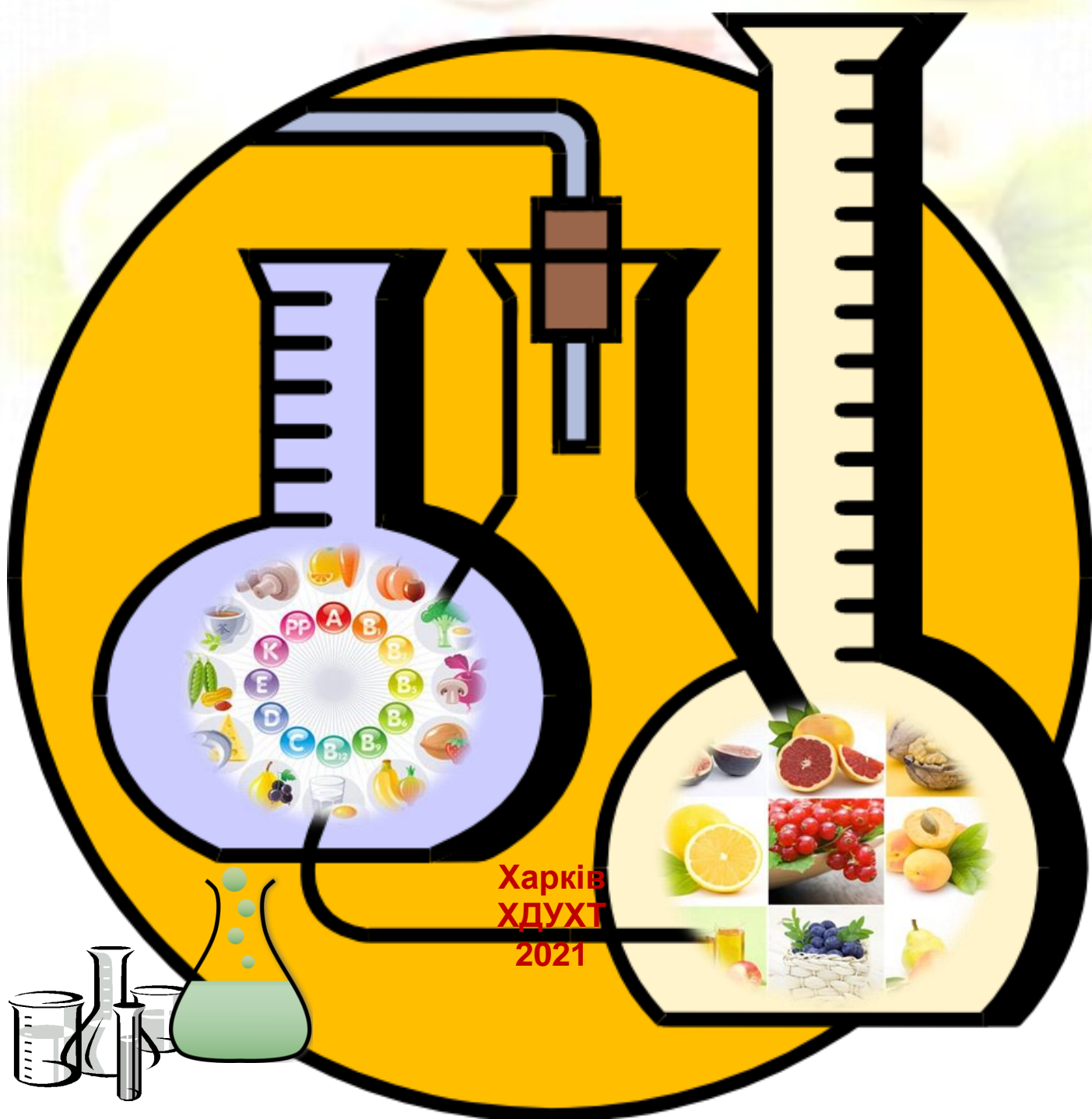


О. Ф. Аксьонова, І. С. Пілюгіна, Н. В. Мурликіна

ХАРЧОВА ХІМІЯ. РОЗДІЛ 1

Частина 2. Основи хімічного аналізу харчових систем

Методичні вказівки до самостійної підготовки та виконання лабораторних робіт





МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ

Харківський державний університет
харчування та торгівлі

ХАРЧОВА ХІМІЯ. РОЗДІЛ 1

Частина 2. Основи хімічного аналізу харчових систем

**Методичні вказівки до самостійної підготовки та
виконання лабораторних робіт**

для студентів спеціальності 181 «Харчові технології»

Харків
ХДУХТ
2021

Харчова хімія. Розділ 1. Частина 2. Основи хімічного аналізу харчових систем [Електронний ресурс] : методичні вказівки до самостійної роботи та виконання лабораторних робіт для студентів спеціальності 181 «Харчові технології» / укладачі : О. Ф. Аксьонова, І. С. Пілюгіна, Н. В. Мурликіна. – Електрон. дані. – Х. : ХДУХТ, 2021. – 1 електрон. опт. диск (CD-ROM); 12 см. – Назва з тит. екрана.

Укладачі: О. Ф. Аксьонова, І. С. Пілюгіна, Н. В. Мурликіна

Рецензент: канд. техн. наук, доц. О. І. Упатова

Кафедра хімії, мікробіології та гігієни харчування

Схвалено методичною комісією ХДУХТ за спеціальністю 181 «Харчові технології»

Протокол від « 21 » грудня 2021 року № 5

Схвалено вченою радою ХДУХТ

Протокол від «18» лютого 2021 року №9

Схвалено редакційно-видавничою радою ХДУХТ

Протокол від «17» лютого 2021 року №15

© Аксьонова О. Ф., Пілюгіна І. С.,
Мурликіна Н. В., укладачі, 2021
© Харківський державний університет
харчування та торгівлі, 2021

ЗМІСТ

ПЕРЕДМОВА.....	5
ВСТУП.....	6
Тема 1	
Правила поведінки та порядок роботи в хімічній лабораторії.....	7
1.1. Загальні вимоги.....	7
1.2. Техніка безпеки та протипожежна безпека.....	8
1.3. Перша допомога під час нещасних випадків.....	9
1.4. Робочий журнал.....	9
<i>Запитання до теми 1</i>	13
Тема 2	
Реактиви, посуд та обладнання хімічної лабораторії.....	14
2.1. Реактиви.....	14
2.2. Хімічний посуд.....	15
2.2.1 Мірний хімічний посуд.....	18
2.3. Обладнання.....	20
<i>Запитання до теми 2</i>	23
<i>Тест №1</i>	23
Тема 3	
Якісний хімічний аналіз катіонів та аніонів	25
3.1. Аналітичні реакції та способи їх виконання.....	25
3.2. Різновиди класифікацій катіонів на аналітичні групи.....	26
3.3. Розподіл катіонів на аналітичні групи за кислотно-основною класифікацією.....	27
ЛР 1. Вивчення властивостей катіонів першої, другої та третьої аналітичних груп.....	29
ЛР 2. Аналіз суміші катіонів першої аналітичної групи	33
ЛР 3. Вивчення властивостей катіонів четвертої, п'ятої та шостої аналітичних груп	35
3.4. Якісний аналіз аніонів.....	39
ЛР 4. Вивчення властивостей аніонів першої, другої та третьої аналітичних груп	40
3.5. Якісний хімічний аналіз речовини.....	43
ЛР 5. Аналіз невідомої речовини (солі).....	46
<i>Запитання та вправи до теми 3</i>	48
<i>Тест №2</i>	49

Тема 4

Титриметричний аналіз.....	51
4.1. Загальні відомості.....	51
4.2. Обробка результатів аналізу методами математичної статистики.....	52
4.3. Метод кислотно-основного титрування.....	55
ЛР 6. Визначення масової частки етанової кислоти.....	57
4.4. Метод комплексонометричного титрування.....	59
ЛР 7. Визначення загальної твердості води.....	61
<i>Запитання та вправи до теми 4.....</i>	65
<i>Тест №3.....</i>	66
<i>Підсумковий тест.....</i>	68
ДОДАТКИ	
Д 1. Періодична система хімічних елементів Д.І. Менделєєва.....	71
Д 2. Таблиця розчинності.....	72
Д 3. Критерій Q за різними довірчими ймовірностями.....	73
Д 4. Коефіцієнти нормованих відхилень (коефіцієнти Стьюдента)....	73
Список рекомендованої літератури.....	75

ПЕРЕДМОВА

Дисципліна «Харчова хімія» є являє собою інтегрований курс, який складається з трьох розділів: «Основи загальної хімії та хімічного аналізу харчових систем», «Фізична хімія харчових систем», «Органічна хімія», які викладаються з урахуванням сучасного рівня розвитку хімічної науки та вимог до підготовки майбутніх фахівців з харчових технологій.

Вивчення дисципліни здійснюється шляхом засвоєння лекційного матеріалу, виконання лабораторних робіт, самостійного опрацювання інформаційних джерел, виконання індивідуальної роботи.

Методичні вказівки до самостійної підготовки та виконання лабораторних робіт для студентів, що навчаються за денною формою, складено згідно з робочою програмою дисципліни «Харчова хімія. Розділ 1», розробленою на підставі стандарту вищої освіти за спеціальністю 181 «Харчові технології» галузі знань 18 «Виробництво та технології» для першого (бакалаврського) рівня вищої освіти.

Методичні вказівки містять 4 теми. Перша тема докладно знайомить студентів із правилами поведінки в хімічній лабораторії та технікою безпеки. У другій темі ретельно розглянуто питання про реактиви, посуд та обладнання хімічної лабораторії. Третя тема присвячена основам якісного хімічного аналізу. У четвертій темі розглянуто найбільш розповсюджені хімічні методи кількісного аналізу.

Теми 3 та 4 починаються з невеликого теоретичного вступу, який містить відомості, що є необхідними для подальшого виконання лабораторних робіт і самостійного розв'язання задач. Методичні вказівки містять ретельно підібрані описи 7 лабораторних робіт з якісного аналізу та хімічних методів кількісного аналізу. Запитання, наведені після кожної теми, дозволять студентам самостійно перевірити ступінь засвоєння матеріалу. Також методичні вказівки містять тести призначені для поточного та підсумкового контролю знань.

У розділі «Додатки» міститься довідковий матеріал, який є необхідним для обробки результатів аналізів.

У методичних вказівках наведено список рекомендованої літератури.

ВСТУП

Аналітична хімія — це наука, яка розвиває теоретичні основи аналізу та розробляє методи відкриття, ідентифікації, визначення і розділення хімічних елементів та їх сполук, визначення складу, будови і реакційної здатності макроформ організації речовин як хімічних систем.

Теоретичну основу аналітичної хімії складають основні закони природознавства, а саме: періодичний закон Д.І. Менделєєва, закони збереження маси речовини та енергії, постійності складу речовини, діючих мас та ін.

Предметом аналітичної хімії є закономірності перетворення речовин як хімічних систем і методи їх дослідження, відкриття та встановлення нових закономірностей і співвідношень між хімічними елементами; вдосконалення існуючих і розробка нових, більш швидких і точних методів аналізу; розвиток теоретичних основ методів аналізу.

Об'єктом вивчення аналітичної хімії є реакційна хімічна система, яка виражає особливу форму існування хімічних динамічних систем.

Категоріями аналітичної хімії є склад, будова та реакційна здатність (властивості) речовини як системи, на основі яких ґрунтується одержання та використання речовини.

Основу курсу з аналітичної хімії складають хімічні методи аналізу речовин. Вони ґрунтуються на хімічних реакціях (обміну та осадження, кислотно-основних, гідролізу; окисно-відновних, комплексоутворення тощо), під час проведення яких виникає аналітичний сигнал (утворення осадів, забарвлення сполук, виділення газів). Хімічні перетворення, які використовують у процесі аналізу, називають *аналітичними реакціями*. Речовини, що визивають хімічні перетворення, називають *реактивами* або *реагентами*. Випробування на смак, а також реакції, які супроводжуються вибухом, у хімічному аналізі не використовуються. У класичних методах кількісного хімічного аналізу аналітичним сигналом є маса осаду (*гравіметричний аналіз*) або об'єм реактиву, витрачений на аналіз (*титриметричний аналіз*).

Класичні методи аналізу не завжди задовольняють вимогам практики, у багатьох випадках фізико-хімічні та фізичні методи аналізу мають переваги перед хімічними методами внаслідок низьких величин межі виявлення — до 10^{-5} – 10^{-10} %; їх експересності; оскільки дозволяють проводити *дистанційний аналіз*; дають можливість автоматизувати або сам аналіз, або деякі його стадії; допускають виконання аналізу *недеструкційними методами* (без розкладу досліджуваного зразка); дозволяють (за допомогою методів *локального аналізу*) визначити не загальну кількість компонента у пробі, а його розподіл по поверхні та ін. Використання фізичних і фізико-хімічних методів значно розширює можливості аналізу, але саме хімічні методи залишаються основою для їх розробки і тому, як і раніше, мають вирішальне значення в аналітичній практиці.

ТЕМА 1

ПРАВИЛА ПОВЕДІНКИ ТА ПОРЯДОК РОБОТИ В ХІМІЧНІЙ ЛАБОРАТОРІЇ

Хімічний аналіз можна проводити тільки у лабораторії за наявності певного устаткування. Хімічна лабораторія повинна бути просторою, обладнаною спеціальними меблями та витяжною шафою, контрольно-вимірювальними приладами, які встановлюють в окремій кімнаті. Перед виконанням хімічного аналізу необхідно ознайомитися з правилами техніки безпеки, оскільки невиконання їх може стати причиною отримання неточних результатів, а також призвести до нещасних випадків. Отже, хімічний аналіз можна виконувати тільки після досконалого вивчення питань техніки безпеки в хімічній лабораторії.

1.1. Загальні вимоги

Під час виконання робіт у хімічній лабораторії слід дотримуватись наступних правил.

1. Утримувати робоче місце у чистоті та порядку, проводити експерименти у чистому посуді.

2. Сухі речовини відбирати чистим шпателем. Під час відливання рідин зі склянок етикетка повинна знаходитись на верхньому боці ємкості (під рукою), щоб запобігти забрудненню краплями, що стікають.

3. Надлишок твердих та рідких реактивів не можна повертати у склянки, де вони зберігаються.

4. Пробки та кришки з банок з реактивами слід класти на стіл у перегорнутому вигляді, тобто поверхнею, яка не стикається з речовиною. При цьому важливо не переплутати пробки від різних ємкостей.

5. Реактиви загального використання (у тому числі ті, що знаходяться у витяжній шафі) не можна відносити на своє робоче місце.

6. Залишки металів після проведення дослідів слід збирати у спеціальну банку. Залишки концентрованих кислот, лугів, горючих речовин (наприклад, органічних розчинників) зливати у склянки, що стоять у витяжній шафі. Дорогі реактиви (наприклад, солі кошовних металів) не викидати, а збирати у спеціальну ємкість.

7. Битий посуд, використані фільтри, індикаторний папір та ін. викидати в урни для сміття.

8. Забороняється виконувати досліди, які не описані у лабораторній роботі.

9. Щоб запобігти забруднення та ушкодження одягу реактивами в лабораторії слід знаходитись у халаті. Під час роботи з концентрованими кислотами, лугами, лужними металами та іншими речовинами, що мають збільшену хімічну активність, застосовувати захисні окуляри.

10. Для ополіскування вимитого посуду та приготування водних розчинів слід використовувати дистильовану воду.

1.2. Техніка безпеки та протипожежна безпека

Основні правила техніки безпеки та протипожежної безпеки під час роботи у хімічній лабораторії зводяться до наступних положень.

1. Не можна захаращувати проходи між столами та робочі місця зайвими предметами.

2. Досліди з отруйними речовинами та речовинами, які мають неприємний запах, а також з концентрованими розчинами кислот та лугів слід проводити тільки у витяжній шафі; з легкозаймистими рідинами – на безпечній відстані від відкритого вогню та нагрівальних приладів.

3. Під час переливання реактивів, нагріванні рідин чи сплавленні речовин забороняється нахилитись над отворами посудин, щоб уникнути попадання бризок в очі, на шкіру чи на одяг.

4. Під час нагрівання розчину у пробірці її отвір слід направляти у протилежний від себе та працюючих поблизу сусідів бік, тому що під час місцевого перегріву рідини можливе її викидання.

5. Під час ідентифікації речовини за запахом не слід впритул нахилитися над горлом посудини і сильно вдихати пари, що виділяються; посудину слід тримати на відстані, а пари рідини разом з повітрям спрямувати до себе легким рухом долоні та обережно понюхати.

6. У лабораторії заборонено їсти, палити, громко розмовляти, брати речовини чи торкатись до них руками, чи пробувати на смак.

7. Заборонено працювати в лабораторії наодинці, обов'язковою є присутність іншої особи (для надання працюючому допомоги у разі нещасного випадку, пожежі тощо).

8. Концентровані кислоти, а також концентрований розчин амоніаку потрібно розливати у витяжній шафі.

9. Під час розведення концентрованої сульфатної кислоти слід вливати кислоту у воду, щоб уникнути розбризкування або навіть вибуху.

10. Під час розведення концентрованої сульфатної кислоти, виготовлення хромової суміші, змішування речовин, що супроводжується виділенням теплоти, слід користуватися тонкостінними колбами або фарфоровим посудом (для сильних лугів), бо товстостінний скляний посуд (склянки, банки тощо) внаслідок нагрівання може пошкодитися. Під час розведення і змішування великих кількостей зазначених речовин слід ставити посуд (колбу, склянку) в емальований таз.

11. Забороняється включати та виключати без дозволу викладача рубильники та інші електричні вимикачі.

12. Під час включення електроприладу в мережу з'єднувальний шнур спочатку слід підключити до приладу, а потім до розетки. Під час виключення приладу операції зі шнуром проводити в зворотному порядку.

13. Слід обережно поводитися з відкритим полум'ям і нагрівальними приладами.

14. Під час гасіння пожежі в лабораторії використовувати вуглекислотні вогнегасники, пісок, воду, листовий азбест.

15. У разі загоряння і виникнення полум'я необхідно обезточити робоче місце, відключити газовий стояк і гасити вогонь наявними засобами пожежотушіння в залежності від природи вогнища (горючі рідини слід тушити твердою вуглекислотою, піском чи листом азбесту; лужні метали — сухим піском; фосфор — водою чи мокрим піском).

16. У випадку неможливості ліквідації полум'я власноруч слід негайно звернутися по допомогу.

1.3. Перша допомога під час нещасних випадків

1. У всіх випадках поранення — глибокому порізу, отруєнні, опіках тощо — необхідно негайно звернутися до лікаря. По можливості слід надати першу допомогу потерпілому.

2. У разі порізу склом слід видалити уламки скла з рани, змазати уражене місце 3% спиртовим розчином йоду та перев'язати бинтом, щоб припинити кровотечу.

3. У випадку отруєння шкідливими газами слід негайно припинити дослід і відкрити вікна та двері. Потерпілого винести на свіже повітря, розстебнути одяг, дати понюхати вату, змочену нашатирним спиртом. Коли потерпілий опритомніє, дати йому міцного чаю. У разі неглибокого отруєння хлором або паром бромиду дати понюхати суміш етилового та нашатирного спиртів.

4. У випадку отруєння йодом потерпілому дати випити крохмаль з водою, молоко, міцний чай або розчин питної соди.

5. Під час отруєння лугами (їдким натром) необхідно випити молока або 2% оцтової чи цитратної кислоти. Не рекомендується давати блювотних засобів.

6. У разі отруєння кислотами (хлоридною, сульфатною) дати потерпілому води з розтертою крейдою, попелом, 1% розчин натрій гідрогенкарбонату, вапняну воду. Не слід давати блювотних засобів і промивати шлунок.

7. Під час опіків рану треба обробити 2% розчином калій перманганату, таніном або маззю від опіків.

8. Якщо на шкіру потрапили бризки кислоти або лугу, то уражене місце слід промити великою кількістю води, після чого — 3% розчином питної соди або 2% розчином оцтової кислоти відповідно.

9. Якщо краплі кислоти чи лугу потрапили на слизову оболонку ока, то слід відразу промити ушкоджене око великою кількістю води кімнатної температури, після чого закапати 1...2 краплі касторової олії та звернутися до окуліста.

1.4. Робочий журнал

Умови проведення усіх дослідів, опис дій та спостережень експериментатора, розрахунки, графіки та висновки лабораторної роботи повинні бути відображеними у робочому журналі. Для робочого лабораторного журналу зручно використовувати загальний зошит у клітину. Найменування

журналу повинно включати прізвище та ініціали студента, номер групи та назву практикуму. Оформлення слід здійснювати тільки чорнилами, стисло, чітко, акуратно.

Отримані результати слід заносити тільки до лабораторного журналу. Використання чернеток не допускається.

Під час оформлення результатів лабораторної роботи слід дотримуватись наступного порядку викладення відомостей:

- 1) дата виконання та назва лабораторної роботи;
- 2) стислий зміст теоретичної частини;
- 3) зміст експериментальної частини:
 - послідовність операцій та умови проведення дослідів;
 - схема приладу чи установки;
 - якісні візуальні ознаки експерименту (зміна забарвлення в реакційній системі, описи газів, осадів, що виділились);
 - кількісні характеристики дослідів;
 - рівняння реакцій зі стехіометричними коефіцієнтами;
 - графіки експериментальних залежностей.
 - висновки;
- 4) відповіді на контрольні запитання.

Оформлення результатів лабораторних робіт з якісного аналізу

Під час оформлення результатів лабораторних робіт з якісного аналізу використовують наступні умовні позначення:

P — осад;

F — розчин чи центрифугат;

rP — частина осаду;

rF — частина розчину чи центрифугату;

P → F — розчинення осаду;

↑ — виділення газу;

↓ — випадіння осаду;

$[\text{AgCl}_3]^{2-}$ — комплексний іон;

$\text{K}[\text{Ag}(\text{CN})_2]$ — комплексна сіль;

$\text{C}_{\text{CrO}_4^{2-}}$ — концентрація іону;

[] — рівноважна концентрація (цей знак застосовується для написання рівноважних концентрацій іонів та молекул, що беруть участь у реакції);

$[\text{SO}_4]^{2-}$ — рівноважна концентрація іону;

K — константа рівноваги, наприклад, константа іонізації води
 $K_{\text{W}} = [\text{H}^+] \cdot [\text{OH}^-]$.

Результати лабораторних робіт слід заносити до таблиці 1.1, яку необхідно оформлювати наступним чином:

Таблиця 1.1

Результати експерименту

Номер досліджу №	Іон, який визначають, чи речовина	Реагент	Результати, що спостерігають	Висновки та рівняння
1	2	3	4	5
1.	Ag^+ $\text{AgCl}\downarrow$ $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]\text{Cl}$	HCl NH_3 HNO_3	P_6 . $\text{P}_6 \rightarrow \text{F}$ $\text{F} \rightarrow \text{P}_6$.	$\text{Ag}^+ + \text{HCl} \rightarrow \text{AgCl}\downarrow + \text{H}^+$ $\text{AgCl}\downarrow + 2\text{NH}_3 \rightarrow [\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]\text{Cl}$ $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]\text{Cl} + 2\text{HNO}_3 \rightarrow$ $\rightarrow \text{AgCl}\downarrow + 2\text{NH}_4\text{NO}_3$

Як приклад, у таблиці наведено запис результатів досліджу «Осадження аргентум хлориду та вивчення його властивостей».

У графі 2 слід вказати формулу частинки, що переважає в умовах досліджу, в графі 3 – формулу реактиву та його молярну концентрацію (якщо вона відома).

Для скороченого запису результатів спостережень в графі 4 слід використовувати такі позначення:

P — осад,

pP — частина осаду,

F — розчин чи центрифугат (фільтрат),

pF — частина розчину чи центрифугату,

\uparrow — виділення газів,

$\text{P} \rightarrow \text{F}$ — розчинення осаду. Колір осадів чи розчинів позначати скорочено у вигляді підстрокових індексів.

У графі 5 слід записувати рівняння реакцій.

Результати лабораторних робіт з систематичного аналізу суміші катіонів слід заносити до таблиці, яку необхідно оформлювати у вигляді нижченаведеної таблиці 1.2.

Таблиця 1.2

Аналіз розчину на присутність катіонів I аналітичної групи

№ операції	Речовина	Реагент	Результат спостережень	Рівняння реакції	Висновок	Склад	
						осаду	фільтрату
1.	pF	2н. HCl	P _{б.}	$\text{Ag}^+ + \text{HCl} \rightarrow \text{AgCl}\downarrow + \text{H}^+$ $\text{Pb}^{2+} + 2\text{HCl} \rightarrow \text{PbCl}_2\downarrow + 2\text{H}^+$ $\text{Hg}_2^{2+} + 2\text{HCl} \rightarrow \text{Hg}_2\text{Cl}_2\downarrow + 2\text{H}^+$	У розчині присутні катіони I групи	AgCl PbCl ₂ Hg ₂ Cl ₂	–
2.	P ₁	дист. H ₂ O	P _{б.}	–	–	AgCl PbCl ₂ Hg ₂ Cl ₂	–
3.	P ₂	дист. H ₂ O гаряча	pP → F	–	–	AgCl Hg ₂ Cl ₂	Pb ²⁺
4.	F ₃	KI	P _{ж.}	$\text{Pb}^{2+} + 2\text{KI} \rightarrow \text{PbI}_2\downarrow + 2\text{K}^+$	є Pb ²⁺ -катіони	PbI ₂	–
5.	P ₃	NH ₃	P _{б.} → P _{ч.}	$\text{AgCl}\downarrow + 2\text{NH}_3 \rightarrow [\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]\text{Cl}$ $\text{Hg}_2\text{Cl}_2\downarrow + 2\text{NH}_3 \rightarrow [\text{Hg}_2\text{NH}_2]\text{Cl}\downarrow + \text{NH}_4\text{Cl},$ $[\text{Hg}_2\text{NH}_2]\text{Cl} \rightarrow [\text{HgNH}_2]\text{Cl} + \text{Hg}\downarrow.$	є Hg ₂ ²⁺ -катіони	Hg	[Ag(NH ₃) ₂] ⁺ Cl ⁻
6.	pF ₅	KI	P _{ж.}	$[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]\text{Cl} + \text{KI} \rightarrow \text{AgI}\downarrow + \text{KCl} + \text{NH}_3$	є Ag ⁺ -катіони	AgI	–
7.	pF ₅	HNO ₃	P _{б.}	$[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]\text{Cl} + 2\text{HNO}_3 \rightarrow \text{AgCl}\downarrow + 2\text{NH}_4\text{NO}_3$	є Ag ⁺ -катіони	AgCl	–

Висновок: у розчині були присутні Ag⁺, Pb²⁺, Hg₂²⁺-катіони.

Оформлення результатів лабораторних робіт з кількісного аналізу

Під час оформлення результатів лабораторних робіт з кількісного аналізу особливу увагу слід звернути на оформлення експериментальної частини. Під час проведення визначень титриметричними методами обов'язково слід записувати вихідні дані титрування (концентрації та об'єми вихідних розчинів, назву та кількість індикатору, умови проведення — нагрівання, певне значення рН розчину та ін.), результати проведених розрахунків і статистичної обробки результатів. Наприклад, під час встановлення молярної концентрації еквівалента натрій гідроксиду за приготуванням розчином шавлевої кислоти, оформлення результатів повинно мати наступний вигляд:

Вихідні дані:

$$C_{\text{н}}(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 0,1000 \text{ моль/л}$$

$$V(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 10,00 \text{ мл}$$

Індикатор: фенолфталеїн

Результати титрування:

$$V_1(\text{NaOH}) = 9,80 \text{ мл}$$

$$V_2(\text{NaOH}) = 9,80 \text{ мл}$$

$$\underline{V_3(\text{NaOH}) = 9,90 \text{ мл}}$$

$$\bar{V}(\text{NaOH}) = 9,83 \text{ мл}$$

Розрахунки:

$$C_{\text{н}}(\text{NaOH}) = \frac{C_{\text{н}}(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) \cdot V(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4)}{\bar{V}(\text{NaOH})} = \frac{0,1000 \cdot 10}{9,83} = 0,1017 \text{ моль/л}$$

$$T(\text{NaOH}) = \frac{C_{\text{н}}(\text{NaOH}) \cdot M_{\text{екв}}(\text{NaOH})}{1000} = \frac{0,1017 \cdot 40}{1000} = 0,004068 \text{ г/мл}$$

ЗАПИТАННЯ ДО ТЕМИ 1

1. Яких правил роботи з сильнодіючими та отруйними речовинами слід дотримуватися в лабораторії?
2. Які досліди необхідно проводити у витяжній шафі?
3. Яким чином проводять розчинення речовин, що супроводжується сильним розігрівом (наприклад, сульфатної кислоти)?
4. Який посуд не слід використовувати для нагрівання розчинів на електроплиті? Чому?
5. Яку допомогу необхідно надати потерпілому у разі: а) поранення; б) отруєння бромом чи хлором; в) отруєння йодом; г) отруєння лугами, кислотами; д) опіків?
6. Які відомості обов'язково вносяться до робочого журналу безпосередньо під час виконання експерименту?

ТЕМА 2

РЕАКТИВИ, ПОСУД ТА ОБЛАДНАННЯ ХІМІЧНОЇ ЛАБОРАТОРІЇ

2.1. Реактиви

Робота в хімічній лабораторії пов'язана з використанням різних хімічних речовин – *реактивів*. До реактивів, що широко використовуються в лабораторії належать: кислоти (хлоридна, нітратна, сульфатна), луги (натрій гідроксид, калій гідроксид), солі неорганічних та органічних кислот, індикатори (лакмус, фенолфталеїн, метиловий оранжевий).

Чистота реактивів має першорядне значення для правильності результатів аналізу. Всі реактиви, які застосовуються в аналізі, спочатку очищають від домішок сторонніх речовин перекристалізацією, перегонкою, сублимацією, за допомогою інших хімічних і фізичних операцій, які описані в спеціальних посібниках із препаративної хімії. Хімічні реактиви, якими повсякденно користуються в лабораторії аналітичної хімії, містять певну кількість сторонніх речовин. Сортність (кваліфікацію) реактиву зазначають на етикетці склянки, іноді зазначають також максимально допустимий вміст сторонніх домішок.

За ступенем чистоти реактиви поділяють на хімічно чисті (хч), чисті для аналізу (чда), чисті (ч), технічні (т). Для кожного класу чистоти допускається певний вміст домішок, який зазначається на етикетці реактиву. Технічні реактиви не можна застосовувати для хімічного аналізу.

Для навчальних аналітичних визначень користуються реактивами кваліфікації «чисті» й «чисті для аналізу», у разі відповідальних аналітичних визначень застосовують реактиви кваліфікації «хімічно чисті».

Реактиви треба зберігати в склянках, закритих пробками. Реактиви, які широко використовуються, у невеликих кількостях зберігають у шафах у препараторських кімнатах, а великі кількості реактивів – у спеціальних приміщеннях у відповідній тарі.

Тверді реактиви найкраще брати з банок спеціальним шпателем (порцеляновим або пластмасовим).

Реактиви, які під дією повітря та вологи псується, повинні бути герметично закриті. Склянки з концентрованими кислотами не можна закупорювати гумовою пробкою, тому що пара кислот руйнує її, а кислоти при цьому забруднюються. Реактиви, які змінюються під дією світла, зберігаються в банках з темного скла.

На кожній склянці обов'язково повинна бути етикетка з надписом хімічної назви реактиву, його формули та концентрації. Склянки з реактивами краще розставляти в певному порядку так, щоб їх зручно було брати. Наливаючи розчин зі склянки, її тримають так, щоб етикетка на склянці була зверху, це забезпечує чистоту етикетки.

Не можна реактивні склянки залишати відкритими, не можна пробками з одних склянок закривати інші, це забруднює реактиви та може бути причиною помилок в аналізі.

2.2. Хімічний посуд

Для виконання дослідів користуються хімічним посудом і приладами. Дуже важливо вміти обрати посуд і правильно користуватись ним. Для проведення хімічних реакцій використовують, зазвичай, тонкостінний хімічно стійкий скляний або рідше порцеляновий посуд. В окремих випадках користуються також посудом з кварцового скла, графіту, пластмаси і деяких металів (платини, танталу, золота, срібла та ін.).

Найбільш поширеним хімічний посудом з тонкостінного скла є: пробірки, хімічні стакани з носиком і без нього, плоскодонні колби, конічні колби Ерленмейера тощо.

Пробірки. Велику кількість реакцій проводять у пробірках, що мають циліндричну (рис. 2.1, *a*) чи конічну (рис. 2.1, *б*) форми та розміщуються у пластмасових, металевих чи дерев'яних підставках для пробірок (рис. 2.2).

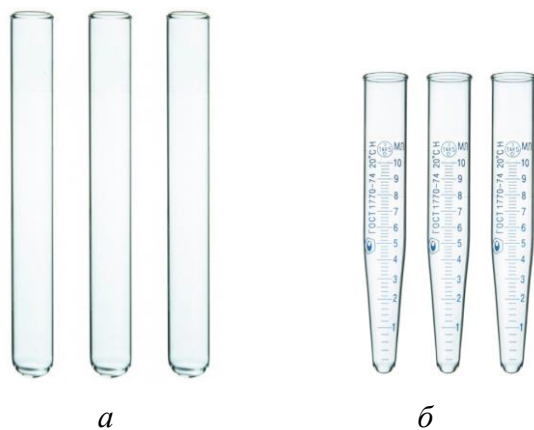


Рис. 2.1. Пробірки: *a* – циліндричної форми; *б* – конічної форми (для центрифугування)



Рис. 2.2. Штатив лабораторний для пробірок

Для якісного виявлення катіонів та аніонів використовують пробірки конічної форми. Реакції проводять між невеликими об'ємами розчинів реагуючих речовин (0,1...0,2 місткості пробірки). Звичайні лабораторні пробірки мають місткість 15...20 мл. Реактиви в пробірку приливають невеликими порціями (по 0,5...2 мл). Злиті в пробірку розчини перемішують легким струшуванням нижньої частини пробірки.

Для нагрівання рідин пробірку тримають держакми в нахиленому положенні і спочатку прогрівають усю пробірку, а потім нагрівають полум'ям пальника тільки ту її частину, яку заповнено рідиною. Для рівномірного нагрівання пробірку необхідно струшувати. Випарювання у пробірках не проводять. У сухих пробірках проводять також реакції з сухими речовинами. Якщо за методикою виконання дослідження необхідне нагрівання всієї пробірки, її закріплюють у спеціальному штативі.

Колби та стакани. Для проведення дослідів використовують різні колби (рис. 2.3) та хімічні стакани (рис. 2.4), які часто мають для зручності зливу рідин відтягнутий носик. У колбах і стаканах досліди проводять з порівняно великими кількостями реагуючих речовин. Колби виготовляють з хімічного

скла різних сортів, а хімічні стакани – зі скла чи порцеляни. Під час аналізу широко використовують колби місткістю 50, 100, 250 мл і рідше 500 і 1000 мл.



a



б

Рис. 2.3. Колби: *a* – плоскодонна; *б* – конічна (Ерленмейера)



Рис. 2.4. Хімічний стакан з носиком

Конічні колби Ерленмейера стійкі та гарно витримують нагрівання. Вони використовуються під час фільтрування, для збирання і упарювання фільтратів, для титрування розчинів в об'ємному аналізі. У плоскодонних колбах тримають і нагрівають розчини.

Хімічні стакани – це скляний або порцеляновий посуд різної місткості – 50, 100, 150, 300, 500, 750, 1000 мл. Хімічні стакани використовують, головним чином, для розчинення аналітичних проб, збирання фільтратів, осаджування речовин з розчинів та випарювання.

Під час нагрівання стакани і плоскодонні колби ставлять на азбестовані сітки, покладені на триніжок або на закріплене в штативі кільце, а полум'я пальника підводять під сітку так, щоб стінки посуду не перегрівалися вище рівня рідини.

Крапельниці. Невеликі кількості рідини зберігають у крапельницях. Найбільш часто зустрічаються дві конструкції крапельниць: з піпеткою (рис. 2.5, *a*) та з носиком (рис. 2.5, *б*).



a



б

Рис. 2.5. Крапельниці: *a* – з піпеткою; *б* – з носиком

З крапельниці (-а) необхідну кількість розчину переносять за допомогою піпетки з гумовим ковпачком. Крапельницею (-б) користуються наступним чином: охоплюють долонею, перегортають та відкрапують рідину з носика. Рідина виливається внаслідок розширення об'єму повітря у колбі під час нагрівання від руки.

У лабораторії аналітичної хімії використовують посуд із товстостінного скла: конічні лійки, крапельні та ділильні лійки (рис. 2.6 – 2.8), скляні ступки, бюкси, циліндри, мензурки та ін. Нагрівання в такому посуді не проводять.

Лійки. Лійки звичайні використовують для переливання рідин в іншу посудину, а також для фільтрування.



Рис. 2.6. Конічна лійка



Рис. 2.7. Крапельні лійки



a



б

Рис. 2.8. Ділильні лійки:
a –циліндрична; *б* – конічна

Ділильні чи крапельні лійки застосовують для відливання і відокремлення рідин, практично нерозчинних одна в одній, наприклад, води та етеру.

З суміші двох рідин, що відстоялися і розділилися на два шари, спочатку зливають рідину нижнього шару в одну посудину, а потім рідину верхнього шару – в іншу. Повертаючи кран (перед цим виймають пробку), регулюють витікання рідини з лійки.

Бюкси (рис. 2.9) – стаканчики з пришліфованими кришками, які використовують для зважування летких речовин або тих, що гарно вбирають вологу і вуглекислий газ.



Рис. 2.9. Бюкси скляні

2.2.1. Мірний хімічний посуд

В аналітичних роботах для вимірювання об'ємів рідин використовують мірний хімічний посуд (рис. 2.10–2.12): мірні циліндри, мензурки, піпетки, колби, бюретки.

Мірні циліндри та мензурки – товстостінні скляні посудини циліндричної форми, калібровані поділками, які показують об'єм у мілілітрах. Їх використовують для вимірювання об'ємів рідин з точністю, що не перевищує 0,2–0,3 ціни поділки. Об'єм рідини, наливої в мірний циліндр або мензурку, відлічують, тримаючи око на рівні найбільш низької точки меніска, при цьому циліндр або мензурку ставлять на горизонтальну поверхню. Мірні циліндри та мензурки не можна нагрівати. Від нагрівання вони розтріскуються.



Рис. 2.10. Мірний хімічний посуд: *a* – циліндр; *б* – мензурки

Піпетка – розширений скляний резервуар, який з двох протилежних боків переходить у вузькі трубки. Нижня трубка закінчується капіляром; верхня трубка циліндрична і має кільцеву риску, до якої необхідно заповнювати піпетку рідиною для взяття повного об'єму, який зазначено на штампі, нанесеному на верхній трубці чи на розширенні піпетки.

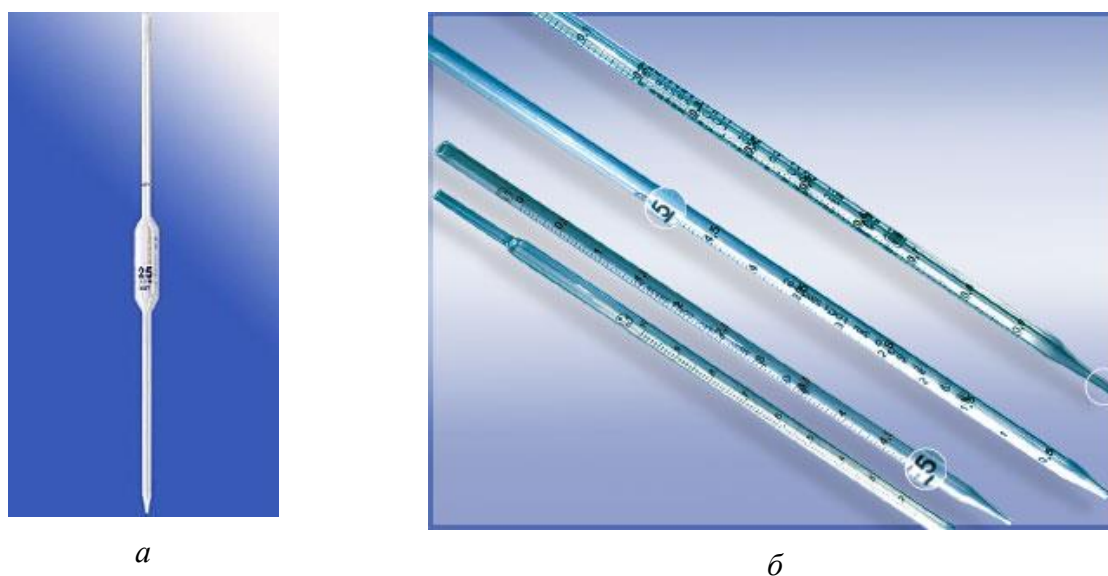


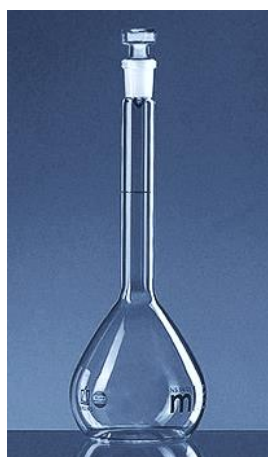
Рис. 2.11. Мірний хімічний посуд: *a* – піпетка проста; *б* – піпетки градуйовані

Для вимірювання невеликих змінних об'ємів рідини іноді користуються градуйованими піпетками (рис. 2.11, б), один кінець яких закінчується короткою відтягнутою вузькою трубкою, крізь яку всмоктується рідина, інший – відтягнутим капіляром, через який втягується або виливається необхідний об'єм рідини. Через те, що ці піпетки виготовляють для різних об'ємів, до користування ними необхідно з'ясувати, як відкалібрована шкала та яка ціна в мілілітрах кожної поділки на ній.

Мірні колби (рис. 2.12, а) використовують для вимірювання значних постійних об'ємів і для виготовлення в них розчинів заданої концентрації. Найбільш уживані мірні колби місткістю 25; 50; 100; 200; 250; 500 і 1000 мл. Мірні колби можуть бути з пришліфованими скляними пробками.

Для наповнення мірної колби спочатку рідину наливають крізь лійку нижче від риски на шийці, а потім піпеткою доводять рівень рідини до риски, тримаючи колбу на рівні очей. Щоб шийка колби була у вертикальному положенні, колбу ставлять на горизонтальну поверню столу.

Нагрівання мірних колб з метою прискорення розчинення речовин не допускається, бо колби при цьому змінюють свій об'єм і стають непридатними для подальшого користування.



а



б

Рис. 2.12. Мірний хімічний посуд: а – мірна колба; б – бюретка зі скляним краном

Бюретки являють собою вузькі довгі циліндричні скляні трубки, які з одного кінця (знизу) закінчуються коротким звуженням, на яке натягнуто гумову трубку із затискачем. В інший кінець гумової трубки вставлено коротку скляну трубку з витягнутим капіляром. Замість гумової трубки із затискачем застосовують гумову трубку зі щільно вставленою в неї скляною кулькою або скляний кран (рис. 2.12, б). Відповідним стискуванням пальцями затискача або гумової трубки у місці скляної кульки чи повертання крану рідину випускають з бюретки. Швидкість витікання рідини з бюретки залежить від діаметра її капіляра.

Під час роботи бюретки закріплюють за допомогою держаків на штативах. Між внутрішньою поверхнею держаків і бюреткою прокладають

м'які (з гуми або паперу) прокладки, щоб затискуванням держаків не зламати бюретку. Закріплена в штативі бюретка повинна бути у вертикальному положенні.

2.3. Обладнання

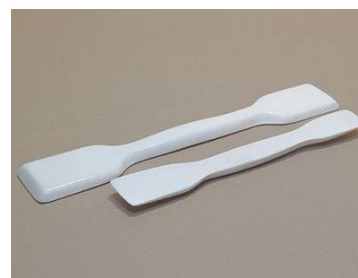
До обладнання хімічної лабораторії відносяться різноманітні допоміжні інструменти та пристрої: скляні палички для перемішування рідин, годинникові та предметні скельця, шпателі (рис. 2.13), крапельні (медичні) та капілярні піпетки (рис. 2.14), порцелянові та полімерні пластинки з заглибленнями, промивалки об'ємом 100...150 мл (рис. 2.15), порцелянові чашки та Чашки Петрі (рис. 2.16), ступки з товкачиками (рис. 2.17), тиглі та тигельні щипці (рис. 2.18), човенки, штативи (рис. 2.19), підставки для пробірок (рис. 2.2) азбестовані сітки (рис. 2.20, *а*), а також спеціальне обладнання, до якого відносяться водяна та піщана баня, електронагрівальні прилади, центрифуга (рис. 2.21), технохімічні та аналітичні ваги.



а



б

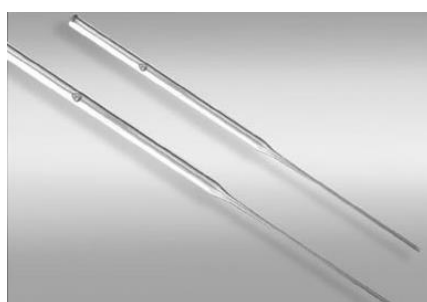


в

Рис. 2.13. Скляні палички (*а*), годинникові скельця (*б*) та шпателі (*в*)



а



б

Рис. 2.15. Піпетки: *а* –крапельні; *б* –капілярні



Рис. 2.15. Промивалка

За допомогою крапельних піпеток відділяють осаді від надосадових рідин. Годинникові та предметні скельця, а також пластинки із заглибленнями застосовуються під час проведення дослідів крапельним методом.

Порцелянові чашки використовують для випарювання розчинів і просушування твердих порошкоподібних речовин. Широка відкрита поверхня чашки забезпечує легке й швидке випарювання рідин. Для випарювання чашку ставлять на водяну або піщану баню. Якщо чашку нагрівають полум'ям пальника, то її ставлять на азбестовану сітку, покладену на закріплене в штативі кільце. У порцелянових чашках також просушують та прожарюють до температури 300...350 °С порошкоподібні речовини.



Рис. 2.16. Порцелянова чашка (а) та чашка Петрі (б)

Рис. 2.17. Порцелянова ступка з товкачиком

Порцелянові тиглі використовують для прожарювання речовин до температури 1000...1100 °С. Тигель з речовиною ставлять на порцеляновий або кварцовий трикутник, який кладуть на закріплене в штативі кільце або на кільце трикутника.

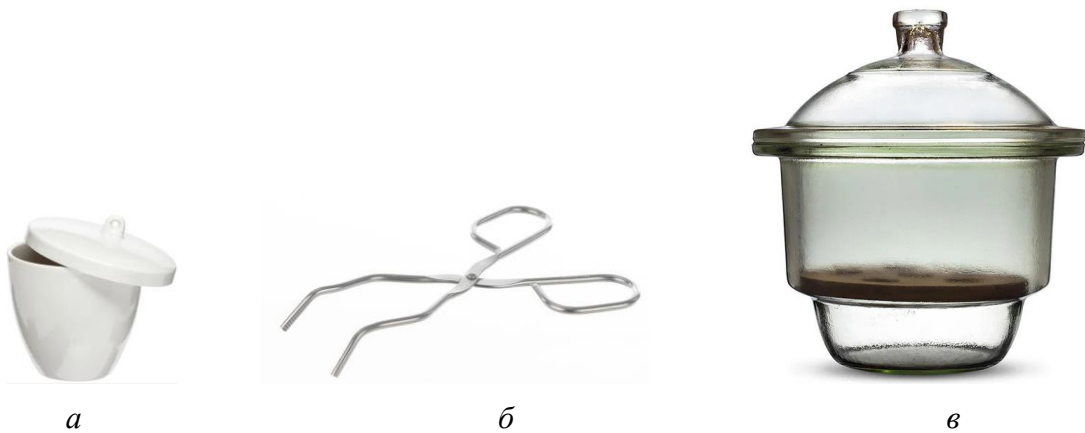


Рис. 2.18. Тигель (а), тигельні щипці (б) та ексикатор (в)

Полум'я пальника не повинно давати кіптяви. Для охолодження тигель ставлять тільки в ексикатор (рис. 2.18, в) на 15–20 хв. Розжарений тигель не можна ставити на стіл і охолоджувати водою. Прожарюють тиглі також в електричних печах.

Лабораторні штативи (рис. 2.19) використовують як основу для кріплення складових частин будь-якого лабораторного обладнання.

Азбестовані сітки (рис. 2.20) використовують під час нагрівання скляного посуду для більш рівномірного нагрівання та попередження руйнування внаслідок теплового удару при зіткненні з відкритим полум'ям.



Рис. 2.19. Лабораторний штатив

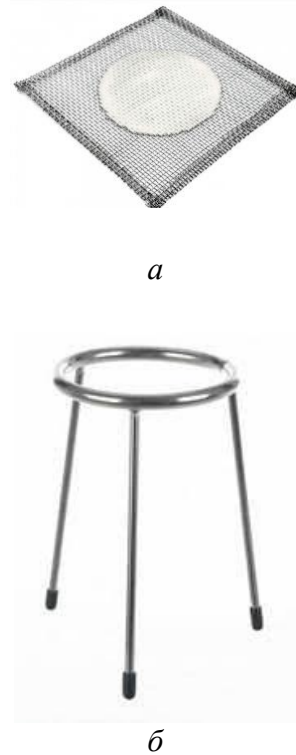


Рис. 2.20. Азбестована сітка (а) та тринога (б)

Для відділення осаду від розчину використовують **центрифугу**. Центрифуга електрична призначена для розділення рідин різної питомої ваги чи відділення твердих тіл, що знаходяться у рідині, шляхом центрифугування.



Рис. 2.21. Загальний вигляд центрифуги типу ОПн-3.02

ЗАПИТАННЯ ДО ТЕМИ 2

1. Чому для хімічного аналізу чистота реактивів має першорядне значення? Як поділяються реактиви за ступенем чистоти? Що таке «кваліфікація реактиву»?

2. Чому, наливаючи розчин із склянки, потрібно тримати її так, щоб етикетка була зверху?

3. Який посуд використовується у лабораторії хімічного аналізу?

4. Для яких операцій призначено лійки, ділильні лійки?

5. Який ви знаєте вимірювальний посуд? У яких випадках він використовується?

6. У яких випадках користуються бюретками? Що вони собою являють? Як ними користуватися?

7. Для чого використовують порцелянові чашки та тиглі?

8. Що таке центрифуга? Які операції виконують за допомогою цього приладу?

ТЕСТ №1

Тестові завдання з вибором однієї правильної відповіді

1. Вкажіть, для чого використовують крапельниці:

- а) вимірювання невеликих змінних об'ємів рідини;
- б) зберігання невеликих кількостей рідини;
- в) відокремлення рідин, практично нерозчинних одна в одній;
- г) нагрівання розчину.

2. Вкажіть мірний хімічний посуд:

- а) пробірка;
- б) мірна колба;
- в) конічна лійка;
- г) хімічний стакан.

3. Який хімічний посуд використовують для приготування розчину заданої концентрації?

- а) циліндри;
- б) пробірки;
- в) мірні колби;
- г) конічні колби.

4. Яке обладнання використовують для відділення осаду від розчину?

- а) тигель;
- б) центрифуга;
- в) ексікатор;
- г) азбестована сітка.

5. В якому обладнанні прожарюють речовини до температури 1000...1100 °С?

- а) порцелянова чашка;
- б) тигель;
- в) чашка Петрі;
- г) годинникове скло.

6. Для чого використовують бюкси?

- а) приготування розчину;
- б) зберігання розчину;
- в) випарювання розчину;
- г) зважування легких або гігроскопічних речовин.

7. В якому обладнанні слід здійснювати подрібнення твердих речовин?

- а) порцелянова чашка;
- б) тигель;
- в) порцелянова ступка;
- г) годинникове скло.

8. З якою метою використовують пробірки у хімічному аналізі?

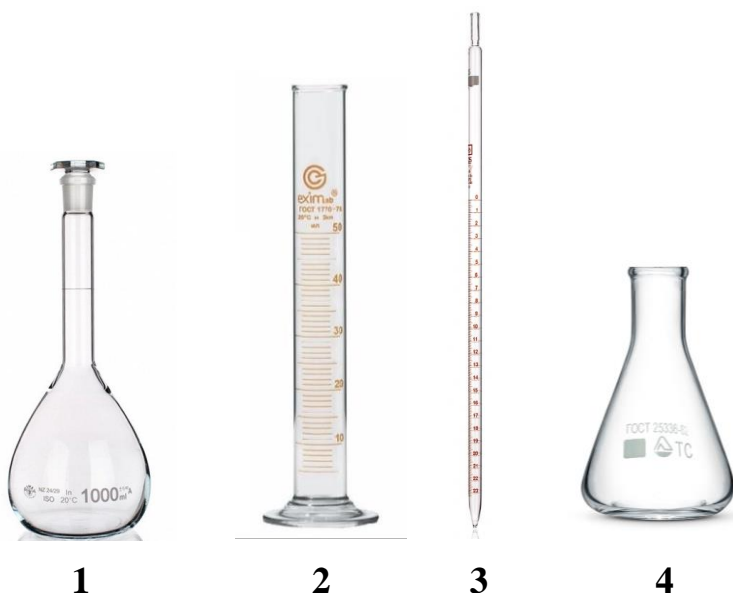
- а) перемішування рідин;
- б) приготування розчинів;
- в) прожарювання порошкоподібних речовин;
- г) проведення хімічних реакцій.

Тестові завдання на встановлення відповідності

9. Установіть відповідність між виглядом хімічного посуду та його назвами:

Зовнішній вигляд хімічного посуду

Назви хімічного посуду



- А бюретка
- Б конічна колба
- В циліндр
- Г мірна колба
- Д піпетка градуйована

10. Установіть відповідність між виглядом хімічного посуду та його назвами:

Зовнішній вигляд хімічного посуду

Назви хімічного посуду



- А бюретка
- Б крапельниця
- В хімічний стакан
- Г конічна лійка
- Д пробірка

ТЕМА 3

ЯКІСНИЙ ХІМІЧНИЙ АНАЛІЗ КАТІОНІВ ТА АНІОНІВ

Якісний хімічний аналіз — це перший розділ аналітичної хімії.

Завдання якісного аналізу — визначення «якості» речовини, виявлення та ідентифікація структурних елементів (атомів, атомних частинок, молекул, молекулярних частинок, функціональних груп тощо), які входять до складу хімічної сполуки, що досліджують.

Досліджуючи якусь нову сполуку, насамперед, визначають, з яких елементів (або іонів) вона складається, а потім визначають кількісні співвідношення, в яких ці елементи (або іони) знаходяться. Таким чином, якісний аналіз, як правило, робиться перед кількісним аналізом.

У загальному випадку хімічний аналіз складається з наступних етапів:

- 1) переведення досліджуваної речовини у розчин;
- 2) відокремлення елементів, що визначають від інших, та їх концентрування;
- 3) якісні виявлення і кількісне визначення.

Для відокремлення, концентрування і визначення елементів застосовують хімічні реакції різних типів (осадження, комплексоутворення, окисно-відновні тощо).

Серед фізичних, фізико-хімічних та хімічних методів аналізу останні вважаються класичними, добре перевірені і складають основу курсу аналітичної хімії. Першим етапом визначення складу речовин є проведення хімічної реакції. Кінцевий етап визначення полягає в спостереженні зовнішнього ефекту хімічної реакції (якісний аналіз).

3.1. Аналітичні реакції та способи їх виконання

Аналітичні реакції – хімічні процеси, які використовують у процесі аналізу.

Реактиви (реагенти) – речовини, що викликають хімічні перетворення.

В якісному аналізі мають справу, як правило, з водними розчинами електролітів, тобто солей, основ та кислот, які дисоціюють на іони. Можна стверджувати, що кожен іон має властивості, які він зберігає незалежно від присутності у розчині інших іонів. Таким чином, реакції, що перебігають у розчинах між електролітами, — це реакції іонів. Тому за допомогою аналітичних реакцій виявляють не хімічні сполуки, а утворені ними катіони та аніони.

Найбільш розповсюдженими є приблизно 25 катіонів і стільки ж аніонів. Тільки середніх солей вони утворюють більше 600. Але для виявлення будь-якої з них, як правило, достатнім є знання реакцій тільки п'ятдесяти найважливіших іонів.

Речовина, що досліджується може знаходитись у різному агрегатному стані. Згідно з цим і якісні аналітичні реакції можуть бути виконані різними шляхами. Аналіз *сухим шляхом* виконують за допомогою таких прийомів, як проба на забарвлення полум'я, отримання кольорового скла («перлів») та розглядання металевих корольків. Аналіз *сухим шляхом* застосовують, головним чином, у польових умовах для якісного та напівкількісного дослідження мінералів та руд. У лабораторних умовах використовується аналіз *мокрим шляхом*, який базується на реакціях, що перебігають у розчинах.

Якісне виявлення іонів у розчині можна виконувати *дробним* (кожний іон виявляють характерними реакціями в присутності інших іонів) або *систематичним* (складну суміш іонів розділяють на окремі групи, в межах яких виявляють окремі іони) методами аналізу.

3.2. Різновиди класифікацій катіонів на аналітичні групи

У зв'язку із застосуванням різних групових реагентів сформувались різні *аналітичні класифікації катіонів за групами* або різні хімічні методи якісного аналізу катіонів:

- сірководневий (сульфідний);
- амоніачно-фосфатний;
- кислотно-основний;
- карбонатний;
- біфталатний;
- сульфідно-основний;
- тіоацетамідний.

Найбільш поширеними є три аналітичні класифікації катіонів за групами: сірководнева (сульфідна), амоніачно-фосфатна, кислотно-основна.

Аналітична класифікація катіонів за групами базується на хімічних властивостях катіонів і тісно пов'язана з їх електронною будовою та положенням відповідних елементів у періодичній системі. Будь-яка класифікація катіонів за групами базується на їх подібності або відмінності по відношенню до дії певних аналітичних реагентів і властивостях продуктів аналітичних реакцій (розчинність у воді, у кислотах та лугах, у розчинах деяких реагентів, здатність до комплексоутворення, окисно-відновні властивості).

Застосування групових реагентів на практиці дозволяє підрозділити багато катіонів на аналітичні групи. Однак, не існує така аналітична класифікація катіонів, яка охоплювала би усі відомі катіони чи катіони усіх металів. Для зручності проведення аналізу катіони поділяють на окремі аналітичні групи.

Аналітична група — це група катіонів, яка з певним реактивом (за певних умов) дає подібні аналітичні реакції.

3.3. Розподіл катіонів на аналітичні групи за кислотно-основною класифікацією

Кислотно-основна класифікація катіонів за групами базується на використанні в якості групових реагентів водних розчинів кислот та основ — хлоридної кислоти HCl , сульфатної кислоти H_2SO_4 , натрій гідроксиду NaOH чи калій гідроксиду KOH (у присутності гідроген пероксиду H_2O_2) й амоніаку NH_3 .

Ця класифікація менш досконала, ніж сірководнева, і розроблена менш детально, однак під час її використання не потрібно одержувати та застосовувати токсичний сірководень.

За кислотно-основною класифікацією катіони розподіляють на шість аналітичних груп (табл. 3.1).

Таблиця 3.1

Кислотно-основна класифікація катіонів

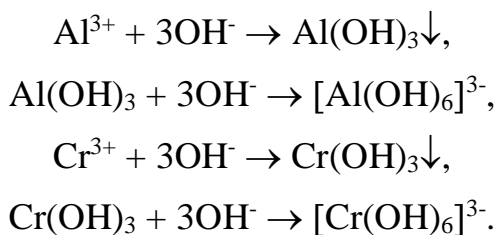
Група	Катіони	Груповий реагент	Сполуки, що утворюються	Групова характеристика
1	2	3	4	5
I	Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+}	2 н. розчин HCl	Осад AgCl , PbCl_2 , Hg_2Cl_2	Хлориди не розчиняються у воді
II	Ba^{2+} , Sr^{2+} , Ca^{2+}	2 н. розчин H_2SO_4	Осад BaSO_4 , SrSO_4 , CaSO_4	Сульфати не розчиняються (або погано розчиняються) у воді та кислотах
III	Zn^{2+} , Al^{3+} , Cr^{3+} , Sn^{2+} , Sn(IV) , As(III) , As(V)	Надлишок 4 н. розчину NaOH або KOH	Розчин ZnO_2^{2-} , AlO_2^- , CrO_2^- , SnO_2^{2-} , AsO_3^{3-} , AsO_4^{3-}	Гідроксиди розчиняються у надлишку їдких лугів
IV	Mg^{2+} , Mn^{2+} , Bi^{3+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Sb(III) , Sb(V)	Надлишок 25% розчину NH_3	Осад Mg(OH)_2 , Mn(OH)_2 , Bi(OH)_3 , Fe(OH)_2 , Fe(OH)_3 , Sb(OH)_3 , HSb(OH)_6	Гідроксиди не розчиняються у надлишку їдких лугів

1	2	3	4	5
V	$\text{Cu}^{2+}, \text{Hg}^{2+}, \text{Cd}^{2+}, \text{Co}^{2+}, \text{Ni}^{2+}$	Надлишок 25% розчину NH_3	Розчин $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4^{2+}, \text{Hg}(\text{NH}_3)_4^{2+}, \text{Cd}(\text{NH}_3)_4^{2+}, \text{Co}(\text{NH}_3)_4^{2+}, \text{Ni}(\text{NH}_3)_6^{2+}$	Гідроксиди розчиняються у надлишку розчину амоніаку з утворенням амоніакатів
VI	$\text{K}^+, \text{Na}^+, \text{NH}_4^+$	немає	-	Хлориди, сульфати і гідроксиди розчиняються у воді

До *першої аналітичної групи* відносять аргентум(I)-, меркурій(I)-, плюмбум(II)-катиони ($\text{Ag}^+, \text{Pb}^{2+}, \text{Hg}_2^{2+}$). Груповим реагентом на катиони першої аналітичної групи є водний розчин хлоридної кислоти. Груповий реагент осаджує з водних розчинів катиони першої аналітичної групи у вигляді осадів малорозчинних у воді хлоридів.

До *другої аналітичної групи* відносять кальцій(II)-, стронцій(II)-, барій(II)-катиони ($\text{Ba}^{2+}, \text{Sr}^{2+}, \text{Ca}^{2+}$). Груповий реагентом на катиони другої аналітичної групи є водний розчин сульфатної кислоти. Під час дії групового реагенту катиони другої аналітичної групи осаджуються у вигляді малорозчинних у воді сульфатів. Кальцій сульфат, стронцій сульфат і барій сульфат практично нерозчинні у розбавлених кислотах і лугах. Барій сульфат розчиняється у концентрованій сульфатній кислоті з утворенням кислої солі барій гідрогенсульфату $\text{Ba}(\text{HSO}_4)_2$. Кальцій сульфат розчиняється у водному розчині амоній сульфату $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ з утворенням комплексної сполуки $(\text{NH}_4)_2[\text{Ca}(\text{SO}_4)_2]$.

До *третьої аналітичної групи* відносять катиони $\text{Zn}^{2+}, \text{Al}^{3+}, \text{Cr}^{3+}, \text{Sn}^{2+}, \text{Sn}(\text{IV}), \text{As}(\text{III}), \text{As}(\text{V})$. Груповим реагентом є водний розчин натрій гідроксиду NaOH (або калій гідроксиду KOH) у присутності перекису водню H_2O_2 . Під час дії групового реагенту катиони третьої аналітичної групи осаджуються з водного розчину у вигляді амфотерних гідроксидів, які розчиняються у надлишку луку з утворенням гідроксокомплексів, наприклад:



Осади гідроксидів катіонів третьої аналітичної групи не розчиняються у водному амоніаку, за винятком цинк(II) гідроксиду, який розчиняється у водному розчині амоніаку з утворенням амоніачного комплексу $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$.

До четвертої аналітичної групи відносять катіони Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Mg^{2+} , Bi^{3+} , Sb(III) , Sb(V) . Груповим реагентом є водний розчин лугу або 25 % водний розчин амоніаку. Під час дії групового реагенту катіони четвертої аналітичної групи осаджуються з водного розчину у вигляді гідроксидів. Гідроксиди катіонів четвертої аналітичної групи не розчиняються у надлишку групового реагенту на відміну від катіонів третьої аналітичної групи.

До п'ятої аналітичної групи відносять катіони Hg^{2+} , Cu^{2+} , Cd^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} . Груповим реагентом є 25 % водний розчин амоніаку. Під час дії групового реагенту на водні розчини, що містять катіони п'ятої аналітичної групи, спочатку виділяються осади різного складу, які потім розчиняються у надлишку групового реагенту (осади сполук кобальту і меркурію розчиняються в надлишку водного розчину амоніаку тільки за присутності амоній-катіонів).

До шостої аналітичної групи відносять катіони K^+ , Na^+ , NH_4^+ . Груповий реагент відсутній. Катіони цієї групи не осаджуються ні мінеральними кислотами, ні лугами.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №1

ВИВЧЕННЯ ВЛАСТИВОСТЕЙ КАТІОНІВ ПЕРШОЇ, ДРУГОЇ ТА ТРЕТЬОЇ АНАЛІТИЧНИХ ГРУП

Обладнання і хімічний посуд. Платиновий (або ніхромовий) дріт, порцелянова чашка, скляні палички, штативи із пробірками, водяна баня

Реактиви і матеріали. Розчини: 2 н. хлоридна кислота HCl , 2 н. та концентрована сульфатна кислота H_2SO_4 , 2 н. нітратна кислота HNO_3 , 2 н. ацетатна кислота CH_3COOH , 25% амоніак NH_3 , 4 н. натрій гідроксид NaOH (або калій гідроксид KOH), аргентум нітрат AgNO_3 , плюмбум етаноат $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$, барій хлорид BaCl_2 , кальцій хлорид CaCl_2 , стронцій нітрат $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$, алюміній нітрат $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$, цинк хлорид ZnCl_2 , хром(III) хлорид CrCl_3 , калій йодид KI , натрій бромід NaBr , калій хромат K_2CrO_4 , калій дихромат $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, натрій сульфід Na_2S , натрій сульфат Na_2SO_4 , 2 н. натрій етаноат CH_3COONa , гіпсова вода CaSO_4 , амоній оксалат $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$, 0,2% алізарин

Мета роботи — оволодіти навиками напівмікроаналізу, виробити вміння аналізувати і систематизувати одержані результати, ознайомитись із загальноаналітичними і специфічними реакціями катіонів першої, другої та третьої аналітичних груп.

Дослід 1. Взаємодія катіонів першої аналітичної групи з груповим реагентом

Послідовність проведення:

У три пробірки наливають по 1 мл розчинів солей аргентуму, плюмбуму та меркурію(I) і додають по 1 мл розведеної хлоридної кислоти (2 н.). Осади, що утворились, відстоюють 1-2 хв, поділяють кожен на дві пробірки і перевіряють на розчинність у гарячій воді та розчині амоніаку. У пробірку з прозорим амоніачним розчином аргентуму додають 2 н. розчин HNO_3 . У присутності Ag^+ -іонів випадає білий осад аргентум хлориду.

Дослід 2. Якісні реакції на катіони першої аналітичної групи

а) Взаємодія з натрій гідроксидом

Послідовність проведення:

У дві пробірки наливають по 1 мл розчинів солей аргентуму та плюмбуму і додають краплями розчин натрій гідроксиду. Спостерігають випадіння білих осадів відповідних гідроксидів. Аргентум гідроксид швидко розкладається з утворенням бурого осаду аргентум оксиду, а плюмбум гідроксид розчиняється з утворенням комплексної сполуки.

б) Взаємодія з калій хроматом і калій дихроматом

Послідовність проведення:

У дві пробірки наливають по 1 мл розчинів солей аргентуму та плюмбуму і додають по 1 мл розчину калій хромату. Спостерігають випадіння червоного осаду аргентум хромату та жовтого осаду плюмбум хромату. Аналогічно проводять дослід з калій дихроматом.

в) Взаємодія з калій йодидом і натрій бромідом

Послідовність проведення:

У дві пробірки наливають по 1 мл розчину солі аргентуму, додають по 1 мл розчинів калій йодиду та натрій броміду. Спостерігають випадіння блідо-жовтих осадів. Аналогічно проводять реакцію з розчином солі плюмбуму.

Дослід 3. Взаємодія катіонів другої аналітичної групи з груповим реактивом

Послідовність проведення:

У три пробірки наливають по 1 мл розчинів солей барію(II), стронцію(II) та кальцію(II) і додають по 1 мл розчину сульфатної кислоти (2 н.). Випадіння білого осаду свідчить про наявність у розчині катіонів другої аналітичної групи. Досліджують осад на розчинність у розведених кислотах і концентрованій сульфатній кислоті.

Дослід 4. Якісні реакції на барій(II)-катіони

а) Взаємодія з натрій сульфатом

Послідовність проведення:

До 1 мл розчину солі барію(II) додають 1 мл розчину натрій сульфату. Спостерігають утворення білого дрібнокристалічного осаду барій сульфату. Досліджують осад на розчинність у розведених кислотах і концентрованій сульфатній кислоті.

б) Взаємодія з калій дихроматом(VI)

Послідовність проведення:

До 1 мл розчину солі барію(II) додають 1 мл розчину калій дихромату(VI), перемішують і додають 2 н. розчин натрій етаноату доти, доки оранжевий колір розчину (над осадом) не зміниться на жовтий. У присутності барій(2+)-іонів випадає жовтий осад.

Дослід 5. Якісні реакції на стронцій(II)-катіони

а) Взаємодія з гіпсовою водою

Послідовність проведення:

До 1 мл розчину солі стронцію(II) додають близько 1 мл гіпсової води, нагрівають на водяній бані і спостерігають утворення осаду. Під час проведення досліду обов'язково слід дотримуватись наступних умов: а) реакцію проводять лише за відсутності барій-катіонів; б) нагрівання; в) осад SrSO_4 з'являється не відразу, тому суміш повинна постояти 10...15 хв.

б) Взаємодія з амоній оксалатом

Послідовність проведення:

До 1 мл розчину солі стронцію(II) додають близько 1 мл розчину амоній оксалату. Спостерігають випадіння білого кристалічного осаду.

Дослід 6. Якісні реакції на кальцій(II)-катіони

а) Взаємодія з натрій сульфатом

Послідовність проведення:

До 1 мл розчину солі кальцію(II) додають 1 мл розчину натрій сульфату. Спостерігають утворення білого осаду кальцій сульфату. Досліджують осад на розчинність у розведених кислотах та концентрованої сульфатній кислоті.

б) Взаємодія з амоній оксалатом

Послідовність проведення:

До 1 мл розчину солі кальцію(II) додають близько 1 мл розчину амоній оксалату. Спостерігають випадіння білого дрібнокристалічного осаду. Досліджують осад на розчинність в мінеральних кислотах.

Дослід 7. Виявлення катіонів II групи за забарвленням полум'я

Послідовність проведення:

Платинову дротинку змочують розчином барій хлориду і вносять у безбарвне полум'я. Спостерігають за зміною кольору полум'я. Дротинку промивають дистильованою водою і проводять аналогічні дослідження з розчинами солей кальцію та стронцію.

Дослід 8. Взаємодія катіонів третьої аналітичної групи з груповим реактивом

Послідовність проведення:

У три пробірки наливають по 1 мл розчинів солей цинку(II), алюмінію(III), хрому(III) і додають краплями розчин натрій гідроксиду. Досліджують осад на розчинність у надлишку розчину натрій гідроксиду та розчині хлоридної кислоти.

Дослід 9. Якісні реакції на цинк(II)-катіони

а) Взаємодія з натрій сульфідом

Послідовність проведення:

До 1 мл розчину солі цинку(II) додають близько 1 мл розчину натрій сульфідом. Спостерігають утворення білого осаду цинк сульфідом.

б) Взаємодія з калій гексаціанофератом(II)

Послідовність проведення:

До 1 мл розчину солі цинку(II) додають близько 1 мл розчину калій гексаціаноферату(II). Утворення білого осаду, який не розчиняється в кислотах, свідчить про наявність цинк-катіонів.

Дослід 10. Виявлення алюміній(III)-катіонів за допомогою розчину алізарину

Послідовність проведення:

До 0,5 мл розчину солі алюмінію(III) додають 2 н. розчин натрій гідроксиду до сильно лужної реакції. Потім до утвореного прозорого розчину краплями додають 0,5 мл 0,2% розчину алізарину до появи фіолетового забарвлення, яке зникає після додавання 2 н. розчину ацетатної кислоти. У присутності алюміній-катіонів (залежно від концентрації) розчин забарвлюється в червоний колір або випадає червоний осад.

Оформлення результатів:

Вихідні дані, результати спостережень, висновки та рівняння реакцій заносять до таблиці 3.2.

Таблиця 3.2

Результати експерименту

№ досліду	Іон, який визначають або речовина	Реагент	Результати спостережень	Висновки та рівняння

Відповісти на запитання:

Які катіони належать до першої аналітичної групи? Дайте характеристику катіонів цієї групи.

Які катіони належать до другої аналітичної групи? Опишіть дію сульфатної кислоти на катіони цієї групи.

Які катіони належать до третьої аналітичної групи? Яка речовина є груповим реагентом на катіони цієї групи? Що таке амфотерність?

Укажіть найважливіші малорозчинні у воді солі аргентуму. Опишіть реакції, характерні для аргентум-катіонів.

Перелічіть найважливіші малорозчинні сполуки плюмбуму(II). Опишіть способи їх добування і розчинення.

Опишіть реакції, характерні для меркурій(I)-катіонів.

Укажіть найважливіші важкорозчинні у воді солі катіонів II групи і способи їх розчинення.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №2

АНАЛІЗ СУМІШІ КАТІОНІВ ПЕРШОЇ АНАЛІТИЧНОЇ ГРУПИ

Обладнання і хімічний посуд. Центрифуга, штатив із пробірками, скляні палички, водяна баня

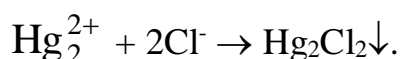
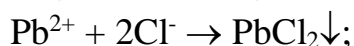
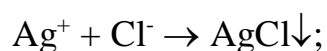
Реактиви і матеріали. *Розчини:* 2 н. хлоридна кислота HCl, калій йодид KI, 25% амоніак NH₃·H₂O, нітратна кислота HNO₃, дистильована вода H₂O

Мета роботи — ознайомитись з систематичним ходом аналізу, визначити якісний склад суміші катіонів першої аналітичної групи.

Немає жодного реактиву, яким би можна було виявити той чи інший катіон першої аналітичної групи в присутності інших катіонів. Тому для аналізу катіонів першої аналітичної групи необхідно поступово виділити кожний катіон із суміші, а потім його виявляти.

Послідовність проведення:

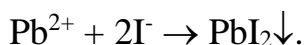
1. У пробірку вносять частину досліджуваного розчину (приблизно 2 мл) і додають 2 н. розчин хлоридної кислоти:



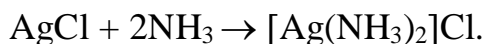
Утворений осад хлоридів центрифугують і промивають холодною водою. Центрифугат і промивні води не використовують.

2. Промитий осад обробляють гарячою водою: плюмбум(II) хлорид переходить у розчин, а аргентум хлорид і меркурій(I) хлорид залишаються в осаді.

3. У центрифугаті відкривають катіон Pb^{2+} . Краще це зробити за допомогою калій йодиду. За наявності іону Pb^{2+} утворюється жовтий осад PbI_2 :



4. В осаді виявляють катіони Ag^+ та Hg_2^{2+} . Для цього до осаду додають краплями розчин амоніаку. Аргентум хлорид під дією амоніаку переходить у розчин у вигляді комплексного амоніаку $[Ag(NH_3)_2]Cl$:

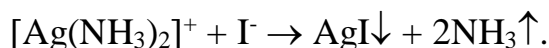


Якщо присутні катіони Hg_2^{2+} , осад почорніє внаслідок виділення металічної ртуті:

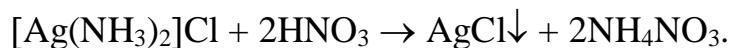


Осад, який містить комплексну сіль $[HgNH_2]Cl$ і металічну ртуть відокремлюють.

5. Центрифугат ділять на дві частини, до однієї з них додають калій йодид, до іншої – нітратну кислоту. За наявності іонів Ag^+ у першому випадку утворюється жовтий осад аргентум йодиду AgI :



У другому випадку утворюється білий осад аргентум хлориду $AgCl$:



Оформлення результатів:

Вихідні дані, результати спостережень, висновки та рівняння реакцій заносять до таблиці 3.3.

Таблиця 3.3

Аналіз суміші катіонів першої аналітичної групи

№ операції	Речовина	Реагент	Результат спостережень	Рівняння реакції	Висновок	Склад	
						осаду	фільтрату

За отриманими результатами зробити висновок про склад досліджуваного розчину.

Відповісти на запитання:

У чому полягає відмінність систематичного ходу аналізу від дробного?

Якими приладами та хімічним посудом слід користуватись під час проведення систематичного ходу аналізу?

Які типи реакцій використовують під час проведення систематичного ходу аналізу?

Яким чином можна відділити осад від розчину?

За допомогою якого реактиву можна осадити катіони першої аналітичної групи?

Яким чином можна з суміші осадів аргентум, плюмбум та меркурій(I) хлоридів відділити та перевести у розчин плюмбум(II)-катіони?

Чи можна за допомогою розчину амоніаку розділити аргентум хлорид і меркурій хлорид? До якого типу відносяться реакції, які при цьому перебігають? Назвіть сполуки, що утворюються.

За допомогою якого реагенту проводять відкриття плюмбум(II)-катіонів у розчині?

Які реагенти можуть бути використані для виявлення аргентум-катіонів у розчині?

Яким чином можна підтвердити наявність меркурій(I)-катіонів у розчині?

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №3

ВИВЧЕННЯ ВЛАСТИВОСТЕЙ КАТІОНІВ ЧЕТВЕРТОЇ, П'ЯТОЇ ТА ШОСТОЇ АНАЛІТИЧНИХ ГРУП

Обладнання і хімічний посуд. Штативи із пробірками, скляні палички, лакмусовий папірець, водяна баня

Реактиви і матеріали. *Розчини:* 25% розчин амоніаку $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, 4 н. натрій гідроксид NaOH (або калій гідроксид KOH), ферум(II) сульфат FeSO_4 , ферум(III) хлорид FeCl_3 , магній хлорид MgCl_2 , манган(II) нітрат $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2$, купрум(II) сульфат CuSO_4 , кадмій(II) нітрат $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$, нікол сульфат NiSO_4 , кобальт(II) нітрат $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$, калій гексаціаноферат(II) $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, калій гексаціаноферат(III) $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, амоній тіоціанат NH_4SCN (або калій тіоціанат), натрій фторид NaF , суміш амілового спирту і ефіру (1:1), диметилглюксим, натрій гексанітрокобальтат(III) $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$, реактив Несслера

Мета роботи — ознайомитись із загальноаналітичними і специфічними реакціями катіонів четвертої, п'ятої та шостої аналітичних груп.

Дослід 1. Взаємодія катіонів четвертої аналітичної групи з груповим реактивом

Послідовність проведення:

У чотири пробірки наливають по 1 мл розчинів солей феруму(II), феруму(III), магнію(II), мангану(II) і доливають по 1 мл 25% розчину амоніаку або натрій гідроксиду. Відмічають колір одержаних осадів і перевіряють осад на розчинність в амоніаку та лузі.

Дослід 2. Виявлення ферум(II)-катіонів реакцією з калій гексаціанофератом(III)

Послідовність проведення:

У пробірку наливають 0,5 мл розчину солі феруму(II), стільки ж приливають дистильованої води і 8-10 крапель розчину калій гексаціаноферату(III). Утворюється синій осад («турнбульова синь»).

Дослід 3. Якісні реакції на ферум(III)-катіони

а) Взаємодія з калій гексаціанофератом(II)

Послідовність проведення:

У пробірку наливають 0,5 мл розчину солі феруму(III), стільки ж приливають дистильованої води і 5-6 крапель хлоридної кислоти та 0,5 мл розчину калій гексаціаноферату(II). Утворюється синій осад або з'являється синє забарвлення (залежно від концентрації ферум(III)-катіонів).

б) Взаємодія з амоній тіоціанатом

Послідовність проведення:

У пробірку наливають 0,5 мл розчину солі феруму(III), 5-6 крапель хлоридної кислоти та 0,5 мл розчину амоній тіоціанату (або калій тіоціанату). За наявності солей феруму(III) розчин забарвлюється в червоний колір внаслідок утворення розчинних комплексних сполук.

Дослід 4. Взаємодія катіонів п'ятої аналітичної групи з груповим реактивом

Послідовність проведення:

У п'ять пробірок наливають по 0,25-0,5 мл розчинів солей купруму(II), кадмію(III), нікелю(II), кобальту(II) і доливають краплями концентрований розчин амоніаку, спостерігаючи випадіння осадів, а потім за їх розчиненням у надлишку амоніаку (у пробірку з сіллю кобальту(II) додають декілька кристалів амоній хлориду). Порівнюють колір осадів із кольором розчинів комплексних солей.

Дослід 5. Взаємодія катіонів п'ятої аналітичної групи з лугом

Послідовність проведення:

У п'ять пробірок наливають по 0,25-0,5 мл розчинів солей купруму(II), кадмію(III), нікелю(II), кобальту(II) і доливають по 0,25-0,5 мл розчину натрій гідроксиду (або калій гідроксиду), перемішують скляною паличкою. Звертають увагу на характер і колір осадів, досліджують осад на розчинність у хлоридній кислоті й амоніаку.

Дослід 6. Виявлення купрум(II)-катіонів реакцією з калій гексаціанофератом(II)

Послідовність проведення:

До 0,25-0,5 мл розчину солі купруму(II) додають краплинами розчин калій гексаціаноферату(II). Залежно від концентрації купрум(2+)-іонів у розчині спостерігають випадіння червоно-бурого осаду або забарвлення розчину в червоно-бурий колір.

Дослід 7. Виявлення кобальт(II)-катіонів реакцією з амоній тіоціанатом

Послідовність проведення:

У пробірку наливають 0,25-0,5 мл розчину солі кобальту(II), додають 0,25-0,5 мл насиченого розчину амоній тіоціанату, 1-2 кристалики натрій фториду NaF, 0,5 мл суміші амілового спирту і ефіру (1:1), суміш збовтують. У присутності кобальту неводний шар після відстоювання забарвлюється в синій колір.

Дослід 8. Виявлення нікель(II)-катіонів реакцією з диметилглюксимом (реактивом Чугаєва)

Послідовність проведення:

До 0,5 мл розчину солі нікелю(II) додають 0,5 мл 1%-го спиртового розчину диметилглюксиму і розчин амоніаку до появи запаху. У присутності нікелю випадає яскраво-червоний осад.

Дослід 9. Виявлення калій-катіонів реакцією з натрій гексанітрокобальтатом(III)

Послідовність проведення:

До 1 мл розчину солі калію, в якому немає амоній-катіонів, додають 2 н. розчин ацетатної кислоти до кислої реакції і кілька крапель розчину натрій гексанітрокобальтату(III). Випадіння жовтого осаду – ознака наявності калій-катіонів.

Дослід 10. Якісні реакції на амоній-катіони

а) Взаємодія з лугом

Послідовність проведення:

До 1 мл розчину амоній хлориду додають 1 мл 2 н розчину натрій гідроксиду. На пробірку зверху кладуть змочений водою лакмусовий папірець і нагрівають пробірку. У присутності амоній-катіонів лакмусовий папірець посиніє.

б) Взаємодія з реактивом Несслера

Послідовність проведення:

До 1 мл розчину амоній хлориду додають 1 мл реактиву Несслера. Випадіння червоно-бурого осаду свідчить про присутність амоній-катионів у розчині.

Оформлення результатів:

Вихідні дані, результати спостережень, висновки та рівняння реакцій заносять до таблиці 3.4.

Таблиця 3.4

Результати експерименту

№ досліджу	Іон, який визначають або речовина	Реагент	Результати спостережень	Висновки та рівняння

Відповісти на запитання:

Які катіони належать до четвертої аналітичної групи? Дайте групову характеристику.

Чи можна розрізнити за кольором гідроксиди катионів четвертої аналітичної групи?

Поясніть, чому буро-зелений осад, який утворюється під час взаємодії розчину солі феруму(II) з натрій гідроксидом з часом перетворюється на бурий?

Опишіть реакції, характерні для ферум(III)-катионів.

Які катіони належать до п'ятої аналітичної групи? Що об'єднує ці катіони в одну групу?

До якого типу комплексних сполук відносять продукти взаємодії розчинів солей катионів п'ятої аналітичної групи з надлишком амоніаку?

Напишіть рівняння реакцій, характерних для кобальт(II)-катионів, вкажіть умови їх проведення.

Напишіть рівняння реакцій, характерних для нікель(II)-катионів, вкажіть умови їх проведення.

Напишіть рівняння реакцій, характерних для кадмій(II)-катионів, вкажіть умови їх проведення.

Дайте загальну характеристику катионів шостої аналітичної групи. Чому для катионів цієї групи немає групового реактиву?

Вкажіть найважливіші малорозчинні солі катионів шостої групи.

Яка з характерних реакцій на катіони шостої групи є найбільш специфічною? Напишіть рівняння реакцій.

3.4. Якісний аналіз аніонів

Аналіз аніонів відрізняється від аналізу катіонів. У більшості випадків аніони виявляють дробним методом, тобто за допомогою окремих реакцій. Аніони розділяють тільки тоді, коли виявленню одного заважає інший.

Аніони поділяють на аналітичні групи. Групові реактиви використовують не для відокремлення групи аніонів, а для того, щоб зробити висновок: чи варто далі проводити реакції для виявлення кожного з іонів даної групи.

В основу класифікації аніонів покладена різна розчинність солей барію та аргентуму. Усі аніони можна поділити на три аналітичні групи (табл. 3.5).

До *першої аналітичної групи* належать аніони, які з барій-катіонами утворюють практично нерозчинні у воді солі. Це такі аніони: SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , PO_4^{3-} , CO_3^{2-} , SiO_3^{2-} , BO_2^- , AsO_4^{3-} , AsO_2^- , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, CrO_4^{2-} , $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$, MnO_4^- .

Таблиця 3.5

Класифікація аніонів

Група	Аніони	Груповий реактив	Характеристика групи
1	SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , CO_3^{2-} , SiO_3^{2-} , PO_4^{3-} , AsO_4^{3-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, BO_2^- , CrO_4^{2-}	BaCl_2 у нейтральному або слабо лужному розчині	Солі барію нерозчинні у воді
2	Cl^- , Br^- , I^- , S^{2-}	AgNO_3 у присутності HNO_3	Солі аргентуму нерозчинні у воді і розведеної нітратній кислоті
3	NO_3^- , NO_2^- , CH_3COO^-	немає	Солі барію й аргентуму розчинні у воді

До *другої аналітичної групи* належать аніони, які з аргентум-катіонами утворюють солі, що погано розчиняються у воді і в розведеної нітратній кислоті. Це такі аніони: S^{2-} , Cl^- , Br^- , I^- , SCN^- .

До *третьої аналітичної групи* належать аніони, які не утворюють важкорозчинних солей з барій- та аргентум-катіонами. Сюди відносять аніони, які виявляють окисні властивості: NO_3^- , NO_2^- , ClO_3^- , CH_3COO^- .

Третя аналітична група не має групового реактиву. Щоб прискорити процес виявлення аніонів третьої аналітичної групи, до невеликого об'єму досліджуваного розчину додають краплями розчин дифеніламіну в концентрованій сульфатній кислоті. У присутності аніонів окисників у досліджуваному розчині з'являється інтенсивне забарвлення. Якщо такого забарвлення немає, то за відсутністю хромат-іонів можна зробити висновок, що всі аніони третьої аналітичної групи, крім етаноат-аніонів, відсутні.

Якщо досліджуваному розчині присутні хромат-іони, то перед дослідом із дифеніламіном їх треба відокремити (барій хлоридом).

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №4

ВИВЧЕННЯ ВЛАСТИВОСТЕЙ АНІОНІВ ПЕРШОЇ, ДРУГОЇ ТА ТРЕТЬОЇ АНАЛІТИЧНИХ ГРУП

Обладнання і хімічний посуд. Штативи із пробірками, скляні палички, лакмусовий папірець, водяна баня, центрифуга

Реактиви і матеріали. *Розчини:* натрій сульфат Na_2SO_4 , натрій сульфід Na_2SO_3 , натрій карбонат Na_2CO_3 , натрій гідрогенфосфат Na_2HPO_4 , барій хлорид BaCl_2 , аргентум нітрат AgNO_3 , 2 н. сульфатна кислота, нітратна кислота HNO_3 , хлоридна кислота HCl , плюмбум(II) етаноат $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$, амоній етаноат $\text{CH}_3\text{COONH}_4$, калій тетраоксоманганат(IV) KMnO_4 , натрій хлорид NaCl , калій йодид KI , натрій бромід NaBr , натрій сульфід Na_2S , 25% розчин амоніаку $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, натрій ацетат CH_3COONa

Мета роботи — ознайомитись із загальноаналітичними і специфічними реакціями аніонів першої, другої та третьої аналітичних груп.

Дослід 1. Взаємодія аніонів першої аналітичної групи з груповим реактивом

Послідовність проведення:

У чотири пробірки наливають по 1 мл розчинів натрій сульфату, натрій сульфіту, натрій карбонату, натрій гідрогенфосфату і додають у кожну пробірку по 1 мл розчину барій хлориду. Звертають увагу на характер осадів і визначають їх розчинність у мінеральних кислотах.

Дослід 2. Взаємодія аніонів першої аналітичної групи з аргентум нітратом

Послідовність проведення:

У чотири пробірки наливають по 1 мл розчинів натрій сульфату, натрій сульфіту, натрій карбонату, натрій гідрогенфосфату і додають у кожну пробірку по 1 мл розчину аргентум нітрату. Звертають увагу на характер осадів і визначають їх розчинність у нітратній кислоті.

Дослід 3. Виявлення сульфід-аніонів реакцією з хлоридною кислотою

Послідовність проведення:

У пробірку наливають 1 мл розчину натрій сульфіту і додають 1 мл розчину хлоридної кислоти. Поява характерного різкого запаху свідчить про присутність сульфід-аніонів у розчині. Потім у пробірку додають краплями розчин калій тетраоксоманганату(IV). Знебарвлення розчину калій тетраоксоманганату(IV) буде підтверджувати наявність у досліджуваному розчині сульфід-іонів.

Дослід 4. Виявлення сульфат-аніонів реакцією з плюмбум етаноатом

Послідовність проведення:

У пробірку наливають 1 мл розчину натрій сульфату і додають 1 мл розчину плюмбум(II) етаноату. Звертають увагу на характер осаду і досліджують його розчинність у амоній етаноаті.

Дослід 5. Виявлення карбонат-аніонів реакцією з хлоридною кислотою

Послідовність проведення:

У пробірку наливають 1 мл розчину натрій карбонату і додають 1 мл розчину хлоридної кислоти. Звертають увагу на запах газу, що виділяється.

Дослід 6. Взаємодія аніонів другої аналітичної групи з груповим реактивом

Послідовність проведення:

У чотири пробірки наливають по 1 мл розчинів натрій хлориду, калій йодиду, натрій броміду, натрій сульфіді і додають у кожен пробірку по 1 мл розчину аргентум нітрату. Звертають увагу на колір осадів. Осад аргентум хлориду відокремлюють центрифугуванням, розчиняють його в розчині амоніаку і виявляють хлорид-іон дією 2 н. розчину нітратної кислоти.

Дослід 7. Виявлення йодид-іонів реакцією з плюмбум(II) етаноатом

Послідовність проведення:

У пробірку наливають 0,5 мл розчину калій йодиду і додають 0,5 мл розчину плюмбум(II) етаноату. Спостерігають випадіння жовтого осаду.

Дослід 8. Виявлення бромід-іонів реакцією з калій тетраоксоманганатом(VII) у кислому середовищі

Послідовність проведення:

У пробірку наливають 1 мл розчину натрій броміду, підкислюють кількома краплями 2 н. розчину сульфатної кислоти і додають 0,25 мл розчину калій тетраоксоманганату(VII). Спостерігають знебарвлення розчину.

Дослід 9. Якісні реакції на сульфід-аніони

а) Взаємодія з сульфатною кислотою

Послідовність проведення:

У пробірку наливають 0,5 мл розчину натрій сульфіді і додають 0,5 мл розчину сульфатної кислоти. Поява характерного запаху свідчить про утворення гідроген сульфіді.

б) Взаємодія з плюмбум(II) етаноатом

Послідовність проведення:

У пробірку наливають 0,5 мл розчину натрій сульфіді і додають 0,5 мл розчину плюмбум(II) етаноату. Спостерігають випадіння чорного осаду плюмбум сульфіді.

Дослід 10. Виявлення нітрат-аніонів реакцією з міддю у кислому середовищі

Послідовність проведення:

У пробірку вносять 0,25-0,5 мл розчину натрій нітрату і додають кілька крапель концентрованої сульфатної кислоти. До суміші додають мідні стружки і нагрівають. Спостерігають за виділенням газу NO_2 .

Дослід 11. Якісні реакції на нітрит-іони

а) Взаємодія з калій йодидом

Послідовність проведення:

До 0,5 мл підкисленого сульфатною кислотою розчину натрій нітриту додають 0,5 мл розчину калій йодиду. Спостерігають виділення йоду.

б) Взаємодія з калій тетраоксоманганатом(VII) у кислому середовищі

Послідовність проведення:

До 0,5 мл підкисленого сульфатною кислотою розчину натрій нітриту додають 0,5 мл розчину калій тетраоксоманганату(VII). Знебарвлення розчину свідчить про наявність нітрит-іонів.

Дослід 12. Виявлення ацетат-аніонів реакцією з сульфатною кислотою

Послідовність проведення:

У пробірку вносять 0,5 мл розчину натрій ацетату, додають 0,25 мл сульфатної кислоти і обережно нагрівають. Виявляють ацетатну кислоту за запахом.

Оформлення результатів:

Вихідні дані, результати спостережень, висновки та рівняння реакцій заносять до таблиці 3.6.

Результати експерименту

№ досліджу	Іон, який визначають або речовина	Реагент	Результати спостережень	Висновки та рівняння

Відповісти на запитання:

З якою метою аніони поділяють на аналітичної групи?

Дайте характеристику кожної аналітичної групи аніонів.

Поясніть розчинність аргентум хлориду в розчині амоніаку.

Яку реакцію виявлення нітрит-аніонів ви вважаєте найхарактернішою?

3.5. Якісний хімічний аналіз речовини

Хімічний аналіз найчастіше починають із відбору та підготовки проби до аналізу. Необхідно відмітити, що усі стадії аналізу зв'язані між собою. Так, ретельно виміряний аналітичний сигнал, не дає правильної інформації про вміст визначаємого компонента, якщо неправильно проведений відбір чи підготовка проби до аналізу.

Порядок відбору проби і її підготовка наводяться у відповідних Державних стандартах.

Для проведення аналізу, як правило, беруть *середню пробу*. Це невелика частина досліджуваного об'єкта, середній склад та властивості якої повинні бути ідентичними в усіх відношеннях середньому складу та властивостям досліджуваного об'єкта. Розрізняють генеральну, лабораторну та досліджувану проби. *Генеральна (груба) проба* відбирається безпосередньо з досліджуваного об'єкта. Вона достатньо велика — звичайно, 1–50 кг, для деяких об'єктів складає іноді 0,5–5 т.

Із генеральної проби шляхом її скорочення відбирають *лабораторну пробу* (звичайно, від 25 до 1 кг). Одну частину лабораторної проби використовують для попередніх досліджень, другу — зберігають для можливих у майбутньому арбітражних аналізів, третю — використовують безпосередньо для аналізу (*досліджувана проба*). Якщо необхідно, то пробу подрібнюють та усереднюють. Для досліджуваної проби проводять декілька визначень компонента: з окремих наважок 10–1000 мг (якщо досліджуваний об'єкт — тверда речовина) чи аліквот (якщо досліджувана речовина — рідина чи газ). Вміст визначаємого компонента в досліджуваній пробі повинен відображати середній вміст цього компонента в досліджуваному об'єкті, тобто досліджувана проба повинна бути представницькою.

Підготовка речовини до якісного хімічного аналізу

Сучасні методи підготовки проби базуються на використанні високо активних реагентів, збільшених тиску та температури, каталізу, випромінювання різного типу. Вибір способу розкладання проби та переведення її компонентів у розчин залежать від деяких факторів, які необхідно враховувати під час обґрунтування схеми хімічного аналізу. Перед усім звертають увагу на неорганічну чи органічну природу основи об'єкту (матриця), хімічний склад зразку, хімічні властивості компонента, що визначають.

Спосіб розкладання проби та переведення її у розчин залежить від мети аналізу. Так, різним чином проводять пробопідготовку під час елементного та функціонального аналізу органічних сполук; під час визначення загального вмісту будь-якого елемента (залізо, хром) та його форм у різному ступені окиснення (ферум(II) та ферум(III), хром(III) та хром(VI)), а також основних компонентів зразку та домішок у ньому.

Спосіб розкладання та переведення проби в багатьом визначається вибраним аналітичним методом. Наприклад, пробопідготовка під час визначення органічних сполук у біологічних об'єктах хроматографічним та спектрофотометричними методами розрізняється.

Після вибору способу розкладання проби необхідно оцінити усі можливі похибки на цій стадії аналізу. Найбільш типові похибки обумовлені втратами летучих компонентів під час використання високих температур; забрудненням із матеріалів посуду та пристрій для розкладання проб; наявністю заважаючих проведення аналізу домішок у реактивах та розчинниках, що використовують для розкладання зразків.

Способи розкладання поділяють на «сухі» і «мокрі»: до перших відносять термічне розкладання, сплавлення та спікання з різними речовинами (солі, оксиди, луги та їх суміші); до других — розчинення досліджуваної проби у різних розчинниках, переважно у кислотах та сумішах.

Попередні дослідження та випробування

Забарвлення полум'я газового пальника. Платиновий або ніхромовий дріт з петлею на кінці попередньо очищують, занурюючи його в розбавлену хлоридну кислоту, потім прожарюють у полум'ї газового пальника і охолоджують до кімнатної температури. На кінець підготовленої таким чином платинового чи ніхромового дроту, змоченого розбавленою хлоридною кислотою, поміщають декілька частинок досліджуваної речовини і вносять у полум'я газового пальника. Змочування дроту хлоридною кислотою проводять для того, щоб одержати у полум'ї летючі хлориди катіонів, що присутні у пробі. За забарвленням полум'я роблять висновок про присутність того чи іншого катіона у досліджуваному зразку.

Дослідження на продукти термічного розкладання. За характером продуктів термолізу (прожарювання) проби твердої досліджуваної речовини

іноді можна судити про наявність у досліджуваному зразку деяких катіонів і аніонів. Для проведення цього тесту невелику порцію досліджуваної речовини поміщають на дно тугоплавкої пробірки чи запаяної з одного кінця трубки з тугоплавкого скла, закріплюють пробірку горизонтально і нагрівають пробу у полум'ї газового пальника (під тягою!). Під час термічного розкладання проби виділяються газоподібні продукти термолізу, частина яких конденсується на холодному кінці пробірки. За результатами спостережень роблять висновки.

Дослідження на забарвлення фосфатних і боратних перлів. Попередню інформацію про можливу присутність деяких катіонів у досліджуваному зразку можна одержати, якщо порівнювати забарвлення фосфатних або боратних перлів, що утворюються під час взаємодії у полум'ї газового пальника плаву натрій амоній гідрогенфосфату $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4$ чи бури $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ з досліджуваною речовиною.

Для проведення цього тесту невелику кількість $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4$ чи бури вносять на кінці платинової дротинки у полум'я газового пальника і прокалюють його до утворення прозорого склоподібного плаву — перла. Цим ще гарячим перлом захоплюють невелику кількість твердої досліджуваної речовини, знов вносять у полум'я пальника і прожарюють пробу. В результаті одержують прозорий або забарвлений склоподібний перл, колір якого залежить від того, які катіони присутні у досліджуваному зразку.

Колір фосфатних або боратних перлів, що утворюються не залежить від природи плава-основи; він визначається природою катіону, температурою і тим, в якій частині полум'я пальника був одержаний перл — в окиснювальній (верхня частина полум'я) чи у відновлювальній (середня внутрішня частина полум'я). У гарячому стані перл може мати одне забарвлення, а під час охолодження — інше.

Дія розбавленої і концентрованої сульфатної кислоти. Розведена сульфатна кислота витискує слабкі кислоти з їх солей — карбонатів, сульфідів, тіосульфатів, сульфідів, ціанідів, нітритів, ацетатів. Кислоти, що виділяються чи звітрюються, чи розкладаються з утворенням газоподібних продуктів. Деякі з цих продуктів мають характерний колір або запах.

Для проведення тесту (операції проводять тільки під тягою!) відбирають досліджувану пробу масою $\approx 0,010$ г. у пробірку і краплями додають до неї розбавлену сульфатну кислоту. Виділення газів вказує на присутність у досліджуваній пробі аніонів слабких, нестійких у кислому середовищі кислот.

Концентрована сульфатна кислота під час взаємодії з досліджуваною речовиною здатна виділяти газоподібні продукти реакцій також з фторидів, хлоридів, бромідів, йодидів, тіоціанатів, оксалатів, нітратів.

Для проведення тесту у пробірку, в якій проводили дослідження з розбавленою сульфатною кислотою, після закінчення виділення газів обережно приливають краплями концентровану сульфатну кислоту. Якщо після додавання декількох крапель даного реагенту знов спостерігається виділення газів і пари, то це вказує на можливу присутність у вихідній пробі фторидів, хлоридів, бромідів, йодидів, тіоціанатів, оксалатів, нітратів.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №5

АНАЛІЗ НЕВІДОМОЇ РЕЧОВИНИ (СОЛІ)

Обладнання і хімічний посуд. Платиновий (або ніхромовий) дріт, порцелянова чашка, скляні палички, штативи із пробірками

Реактиви і матеріали. *Розчини:* 2 н. хлоридна кислота HCl, 2 н. та концентрована сульфатна кислота H₂SO₄, 4 н. натрій гідроксид NaOH (або калій гідроксид KOH), 25% розчин амоніаку NH₃·H₂O, калій йодид KI, калій хромат K₂CrO₄, калій дихромат K₂Cr₂O₇, натрій сульфід Na₂S, амоній оксалат (NH₄)₂C₂O₄, гіпсова вода CaSO₄, 0,2% алізарин, калій гексаціаноферат(II) K₄[Fe(CN)₆], калій гексаціаноферат(III) K₃[Fe(CN)₆], амоній тиоціанат NH₄SCN, реактив Чугаєва, барій хлорид BaCl₂, аргентум нітрат AgNO₃, 2 н. нітратна кислота HNO₃, плюмбум етаноат (CH₃COO)₂Pb, калій тетраоксоманганат KMnO₄, крохмаль, суміш амілового спирту і ефіру (1:1). Мідна стружка, алюмінієва стружка.

Мета роботи — закріпити знання з якісного хімічного аналізу, самостійно провести дослідження невідомої речовини: розробити методику, провести якісні реакції та зробити висновок щодо складу невідомої солі.

Аналіз невідомої речовини дає можливість виявити, які катіони та аніони входять до її складу, та встановити хімічну формулу цієї речовини.

Послідовність проведення:

1. Розчинення досліджуваної речовини.

0,5-1 г досліджуваної речовини розчиняють у 20 мл води, якщо потрібно — за умов нагрівання. Із окремих проб розчину за допомогою групових реактивів визначають, катіони яких аналітичних груп відсутні.

2. Виявлення катіонів.

Під час виявлення катіонів спочатку за допомогою групових реагентів визначають до якої аналітичної групи відноситься катіон. Потім до нових порцій досліджуваного розчину додають реагенти для виявлення катіонів певної аналітичної групи. Після цього приступають до визначення аніонів.

а) Дослідження на катіони першої аналітичної групи. До 0,5 мл досліджуваного розчину приливають 2 н. розчин хлоридної кислоти. Якщо утворюється осад, то в розчині були присутні катіони першої аналітичної групи.

б) Дослідження на катіони другої аналітичної групи. До 0,5 мл досліджуваного розчину приливають 2 н. розчин сульфатної кислоти і нагрівають. Якщо утворюється осад, то в розчині були присутні катіони другої аналітичної групи.

в) Дослідження на катіони третьої аналітичної групи. До 0,5 мл досліджуваного розчину додають надлишок натрій гідроксиду. Розчинення осаду, що утворився під час додавання перших крапель луку, в надлишку луку свідчить про присутність катіонів третьої аналітичної групи.

г) Дослідження на катіони четвертої аналітичної групи. Якщо під час дії натрій гідроксиду на досліджуваний розчин утворюється осад, який не

розчиняється у надлишку лугу, то це свідчить про наявність катіонів четвертої або п'ятої аналітичних груп.

д) *Дослідження на катіони п'ятої аналітичної групи.* До 0,5 мл досліджуваного розчину додають краплями розчин амоніаку. Якщо утворюється осад, який розчиняється у надлишку амоніаку, то це свідчить про присутність катіонів п'ятої аналітичної групи. Якщо утворюється осад, який не розчиняється в надлишку амоніаку, то в розчині присутні катіони четвертої аналітичної групи.

е) *Дослідження на катіони шостої аналітичної групи.* Якщо під час проведення попередніх досліджень осад не випадав, то це свідчить про присутність катіонів шостої аналітичної групи.

3. Виявлення аніонів

Під час виявлення аніонів спочатку за допомогою групових реагентів визначають до якої аналітичної групи відноситься аніон. Потім до нових порцій досліджуваного розчину додають реагенти для виявлення аніонів певної аналітичної групи.

а) *Дослідження на аніони першої аналітичної групи.* До 0,5 мл нейтрального або слаболужного розчину додають 0,5 мл барій хлориду. Якщо осад випадає, то це свідчить про присутність аніонів першої аналітичної групи.

б) *Дослідження на аніони другої аналітичної групи.* До 0,5 мл нейтрального досліджуваного розчину приливають 0,5 мл 2 н. розчину нітратної кислоти та краплями додають розчин аргентум нітрату. Випадіння осаду свідчить про наявність аніонів другої аналітичної групи.

в) *Дослідження на аніони третьої аналітичної групи.* Якщо від дії барій хлориду та аргентум нітрату осад не випали, то, можливо, присутні аніони третьої аналітичної групи, які виявляють характерними реакціями.

Оформлення результатів:

Вихідні дані, результати спостережень, висновки та рівняння реакцій заносять до таблиці 3.7.

Таблиця 3.7

Результати експерименту

№ досліджу	Іон, який визначають або речовина	Реагент	Результати спостережень	Висновки та рівняння

Зробити висновок про склад невідомої солі.

ЗАПИТАННЯ ТА ВПРАВИ ДО ТЕМИ 3

1. Що є основною задачею якісного аналізу?
2. Назвіть етапи хімічного аналізу.
3. Дайте визначення наступним поняттям: аналітична реакція, реагент.
4. Які вимоги висувають до реакцій, що застосовують для виявлення іонів?
5. Які існують способи виконання аналітичних реакцій?
6. Яких умов слід дотримуватись під час проведення аналітичних реакцій?
7. Що таке чутливість реакції?
8. Якими величинами можна кількісно охарактеризувати чутливість реакції?
9. Які фактори впливають на чутливість реакції?
10. Що таке специфічні та селективні реакції?
11. Назвіть методи якісного аналізу.
12. У чому полягає сутність дробного аналізу?
13. Які типи реакцій застосовуються під час проведення систематичного ходу аналізу?
 14. Що таке аналітична група катіонів?
 15. Напишіть рівняння реакцій взаємодії катіонів першої аналітичної групи із хлоридною кислотою. Як можна розділити ці хлориди?
 16. Напишіть рівняння реакцій взаємодії аргентум-та плюмбум-катіонів з їдким лугом. До якого класу неорганічних сполук належать утворені гідроксиди?
 17. Складіть звітну карту ходу аналізу суміші, що містить аргентум- і плюмбум-катіони.
 18. Опишіть дію сульфатної кислоти на катіони другої аналітичної групи. В якій послідовності змінюється розчинність у воді сульфатів катіонів другої аналітичної групи?
 19. Які властивості мають амфотерні гідроксиди? Напишіть рівняння реакцій, які б підтверджували амфотерні властивості алюміній-, цинк- та хром(II)-гідроксидів.
 20. Опишіть реакції, характерні для ферум(II)- та ферум(III)-катіонів.
 21. З якою метою під час проведення реакції виявлення кобальт(II)-катіонів амоній тіоціанатом застосовують органічні розчинники?
 22. Солі яких катіонів шостої аналітичної групи забарвлюють полум'я? В яких умовах необхідно проводити досліди по забарвленню полум'я?
 23. Які іони заважають відкриттю амоній-іонів за допомогою реактиву Несслера?
 24. Чим відрізняється аналіз аніонів від аналізу катіонів?
 25. Для чого використовують групові реактиви під час аналізу аніонів?
 26. Які органічні реактиви вам відомі? Наведіть приклади їх використання у хімічному аналізі.
 27. Наведіть приклади використання в якісному аналізі обмінних процесів, які перебігають у розчинах комплексних сполук.

ТЕСТ №2

Тестові завдання з вибором однієї правильної відповіді

- Надайте визначення специфічних реакцій:
 - це реакції, що дозволяють виявляти іон за допомогою реагенту у присутності будь-яких інших іонів;
 - це реакції, що дозволяють виявляти іон за допомогою реагенту після відокремлення та зв'язування сторонніх іонів;
 - це реакції виявлення іону за допомогою реагенту при його найменшій концентрації у розчині;
 - це реакції, які супроводжуються подібним зовнішнім ефектом.
- Як називається метод якісного аналізу, для якого беруть 0,1–1 г сухої речовини або 50–100 см³ досліджуваного розчину?
 - макрометод;
 - мікрометод;
 - напівмікрометод;
 - ультрамікрометод.
- В якому посуді проводять окремі операції під час напівмікроаналізу?
 - колби;
 - пробірки;
 - мірні колби;
 - конічні колби.
- Вкажіть операцію, за допомогою якої проводять відділення осаду від розчину під час напівмікроаналізу:
 - фільтрування крізь паперові фільтри;
 - центрифугування;
 - мікрофільтрування;
 - фільтрування крізь скляні фільтри.
- Вкажіть групу катіонів за кислотно-основною класифікацією, яка не має групового реактиву:
 - Sr^{2+} , Ba^{2+} , Ca^{2+} ;
 - Cu^{2+} , Hg^{2+} , Cd^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} ;
 - K^{+} , Na^{+} , NH_4^{+} ;
 - Ag^{+} , Hg_2^{2+} , Pb^{2+} .
- Вкажіть груповий реагент на катіони першої аналітичної групи за кислотно-основною класифікацією (Ag^{+} , Pb^{2+} , Hg_2^{2+})?
 - NaOH ;
 - HCl ;
 - H_2SO_4 ;
 - AgNO_3 .

7. Вкажіть реагент для виявлення ферум(II)-катіонів:

- а) $K_3[Fe(CN)_6]$;
- б) $K_4[Fe(CN)_6]$;
- в) HCl ;
- г) $AgNO_3$.

8. Які з аніонів відносяться до першої аналітичної групи?

- а) S^{2-} , Cl^- , Br^- , I^- , SCN^- ;
- б) SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , PO_4^{3-} , SiO_3^{2-} і т. д.;
- в) NO_3^- , NO_2^- , CH_3COO^- ;
- г) NO_3^- , Cl^- , SO_3^{2-} .

Тестові завдання на встановлення відповідності

9. Установіть відповідність між виглядом хімічного посуду та його назвами:

Вигляд хімічного посуду

Назви хімічного посуду



1

2

3

4

А бюретка

Б крапельниця

В циліндр

Г мірна колба

Д пробірка

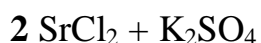
10. Установіть відповідність між реагентами і зовнішніми ефектами хімічних реакцій:

Реагенти

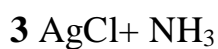
Зовнішні ефекти хімічних реакцій



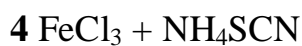
А зміна кольору полум'я



Б виділення газу



В розчинення осаду



Г утворення осаду

Д зміна забарвлення розчину

ТЕМА 4 ТИТРИМЕТРИЧНИЙ АНАЛІЗ

4.1. Загальні відомості

Титриметричний, або об'ємний, метод аналізу — це метод аналізу, в якому вимірюють об'єм розчину реактиву відомої концентрації, витрачений на взаємодію з іоном, який визначають, і за рівнянням реакції обчислюють кількість речовини. В об'ємному аналізі виготовлення робочих розчинів і точне вимірювання об'єму розчинів має основне значення.

Робочий розчин (титрований розчин) – розчин реактиву відомої концентрації.

Титрування — це процес додавання робочого розчину до розчину речовини, яку визначають.

Титрують до досягнення *точки еквівалентності* (ТЕ).

Точка еквівалентності – момент, коли кількість реактиву, яка є в об'ємі робочого розчину, стане еквівалентною кількості речовини, яку визначають.

Точку еквівалентності встановлюють за допомогою індикаторів.

У хімічних методах *індикаторами* називають речовини, що мають здатність змінювати свій колір після введення робочого розчину в еквівалентній кількості.

Практично неможливо підібрати індикатор, який показував би кінець титрування в точці еквівалентності.

Кінцева точка титрування (КТТ) – момент титрування, коли індикатор змінює своє забарвлення.

Кінцева точка титрування завжди відрізняється від точки еквівалентності. Чим більше ці точки різняться між собою, тим більшою є помилка титрування. Необхідно підбирати такий індикатор й умови титрування, щоб кінцева точка титрування була якнайближчою до точки еквівалентності.

Об'ємний аналіз порівняно з гравіметричним є більш універсальним; великою перевагою цього методу є використання різноманітних типів хімічних реакцій. Об'ємно-аналітичні визначення займають мало часу. Завдяки швидкості й універсальності ці методи широко застосовуються.

Залежно від типу хімічної реакції, що лежить в основі визначення, методи об'ємного аналізу поділяють на:

1) метод нейтралізації або методи кислотно-основного титрування (ацидиметрія, алкаліметрія);

2) редоксиметрія або методи окисно-відновного титрування (перманганатометрія, йодометрія, броматометрія, хроматометрія та ін.);

3) методи осадження та комплексоутворення.

4.2. Обробка результатів аналізу методами математичної статистики

Для зменшення впливу випадкових помилок на результат аналізу, як правило, проводять не одне, а декілька паралельних визначень елементу в досліджуваній речовині. Тому завданням експериментатора, який проводить аналіз, є знаходження найімовірнішого значення величини, що визначається, і оцінка «точності результату».

Припустимо, що в результаті проведених експериментальних досліджень одержано декілька значень процентного вмісту ($x_1, x_2, x_3 \dots x_i, x_n$) компоненту, що визначається.

Спочатку необхідно виявити промахи з метою виключення їх з числа результатів аналізу. У низці декількох паралельних визначень нерідко виявляється результат аналізу, різко відмінний від інших результатів і від середнього арифметичного всієї серії. Довільне відкидання його може істотно спотворити результат аналізу, так само як і включення помилкових даних у розрахунок середнього арифметичного. Виявлення грубих помилок залишається достатньо делікатною задачею. Найбільш надійним методом виявлення промахів є детальний аналіз умов досліду, який дозволяє виключити ті спостереження, у яких було порушено стандартні умови методики. Існує також і декілька статистичних способів виявлення промахів.

Q-тест використовують для виявлення промахів у низці паралельних визначень за невеликого числа дослідів ($2 \leq n \leq 10$). Для проведення *Q*-тесту результати розташовують у порядку зростання їх величини і позначають $x_1, x_2, \dots, x_i, x_n$. Щоб виявити частку *Q*, різницю між сумнівним значенням і значенням, що стоїть поряд з ним, ділять на величину діапазону значень:

$$Q = \frac{x_2 - x_1}{x_n - x_1} \text{ або } Q = \frac{x_n - x_{n-1}}{x_n - x_1}$$

Якщо отримане *Q* дорівнює або більше за значення $Q_{\text{табл}}$ для *n* результатів, сумнівний результат відкидають.

У сумнівних випадках, наприклад, якщо величина Q близька до $Q_{\text{табл}}$, застосовують більш точні критерії, які вимагають розрахунків стандартного відхилення.

Після проведення Q -тесту знаходять *середнє арифметичне*:

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + x_3 + \dots + x_i + x_n}{n} = \sum_{i=1}^n \frac{x_i}{n}$$

де n — число визначень, яке повинно бути ≥ 3 .

У всіх проміжних обчисленнях, включаючи розрахунок середнього арифметичного, слід наводити на одну значущу цифру більше, ніж число знаків у початкових даних. Округлюється тільки остаточний результат.

Різницю між окремим результатом і середнім значенням називають *випадковим відхиленням*, або *одиничним відхиленням*, або просто *відхиленням* d_i :

$$d_i = x_i - \bar{x}$$

Розсіювання випадкової величини щодо середнього значення характеризується *дисперсією* S^2 :

$$S^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}$$

Проте, дисперсія в явному вигляді не може бути використана для кількісної характеристики розсіювання результатів, оскільки її розмірність не співпадає з розмірністю результату аналізу. Для характеристики розсіювання використовується *стандартне відхилення*:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

Цю величину називають також *середнім квадратичним відхиленням* або *середньою квадратичною погрешністю* окремого результату. Дисперсія і стандартне відхилення характеризують точність методу, тобто розсіювання окремих значень (результатів).

За величиною стандартного відхилення на цьому етапі проводять перевірку результатів на присутність *промахів* за більш точними критеріями: підозрілий результат x_1 є промахом, якщо

$$|x_1 - \bar{x}| > 3 \frac{S}{\sqrt{n}} \quad \text{або} \quad |x_1 - \bar{x}| > t_{P,f} \frac{S}{\sqrt{n}} \sqrt{2}$$

Для оцінки відтворюваності обчислюють *вибіркову дисперсію середнього значення*:

$$S_x^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n \cdot (n-1)}$$

і *стандартне відхилення* або *середню квадратичну похибку середнього результату*:

$$S_x = \frac{S}{\sqrt{n}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n \cdot (n-1)}}$$

Якщо систематична помилка відсутня, то дуже важливо визначити, в яких межах найбільш ймовірна відповідність середнього значення визначення істинній величині μ . Ймовірність такого припущення не може становити 100% і характеризується визначеною довірчою ймовірністю (надійністю) P . Межі для визначення довірчої ймовірності називаються *довірчим інтервалом*.

Найчастіше P приймають рівним 0,90; 0,95; 0,99. Наприклад, якщо $P=0,95$, це означає, що із 100 результатів лише 5 не вкладаються в межі довірчого інтервалу.

Величина довірчого інтервалу визначається *коефіцієнтом розподілу Стьюдента* (t -розподілом). Константа $t_{P,f}$ залежить від надійності P і числа ступенів вільності $f=n-1$ (де n — число дослідів). Значення $t_{P,f}$ подаються в довідниках.

Межі довірчого інтервалу при визначеному коефіцієнті ймовірності (надійності) розраховуються за рівнянням:

$$x = \bar{x} \pm \frac{t_{P,f} \cdot S}{\sqrt{n}} = \bar{x} \pm t_{P,f} \cdot S_x,$$

де $t_{P,f}$ — коефіцієнт Стьюдента.

Результати статистичної обробки заносять до таблиці 4.1.

Статистична обробка результатів

<u>№</u> <u>за П/П</u>	x_i	$d_i = x_i - \bar{x}$	d_i^2	Розрахунки
1				$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n d_i^2}{n-1}};$ $S_x = \frac{S}{\sqrt{n}};$
2				
3				
4				
...				
$n = \dots$	$\bar{x} = \dots$		$\sum_{i=1}^n d_i^2 = \dots$	$x = \bar{x} \pm \frac{t_{P,f} \cdot S}{\sqrt{n}} = \bar{x} \pm t_{P,f} \cdot S_x.$

4.3. Метод кислотно-основного титрування

До методу нейтралізації належать усі об'ємні визначення, в основі яких лежить реакція нейтралізації:



Реакції кислотно-основної взаємодії характеризуються високою швидкістю, перебігають суворо стехіометрично.

Можливі такі типи кислотно-основної взаємодії:

- 1) між сильною кислотою та сильною основою;
- 2) між сильною кислотою та слабкою основою;
- 3) між слабкою кислотою та сильною основою;
- 4) між слабкою кислотою та слабкою основою.

Основні робочі розчини методу нейтралізації – розчини сильних кислот (хлоридної, сульфатної, нітратної) концентрації від 0,05 до 1,0 моль/л та розчини лугів (натрій та калій гідроксидів) тієї ж концентрації.

Розчини кислот є стійкими, тому можуть зберігатися без змін протягом тривалого часу. Розчини лугів теж стійкі, але їх рекомендовано зберігати у парафінованому або фторопластовому посуді, щоб запобігти взаємодії зі склом. Необхідно також враховувати, що розчини лугів поглинають CO_2 з повітря.

Робочі розчини даних кислот і лугів виготовляють приблизної концентрації, а потім установлюють точну концентрацію цих розчинів за допомогою вихідних речовин.

Для встановлення концентрації розчинів сильних кислот найчастіше використовують натрію декагідрат тетраборат $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ (буру) або натрію карбонат Na_2CO_3 (соду), а для встановлення нормальності розчинів лугів — хлоридну, оксалатну кислоти або інші речовини.

Для виявлення точки еквівалентності в титриметричному аналізі застосовують індикатори. У методі кислотно-основного титрування найширшого розповсюдження отримали кольорові індикатори, забарвлення яких залежить від рН розчину. Індикатори методу нейтралізації є слабкими органічними кислотами або основами, молекулярна форма яких має інше забарвлення, ніж іонна.

Інтервал переходу індикатору – інтервал кислотності розчину, у межах якого відбувається помітна оком людини зміна забарвлення індикатору.

Кислотно-основні індикатори змінюють своє забарвлення в області інтервалу переходу незалежно від того, досягнута або не досягнута точка еквівалентності (табл. 4.2).

Таблиця 4.2

Найважливіші індикатори, їх області переходу та показники титрування

Назва індикатору	Область переходу рН	Показник титрування рТ	Забарвлення недисоційованих молекул	Забарвлення аніонів
Метилловий оранжевий	3,1 – 4,4	4,0	червоне	жовте
Метилловий червоний	4,4 – 6,2	5,5	червоне	жовте
Лакмус	5,0 – 8,0	7,0	червоне	синє
Фенолфталеїн	8,0 – 10,0	9,0	безкольорове	червоне

Методами кислотно-основного титрування користуються у контролі виробництва хімічної та текстильної промисловості, у технології пластмас та волокон, у гідро- та електрометалургії та ін.

Методами кислотно-основного титрування визначають концентрацію сильних і слабких кислот, сильних і слабких основ, у тому числі багатьох солей, які розглядаються як заряджені кислоти та основи. Можливо визначення тих речовин, які не мають кислотно-основних властивостей, але вступаючих у взаємодію з кислотами й основами.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №6

ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ ЕТАНОВОЇ КИСЛОТИ

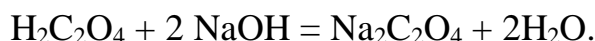
Обладнання і хімічний посуд. Бюретка місткістю 25 мл; піпетка місткістю 10 мл; колба конічна для титрування місткістю 250...300 мл – 3 шт.; фільтрувальний папір.

Реактиви і матеріали. *Розчини:* 0,1 н. оксалатна кислота $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$, 0,1 н. натрій гідроксид NaOH , *індикатор* – фенолфталеїн, вода дистильована, досліджуваний розчин етанової кислоти невідомої концентрації.

Мета роботи — навчитися стандартизувати робочі розчини методу нейтралізації; опрацювати методику визначення вмісту органічної кислоти у розчині; виробити вміння застосовувати теоретичні знання для розв'язання практичних задач.

Дослід 1. Встановлення точної концентрації натрій гідроксиду за приготуванням розчином оксалатної кислоти

Оксалатна кислота взаємодіє з натрій гідроксидом за рівнянням:



Згідно з цим рівнянням молярна маса еквівалента оксалатної кислоти дорівнює:

$$M\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}\right) = \frac{M(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})}{2}.$$

Послідовність проведення:

У три конічні колби місткістю 250...300 мл відміряють піпеткою по 10,00 мл приготовленого розчину оксалатної кислоти, додають 1-2 краплі фенолфталеїну і титрують робочим розчином натрій гідроксиду до появи блідо-рожевого забарвлення, що не зникає під час збовтування протягом 30 с.

Концентрацію натрій гідроксиду розраховують за формулою:

$$C(\text{NaOH}) = \frac{C\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4\right) \cdot V_a}{V(\text{NaOH})},$$

де $C\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4\right)$ — молярна концентрація еквівалента оксалатної кислоти, моль/л;

V_a — об'єм аликвоти розчину оксалатної кислоти, взятий для аналізу, мл;

$V(\text{NaOH})$ — середній об'єм розчину натрій гідроксиду, витрачений на титрування, мл.

Оформлення результатів:

Записують вихідні дані, результати спостережень, висновки та рівняння реакцій.

Вихідні дані:

$$C(\frac{1}{2}H_2C_2O_4) = 0,1000 \text{ моль/л}$$

$$V(H_2C_2O_4) = 10,00 \text{ мл}$$

Індикатор: фенолфталеїн

Результати титрування:

$$V_1(\text{NaOH}) =$$

$$V_2(\text{NaOH}) =$$

$$\overline{V}_3(\text{NaOH}) =$$

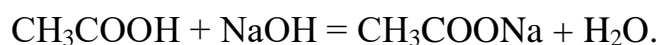
$$\overline{V}(\text{NaOH}) =$$

Розрахунки:

$$C(\text{NaOH}) = \frac{C(\frac{1}{2}H_2C_2O_4) \cdot V_a}{V(\text{NaOH})}, \text{ моль/л.}$$

Дослід 2. Визначення масової частки етанової кислоти у досліджуваному розчині за робочим розчином натрій гідроксиду, молярна концентрація еквівалента якого $C(\text{NaOH})=$
(визначається у попередньому досліді).

Етанова кислота взаємодіє з натрій гідроксидом за рівнянням:



Згідно з цим рівнянням молярна маса еквівалента етанової кислоти дорівнює:

$$M_{екв}(CH_3COOH) = M(CH_3COOH) = 60 \text{ г/моль.}$$

Послідовність проведення:

Отримують у лаборанта досліджуваний розчин, відбирають три проби по 10 мл, додають в кожену з них по 1-2 краплі фенолфталеїну і титрують робочим розчином лугу до появи рожевого забарвлення, незникаючого протягом 30 с. За результатами титрування обчислюють вміст (г/л або %) органічної кислоти у досліджуваному розчині.

Концентрацію етанової кислоти розраховують за формулою:

$$C(CH_3COOH) = \frac{C(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH})}{V(CH_3COOH)},$$

де $C(\text{NaOH})$ — молярна концентрація еквівалента натрій гідроксиду, моль/л;

$V(CH_3COOH)$ — об'єм аліквоти розчину етанової кислоти, взятий для аналізу, мл;

$V(\text{NaOH})$ — середній об'єм розчину натрій гідроксиду, витрачений на титрування, мл.

Оформлення результатів:

Записують вихідні дані, результати спостережень, висновки та рівняння реакцій.

Вихідні дані:

$$C(\text{NaOH}) = \quad \text{моль/л}$$

$$V(\text{CH}_3\text{COOH}) = 10,00 \text{ мл}$$

Індикатор: фенолфталеїн

Результати титрування:

$$V_1(\text{NaOH}) =$$

$$V_2(\text{NaOH}) =$$

$$\underline{V_3(\text{NaOH})} =$$

$$\bar{V}(\text{NaOH}) =$$

Розрахунки:

$$C(\text{CH}_3\text{COOH}) = \frac{C(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH})}{V(\text{CH}_3\text{COOH})}, \text{ моль/л;}$$

$$T(\text{CH}_3\text{COOH}) = \frac{C(\text{CH}_3\text{COOH}) \cdot M_{\text{екв}}(\text{CH}_3\text{COOH})}{1000}, \text{ г/мл;}$$

$$W(\text{CH}_3\text{COOH}), \% = T(\text{CH}_3\text{COOH}) \cdot 100 \cdot 10.$$

4.4. Метод комплексометричного титрування

Методи комплексоутворення засновані на реакції утворення комплексних сполук.

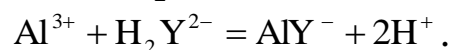
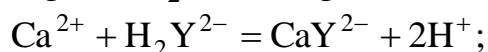
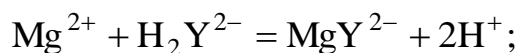
Здатність утворювати комплексні сполуки є однією з найважливіших властивостей металів та їх іонів.

Іони багатьох металів визначають *комплексометричним титруванням*. За допомогою буферного розчину фіксують рН розчину, додають індикатор, після чого відтитровують їх розчином комплексоутворюючого реагенту. Кінцеву точку титрування, зазвичай, встановлюють за різкою зміною забарвлення розчину.

Комплексометрія – титриметричний метод аналізу, заснований на застосуванні комплексонів (група поліамінополікарбонівих кислот та їх солей).

У наш час відома велика кількість різних комплексонів. Але під терміном «комплексометрія», зазвичай, мають на увазі реакції титрування солями етилендіамінтетраацетатної кислоти, найчастіше за все — розчином її двузаміщеної натрієвої солі $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (комплексон III), відомої під торговою назвою *трилон Б*. Титриметричний метод аналізу, заснований на використанні титрованого розчину трилону Б, називають *трилонометрією*.

Трилон Б утворює стійкі комплексні сполуки з великою кількістю катіонів. Реакції взаємодії різних катіонів з трилоном Б у розчині йдуть за рівняннями:



Найбільш важливою властивістю трилону Б є його здатність вступати у реакцію з катіонами лужноземельних металів, для яких комплексоутворення з іншими агентами не характерне. Взаємодія трилону Б з лужноземельними металами є основним методом їх кількісного визначення.

Основним робочим розчином комплексометрії є розчин трилону Б ($\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$).

Концентрацію розчину трилону Б встановлюють за розчином солі цинку, одержаному розчиненням точної наважки металічного цинку в хлоридній кислоті. Для титрування використовують розчини трилону Б з концентрацією 0,01...0,05 моль/л, іноді — 0,1 моль/л.

Для фіксування точки еквівалентності використовують кислотно-основні індикатори та *металіндикатори*.

Металіндикатори — речовини, які утворюють з катіонами металів інтенсивно забарвлені сполуки.

Наприклад, кальцій- та магній-катіони дають з такими індикаторами внутрішньоконкомплексні сполуки червоного кольору. Ці сполуки, однак, менш міцні, ніж комплекси тих же катіонів з трилоном Б. Під час титрування аналізованого розчину трилоном Б, іони металу переходять від індикатора до комплексону, виділяється вільний індикатор, який має синє забарвлення, тобто, у ТЕ червоне забарвлення розчину змінюється синім. Таким чином, процес титрування іона металу розчином трилону Б складається з двох послідовних стадій: 1) титрування вільного іона металу розчином трилону Б та 2) руйнування

комплексу метал – індикатор і утворення більш стійкого комплексу метал – трилон Б.

У комплексонометричному титруванні найчастіше використовують індикатори хромоген чорний спеціальний ET-00 ($C_{20}H_{13}O_7N_3S$) і мурексид ($C_8H_6N_6O_6$).

Реакції з використанням комплексонів мають найбільше значення серед титриметричних методів, оснований на реакціях комплексоутворення. Стійкі координаційні сполуки з комплексонами утворюють практично всі катіони, тому методи комплексонометрії є універсальними і застосовуються в аналізі широкого кола різноманітних об'єктів.

Залежно від стійкості координаційних сполук з титрантом та індикатором, а також інших особливостей реагуючої системи застосовують методи як прямого титрування, так і титрування замісника й за залишком. Прямим титруванням з різними індикаторами визначають Mg^{2+} , Ca^{2+} , Zn^{2+} , Cd^{2+} , Pb^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Cu^{2+} , Fe^{3+} та ін.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №7

ВИЗНАЧЕННЯ ЗАГАЛЬНОЇ ТВЕРДОСТІ ВОДИ

Обладнання і хімічний посуд. Бюретка місткістю 25 мл; піпетка місткістю 10 мл; циліндр мірний місткістю 10 мл; колба конічна для титрування місткістю 250...300 мл – 3 шт; колби мірні місткістю 100 мл; фільтрувальний папір.

Реактиви і матеріали. Розчини: трилон Б ($Na_2H_2Y \cdot 2H_2O$); магній сульфат, $MgSO_4$, 0,05 М розчин, приготовлений з фіксаналу; амонійна буферна суміш з рН 10; натрій гідроксид, $NaOH$, 2 М розчин; вода дистильована, H_2O . Сухий індикатор хромоген чорний ET-00; сухий індикатор мурексид; зразки води для аналізу.

Мета роботи — стандартизувати розчин трилону Б; визначити загальну твердість води, виробити вміння використовувати теоретичні знання для розв'язання практичних задач.

Твердість (жорсткість) води — сукупність властивостей, зумовлених вмістом у воді катіонів кальцію Ca^{2+} і магнію Mg^{2+} .

Її характеризують молярною концентрацією еквівалентів ($f_{екв} = \frac{1}{2}$) кальцію та магнію і виражають у ммоль/л.

Під загальною твердістю води розуміють сумарний вміст Ca^{2+} - і Mg^{2+} - катіонів у воді. Катіони Ca^{2+} зумовлюють кальцієву твердість води, а катіони Mg^{2+} — магнієву твердість води.

Розрізняють наступні категорії твердості (жорсткості) води (табл. 4.3):

Таблиця 4.3

Категорії твердості (жорсткості) води

№	Категорії твердості (жорсткості) води	Загальна твердість води, ммоль/л
1	Дуже м'яка	Тв. заг. <1,5
2	М'яка	1,5 < Тв. заг. < 4
3	Середньої твердості	4 < Тв. заг. < 8
4	Тверда	8 < Тв. заг. < 12
5	Дуже тверда	Тв. заг. > 12

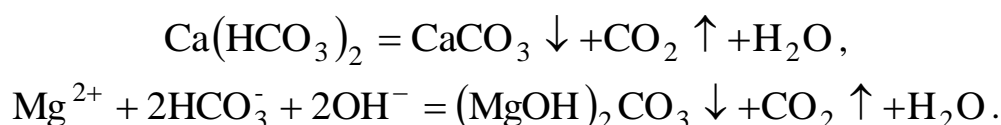
Твердість природних вод має досить великі межі. Для відкритих водоймищ вона досить часто залежить від погоди, пори року. Найбільш м'якою природною водою є атмосферна вода (дощ, сніг), яка практично не містить солей кальцію та магнію.

В Україні припустима загальна твердість води, що використовується для господарсько-питного водопостачання, не повинна перевищувати 7,00 ммоль/л (згідно з ГОСТ 2874).

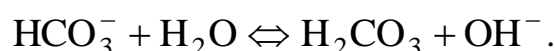
Відносно процесів пом'якшення води розрізняють тимчасову та постійну твердість води. Загальна твердість води є сумою тимчасової та постійної твердості води.

Тимчасова (карбонатна) твердість води зумовлена наявністю тієї частини катіонів Ca^{2+} і Mg^{2+} , яка еквівалентна гідрогенкарбонатним іонам HCO_3^- , що містяться у воді.

Іншими словами, тимчасова твердість зумовлена присутністю у воді легкокорозивних гідрогенкарбонатів кальцію і магнію. Вона усувається під час кип'ятіння: гідрогенкарбонати розкладаються та випадають в осад:



Гідроксид-іони OH^- утворюються внаслідок взаємодії іонів HCO_3^- з водою:

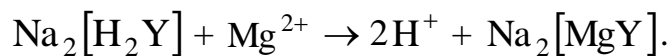


Таким чином, загальна твердість води зменшується на величину карбонатної твердості. Тому тимчасову твердість ще називають *усувною твердістю води*. Під час кип'ятіння разом з карбонатами співосаджуються також і деякі інші сполуки.

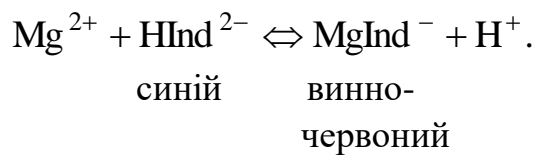
Постійна твердість води зумовлена наявністю у воді хлоридів і сульфатів кальцію і магнію. Ці солі під час кип'ятіння залишаються в розчині, тому постійна твердість під час кип'ятіння не зменшується.

Дослід 1. Встановлення молярної концентрації розчину трилону Б за 0,05 М розчином MgSO₄, приготовленому з фіксаналу

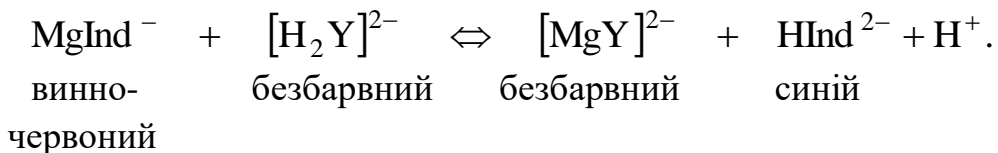
В основі даного визначення лежить реакція:



Під час додавання до фіксанального розчину магній сульфату індикатора еріохром чорного Т утворюються комплекси індикатора з магній-катионами винно-червоного кольору:



Під час титрування трилоном Б ці комплекси руйнуються: іони металу зв'язуються трилоном Б у більш міцні комплексні сполуки, аніони індикатора переходять у розчин, надаючи йому синього забарвлення:



Унаслідок цього винно-червоне забарвлення розчину у точці еквівалентності змінюється на синє.

Послідовність проведення:

Добре вимиту бюретку заповнюють розчином трилону Б. Нуль і відлік розподілів проводять за нижнім краєм меніска.

У три конічні колби місткістю 250-300 мл відміряють піпеткою по 10 мл розчину магній сульфату, додають по 5 мл амонійної буферної суміші й небагато (на кінчику шпателя) сухого індикатора хромогену чорного спеціального ET-00. Вміст колб титрують розчином трилону Б до переходу винно-червоного забарвлення розчину в синє.

Результати опрацьовують методами математичної статистики й розраховують концентрацію розчину трилону Б за формулою:

$$C(\text{ЕДТА}) = \frac{C(\text{MgSO}_4) \cdot V(\text{MgSO}_4)}{V(\text{ЕДТА})},$$

де $C(\text{MgSO}_4)$ — молярна концентрація розчину магній сульфату, моль/л;

$V(\text{MgSO}_4)$ — об'єм аліквоти розчину магній сульфату, взятий для аналізу, мл;

$V(\text{ЕДТА})$ — середній об'єм робочого розчину ЕДТА, витрачений на титрування, мл.

Оформлення результатів:

Записують вихідні дані, результати спостережень, висновки й рівняння реакцій.

Вихідні дані:

$$C(\text{MgSO}_4) = 0,0500 \text{ моль/л}$$

$$V(\text{MgSO}_4) = 10,00 \text{ мл}$$

Індикатор:

хромоген чорний спеціальний ЕТ-00

Результати титрування:

$$V_1(\text{ЕДТА}) =$$

$$V_2(\text{ЕДТА}) =$$

$$\underline{V_3(\text{ЕДТА})} =$$

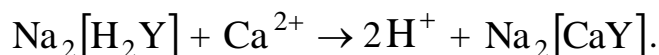
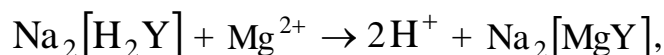
$$\bar{V}(\text{ЕДТА}) =$$

Розрахунки:

$$C(\text{ЕДТА}) = \frac{C(\text{MgSO}_4) \cdot V(\text{MgSO}_4)}{V(\text{ЕДТА})}, \text{ моль/л.}$$

Дослід 2. Визначення загальної твердості води

В основі даного визначення лежать реакції:



Послідовність проведення:

У три конічні колби місткістю 250-300 мл відміряють мірною колбою по 100 мл води для аналізу, додають по 5 мл амонійного буферного розчину й 20-30 мг (на кінчику шпателя) сухого індикатора хромогену чорного спеціального ЕТ-00 до появи добре помітного, але не дуже темного винно-червоного

забарвлення розчину. Вміст колб титрують розчином трилону Б до переходу винно-червоного забарвлення в синє.

Результати опрацьовують методами математичної статистики й розраховують загальну твердість води за формулою:

$$T_{в. заг.} = \frac{C(\text{ЕДТА}) \cdot V(\text{ЕДТА})}{V(\text{H}_2\text{O})} \cdot 1000 \quad ,$$

де $C(\text{ЕДТА})$ — молярна концентрація розчину ЕДТА, моль/л;

$V(\text{H}_2\text{O})$ — об'єм аліквоти води, взятий для аналізу, мл;

$V(\text{ЕДТА})$ — середній об'єм робочого розчину ЕДТА, витрачений на титрування, мл.

Оформлення результатів:

Записують вихідні дані, результати спостережень, висновки та рівняння реакцій.

Вихідні дані:

$C(\text{ЕДТА}) =$ моль/л

$V(\text{H}_2\text{O}) = 100$ мл

Індикатор:

хромоген чорний спеціальний ЕТ-00

Результати титрування:

$V_1(\text{ЕДТА}) =$

$V_2(\text{ЕДТА}) =$

$V_3(\text{ЕДТА}) =$

$\bar{V}(\text{ЕДТА}) =$

Розрахунки:

$$T_{в. заг.} = \frac{C(\text{ЕДТА}) \cdot V(\text{ЕДТА})}{V(\text{H}_2\text{O})} \cdot 1000 \quad , \text{ ммоль/л.}$$

ЗАПИТАННЯ ТА ВПРАВИ ДО ТЕМИ 4

1. Як визначається еквівалент у реакціях кислотно-основної взаємодії?
2. Що називають точкою еквівалентності?
3. Поясніть, чому під час кислотно-основного титрування величина рН у точці еквівалентності не завжди дорівнює 7?
4. Що таке твердість води?
5. До 550 мл 0,1925 М НСІ додали 50,00 мл розчин НСІ з титром 0,02370 г/мл. Розрахуйте молярну концентрацію та титр отриманого розчину.
6. Наважку $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ масою 0,6000 г розчинили в мірній колбі місткістю 100,0 мл. На титрування 20,00 мл отриманого розчину витратили 18,34 мл NaOH. Розрахуйте молярну концентрацію розчину NaOH.
7. У чому полягає суть методу комплексонометрії? Напишіть основне рівняння реакції, назвіть робочі розчини та індикатори.

8. Як провести стандартизацію розчину ЕДТА?
9. Як визначають загальну твердість води комплексометричним методом? Наведіть рівняння реакцій, розрахункові формули, вкажіть індикатори.
10. Яка маса сульфату міститься у пробі, якщо після додавання 20,00 мл 0,06315 М розчину барій хлориду надлишок його було відтитровано 15,64 мл 0,04640 М розчину ЕДТА?

ТЕСТ №3

Тестові завдання з вибором однієї правильної відповіді

1. На чому базується класифікація титриметричних методів аналізу?
- а) способи титрування;
 - б) тип реакції, що використовується для визначення;
 - в) значення рН в точці еквівалентності;
 - г) швидкість перебігу реакції.
2. Що таке точка еквівалентності?
- а) точка, коли $\text{pH}=7$;
 - б) точка, коли кількість титрованого розчину еквівалентна кількості досліджуваного розчину;
 - в) момент, коли встановилась хімічна рівновага;
 - г) точка, коли $\text{pH}>7$.
3. Вкажіть робочі розчини методу кислотно-основного титрування:
- а) NaOH , KOH , HCl , H_2SO_4 ;
 - б) I_2 в KI , KMnO_4 ;
 - в) $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Tr}$, MgSO_4 ;
 - г) AgNO_3 , $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.
4. За якими речовинами встановлюють концентрацію кислот?
- а) $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$, Na_2CO_3 ;
 - б) $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, HCl ;
 - в) $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$;
 - г) MgSO_4 , ZnSO_4 .
5. Назвіть найважливіші індикатори методу кислотно-основного титрування:
- а) тропеоїн 00, бромтимоловий синій;
 - б) фенолфталеїн, метиловий оранжевий, метиловий червоний, лакмус;
 - в) дифенілбензидін, крохмаль;
 - г) хромоген чорний спеціальний ЕТ-00, мурексид.

6. На яких реакціях базується комплексометрія?

- а) реакції обміну;
- б) реакції нейтралізації;
- в) окисно-відновні реакції;
- г) реакції комплексоутворення.

7. Вкажіть основний робочий розчин комплексонометрії:

- а) натрій гідроксид;
- б) хлоридна кислота;
- в) трилон Б;
- г) калій перманганат.

8. Які індикатори застосовують для фіксування точки еквівалентності в комплексонометрії?

- а) рН-індикатори;
- б) редоксіндикатори;
- в) метал-індикатори;
- г) специфічні індикатори.

Тестові завдання на встановлення відповідності

9. Установіть відповідність між реагентами і типом кислотно-основної взаємодії:

<i>Реагенти</i>	<i>Типи кислотно-основної взаємодії</i>
1 $\text{NaOH} + \text{HNO}_2$	А слабка кислота та сильна основа
2 $\text{KOH} + \text{HNO}_3$	Б слабка кислота та слабка основа
3 $\text{NH}_4\text{OH} + \text{HBr}$	В сильна кислота та сильна основа
4 $\text{NH}_4\text{OH} + \text{H}_3\text{PO}_4$	Г сильна кислота та слабка основа
	Д сильна кислота та сіль

10. Установіть відповідність між значеннями загальної твердості води (ммоль/л) та категоріями твердості води:

<i>Загальна твердість води</i>	<i>Категорії твердості води</i>
1 $T_{\text{Взаг}} < 1,5$	А дуже м'яка
2 $12 < T_{\text{Взаг}}$	Б м'яка
3 $8 < T_{\text{Взаг}} < 12$	В середньої твердості
4 $1,5 < T_{\text{Взаг}} < 4$	Г тверда
	Д дуже тверда

ПІДСУМКОВИЙ ТЕСТ

Тестові завдання з вибором однієї правильної відповіді

1. На чому ґрунтується систематичний хід аналізу катіонів:
 - а) на використанні групового реактиву та осадженні усієї групи катіонів із подальшим відділенням та виявленням окремих катіонів;
 - б) на використанні групового реактиву та осадженні усієї групи катіонів;
 - в) на використанні специфічних реактивів для відкриття певних катіонів;
 - г) на використанні вибірково діючих реактивів в довільній послідовності для відкриття певного катіону.
2. Вкажіть груповий реагент на катіони п'ятої аналітичної групи за кислотно-основною класифікацією:
 - а) надлишок 4 н. розчину лугу та розчин гідроген пероксиду;
 - б) 25% розчин амоніаку або розчин лугу;
 - в) надлишок 25% розчину амоніаку;
 - г) 2 н .розчин хлоридної кислоти.
3. Вкажіть зовнішній ефект реакції виявлення аргентум-катіонів за допомогою натрій гідроксиду:
 - а) випадіння осаду;
 - б) виділення газу;
 - в) розчинення осаду;
 - г) зміна забарвлення розчину.
4. Вкажіть іони, при взаємодії яких із натрій гідроксидом утворюється чорний осад:
 - а) Ag^{2+} ;
 - б) Pb^{2+} ;
 - в) Hg_2^{2+} ;
 - г) Fe^{2+} .
5. Який з реагентів є груповим реактивом на аніони першої аналітичної групи?
 - а) BaCl_2 ;
 - б) AgNO_3 ;
 - в) H_2SO_4 ;
 - г) NaOH .
6. На якій реакції базується метод кислотно-основного титрування?
 - а) $\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{H}_2\text{O} = \text{NaHCO}_3 + \text{NaOH}$;

- б) $\text{H}^+ + \text{OH}^- = \text{H}_2\text{O}$;
- в) $\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{HCl} = \text{NaCl} + \text{H}_2\text{CO}_3$;
- г) $2\text{H}_2 + \text{O}_2 = 2 \text{H}_2\text{O}$.

7. За якими речовинами встановлюють концентрацію лугів?

- а) $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$, Na_2CO_3 ;
- б) $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, HCl ;
- в) $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$;
- г) MgSO_4 , ZnSO_4 .

8. Вкажіть ступінь дисоціації індикатора, при якому його забарвлення різко змінюється?

- а) менше 10%;
- б) 50%;
- в) більше 90%;
- г) більше 10%, але менше 50%.

9. Від чого залежить зміна забарвлення кислотно-основних індикаторів:

- а) температура;
- б) рН середовища;
- в) сила кислоти;
- г) тиск.

10. Яка речовина має торгову назву «трилон Б»?

- а) комплексон I;
- б) комплексон II;
- в) комплексон III;
- г) комплексон IV.

11. За якою речовиною слід стандартизувати розчин трилону Б?

- а) MgSO_4 ;
- б) HCl ;
- в) Na_2CO_3 ;
- г) NaOH .

12. До якого типу відносять комплексні сполуки, що утворюються під час взаємодії трилону Б з катіонами металів?

- а) аквакомплекс;
- б) гідроксокомплекс;
- в) амоніакати;
- г) внутрішньоконкомплексні сполуки.

Тестові завдання на встановлення відповідності

13. Установіть відповідність між реагентами і типами кислотно-основної взаємодії:

<i>Реагенти</i>	<i>Типи кислотно-основної взаємодії</i>
1 $\text{KOH} + \text{H}_3\text{PO}_4$	А слабка кислота та сильна основа
2 $\text{NaOH} + \text{H}_2\text{SO}_4$	Б слабка кислота та слабка основа
3 $\text{NH}_4\text{OH} + \text{HNO}_3$	В сильна кислота та сильна основа
4 $\text{NH}_4\text{OH} + \text{H}_2\text{CO}_3$	Г сильна кислота та слабка основа
	Д сильна кислота та сіль

14. Установіть відповідність між значеннями загальної твердості води (ммоль/л) та категоріями твердості води:

<i>Значення загальної твердості води</i>	<i>Категорії твердості води</i>
1 $1,5 < T_{\text{взаг}} < 4$	А дуже м'яка
2 $12 < T_{\text{взаг}}$	Б м'яка
3 $4 < T_{\text{взаг}} < 8$	В середньої твердості
4 $T_{\text{взаг}} < 1,5$	Г тверда
	Д дуже тверда

15. Установіть відповідність між назвами індикаторів та їх типами:

<i>Назви індикаторів</i>	<i>Типи індикаторів</i>
1 крохмаль	А металіндикатор
2 хромоген чорний спеціальний ЕТ-00	Б кислотно-основний індикатор
3 фенолфталеїн	В специфічний індикатор
4 дифенілбензидін	Г окисно-відновний індикатор
	Д необоротний окисно-відновний індикатор

ДОДАТКИ

Додаток 1

ПЕРІОДИЧНА СИСТЕМА ХІМІЧНИХ ЕЛЕМЕНТІВ Д. І. МЕНДЕЛЄЄВА

ПЕРІОДИ	ГРУПИ ЕЛЕМЕНТІВ								VIII					
	I	II	III	IV	V	VI	VII							
1	H 1,0079 1s ¹ Гідроген <i>водень</i>								He 4,0028 1s ² Гелій	<div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div>Порядковий номер</div> <div>Символ</div> <div>Назва елемента систематична</div> </div> <div style="margin-top: 10px;"> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div>26</div> <div>55,847</div> <div>Fe</div> </div> <div style="text-align: center;">[Ar]3d⁶4s² Ферум</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; margin-top: 10px;"> <div>Відносна атомна маса</div> <div>Електронна конфігурація</div> </div>				
2	Li 6,941 [He]2s ¹ Літій	Be 9,01218 [He]2s ² Берилій	B 10,811 [He]2s ² 2p ¹ Бор	C 12,01 [He]2s ² 2p ² Карбон <i>вуглець</i>	N 14,007 [He]2s ² 2p ³ Нітроген <i>азот</i>	O 15,999 [He]2s ² 2p ⁴ Оксиген <i>кисень</i>	F 18,998 [He]2s ² 2p ⁵ Флуор <i>фтор</i>	Ne 20,179 [He]2s ² 2p ⁶ Неон						
3	Na 22,990 [Ne]3s ¹ Натрій	Mg 24,305 [Ne]3s ² Магній	Al 26,982 [Ne]3s ² 3p ¹ Алюміній	Si 28,085 [Ne]3s ² 3p ² Силіцій <i>кремій</i>	P 30,974 [Ne]3s ² 3p ³ Фосфор	S 32,066 [Ne]3s ² 3p ⁴ Сульфур <i>сірка</i>	Cl 35,453 [Ne]3s ² 3p ⁵ Хлор	Ar 39,948 [Ne]3s ² 3p ⁶ Аргон						
4	K 39,098 [Ar]4s ¹ Калій	Ca 40,078 [Ar]4s ² Кальцій	Sc 44,956 [Ar]3d ¹ 4s ² Скандій	Ti 47,88 [Ar]3d ² 4s ² Титан	V 50,942 [Ar]3d ³ 4s ² Ванадій	Cr 51,996 [Ar]3d ⁵ 4s ¹ Хром	Mn 54,938 [Ar]3d ⁵ 4s ² Манган	Fe 55,847 [Ar]3d ⁶ 4s ² Ферум	Co 58,933 [Ar]3d ⁷ 4s ² Кобальт		Ni 58,69 [Ar]3d ⁸ 4s ² Нікел			
5	Rb 85,468 [Kr]5s ¹ Рубідій	Sr 87,62 [Kr]5s ² Стронцій	Y 88,906 [Kr]4d ¹ 5s ² Ітрій	Zr 91,224 [Kr]4d ² 5s ² Цирконій	Nb 92,906 [Kr]4d ⁴ 5s ¹ Ніобій	Mo 95,94 [Kr]4d ⁵ 5s ¹ Молибден	Tc 98,906 [Kr]4d ⁵ 5s ² Технецій	Ru 101,07 [Kr]4d ⁸ 5s ¹ Рутеній	Rh 102,91 [Kr]4d ⁹ 5s ¹ Родій	Pd 106,42 [Kr]4d ¹⁰ 5s ⁰ Паладій				
6	Cs 132,91 [Xe]6s ¹ Цезій	Ba 137,33 [Xe]6s ² Барій	La 138,91 [Xe]5d ¹ 6s ² Лантан	Hf 178,49 [Xe]4f ¹⁴ 5d ² 6s ² Гафній	Ta 180,95 [Xe]4f ¹⁴ 5d ³ 6s ² Тантал	W 183,85 [Xe]4f ¹⁴ 5d ⁴ 6s ² Вольфрам	Re 186,21 [Xe]4f ¹⁴ 5d ⁵ 6s ² Реній	Os 190,2 [Xe]4f ¹⁴ 5d ⁶ 6s ² Осмій	Ir 192,22 [Xe]4f ¹⁴ 5d ⁷ 6s ² Іридій	Pt 195,09 [Xe]4f ¹⁴ 5d ⁹ 6s ¹ Платина				
7	Fr (223) [Rn]7s ¹ Францій	Ra 226,02 [Rn]7s ² Радій	Ac 227,03 [Rn]6d ¹ 7s ² Актиній	Rf (261) [Rn]5f ¹⁴ 6d ² 7s ² Резерфордій	Db (262) [Rn]5f ¹⁴ 6d ³ 7s ² Дубній	Sg (263) [Rn]5f ¹⁴ 6d ⁴ 7s ² Сиборгій	Bh (262) [Rn]5f ¹⁴ 6d ⁵ 7s ² Борій	Hs (265) [Rn]5f ¹⁴ 6d ⁶ 7s ² Гасій	Mt (266) [Rn]5f ¹⁴ 6d ⁷ 7s ² Майтнерій	Uun (272) [Rn]5f ¹⁴ 6d ⁷ 7s ² Унунілій				
Внічі оксиди	R₂O	RO	R₂O₃	RO₂	R₂O₅	RO₃	R₂O₇	RO₄						
Леткі сполуки з 1 Гідрогеном				RH₄	RH₃	H₂R	HR							
*	58 Ce 140,12 [Xe]4f ¹ 5d ⁰ 6s ² Церій	59 Pr 140,91 [Xe]4f ³ 5d ⁰ 6s ² Празеодим	60 Nd 144,24 [Xe]4f ⁴ 5d ⁰ 6s ² Неодим	61 Pm (147) [Xe]4f ⁵ 5d ⁰ 6s ² Прометій	62 Sm 150,36 [Xe]4f ⁶ 5d ⁰ 6s ² Самарій	63 Eu 151,96 [Xe]4f ⁷ 5d ⁰ 6s ² Європій	64 Gd 157,25 [Xe]4f ⁷ 5d ¹ 6s ² Гадоліній	65 Tb 158,93 [Xe]4f ⁹ 5d ⁰ 6s ² Тербій	66 Dy 162,5 [Xe]4f ¹⁰ 5d ⁰ 6s ² Диспрозій	67 Ho 164,93 [Xe]4f ¹¹ 5d ⁰ 6s ² Гольмій	68 Er 167,26 [Xe]4f ¹² 5d ⁰ 6s ² Ербій	69 Tm 168,93 [Xe]4f ¹³ 5d ⁰ 6s ² Тулій	70 Yb 173,04 [Xe]4f ¹⁴ 5d ⁰ 6s ² Ітербій	71 Lu 174,97 [Xe]4f ¹⁴ 5d ¹ 6s ² Лютецій
**	90 Th 232,04 [Rn]5f ⁰ 6d ² 7s ² Торій	91 Pa (231) [Rn]5f ¹ 6d ¹ 7s ² Протактиній	92 U 238,03 [Rn]5f ³ 6d ¹ 7s ² Уран	93 Np (237) [Rn]5f ⁴ 6d ¹ 7s ² Нептуній	94 Pu (244) [Rn]5f ⁶ 6d ⁰ 7s ² Плутоній	95 Am (243) [Rn]5f ⁷ 6d ⁰ 7s ² Америцій	96 Cm (247) [Rn]5f ⁷ 6d ¹ 7s ² Кюрій	97 Bk (247) [Rn]5f ⁹ 6d ⁰ 7s ² Берклій	98 Cf (251) [Rn]5f ¹⁰ 6d ⁰ 7s ² Каліфорній	99 Es (254) [Rn]5f ¹¹ 6d ⁰ 7s ² Ейнштейній	100 Fm (257) [Rn]5f ¹³ 6d ⁰ 7s ² Фермій	101 Md (258) [Rn]5f ¹³ 6d ¹ 7s ² Менделєвій	102 No (259) [Rn]5f ¹⁴ 6d ⁰ 7s ² Нобелій	103 Lr (260) [Rn]5f ¹⁴ 6d ¹ 7s ² Лоуренсій

Таблиця розчинності

Аніони	Катіони																					
	H ⁺	K ⁺	Na ⁺	NH ₄ ⁺	Ba ²⁺	Ca ²⁺	Mg ²⁺	Al ³⁺	Cr ³⁺	Fe ²⁺	Fe ³⁺	Cd ²⁺	Ni ²⁺	Co ²⁺	Mn ²⁺	Zn ²⁺	Ag ⁺	Hg ⁺	Hg ²⁺	Cu ²⁺	Pb ²⁺	Sn ²⁺
OH ⁻		P	P	—	P	M	M	H	H	H	H	H	H	H	H	H	—	—	—	H	H	H
F ⁻	P	P	P	P	M	H	H	M	H	H	H	P	P	P	M	M	P	P	—	H	H	P
Cl ⁻	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	H	H	M	P	M	P
Br ⁻	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	H	H	M	P	M	P
I ⁻	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	H	H	H	P	H	P
S ²⁻	P	P	P	P	P	M	P	—	—	H	—	H	H	H	H	H	H	H	H	H	H	H
SO ₃ ²⁻	P	P	P	P	H	H	H	—	—	H	—	H	H	H	H	H	H	—	H	H	H	—
SO ₄ ²⁻	P	P	P	P	H	M	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	M	M	P	P	H	P
CrO ₄ ²⁻	P	P	P	P	H	M	P	P	H	—	P	H	H	H	P	P	H	H	H	P	H	
PO ₄ ³⁻	P	P	P	P	H	H	H	H	H	H	H	H	H	H	H	H	H	H	H	H	H	H
CO ₃ ²⁻	P	P	P	P	H	H	H	—	—	H	H	H	H	H	H	H	H	H	H	H	H	—
SiO ₃ ²⁻		P	P	—	H	H	H	H	H	H	H	H	H	H	H	H	H	—	—	H	H	—
NO ₃ ⁻	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P	P
NO ₂ ⁻	P	P	P	P	P	P	P	—	—	P	—	P	P	P	P	P	M	M	P	P	P	—
CH ₃ COO ⁻	P	P	P	P	P	P	P	M	P	P	P	P	P	P	P	P	P	M	P	P	P	P

P — розчиняється у воді;

M — мало розчиняється у воді;

H — не розчиняється;

прочерк — не існує або розкладається у водному середовищі

Критерій Q за різними довірчими ймовірностями

n	2	3	4	5	6	7	8	9	10
$Q_{0,90}$	0,89	0,68	0,56	0,48	0,43	0,40	0,37	0,34	0,30
$Q_{0,95}$	0,94	0,77	0,64	0,56	0,51	0,48	0,46	0,44	0,41
$Q_{0,99}$	0,99	0,89	0,76	0,70	0,64	0,58	0,53	0,48	0,44

Коефіцієнти нормованих відхилень
(коефіцієнти Стюдента)

Число ступіней вільності f	Довірча ймовірність P				
	0,75	0,90	0,95	0,98	0,99
1	2,41	6,31	12,71	31,82	63,66
2	1,60	2,92	4,30	6,97	9,92
3	1,42	2,35	3,18	4,54	5,84
4	1,34	2,13	2,78	3,75	4,60
5	1,30	2,01	2,57	3,37	4,03
6	1,27	1,94	2,45	3,14	3,71
7	1,25	1,89	2,36	3,00	3,50
8	1,24	1,86	2,31	2,90	3,36
9	1,23	1,83	2,26	2,82	3,25
10	1,22	1,81	2,23	2,76	3,17
11	1,21	1,80	2,20	2,72	3,11
12	1,21	1,78	2,18	2,68	3,05
13	1,20	1,77	2,16	2,65	3,01
14	1,20	1,76	2,14	2,62	2,98
15	1,20	1,75	2,13	2,60	2,95
16	1,19	1,75	2,12	2,58	2,92

Число ступенів вільності f	Довірча ймовірність P				
	0,75	0,90	0,95	0,98	0,99
17	1,19	1,74	2,11	2,57	2,90
18	1,19	1,73	2,10	2,55	2,88
19	1,19	1,73	2,09	2,54	2,86
20	1,18	1,73	2,09	2,53	2,85
30	1,17	1,70	2,04	2,46	2,75
40	1,17	1,68	2,02	2,42	2,70
60	1,16	1,67	2,00	2,39	2,66
120	1,16	1,66	1,98	2,36	2,62
∞	1,15	1,64	1,96	2,33	2,58

СПИСОК РЕКОМЕНДОВАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

ПІДРУЧНИКИ ТА НАВЧАЛЬНІ ПОСІБНИКИ

1. *Семеншин Д. І., Ларук М. М.* Аналітична хімія та інструментальні методи аналізу. Навчальний посібник. Львів : Видавництво Львівської політехніки, 2015. – 148 с.

2. *Пілюгіна І. С., Добровольська О. В., Мурликіна Н. В.* Хімія та методи дослідження сировини та матеріалів. Загальні основи аналітичної хімії: Лабораторний практикум. Навч. посібник. – Харків: ХДУХТ, 2008. – 354 с.

3. Аналітична хімія : підручник для студентів напряму «Фармація» і «Біотехнологія» вищих навчальних закладів / Н.К. Федущак, Б.І. Бідниченко, С.Ю. Крамаренко, В.О. Калібабчук [та ін.]. – Вінниця : Нова Книга, 2012. – 640 с.

4. *Тарасова В. В., Малиновський А. С., Рибак М. Ф.* Метрологія, стандартизація і сертифікація. Підручник / За заг. ред. В.В. Тарасової. – К.: Центр навчальної літератури, 2006. – 264 с.

5. *Добровольська О.В., Смірнова І.С.* Лабораторний практикум з аналітичної хімії: навчальний посібник. Ч. 1. Якісний аналіз. – Харків: ХДУХТ, 2004. – 96 с.

6. *Добровольська О.В., Упатова О.І., Гурікова І.М.* Лабораторний практикум з аналітичної хімії: навчальний посібник. Ч. 2. Кількісний аналіз. – Харків: ХДУХТ, 2005. – 179 с.

ПРАКТИКУМИ ТА ЗАДАЧНИКИ

1. *Основы аналитической химии. Практическое руководство: Учеб. пособие для вузов / В.И. Фадеева, Т.Н. Шеховцова, В.М. Иванов и др.; Под ред. Ю.А. Золотова.* – М.: Высш. шк., 2003. – 463 с.

2. *Основы аналитической химии. Задачи и вопросы: Учеб. пособие для вузов / В.И. Фадеева, Ю.А. Барбалат, А.В. Гармаш и др.; Под ред. Ю.А. Золотова.* – М.: Высш. шк., 2002. – 412 с.

3. *Васильев В.П.* Аналитическая химия. Сборник вопросов, упражнений и задач: Пособие для вузов / В.П. Васильев, Л.А. Кочергина, Т.Д. Орлова: Под ред. В.П. Васильева.– М.: Дрофа, 2003. – 320 с.

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ

1. *Пілюгіна І. С., Аксьонова О. Ф., Сибірякова Ф. Г.* Методичні вказівки щодо користування електронним практикумом з теми «Жорсткість води». – Х.: ХДУХТ, 2014. – 38 с.

Навчальне електронне видання
комбінованого використання
Можна використовувати в локальному та мережному режимах

ХАРЧОВА ХІМІЯ. РОЗДІЛ 1

Частина 2. Основи хімічного аналізу харчових систем

Методичні вказівки до самостійної підготовки та виконання лабораторних робіт

для студентів спеціальності 181 «Харчові технології»

Укладачі:

АКСЬОНОВА Олена Федорівна

ПЛЮГІНА Інна Сергіївна

МУРЛИКІНА Наталя Віталіївна

Відповідальна за випуск зав. кафедри хімії, мікробіології та гігієни харчування
професор В. В. Євлаш
В авторській редакції

План 2021 р., поз. 39

Підп. до друку 25.05.2021 р. Один електронний оптичний диск (CD-ROM);
супровідна документація. Об'єм даних 5,61Мб. Тираж 10 прим.

Видавець і виготівник
Харківський державний університет харчування та торгівлі
вул. Клочківська, 333, Харків, 61051.
Свідоцтво суб'єкта видавничої справи ДК № 4417 від 10.10.2012 р.