собою реактив Грісса. Для чого його використовують під час аналізу повітря?
6. Опишіть приготування поглинального розчину для проведення аналізу.
7. Проаналізуйте побудову градууювального графіку.
8. Проаналізуйте формулу, яку використовують для визначення концентрації нітроген(IV) оксиду в повітрі.
9. Дайте характеристику таких величин як ГДК, ГДК_{МР}, ГДК_{СД}, ГДК_{РЗ} визначуваної забруднюючої речовини.

Лабораторна робота №19

Тема. Визначення гідроген сульфід у повітрі навчальних лабораторій.

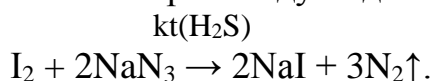
Мета: закріпити теоретичні знання про вміст гідроген сульфід у повітрі, оволодіти експрес-методом визначення гідроген сульфід у повітрі.

Теоретична відомості

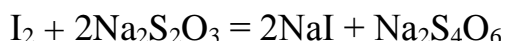
Гідроген сульфід, сірководень (H₂S) – сильний нервово-токсичний газ. Межа відчуття запаху сірководню у людини відповідає його концентрації в повітрі 0,01-0,03 мг/м³, проте при збільшенні концентрації у людини спостерігається головний біль, нудота та втрата свідомості. За високій концентрації можливі і смертельні випадки.

Джерелами забруднення повітря сірководнем можуть бути як природні фактори (анаеробні процеси бродіння, розклад білку, виверження вулканів та болотні гази, тощо), так і антропогенні (процеси виробництва хімічних волокон, коксохімія, процеси переробки нафти, тощо) [11].

Метод визначення гідроген сульфід у повітрі ґрунтується його на каталітичній дії в реакції окиснення натрій азиду йодом:



Вміст сірководню пропорційний кількості відновленого йоду, який визначають за різницею між доданою та залишковою кількістю йоду титруванням розчином натрій тіосульфату (як індикатор використовують крохмаль):



Чутливість методу становить 2 мг H₂S/м³ повітря.

Обладнання та реактиви: поглинальний розчин (готують розчиненням 3,0 г натрій азиду та 1,75 г калій йодиду, які зважені з точністю ±0,01 г, в 100см³ розчину йоду з концентрацією 0,01 (моль-екв)/дм³); стандартний розчин натрій тіосульфату концентрацією 0,01 (моль-екв)/дм³(готують шляхом відповідного розведення розчину концентрацією 0,1 (моль-екв)/дм³, який приготовлений з фіксаналу).

Зміст роботи

У великий шприц набирають 10 мл поглинального розчину. Відтягуючи поршень, засмоктують до шприца досліджуване повітря та струшують шприц протягом 1 хвилини. Відзначають об'єм засмоктуюваного повітря. Потім повітря виштовхують із шприца та набирають у нього нову порцію та знову струшують 1 хвилину. Таким чином, продовжують додавати нові порції повітря до

помітного ослаблення жовто-коричневого кольору розчину. Записують загальний об'єм повітря, який було взято для аналізу (V^0). Відбирають аликвоту поглинального розчину об'ємом $5,0 \text{ см}^3$, додають декілька краплин розчину крохмалю ($\approx 1\%$) та титрують залишок йоду розчином натрій тіосульфату до зникнення синього забарвлення (V_2). Одночасно титрують такий самий об'єм вихідного поглинального розчину (V_1).

Проведення розрахунків. Концентрацію сірководню (C) у мг/м^3 обчислюють за формулою:

$$C = \frac{(V_1 - V_2) \times V_3 \times 0,0016 \times 1000}{V_4 \times V_0}, \text{ де}$$

V_1 – об'єм розчину натрій тіосульфату концентрації $0,01$ (моль·екв)/ дм^3 , який витрачений на титрування вихідного поглинального розчину, см^3 ;

V_2 – об'єм розчину тіосульфату натрію [$0,01$ (моль·екв)/ дм^3], витрачений на титрування проби, см^3 ;

V_3 – загальний об'єм поглинального розчину, см^3 ;

V_4 – об'єм поглинального розчину, відібраний на титрування (аликвота), см^3 ;

V_0 – об'єм повітря, приведений до нормальних умов, дм^3 (об'єм повітря, відібраний для аналізу, приводять до нормальних умов (0°C , 101080 Па) за формулою:

$$V_0 = 237 \cdot p \cdot V / (237 + t) \cdot 101080,$$

де V^0 – об'єм, приведений до нормальних умов, дм^3 ;

V^0 – об'єм відібраного для аналізу повітря дм^3 ;

p – атмосферний тиск під час відбору проби повітря, Па ;

t – температура повітря в місці відбору проби, $^\circ\text{C}$;

$0,0016$ – емпіричний коефіцієнт, адекватній кількості H_2S , яка відповідає $1,0 \text{ см}^3$ поглинального розчину з концентрацією йоду $0,01$ (моль·екв)/ дм^3 , мг .

Одержаний результат порівнюють із відповідною величиною ГДК [табл. 1], після чого роблять висновок про ступінь забруднення повітря.

Таблиця 1

Граничнодопустимі концентрації забруднюючих речовин у повітрі

Забруднювальна речовина	ГДК, мг/м^3		
	ГДК _{мр}	ГДК _{сд}	ГДК _{рз}
Сірководень	0,03	0,005	-

КОНТРОЛЬНІ ЗАПИТАННЯ

1. Вкажіть особливості відбору проб повітря.
2. Зазначте, які фактори впливають на правильність відбору проби повітря.
3. Вкажіть, як розрахувати оптимальний об'єм проби повітря для аналізу.
4. Охарактеризуйте фактори, які впливають на правильність результатів аналізу проб повітря.
5. Вкажіть, що є джерелами забруднення повітря сірководнем.
6. Опишіть властивості та способи отримання сірководню. Напишіть відповідні рівняння хімічних реакцій.
7. Опишіть суть методу визначення сірководню у повітрі. Напишіть відповідні рівняння хімічних реакцій.

- 8.** Вкажіть особливості визначення гідроген сульфід у повітрі.
- 9.** Обґрунтуйте вибір методу аналізу під час визначення гідроген сульфід у повітрі робочої зони.
- 10.** Охарактеризуйте стандартний розчин натрій тіосульфату, який використовують для даного аналізу.

ПЕРЕЛІК РЕКОМЕНДОВАНОЇ ТА ВИКОРИСТАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

1. Алекин О.А. Основы гидрохимии. Л.: Гидрометиздат, 1970. 444 с.
2. Анализ объектов окружающей среды: Инструментальные методы: пер. с англ. / Под ред. Р. Сониасси. Москва: Мир, 1993. 80 с.
3. Аналітична хімія: підручник для студентів напряму «Фармація» і «Біотехнологія» вищих навчальних закладів / Н.К. Федущак, Ю.І. Бідниченко, С.Ю. Крамаренко, В.О. Калібабчук [та ін.]. – Вінниця: Нова Книга, 2012. 640 с.: іл.
4. Аналітична хімія: Теоретичні основи якісного та кількісного аналізу: [навч.-метод. посіб. для студ. ун-тів напряму підгот. «Хімія»] / [Шевряков М.В., Повстяний М.В., Яковенко Б.В., Попович Т.А.]. – Херсон : Олді-плюс, 2013. – 404 с.
5. Аналітична хімія: Якісний та кількісний аналіз: Навчальний конспект лекцій / В.В. Болотов, О.М. Свечнікова, М.Ю. Голік та ін.; За ред. проф. В.В. Болотова. – Вінниця: Нова книга, 2011. – 424 с.
6. Аналітична хімія. Якісний і кількісний аналіз [Текст]: навч. посіб. для вищ. навч. закл. / А.С.Сегеда. – Київ: ЦУЛ, 2003. – 311 с.: іл. – (Серія «Хімічні науки»). – Бібліогр.: с. 308. – ISBN 966-306-019-0.
7. Аналітична хімія. Якісний аналіз [Текст]: навч. посіб. для вищ. навч. закл. / А.С. Сегеда. – Київ: ЦУЛ, 2002. – 523 с.: іл. – (Хімічні науки). – Бібліогр.: с. 516-517. - ISBN 966-306-005-0.
8. Аналитическая химия. Сборник вопросов, упражнений и задач / В.П. Васильев, Л.А. Кочергина, Т.Д. Орлова; под ред. В.П. Васильева. – 2-е изд. – М.: Дрофа, 2003. 320 с.
9. Аналитическая химия (химические методы анализа). Под ред. О.М. Петрухина. – М.: Химия, 1993. 400 с.
10. Андруз Дж., Бримблекумб П., Джикелз Т., Лисс П. Введение в химию окружающей среды, М.: Мир, 1999 г.
11. Аринушкина Е.В. Руководство по химическому анализу почв. – М.: Изд. МГУ, 1970. – 488 с.
12. Базель Я.Р., Кормош Ж.О., Тирчо Ю.Б. Практикум з аналітичної хімії для студентів хімічного факультету (хімічні методи аналізу). Ужгород: УжДУ, 1999. 72 с.
13. Батчер С., Чарлсон Р. Введение в химию атмосферы. Москва: Мир, 1977.
14. Більченко М.М. Лабораторний практикум з аналітичної хімії. Кількісний аналіз: [навч. посіб. для студ. вищ. навч. закл. рек. МОНУ] / М.М. Більченко. – Суми : Університетська книга, 2007. – 142 с.
15. Бойчук Ю.Д., Солошенко Е.М., Бугай О.В. Екологія і охорона навколишнього середовища. – Навчальний посібник. – Суми: ВТД «Університетська книга», 2002. – 284 с. – ISBN 966-680-032-2.
16. Бокрис Д.Ж. Химия окружающей среды Москва: Химия, 1982.
17. Бримблкумб П. Состав и химия атмосферы Москва: Мир, 1988.
18. Бугаєвський О.А. Таблиці констант хімічних рівноваг, що застосовуються у аналітичній хімії / О.А. Бугаєвський, О.О. Решетняк. – Харків: ХНУ, 2000. – 77 с.

19. А.І. Габ, Д.Б. Шахнін, В.В. Малишев. Аналітична хімія та інструментальні методи аналізу. Підручник для студентів природничих та інженерних спеціальностей. Київ: Університет «Україна», 2018. 396 с.
20. А.І. Габ, Д.Б. Шахнін, В.В. Малишев. Аналітична хімія. Якісний та кількісний аналіз. Навчальний посібник. Київ: Університет «Україна», 2018. 212 с.
21. А.І. Габ, Д.Б. Шахнін, В.В. Малишев. Аналітична хімія. Якісний аналіз. Навчальний посібник для студентів природничих та інженерних спеціальностей. Київ: Університет «Україна», 2017. 112 с.
22. А.І. Габ, Д.Б. Шахнін, В.В. Малишев. Аналітична хімія. Кількісний аналіз. Навчальний посібник для студентів природничих та інженерних спеціальностей. Київ: Університет «Україна», 2017. 87 с.
23. Гождзінський С.М., Зайцев В.М., Калібабчук В.О., Рудковська Л.М. Основи аналітичної хімії. – Київ, 2002. 141 с.
24. Грицик В. Екологія довкілля. Охорона природи: навч. посіб. Для студентів ВНЗ / В. Грицик, Ю. Канарський, Я. Бедрій. К.: Кондор, 2018. – 290 с.
25. Еколого-техногенна безпека України [Текст] / Е.Г. Дегодюк, С.Е. Дегодюк. – К.: Видавництво ЕКМО, 2006. – 306 с. – Бібліогр.: с. 287-301. – ISBN 966-8555-45-7.
26. Екологія. Підручник / С.І. Дорогунцов, К.Ф. Коценко, М.А. Хвесик та ін. - К.: КНЕУ, 2005. – 371 с.
27. Зацепина Г.Н. Физические свойства и структура воды. Москва: Изд-во МГУ, 1987.
28. Исидоров В.А. Органическая химия атмосферы. Ленинград: Химия, 1985.
29. Кичинский Н.А. Почва, ее свойства и жизнь. Москва: 1975.
30. Конспект лекцій з дисципліни «Аналітична хімія» (для студентів 2 курсу денної форми навчання напряму 6.040106 «Екологія, охорона навколишнього середовища та збалансоване природокористування» і 2 курсу денної та 2-3 курсів заочної форм навчання напряму 6.060103 «Гідротехніка (Водні ресурси)») і з дисципліни «Хімія» (для студентів 2–3 курсів заочної форми навчання напрямів 6.040106 «Екологія, охорона навколишнього середовища та збалансоване природокористування»). /Авт.: Мураєва О.О.; Харк. нац. акад. міськ. госп-ва. – Х: ХНАМГ, 2009. – 104 с.
31. Крешков А.П. Основы аналитической химии: в 3 т. / А. П.Крешков. – М.: Химия, 1980.
32. Кунце У. Основы качественного и количественного анализа / У. Кунце, Г. Шведт. – М.: Мир, 1997. 424 с.
33. Лабораторний практикум з аналітичної хімії / [Бугаєвський О.А., Дрозд А.В. Науменко В.А., Юрченко О.І.]. – Харків : ХДУ, 1998. – 140 с.
34. Лабораторний практикум з аналітичної хімії. Якісний і кількісний аналіз [Текст]: навч. посіб. для вищ. навч. закл. / А.С. Сегеда. – Київ: ЦУЛ: Фітосоціоцентр, 2004. – 279 с.: іл. – (Хімічні науки). – Бібліогр.: с. 275. – ISBN 966-306-017-4.
35. Ломницька Я.Ф., Василечко В.О., Чихрій С.І. Склад та хімічний контроль об'єктів довкілля. Львів: Новий світ – 2000. – 2011. – 588 с.

36. Луганська О.В. Фізико-хімічні методи аналізу: [навч. посібник.] рек. МОН України / О.В. Луганська, Л.О. Омельянчик. – Запоріжжя: ЗНУ, 2008.– 236с.
37. Луцевич Д.Д. Аналітична хімія: підручник / Д.Д. Луцевич, А.С. Мороз, О.В. Грибальська. – 2-е вид., перероб. і доп. – К.: Медицина, 2009. 416 с., іл.
38. Майстренко В.Н., Хамитов Р.З., Будников Г.К. Эколого-аналитический мониторинг супертоксикантов. – М.: Химия, 1996. 319 с.
39. Марчук Г. П., Біла Т.А. Геохімія довкілля: Навчальний посібник. - Херсон ОЛДІ-ПЛЮС, 2013. – 242 с.
40. Методичні вказівки до лабораторних робіт з курсу «Аналіз природних об'єктів і продуктів харчування». Частина 2. Ужгород, Ужгородський національний університет, 2006. 50 с.
41. Мислюк О.О. Основи хімічної екології Навчальний посібник / О.О.Мислюк. Київ: Кондор, 2012. 660с.
42. Набиванець Б.Й. Аналітична хімія природного середовища: [підручник] / Набиванець Б.Й., Сухан В.В., Калабіна Л.В. – К.: Либідь, 1996. – 304 с.
43. Новикова Ю.Ю., Ласточкина Л.О., Болдина З.Н. Методы исследования качества воды водоемов. М.: Медицина, 1990. 400 с.
44. Орлов Д.С. Химия почв. Москва: Московский университет, 1985.
45. Основы аналитической химии: в 2 кн. Кн. 1. Общие вопросы. Методы разделения / Ю.А. Золотов, Е.Н. Дорохова, В.И. Фадеева [и др.]; под ред. Ю.А. Золотова. – 2-е изд. – М.: Высш. шк., 1999. 351 с.
46. Основы аналитической химии. Практическое руководство / В.И. Фадеева, Т.Н. Шеховцова, В.М. Иванов [и др.]; под ред. Ю.А. Золотова. – М.: Высш. шк., 2001. – 463 с. Практикум по аналитической химии / В.П. Васильев, Р.П. Морозова, Л.А. Кочергина; под ред. В.П. Васильева. –М.: Химия, 2000. 328 с.
47. Перегуд Е.Л., Гернет Е.В. Химический анализ воздуха промышленных предприятий. Л.: Химия, 1973. 440 с.
48. Питьева К.Е. Гидрохимия Москва: Изд-во МГУ, 1988.
49. Полетаєва Л.М., Сафранов Т.А. Моніторинг навколишнього природного середовища. К.: КНТ, 2007. 172 с.
50. Сегеда А.С. Аналітична хімія. Якісний аналіз. Навчально-методичний посібник. – К.: ЦУЛ, 2002. – 524 с.
51. Сегеда А.С. Збірник задач і вправ з аналітичної хімії : (Якісний аналіз): [для студ. хім. спец. ВУЗів пед. проф.] / А.С. Сегеда. – К. : ЦУЛ, Фітосоціоцентр, 2002. – 524 с.
52. Суярко В. Г. Гідрогеохімія (геохімія підземних вод): навч. посібник / В. Г. Суярко, К. О. Безрук. – Харків: ХНУ імені В. Н. Каразіна, 2010. – 112 с.
53. Тарасова Н.П., Кузнецов В.А. Химия атмосферы, Москва: МХТИ, 1986.
54. Тинсли И. Поведение химических загрязнителей в окружающей среде. М: Мир, 1982. 280 с.
55. Транскордонні проблеми токсикології довкілля [Текст] / Ельжбета Безак-Мазур, Тетяна Шендрік; пер. з пол. Н. О. Ярошенко. – Донецьк: ГП «Інформаційно-аналитический центр «Донбассинформ», 2008.
56. Федоров А.О. Інформаційні системи в хімічному аналізі / А.О. Федоров. – Чернівці: Рута, 2004. – 169 с.

57. Хімічні та фізико-хімічні методи аналізу в екологічних дослідженнях / Ломницька Я.Ф., Чабан Н.Ф. Львів: Видавничий центр ЛНУ ім. Івана Франка, 2009. 304 с.
58. Хімія та екологія атмосфери [Текст]: навч. посібник для аграрних навч. закл. II-IV рівнів акредитації з напрямків «Екологія» та «Агрономія» / Б.М. Федішин [та ін.]; Державний агроекологічний ун-т. – К.: Алерта, 2003. – 272 с.: рис. – Бібліогр.: с. 271-272. – ISBN 966-96108-6-9.
59. Химия окружающей среды. Пер. с англ. Под ред. А.П. Цыганкова Москва: Химия, 1982.
60. Чарыков А.К. Математическая обработка результатов химического анализа. – Л.: Химия, 1984. 168 с.
61. Чеботарьов О.М., Малахова Н.М., Щербакова Т.М. Пробовідбір та пробопідготовка при аналізі об'єктів навколишнього середовища. Методичні вказівки до лабораторного практикуму для студентів хімічного факультету. Одеса, ОНУ імені І. І. Мечникова, 2005. 60с.
62. Чеботарьов О.М., Захарія О.М., Щербакова Т.М., Шестакова М.В. Методи дослідження природних та промислових вод. Методичні вказівки до лабораторного практикуму для студентів хімічного факультету. Одеса, ОНУ імені І. І. Мечникова, 2002. 90 с.
63. Швидкі аналітичні тести в хімічних дослідженнях доквілля / [Шредер Г., Ніколаєвський А., Рибаченко В., Опейда Л.]. – Донецьк: «Норд Компьютер», 2001. – 162 с.
64. Шевряков М.В. Аналітична хімія: теоретичні основи якісного та кількісного аналізу. Херсон: ОЛДІ-ПЛЮС, 2013.
65. Шевряков М.В. Практикум з аналітичної хімії. Кількісний аналіз: [навч. посіб. для студ. вищ. навч. закл. рек. МОНУ] / Шевряков М. В., Повстяной М. В., Рябініна Г. О. – Херсон: Олді-плюс, 2012. – 207 с.
66. Юрченко О.І. Аналітична хімія. Загальне положення. Якісний аналіз / Юрченко О.І., Дрозд А.В., Бугаєвський О.А. – Харків : ХНУ, 2002. – 123 с.
67. Юрченко Л.І. Екологія. – К.: Професіонал, Центр навчальної літератури, 2017. –304 с.