

**Міністерство охорони здоров'я
НАЦІОНАЛЬНИЙ МЕДИЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
ІМЕНІ О.О. БОГОМОЛЬЦЯ
КАФЕДРА МЕДИЧНОЇ ТА ЗАГАЛЬНОЇ ХІМІЇ**

МЕТОДИЧНИЙ ПОСІБНИК ДЛЯ ПРАКТИЧНИХ ЗАНЯТЬ

Навчальна дисципліна
АНАЛІТИЧНА ХІМІЯ

Модуль 2
КІЛЬКІСНИЙ АНАЛІЗ

П І Б

КИЇВ
2019

Укладачі	Калібабчук В.О.	професорка
	Гождзінський С.М.	доцент
	Зайцева Г.М.	доцентка
	Рева Т.Д.	доцентка
	Чхало О.М.	ст.викладач

«ЗАТВЕРДЖЕНО»
на засіданні циклової методичної комісії
з фізико-хімічних дисциплін НМУ

ОСОБЛИВОСТІ АНАЛІТИЧНИХ ВИЗНАЧЕНЬ У КІЛЬКІСНОМУ АНАЛІЗІ

Для одержання числових результатів у кількісному аналізі (масова частка визначуваної речовини у фармацевтичному препараті, концентрація речовини у розчині тощо) використовують:

а) еквівалентну взаємодію визначуваної речовини з еквівалентною кількістю реагенту, що міститься у певному об'ємі титранту (титриметричні методи аналізу);

б) еквівалентну залежність між кількістю визначуваної речовини і масою відповідного продукту реакції (гравіметричні методи аналізу);

в) залежність величини аналітичної властивості визначуваної речовини від кількості визначуваної речовини або від концентрації визначуваної речовини в аналізованому розчині (інструментальні методи аналізу).

Для проведення кількісних визначень:

❖ а) за **титриметричними методами аналізу** вимірюють об'єм розчину реактиву (титранту), витраченого на хімічну взаємодію з визначуваною речовиною. Знаючи концентрацію й об'єм витраченого титранту, розраховують концентрацію або масу визначуваної речовини;

❖ б) у **гравіметричних методах аналізу** зважують продукт реакції визначуваної речовини з відповідним реагентом або зважують продукт термічної обробки аналізованої речовини (маса осаду, маса золи тощо). За визначеною масою осаду розраховують масу визначуваної речовини;

❖ в) при використанні **інструментальних методів аналізу** вимірюють величину певної фізичної властивості визначуваної речовини або продукту хімічної реакції визначуваної речовини з відповідним реагентом (наприклад, сили струму, що проходить через досліджуваний розчин). За величиною вимірної фізичної величини визначають масу або концентрацію визначуваної речовини.

Заняття 1 Титриметричний аналіз. Титранти, способи їх приготування та стандартизація.

Розрахунки в титриметричному аналізі.

Питання для теоретичної підготовки

Сутність та завдання кількісного аналізу. Галузі застосування кількісного аналізу.

Класифікація методів кількісного аналізу. Сутність титриметричних методів аналізу. Основні терміни та поняття.

Класифікація титриметричних методів аналізу за типом хімічної реакції. Вимоги до реакцій, які застосовують у титриметричному аналізі.

Вимірювання об'ємів розчинів. Посуд, що використовується для вимірювання об'ємів розчинів (мірний посуд). Перевірка ємності мірного посуду.

Титровані розчини. Способи вираження концентрації титрованих розчинів. Способи приготування титрованих розчинів. Первинні стандарти та вторинні стандарти. Вимоги до первинних стандартів.

Методичні рекомендації до розв'язання задач

Для зручності рекомендується використовувати такі позначення:

$\omega(X)$ – масова частка речовини X;

$\rho(X)$ – масова концентрація речовини X;

$c(X)$ – молярна концентрація речовини X;

$[X]$ – рівноважна молярна концентрація речовини X, наприклад, $[\text{CH}_3\text{COOH}]$ – рівноважна молярна концентрація CH_3COOH ;

$[\text{H}^+]$ – рівноважна молярна концентрація йонів H^+ ;

Масова частка $\omega(X)$ речовини X — відношення маси компонента $m(X)$ до маси розчину $m(\text{р-ну})$, або відношення маси компонента $m(X)$ до маси суміші $m(\text{суміші})$ чи фармацевтичного препарату $m(\text{препарату})$:

$$\omega(X) = \frac{m(X)}{m(\text{р-ну})}; \quad \omega(X) = \frac{m(X)}{m(\text{суміші})}; \quad \omega(X) = \frac{m(X)}{m(\text{препарату})}.$$

Масова частка може бути також виражена у відсотках (процентах):

$$\omega(X) = \frac{m(X)}{m(\text{р-ну})} \cdot 100\%.$$

Масова концентрація $\rho(X)$ — відношення маси компонента $m(X)$ до об'єму розчину $V(\text{р-ну})$:

$$\rho(X) = \frac{m(X)}{v(\text{р-ну})}.$$

За системою СІ масову концентрацію виражають у кг/м^3 . В аналітичній хімії використовують: г/л , мг/мл , г/м^3 ; г/дм^3 ; мг/см^3 тощо.

Молярна концентрація розчиненої речовини $c(X)$ — відношення кількості речовини компонента $n(X)$ до об'єму розчину $V(\text{р-ну})$:

$$c(X) = \frac{n(X)}{v(\text{р-ну})} = \frac{m(X)}{M(X) \cdot v(\text{р-ну})}.$$

Міжнародна Система СІ молярну концентрацію рекомендує виражати у моль/м^3 . Проте, у лабораторній практиці молярну концентрацію виражають у моль/л або моль/дм^3 .

У титриметричному аналізі використовують молярну концентрацію еквівалента $c(\frac{1}{Z} X)$. **Це — відношення кількості речовини еквівалента $n(\frac{1}{Z} X)$ до об'єму розчину $V(\text{р-ну})$:**

$$c(\frac{1}{Z} X) = \frac{n(\frac{1}{Z} X)}{v(\text{р-ну})} = \frac{m(X)}{M(\frac{1}{Z} X) \cdot v(\text{р-ну})}.$$

У цій формулі позначено:

$\frac{1}{Z}$ – фактор еквівалентності для речовини X;

$n(\frac{1}{Z} X)$ – кількість еквівалентів речовини X;

$M(\frac{1}{z}X)$ – молярна маса еквівалента речовини X, яка дорівнює $\frac{M(X)}{z}$.

Молярну концентрацію еквівалента виражають у моль/л.

Типові задачі

1. На аналітичних терезах зважили 0,1538г хімічно чистого кристалогідрату оксалатної (щавлевої) кислоти $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$, розчинили у мірній колбі на 100мл. Визначити $c(\frac{1}{2}H_2C_2O_4)$. $M(H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O) = 126,066\text{г/моль}$.

2. Розрахувати наважку хімічно чистого $K_2Cr_2O_7$ для приготування 500мл розчину з $c(\frac{1}{6}K_2Cr_2O_7) = 0,1\text{моль/л}$, $M(K_2Cr_2O_7) = 294,185\text{г/моль}$.

3. Розрахувати наважку хімічно чистого $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ для приготування 800мл розчину з $c(Na_2S_2O_3) = 0,05\text{моль/л}$, $M(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 248,19\text{г/моль}$.

4. Розрахувати наважку калій перманганату $KMnO_4$, що містить 4,5% домішок, для приготування 2000мл розчину з молярною концентрацією еквівалента калій перманганату $c(\frac{1}{5}KMnO_4) = 0,05\text{моль/л}$. $M(KMnO_4) = 158\text{г/моль}$.

5. Розрахувати наважку кристалогідрату натрій сульфату, що містить 98,25% $Na_2SO_4 \cdot 10H_2O$, для приготування 500мл розчину з $c(\frac{1}{2}Na_2SO_4) = 0,21\text{моль/л}$.

6. Скільки мілілітрів розчину з $c(KOH) = 1,18\text{моль/л}$ потрібно для приготування 250 мл розчину з $c(KOH) = 0,05\text{моль/л}$?

Приклади розв'язання типових задач

Приклад 1. Розрахувати наважку $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ для приготування 500мл розчину з $c(Na_2S_2O_3) = 0,1\text{моль/л}$, $M(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 248,19\text{г/моль}$.

Дано:	Розв'язання:
$V(p-ну) = 500\text{мл} = 0,5\text{л};$	За формулою:
$c(Na_2S_2O_3) = 0,1\text{моль/л};$	$c(Na_2S_2O_3) = \frac{m(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O)}{M(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) \cdot V(p-ну)}$
$M(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 248,19\text{г/моль}$	розраховують масу $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$:
$m(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) — ?$	

$$m(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = c(Na_2S_2O_3) \cdot V(p-ну) \cdot M(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O).$$

$$m(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 0,1\text{моль/л} \cdot 0,5\text{л} \cdot 248,19\text{г/моль} = 12,4095\text{г}$$

Приклад 2. Розрахувати наважку $KMnO_4$ для приготування 250мл розчину з $c(\frac{1}{5}KMnO_4) = 0,04\text{моль/л}$, $M(KMnO_4) = 158,034\text{г/моль}$.

Дано:	Розв'язання:
$V(p-ну) = 250\text{мл} = 0,25\text{л};$	За формулою:
$c(\frac{1}{5}KMnO_4) = 0,04\text{моль/л};$	$c(\frac{1}{5}KMnO_4) = \frac{m(KMnO_4)}{M(\frac{1}{5}KMnO_4) \cdot V(p-ну)}$
$M(KMnO_4) = 158,034\text{г/моль}$	розраховують масу $KMnO_4$:
$m(KMnO_4) — ?$	

$$m(KMnO_4) = c(\frac{1}{5}KMnO_4) \cdot V(p-ну) \cdot M(\frac{1}{5}KMnO_4);$$

$$M(\frac{1}{5}KMnO_4) = \frac{M(KMnO_4)}{5} = \frac{158,034 \text{ г / моль}}{5} = 31,61 \text{ г / моль}$$

$$m(KMnO_4) = 0,04 \text{ моль/л} \cdot 0,25 \text{ л} \cdot 31,61 \text{ г/моль} = 0,3161 \text{ г}$$

Приклад 3. На аналітичних терезах зважили 1,2607г кристалогідрату оксалатної кислоти $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$, розчинили у мірній колбі на 200мл. Визначити $c(\frac{1}{2}H_2C_2O_4)$. $M(H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O) = 126,066 \text{ г/моль}$

Дано: $V(p\text{-ну}) = 200 \text{ мл} = 0,2 \text{ л};$ $m(H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O) = 1,2607 \text{ г};$ $M(H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O) =$ $126,07 \text{ г/моль}$ $c(\frac{1}{2}H_2C_2O_4) = ?$	Розв'язання: За формулою: $c(\frac{1}{2}X) = \frac{m(X)}{M(\frac{1}{2}X) \cdot v(p\text{-ну})}$ розраховують молярну концентрацію еквівалента оксалатної кислоти $c(\frac{1}{2}H_2C_2O_4)$: $c(\frac{1}{2}H_2C_2O_4) = \frac{m(H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O)}{M(\frac{1}{2}H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O) \cdot v(p\text{-ну})} = \frac{1,2607}{63,04 \cdot 0,2} = 0,1000 \text{ моль / л}$
--	--

Розрахунки за результатами титрування.

Розв'язання задач на визначення молярної концентрації еквівалента за результатами титрування

Розрахунки базуються на законі еквівалентів. Головною є така формула:

$$c_1(\frac{1}{z}X_1) \cdot v_1(X_1) = c_2(\frac{1}{z}X_2) \cdot v_2(X_2)$$

Приклад. На титрування 10мл стандартного розчину $H_2C_2O_4$ з $c(\frac{1}{2}H_2C_2O_4) = 0,1 \text{ моль/л}$ було витрачено 10,48мл розчину KOH. Визначити $c(KOH)$.

Розв'язання:

Дано: $v(H_2C_2O_4) = 10 \text{ мл};$ $c(\frac{1}{2}H_2C_2O_4) = 0,1 \text{ моль/л};$ $V(KOH) = 10,48 \text{ мл}$ $c(KOH) = ?$	У формулу: $c(KOH) \cdot V(KOH) = c(\frac{1}{2}H_2C_2O_4) \cdot V(H_2C_2O_4)$ після відповідного перетворення підставляють відповідні дані з умови задачі: $c(KOH) = \frac{c(\frac{1}{2}H_2C_2O_4) \cdot V(H_2C_2O_4)}{V(KOH)} = \frac{0,1 \text{ моль / л} \cdot 10 \cdot 10^{-3} \text{ л}}{10,48 \cdot 10^{-3} \text{ л}} = 0,0954 \text{ моль / л.}$
--	--

Відповідь: $c(KOH) = 0,0954 \text{ моль/л.}$

Задачі для самостійного розв'язання

1. На титрування 5мл розчину KOH було витрачено 22,02мл стандартного розчину H_2SO_4 з $c(\frac{1}{2}H_2SO_4) = 0,0921 \text{ моль/л}$. Визначити молярну концентрацію еквівалента KOH в аналізованому розчині.

2. За допомогою піпетки 20мл стандартного розчину $Na_2B_4O_7$ з $c(\frac{1}{2}Na_2B_4O_7) = 0,05 \text{ моль/л}$ перенесли у конічну колбу, додали 5 крапель спиртового розчину індикатора метилового червоного,

відтитрували робочим розчином сульфатної кислоти до блідо-рожевого забарвлення. На титрування витратили 20,42мл розчину сульфатної кислоти. Визначити молярну концентрацію еквівалента робочого розчину H_2SO_4 .

3. За допомогою піпетки 10мл стандартного розчину $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ з $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 0,1$ моль/л, перенесли у конічну колбу, додали 5 крапель спиртового розчину індикатора фенолфталеїну, відтитрували робочим розчином натрій гідроксиду до блідо-рожевого забарвлення. На титрування витратили 11,42мл робочого розчину натрій гідроксиду. Визначити $c(\text{NaOH})$.

4. За допомогою піпетки 10мл стандартного розчину HCl з $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/л, перенесли у конічну колбу, додали 5 крапель спиртового розчину індикатора фенолфталеїну, відтитрували робочим розчином калій гідроксиду до блідо-рожевого забарвлення. На титрування витратили 10,22мл робочого розчину калій гідроксиду. Визначити $c(\text{KOH})$.

Заняття 2. Метод нейтралізації. Засвоєння основних практичних навичок роботи з мірним посудом. Приготування та визначення точної концентрації титрантів методу нейтралізації. Лабораторна робота «Визначення вмісту хлоридної кислоти у фармацевтичному препараті».

Питання для теоретичної підготовки

Метод нейтралізації. Приготування розчинів для методу нейтралізації. Засвоєння основних практичних навичок роботи з мірним посудом.

Як готують титровані розчини кислот та лугів? Які речовини застосовують як первинні стандарти?

Які реакції лежать в основі методу кислотно-основного титрування? В чому сутність ацидиметрії та алкаліметрії?

Які речовини можна визначити кислотно-основним титруванням?

На чому ґрунтується фіксування кінцевої точки титрування?

Теорія кислотно-основних індикаторів. Що таке інтервал переходу кислотно-основного індикатора, показник титрування pT ?

Які існують способи підбору індикаторів для фіксування кінцевої точки титрування?

Криві титрування. Як розраховують значення pH для побудови кривої титрування сильної кислоти сильною основою та навпаки. Який вигляд мають такі криві титрування?

Що таке стрибок титрування? Як по стрибку титрування підбирають pH -індикатори?

Первинні стандарти, вимоги до них. Навести приклади первинних стандартів для методів нейтралізації.

Розрахунки за результатами титрування під час стандартизації робочих розчинів (титрантів).

Ацидиметрія, титранти в ацидиметрії. Які типи речовин можна кількісно визначати?

Алкаліметрія, титранти в алкаліметрії. Які типи речовин можна кількісно визначати?

Особливості прямого титрування, зворотного титрування, титрування замісника (замісникове титрування).

Титрування окремих наважок. Титрування аліквотних проб (аліквотних частин).

Розрахунок кількісного вмісту визначуваної речовини за результатами титрування.

Лабораторна робота №1

Приготування робочого розчину КОН

1. Теоретична частина.

Робочий розчин КОН найчастіше готують методом розведення більш концентрованого розчину, який готують розчиненням кристалічного КОН у воді. За допомогою ареометра визначають густину концентрованого розчину КОН. З довідкової таблиці (див. «Додаток» у кінці лабораторного журналу) визначають за густиною приблизну масову частку КОН або молярну концентрацію КОН у такому більш концентрованому розчині. Потім розраховують, який об'єм концентрованого розчину КОН потрібен для приготування певного об'єму робочого розчину КОН з потрібною молярною концентрацією еквівалента.

2. Хід роботи.

У циліндр наливають концентрований розчин КОН, за допомогою ареометра вимірюють густину розчину. У довідковій таблиці знаходять числове значення молярної концентрації цього розчину.

За формулою: $c_1(\text{KOH}) \cdot V_1(\text{р-ну}) = c_2(\text{KOH}) \cdot V_2(\text{р-ну})$ розраховують, який об'єм концентрованого розчину КОН потрібно для приготування 250мл розчину КОН з $c(\text{KOH}) = 0,1 \text{ моль/л}$.

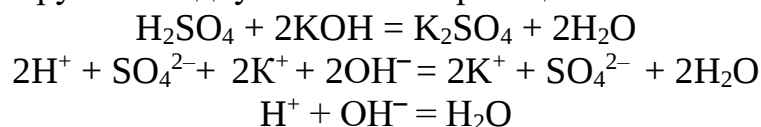
За допомогою мірного циліндра переносять розрахований об'єм розчину КОН у мірну колбу на 250мл. Об'єм розчину доводять до кільцевої позначки дистильованою водою і старанно перемішують. Розчин використовують для виконання наступних лабораторних робіт № 2 та № 3.

Лабораторна робота №2

Визначення точної молярної концентрації еквівалента робочого розчину КОН

1. Теоретична частина

Для визначення точної молярної концентрації еквівалента робочого розчину КОН використовують метод титрування стандартного розчину сульфатної кислоти. При титруванні відбувається така реакція:



Стрибок титрування знаходиться в інтервалі рН від 4 до 10. З теорії індикаторів відомо, що для визначення КТТ можна використовувати індикатори, інтервал переходу яких знаходиться в межах стрибка титрування. Отже, якщо стрибок титрування знаходиться в інтервалі рН від 4 до 10, то придатними індикаторами будуть: фенолфталеїн (інтервал переходу в межах рН 8 – 10), метиловий червоний (інтервал переходу в межах рН 4,2 – 6,2).

2. Хід роботи

Бюретку попередньо промивають 3 рази і заповнюють приготованим розчином КОН.

Піпетку спочатку промивають стандартним розчином H_2SO_4 , а потім відміряють промитою піпеткою 10мл стандартного розчину H_2SO_4 і переносять у конічну колбу. Додають 2 – 3 краплі розчину фенолфталеїну і титрують приготованим у попередній лабораторній роботі розчином КОН до появи блідо-рожевого забарвлення, що зберігається не менше 30 секунд. Відміряють за шкалою бюретки об'єм розчину КОН, що був витрачений на титрування, і записують у таблицю. Для одержання достовірних результатів усю процедуру повторюють 3 рази.

3. Результати роботи і розрахунки

$c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = \dots\dots\dots v(\text{H}_2\text{SO}_4) = \dots\dots\dots$

Таблиця

№	V(KOH), мл	V _{середн.} (KOH), мл	c(KOH), моль/л
1			
2			
3			

Для розрахунків беруть середнє значення об'єму КОН. Молярну концентрацію еквівалента робочого розчину КОН розраховують за формулою:

$$c(\text{KOH}) = \frac{c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) \cdot V(\text{H}_2\text{SO}_4)}{V_{\text{середн.}}(\text{KOH})}$$

$c(\text{KOH}) = \underline{\hspace{2cm}}$

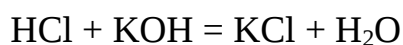
моль/л.

Лабораторна робота №3. Визначення вмісту хлоридної кислоти у фармацевтичному препараті

1. Теоретична частина

Хлоридна кислота (застаріла назва «кислота хлороводнева») розбавлена (*Acidum hydrochloricum dilutum*) HCl — безбарвна прозора рідина зі своєрідним запахом, кислого смаку; змішується з водою та спиртом у всіх співвідношеннях з утворенням розчинів сильно кислої реакції.

Для визначення точної концентрації HCl у фармацевтичному препараті використовують метод титрування робочим розчином KOH . При титруванні відбувається така реакція:



Стрибок титрування знаходиться в інтервалі рН від 4 до 10. Придатними індикаторами будуть: фенолфталеїн (інтервал переходу в межах рН 8 – 10), метиловий червоний (інтервал переходу в межах рН 4,2 – 6,2).

2. Хід роботи

Бюретку заповнюють робочим розчином KOH , точна молярна концентрація еквівалента якого визначена у попередній лабораторній роботі. У конічну колбу із притертою скляною пробкою наливають 20мл дистильованої води, закривають скляною пробкою і точно зважують. Додають у колбу 1,5 мл аналізованого розчину хлоридної кислоти. Колбу закривають скляною пробкою і знову зважують. Потім відкривають колбу, додають 2 – 3 краплі розчину індикатора і титрують робочим розчином KOH до появи блідо-рожевого забарвлення, що зберігається не менше 30 секунд. Відміряють за шкалою бюретки об'єм розчину KOH , що був витрачений на титрування, і записують у таблицю. Для одержання достовірних результатів відважування розчину HCl і титрування повторюють 3 рази.

3. Результати роботи та розрахунки

Масу розчину HCl розраховують за формулою:

$$m(\text{розчину HCl}) = m(\text{колби з водою і HCl}) - m(\text{колби з водою}).$$

$$m_1(\text{розчину HCl}) =$$

$$m_2(\text{розчину HCl}) =$$

$$m_3(\text{розчину HCl}) =$$

Масу HCl розраховують за формулою:

$$m(\text{HCl}) = c(\text{KOH}) \cdot \frac{V(\text{KOH})}{1000} \cdot M(\text{HCl})$$

$$m_1(\text{HCl}) =$$

$$m_2(\text{HCl}) =$$

$$m_3(\text{HCl}) =$$

Масову частку HCl в аналізованому розчині розраховують за формулою:

$$\omega(\text{HCl}) = \frac{m(\text{HCl})}{m(\text{р - ну})} \cdot 100\%$$

$$\omega_1(\text{HCl}) =$$

$$\omega_2(\text{HCl}) =$$

$$\omega_3(\text{HCl}) =$$

Середнє значення $\omega(\text{HCl})$ розраховують за формулою:

$$\omega_{\text{серед.}}(\text{HCl}) = \frac{\omega_1(\text{HCl}) + \omega_2(\text{HCl}) + \omega_3(\text{HCl})}{3} =$$

Одержані числові дані записуємо у таблицю

						Таблиця
т(колби з водою)	т(колби з водою і HCl)	т(розчину HCl)	V(кон)	т(HCl)	$\omega(\text{HCl})$	Середнє значення $\omega(\text{HCl})$

Висновок про відповідність вимогам Фармакопеї: _____

Заняття 3. Розрахунки результатів титрування та оптимальної наважки аналізованої речовини.
Контроль засвоєння змістового модуля 4. Тестові завдання з бази даних «КРОК 1». Письмова контрольна робота.

Питання для теоретичної підготовки

Можливості та галузі застосування методу кислотно-основного титрування. Обґрунтування можливості визначення речовин з кислотно-основними властивостями на основі констант кислотності або основності та константи титрування:

- титрування сильних кислот сильними основами (та навпаки);
- титрування слабких кислот сильними основами та слабких основ сильними кислотами;
- титрування багатоосновних кислот і багатокислотних основ.

Титрування в неводних середовищах (протолітометрія). Титранти та індикатори методу. Галузі застосування. Переваги та недоліки.

Методичні рекомендації для розв'язання задач, що стосуються розрахунків результатів титрування

Для розрахунків маси визначуваної речовини за результатами прямого титрування використовують таку формулу:

$$m(X) = c\left(\frac{1}{2}t - t_y\right) \cdot v(t - t_y) \cdot M\left(\frac{1}{2}X\right),$$

де $m(X)$ – маса визначуваної речовини X ,

$c\left(\frac{1}{2}t - t_y\right)$ – молярна концентрація еквівалента титранту, моль/л,

$v(t - t_y)$ – об'єм титранту, л,

$M\left(\frac{1}{2}X\right)$ – молярна маса еквівалента визначуваної речовини, г/моль.

У випадку зворотного титрування, коли використовують два титранту: титрант 1 ($t - n_{t1}$) і титрант 2 ($t - n_{t2}$), для розрахунку маси визначуваної речовини $m(X)$ використовують таку формулу:

$$m(X) = [c\left(\frac{1}{2}t - t_{y1}\right) \cdot v(t - t_{y1}) - c\left(\frac{1}{2}t - t_{y2}\right) \cdot v(t - t_{y2})] \cdot M\left(\frac{1}{2}X\right)$$

де $m(X)$ — маса визначуваної речовини X ;

$c\left(\frac{1}{2}t - t_{y1}\right)$ — молярна концентрація еквівалента титранту1, моль/л;

$v(t - t_{y1})$ — об'єм титранту1, в літрах;

$c\left(\frac{1}{2}t - t_{y2}\right)$ — молярна концентрація еквівалента титранту2, моль/л;

$v(t - t_{y2})$ — об'єм титранту2, в літрах;

$M\left(\frac{1}{2}X\right)$ — молярна маса еквівалента визначуваної речовини, г/моль.

Приклад. Кількісне визначення NH_3 методом зворотного титрування, коли використовують два титранти:

а) титрант 1 — стандартний розчин HCl , який додають у надлишку. Титрант 1 безпосередньо реагує з визначуваною речовиною:



б) титрант 2 — стандартний розчин $NaOH$, який реагує з надлишком HCl .

Для розрахунку маси визначуваної речовини $m(NH_3)$ використовують таку формулу:

$$m(NH_3) = [c(HCl) \cdot V(HCl) - c(NaOH) \cdot V(NaOH)] \cdot M(NH_3).$$

Приклади розв'язання типових задач

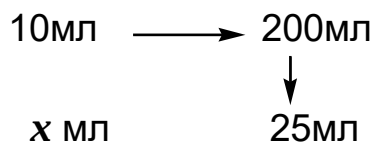
Приклад 1. Визначити масову концентрацію Na_2CO_3 у розчині за

такими даними: 10мл аналізованого розчину перенесли у мірну колбу на 200мл. Об'єм розчину доводять до кільцевої позначки дистильованою водою і старанно перемішують. На ацидиметричне титрування відміряли за допомогою піпетки 25 мл розбавленого у мірній колбі розчину Na_2CO_3 , додали 5 крапель розчину індикатора метилового червоного і протитрували робочим розчином HCl з $c(\text{HCl}) = 0,09821 \text{ моль/л}$. На титрування було витрачено 11,24 мл робочого розчину HCl . $M(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 105,99 \text{ г/моль}$.

Розв'язання:

Дано:
$v_1(\text{р-ну препарату}) = 10 \text{ мл};$
$v(\text{мірн. к.}) = 200 \text{ мл};$
$v(\text{піпетки}) = 25 \text{ мл};$
$c(\text{HCl}) = 0,09821 \text{ моль/л};$
$v(\text{HCl}) = 11,24 \text{ мл};$
$M(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 105,99 \text{ г/моль}$
$\rho(\text{Na}_2\text{CO}_3) — ?$

1. Складаємо схему розведення 10мл аналізованого розчину у мірній колбі на 200мл і розраховуємо, який об'єм початкового аналізованого розчину перейшов до аліквоти 25 мл.



$$x = \frac{25 \cdot 10}{200} = 1,25 \text{ мл.}$$

2. Розраховуємо масу Na_2CO_3 в аліквотній пробі, яку титрували.

$$m(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0,09821 \text{ моль/л} \cdot \frac{11,24}{1000} \text{ л} \cdot \frac{105,99}{2} \text{ г/моль} = 0,05850 \text{ г.}$$

3. Розраховуємо $\rho(\text{Na}_2\text{CO}_3)$:

$$\rho(\text{Na}_2\text{CO}_3) = \frac{m(\text{Na}_2\text{CO}_3)}{v(\text{р-ну})} = \frac{0,05850 \text{ г}}{1,25 \text{ мл}} = 0,0468 \text{ г/мл} = 46,8 \text{ г/л.}$$

Приклад 2. Для кількісного визначення $\text{Ba}(\text{OH})_2$ у розчині використали метод зворотного титрування. До аналізованого розчину $\text{Ba}(\text{OH})_2$ додали за допомогою піпетки 25 мл стандартного розчину H_2SO_4 з $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ моль/л}$. Надлишкову кількість H_2SO_4 відтитрували стандартним розчином NaOH з $c(\text{NaOH}) = 0,08542 \text{ моль/л}$. На титрування було витрачено 12,48 мл стандартного розчину NaOH . Розрахувати масу $\text{Ba}(\text{OH})_2$ в аналізованому розчині. $M(\text{Ba}(\text{OH})_2) = 171,34 \text{ г/моль}$.

Розв'язання:

Дано:
$V(\text{H}_2\text{SO}_4) = 25 \text{ мл} = 0,025 \text{ л};$
$c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ моль/л}$
$V(\text{NaOH}) = 12,48 \text{ мл} = 0,01248 \text{ л};$
$c(\text{NaOH}) = 0,08512 \text{ моль/л}$
$M(\text{Ba}(\text{OH})_2) = 171,34 \text{ г/моль.}$
$m(\text{Ba}(\text{OH})_2) — ?$

Розрахунок маси речовини $\text{Ba}(\text{OH})_2$ за результатами зворотного титрування, якщо використовують титрант 1 — H_2SO_4 ; титрант 2 — NaOH , проводять за такою формулою:

$$m(\text{Ba}(\text{OH})_2) = [c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) \cdot V(\text{H}_2\text{SO}_4) - c(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH})] \cdot M(\frac{1}{2}\text{Ba}(\text{OH})_2);$$

$$m(\text{Ba}(\text{OH})_2) = [0,1 \text{ моль/л} \cdot 0,025 \text{ л} - 0,08512 \text{ моль/л} \cdot 0,01124 \text{ л}] \cdot 85,67 \text{ г/моль} = 0,1322 \text{ г}.$$

Відповідь: $m(\text{Ba}(\text{OH})_2) = 0,1322 \text{ г}$.

Задачі для самостійного розв'язання

1. Наважку препарату масою 0,1676 г, що містить NaHCO_3 , розчинили у воді і провели ацидиметричне титрування робочим розчином HCl з індикатором метиловим червоним, $c(\text{HCl}) = 0,1048 \text{ моль/л}$. Точці еквівалентності відповідає об'єм робочого розчину 18,95 мл. Визначити масову частку NaHCO_3 у препараті, а також титр робочого розчину за NaHCO_3 . $M(\text{NaHCO}_3) = 84,01 \text{ г/моль}$.

Відповідь: $\omega(\text{NaHCO}_3) = 99,5\%$. $T_{\text{HCl}/\text{NaHCO}_3} = 0,008804 \text{ г/мл}$.

2. Наважку препарату масою 0,5785г, що містить кристалогідрат оксалатної кислоти $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, розчинили у воді. Розчин перенесли у мірну колбу на 100мл. Об'єм розчину довели до кільцевої позначки дистильованою водою і старанно перемішали. Відібрали піпеткою 20мл виготовленого розчину і провели алкаліметричне титрування робочим розчином натрій гідроксиду із $c(\text{NaOH}) = 0,1060 \text{ моль/л}$. Точці еквівалентності відповідає об'єм робочого розчину 16,45мл. Визначити масову частку $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ у препараті. $M(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 126.066 \text{ г/моль}$. Фактор еквівалентності для оксалатної кислоти $1/2$.

Відповідь: $\omega(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 99,0\%$.

3. Наважку препарату масою 1,9313 г, що містив натрій гідроксид, розчинили у воді в мірній колбі місткістю 250 мл. Об'єм розчину довели до кільцевої позначки дистильованою водою і старанно перемішали. Відібрали піпеткою 10мл виготовленого розчину і провели ацидиметричне титрування робочим розчином H_2SO_4 , $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1048 \text{ моль/л}$. На титрування витратили 15,48мл робочого розчину. Визначити масову частку натрій гідроксид у зразку, що аналізувався. $M(\text{NaOH}) = 40,00 \text{ г/моль}$.

Відповідь: $\omega(\text{NaOH}) = 84,0\%$.

4. Розрахувати масову концентрацію NH_3 у розчині за такими даними: 5 мл аналізованого розчину NH_3 перенесли у конічну колбу, розбавили дистильованою водою, додали за допомогою піпетки 25 мл стандартного розчину HCl з $c(\text{HCl}) = 0,500 \text{ моль/л}$ і 5 крапель розчину індикатора метилового червоного. Надлишкову кількість HCl відтитрували робочим розчином KOH . На титрування було витрачено 12,48 мл робочого розчину KOH з $c(\text{KOH}) = 0,0924 \text{ моль/л}$. $M(\text{NH}_3) = 17,03 \text{ г/моль}$.

Відповідь: $\rho(\text{NH}_3) = 38,64 \text{ г/л}$

5. Для проведення аналітичних досліджень 10мл розчину $\text{Ba}(\text{OH})_2$ перенесли у мірну колбу місткістю 250мл. Об'єм розчину

довели до кільцевої позначки дистильованою водою і старанно перемішали. За допомогою піпетки 20мл цього розчину перенесли у конічну колбу і провели ацидиметричне титрування робочим розчином HCl , $c(\text{HCl}) = 0,01 \text{ моль/л}$. На титрування було витрачено 18,15 мл робочого розчину HCl . Визначити масову концентрацію $\text{Ba}(\text{OH})_2$ у розчині, що аналізувався. $M(\text{Ba}(\text{OH})_2) = 171,342 \text{ г/моль}$.

Відповідь: $\rho(\text{Ba}(\text{OH})_2) = 19,436 \text{ г/л}$

6. Визначити масову концентрацію Na_2CO_3 у розчині за такими даними: 10мл аналізованого розчину перенесли у мірну колбу на 200мл. Об'єм розчину доводять до кільцевої позначки дистильованою водою і старанно перемішують. На ацидиметричне титрування відміряли за допомогою піпетки 20 мл розбавленого у мірній колбі розчину Na_2CO_3 додали 5 крапель розчину індикатора метилового червоного і протитрували робочим розчином HCl з $c(\text{HCl}) = 0,09821 \text{ моль/л}$. На титрування було витрачено 13,42 мл робочого розчину. $M(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 105,99 \text{ г/моль}$.

Відповідь: $\rho(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 69,846 \text{ г/л}$.

Розрахунки оптимальної наважки аналізованої речовини

Маса наважки препарату для проведення аналізу вибирається за певними правилами. Якщо маса наважки занадто мала, то на титрування витратиться дуже малий об'єм титранту; тому буде значна відносна похибка аналізу. Якщо ж узяти занадто велику наважку препарату, то на титрування буде потрібно витратити більше однієї бюретки титранту (що істотно підвищує собівартість аналізу та суттєво збільшує похибку аналізу). Тому вибирають оптимальну масу наважки (не дуже маленьку і не занадто велику, а таку, щоб зручно було проводити аналіз з максимально високою точністю).

У титриметричному аналізі потрібно брати таку наважку препарату, для якої об'єм витраченого титранту відраховувався б на середній області бюретки, де похибка вимірювання об'єму титранту буде мінімальна. Для бюретки на 25мл — це об'єм витраченого титранту в межах інтервалу від 10мл до 20мл, для бюретки на 50мл — від 20мл до 40мл тощо.

У розрахунках оптимальної маси наважки препарату (аналізованої речовини) також враховують, якщо відомо, можливу масову частку визначуваної речовини у препараті.

Знаючи необхідний оптимальний об'єм титранту, а також приблизну масову частку визначуваної речовини у препараті, можна розрахувати оптимальну масу наважки препарату.

Методичні рекомендації для розв'язання задач

Приклад 1. Розрахувати оптимальну наважку препарату, що містить 2-гідроксипропан-1,2,3-трикарбонову кислоту (лимонну кислоту) $\text{H}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$ для визначення точного вмісту лимонної кислоти у препараті. За попередніми даними препарат містить приблизно 80%

лимонної кислоти. Методика кількісного визначення лимонної кислоти: наважку лимонної кислоти розчиняють у воді, додають 3 – 5 крапель розчину індикатора фенолфталеїну і титрують робочим розчином NaOH з $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/л до блідо-рожевого забарвлення. Об'єм робочого розчину має бути у межах інтервалу від 10мл до 20мл. Фактор еквівалентності лимонної кислоти дорівнює $\frac{1}{3}$. $M(\text{H}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7) = 192,1\text{г/моль}$

Дано: $\omega(\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7) \approx 80\%$ $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/л $v(\text{NaOH}) = 10 \div 20$ мл $M(\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7) = 192,1\text{г/моль}$ $\frac{1}{Z} = \frac{1}{3}$	Розв'язання: Записуємо потрібні формули: $\omega(\text{H}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7) = \frac{m(\text{H}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7)}{m(\text{препар.})} \cdot 100\%.$ $m(\text{H}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7) = c(\text{NaOH}) \cdot \frac{v(\text{NaOH})}{1000} \cdot \frac{M(\text{H}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7)}{3}$ 1. Розраховуємо, скільки грамів чистої лимонної кислоти може прореагувати з 10мл розчину NaOH (нижня межа заданого в умові задачі інтервалу об'єму титранту):
$m_1(\text{препарату}) — ?$ $m_2(\text{препарату}) — ?$	

$$m(\text{H}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7) = 0,5\text{моль/л} \cdot \frac{10}{1000}\text{л} \cdot \frac{192,1}{3}\text{г/моль} = 0,3202\text{г}.$$

2. Розраховуємо масу препарату з $\omega(\text{H}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7) \approx 80\%$, що містить 0,3202 г лимонної кислоти:

$$m(\text{преп.}) = \frac{m(\text{H}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7)}{80\%} \cdot 100\% = \frac{0,3202}{80\%} \cdot 100\% = 0,40025\text{г} \cdot 0,4\text{г}.$$

Отже, для нижньої межі об'єму робочого розчину (10 мл) наважка препарату становить 0,4г.

Аналогічно розраховуємо наважку препарату для верхньої межі об'єму робочого розчину (20 мл):

$$m_2(\text{H}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7) = 0,5\text{моль/л} \cdot \frac{20}{1000}\text{л} \cdot \frac{192,1}{3}\text{г/моль} = 0,6404\text{г}.$$

$$m_2(\text{преп.}) = \frac{m(\text{H}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7)}{80\%} \cdot 100\% = \frac{0,6404}{80\%} \cdot 100\% = 0,8005\text{г} \cdot 0,8\text{г}.$$

Відповідь: оптимальна наважка препарату для визначення точного вмісту лимонної кислоти знаходиться в межах інтервалу від 0,4г до 0,8г.

Приклад 2. Розрахувати оптимальну наважку препарату для кількісного визначення вмісту піридин-3-карбонової кислоти, $\text{NC}_5\text{H}_5\text{—COOH}$ (медична назва — нікотинова кислота). Препарат за попередніми даними містить приблизно 40% нікотинової кислоти. Методика кількісного визначення: наважку препарату розчиняють у воді. Об'єм розчину в мірній колбі на 200мл доводять до кільцевої

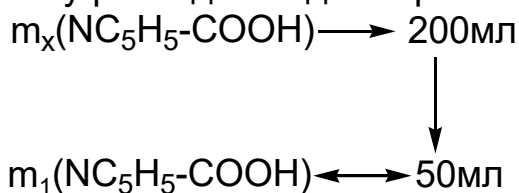
позначки дистильованою водою і старанно перемішують. Відбирають піпеткою 50мл виготовленого розчину, переносять у конічну колбу, додають індикатор фенолфталеїн і титрують робочим розчином NaOH з молярною концентрацією еквівалента 0,05моль/л. $M(\text{NC}_5\text{H}_5\text{--COOH}) = 123,126 \text{ г/моль}$. Об'єм робочого розчину має бути у межах інтервалу від 10мл до 20мл.

Розв'язання:

Дано:	Записуємо потрібні формули:
$\omega(\text{NC}_5\text{H}_5\text{--COOH}) \approx 40\%$;	$\omega(\text{NC}_5\text{H}_5\text{--COOH}) = \frac{m(\text{NC}_5\text{H}_5\text{--COOH})}{m(\text{препар.})} \times 100\%$.
$v(\text{мірн. к.}) = 200\text{мл}$;	
$v(\text{піпетки}) = 50\text{мл}$;	
$c(\text{NaOH}) = 0,05\text{моль/л}$;	$m(\text{NC}_5\text{H}_5\text{--COOH}) = c(\text{NaOH}) \cdot \frac{v(\text{NaOH})}{1000} \cdot M(\text{NC}_5\text{H}_5\text{--COOH})$
$v(\text{NaOH}) = 10 \div 20\text{мл}$;	
$M(\text{NC}_5\text{H}_5\text{--COOH}) = 123,126 \text{ г/моль}$	1. Розраховуємо, скільки ніотинової кислоти $\text{NC}_5\text{H}_5\text{--COOH}$ може прореагувати з 10мл розчину NaOH (нижня межа заданого в умові задачі інтервалу об'єму титранту):
$m_1(\text{наважки}) = ?$	
$m_2(\text{наважки}) = ?$	

$$m_1(\text{NC}_5\text{H}_5\text{--COOH}) = 0,05 \cdot \frac{10}{1000} \cdot 123,13 = 0,06159 \text{ г}$$

2. Складаємо схему розведення для мірної колби на 200мл:



Розраховуємо за схемою розведення потрібну масу (m_x) ніотинової кислоти у наважці препарату для нижньої межі за формулою:

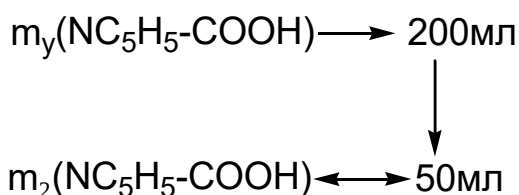
$$m_x(\text{NC}_5\text{H}_5\text{--COOH}) = \frac{m_1(\text{NC}_5\text{H}_5\text{--COOH}) \cdot 200}{50} = \frac{0,06159 \cdot 200}{50} = 0,2464 \text{ г}$$

3. Розраховуємо нижню межу оптимальної наважки препарату, в якому за умовою задачі міститься $\approx 40\%$ ніотинової кислоти:

$$m_1(\text{наважки}) = \frac{0,2464\text{г} \cdot 100\%}{40\%} = 0,6160\text{г}$$

Аналогічно проводимо розрахунок для верхньої межі заданого в умові задачі інтервалу об'єму титранту (20мл):

$$m_2(\text{NC}_5\text{H}_5\text{--COOH}) = 0,05 \cdot \frac{20}{1000} \cdot 123,13 = 0,1231\text{г};$$



$$m_y(\text{NC}_5\text{H}_5 - \text{COOH}) = \frac{m_2(\text{NC}_5\text{H}_5 - \text{COOH}) \cdot 200}{50} = \frac{0,1231 \cdot 200}{50} = 0,4924 \text{ г};$$

$$m_2(\text{наважки}) = \frac{0,4924 \text{ г} \cdot 100\%}{40\%} = 1,2310 \text{ г}.$$

Відповідь: оптимальна наважка препарату для кількісного визначення вмісту нікотинової кислоти знаходиться в межах інтервалу від 0,616г до 1,231г.

Задачі для самостійного розв'язання

1. Розрахувати оптимальну наважку препарату для кількісного визначення вмісту NaHCO_3 , який за попередніми даними містить приблизно 90% NaHCO_3 . Методика кількісного визначення: наважку препарату розчиняють у воді в конічній колбі, додають 5 крапель розчину індикатора метилового червоного і титрують робочим розчином HCl з молярною концентрацією еквівалента $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ моль/л}$. Об'єм робочого розчину HCl має бути у межах інтервалу від 10мл до 20мл. $M(\text{NaHCO}_3) = 84,01 \text{ г/моль}$.

2. Розрахувати оптимальну наважку препарату для ацидиметричного визначення точного вмісту $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, який за попередніми даними містить приблизно 80% $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$. Методика ацидиметричного визначення: наважку препарату розчинили у воді, додали 5 крапель розчину індикатора метилового червоного і титрують робочим розчином HCl з молярною концентрацією еквівалента $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ моль/л}$. Об'єм робочого розчину HCl має бути у межах інтервалу від 10мл до 20мл. $M(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = 381,37 \text{ г/моль}$.

3. Розрахувати оптимальну наважку препарату, який за попередніми даними містить приблизно 40% літій гідроксиду LiOH , для точного кількісного визначення вмісту LiOH . Методика кількісного визначення: наважку препарату розчиняють у воді в мірній колбі на 500мл. Об'єм розчину доводять до кільцевої позначки дистильованою водою і старанно перемішують. Відбирають піпеткою 10мл виготовленого розчину і титрують робочим розчином HCl з молярною концентрацією еквівалента $c(\text{HCl}) = 0,05 \text{ моль/л}$. Об'єм робочого розчину HCl має бути у межах інтервалу від 10мл до 20мл. $M(\text{LiOH}) = 23,948 \text{ г/моль}$.

КОНТРОЛЬ ЗАСВОЄННЯ ЗМІСТОВОГО МОДУЛЯ 4

Питання для підготовки

Титриметричні методи аналізу

Сутність та класифікація титриметричних методів аналізу. Вимоги до реакцій в титриметричних методах аналізу. Титранти (стандартні розчини), способи їх приготування.

Способи вираження концентрації титрантів: молярна концентрація, молярна концентрація еквівалента, титр, титр за визначуваною речовиною, поправочний коефіцієнт.

Способи титрування (пряме, зворотне та по заміщенню) та методи титрування (титрування окремих наважок і піпетування). Сутність, переваги та недоліки.

Точка еквівалентності, кінцева точка титрування. Способи фіксування точки еквівалентності.

Мірний посуд у титриметричному аналізі, його класифікація. Точність вимірювання об'ємів. Калібрування мірного посуду.

Розрахунки в титриметричних методах аналізу

Формули для розрахунку:

- а) наважки речовини;
- б) молярної концентрації еквівалента титранту;
- в) титру;
- г) титру титранту за визначуваною речовиною;
- д) маси речовини за результатами титрування для різних способів і методів титрування з урахуванням різних способів вираження концентрації титрантів.

Правильність і відтворюваність результатів аналізу. Помилки в кількісному аналізі.

Кисотно-основне титрування

Сутність кислотно-основного титрування. Ацидиметрія. Алкаліметрія. Кислотно-основні властивості речовин. Уявлення про кислоти та основи. Катіонні, аніонні та молекулярні кислоти та основи. Амфоліти. Константи кислотності та основності.

Вплив природи розчинника на кислотно-основні властивості речовин. Класифікація неводних розчинників: протогенні (кислотні), протофільні (основні), амфіпротні та апротонні.

Хімізм кислотно-основної взаємодії при титруванні сильних і слабких кислот.

Титранти методу кислотно-основного титрування. Приготування та стандартизація розчинів кислот і лугів. Первинні та вторинні стандарти ацидиметрії та алкаліметрії.

Способи фіксування точки еквівалентності в кислотно-основному титруванні. рН-індикатори.

Основні характеристики рН-індикаторів: показник титрування, інтервал переходу індикатора. Структура та забарвлення метилоранжу, метилового червоного та фенолфталеїну в різних середовищах.

Принцип побудови кривих титрування. Розрахунок рН для побудови кривих титрування. Характер кривих титрування різних кислот і основ (сильних, слабких, багатоосновних). Точка еквівалентності та стрибок титрування на кривих титрування.

Способи підбору рН-індикаторів:

- а) якісний спосіб підбору рН-індикаторів за продуктами реакції;
б) спосіб кількісного підбору рН-індикаторів за кривими титрування.

Індикаторні помилки: протонна (H^+ – помилка), гідроксидна (OH^- – помилка), кислотна (HA – помилка) та основна (B – помилка).

Можливості методів кислотно-основного титрування:

- ☞ титрування сильних кислот сильними основами (та навпаки);
- ☞ титрування слабких кислот сильними основами та слабких основ сильними кислотами;
- ☞ титрування багатоосновних кислот і багатокислотних основ.
- ☞ титрування деяких солей.

Титрування в неводних середовищах (протолітометрія). Титранти та індикатори методу. Галузі застосування. Переваги та недоліки титрування в неводних середовищах.

ТЕСТОВІ ПИТАННЯ З БАЗИ ДАНИХ «КРОК 1»

Прочитати тестові питання з відповідями. Обґрунтувати правильну відповідь, яка стоїть першою.

1. У хімічній лабораторії хіміку-аналітику необхідно провести стандартизацію розчину натрій гідроксиду з молярною концентрацією 0,1 моль/л. Яку із сполук він вибере як первинний стандарт?

- Бензойну кислоту.
- Соляну кислоту.
- Сульфатну кислоту.
- Форміатну кислоту.
- Ацетатну кислоту.

2. Запропонуйте речовину для стандартизації розчину хлоридної кислоти в методі кислотно-основного титрування:

- Натрій тетраборат.
- Натрій гідроксид.
- Оксалатна кислота.
- Натрій хлорид.
- Цинк сульфат.

3. У титриметричному аналізі використовують метод нейтралізації. Які робочі розчини (титранти) використовують у цьому методі?

- KOH , HCl .
- $AgNO_3$, $BaCl_2$.
- $NaNO_2$, $Na_2S_2O_3$.
- KI , $K_2Cr_2O_7$.
- KI , $KMnO_4$.

4. У методах титриметричного аналізу використовують індикатори. Які індикатори використовують у методі кислотно-основного титрування?

- рН-індикатори.
- Редокс-індикатори.

Специфічні індикатори.
Металохромні індикатори.
Адсорбційні індикатори.

5. Для вибору індикатора в методі кислотно-основного титрування будують криві титрування. Крива титрування даного методу — це залежність:

рН розчину від об'єму доданого титранту.
рН розчину від концентрації розчину доданого титранту.
рН розчину від об'єму досліджуваного розчину.
концентрації досліджуваної сполуки від рН розчину.
рН розчину від температури.

6. В контрольно-аналітичній лабораторії необхідно хіміку-аналітику провести стандартизацію розчину хлоридної кислоти. За якою речовиною можна провести стандартизацію?

За натрій тетраборатом.
За натрій ацетатом.
За натрій нітритом.
За натрій сульфідом.
За натрій фосфатом.

7. Методом кислотно-основного титрування визначають:
кислоти, основи, а також деякі солі, що гідролізують.
тільки сильні кислоти.
тільки сильні основи.
тільки сильні кислоти і слабкі основи.
тільки солі, що гідролізують.

8. При титруванні препарату хлоридної кислоти 0,1 моль/л розчином NaOH використали індикатор метиловий червоний (pT=5,5) при цьому отримали індикаторну похибку:

гідроксонієву.
кислотну.
гідроксильну.
основну.
гідроксильну або основну.

9. За допомогою якого титриметричного методу аналізу можна провести кількісне визначення сульфатної кислоти титруванням розчином Калій гідроксиду?

Алкаліметрії.
Ацидиметрії.
Окиснення-відновлення.
Осадження.
Комплексоутворення.

10. Укажіть значення фактора еквівалентності Na_2CO_3 при кількісному визначенні відповідно до реакції: $\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{HCl} = \text{NaCl} + \text{NaHCO}_3$.

f=1.

$f=1/2$.

$f=2$.

$f=1/4$.

$f=4$.

11. Укажіть, яку пару з приведених речовин слід визначати методом зворотного кислотно-основного титрування:

$\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, CH_3COOH .

NaOH , KOH .

KOH , K_2CO_3 .

NaHCO_3 , NaOH .

Na_2CO_3 , NaCl .

12. Виберіть пару титрантів для визначення CH_3COOH методом зворотного титрування:

NaOH , HCl .

NaOH , KOH .

NaOH , AgNO_3 .

HCl , H_2SO_4 .

NH_4NCS , AgNO_3 .

13. Неводні розчинники, які використовують в аналітичній хімії, класифікують за їх здатністю приєднувати або відщеплювати протони. Вкажіть, до яких розчинників відносяться спирти:

Амфіпротні.

Протогенні.

Протофільні.

Апротонні.

Протогенні і амфіпротні.

14. Підберіть посуд, що використовується в титриметричних методах аналізу для вимірювання точного об'єму титранту під час титрування.

Бюретка.

Піпетка.

Мірна колба.

Мірний циліндр.

Мензурка.

15. Підберіть посуд, що використовується у титриметричних методах аналізу, для приблизного відмірювання об'ємів допоміжних реагентів.

Мірний циліндр.

Мірна колба.

Бюретка.

Піпетка.

Конічна колба.

16. Укажіть первинні стандартні речовини, що використовують для стандартизації розчинів титрантів (NaOH , KOH) методу алкаліметрії:

Щавлева або янтарна кислоти.
Оцтова або янтарна кислоти.
Мурашина й оцтова кислоти.
Сульфанілова і щавлева кислоти.
Сульфанілова і саліцилова кислоти.

17. Для вибору індикатора в методі кислотно-основного титрування будують криву титрування, що являє собою залежність:
рН розчину від об'єму доданого титранту.
рН розчину від концентрації розчину доданого титранту.
рН розчину від об'єму аналізованого розчину.
рН розчину від концентрації аналізованого розчину.
рН розчину від температури.

18. Стандартизацію розчину хлоридної кислоти проводять з використанням первинного стандартного розчину:

Na_2CO_3 .
 KMnO_4 .
 NaOH .
 I_2 .
 KI .

ЗМІСТОВИЙ МОДУЛЬ 5.

Методи окисно-відновного титрування

ЗАНЯТТЯ 4.

Перманганатометрія. Титрант методу та його стандартизація. Розрахункові та ситуаційні задачі.

Лабораторна робота «Визначення точної концентрації титранту калій перманганату KMnO_4 »

Питання для теоретичної підготовки

Сутність методів окисно-відновного титрування (ОВТ).

Класифікація методів окисно-відновного титрування.

Вимоги до реакцій в окисно-відновному титруванні.

Фіксування кінцевої точки титрування в методах окисно-відновного титрування. Індикатори окисно-відновного титрування, їх класифікація. Редокс-індикатори, їх характеристика.

Криві окисно-відновного титрування. Розрахунок редокс-потенціалів у різні моменти титрування. Від чого залежить стрибок титрування на кривій окисно-відновного титрування?

Перманганатометричне титрування. Сутність методу перманганатометричного титрування і основне рівняння методу.

Умови проведення перманганатометричного титрування. До яких продуктів відновлюється калій перманганат у кислому, нейтральному та

лужному середовищах? Чому дорівнює фактор еквівалентності та молярна маса еквівалента для кожного випадку?

Пояснити, чому перманганатометричне титрування проводять зазвичай у сульфатнокислому середовищі? Чому не використовують соляну кислоту для створення кислого середовища? Фіксування кінцевої точки титрування в перманганатометрії.

Титрант перманганатометричного титрування. Спосіб його приготування. Які реакції перебігають в свіжо виготовленому розчині калій перманганату? Первинні стандарти методу і стандартизація розчину калій перманганату за щавлевою кислотою.

Лабораторна робота № 4.

Визначення точної молярної концентрації еквівалента робочого розчину KMnO_4 за стандартним розчином $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$

1. Теоретична частина

У кислому середовищі взаємодія KMnO_4 з $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ відбувається за таким рівнянням:



Хоча різниця електродних потенціалів для цієї системи досить велика, проте на початку реакції швидкість взаємодії настільки мала, що на практиці титрування при кімнатній температурі провести неможливо. Тому підкислений сульфатною кислотою розчин оксалатної кислоти нагрівають до температури 50 – 60°C.

Ні в якому разі не можна нагрівати розчин до кипіння, бо при температурі кипіння розчину $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ частково розкладається:



2. Хід роботи

Бюретку заповнюють робочим розчином KMnO_4 . У конічну колбу відміряють піпеткою 10мл стандартного розчину $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$, додають мензуркою ≈ 5 мл розчину H_2SO_4 ($\omega(\text{H}_2\text{SO}_4) = 10\%$). Нагрівають до температури 50 – 60°C. Титрують гарячий розчин, додаючи окремими краплями робочий розчин KMnO_4 . Спочатку рожеве забарвлення від краплі розчину KMnO_4 зникає повільно. Титрування закінчують, коли від 1 краплі KMnO_4 розчин забарвиться у блідо-рожевий колір. Титрування повторюють 3 рази. Для розрахунків беруть середнє значення об'єму розчину KMnO_4 .

3. Результати роботи та розрахунки

$c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) = \dots\dots\dots$ моль/л. $V(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) \dots\dots\dots$

№	$V(\text{KMnO}_4)$, мл	$V_{\text{сер}}(\text{KMnO}_4)$, мл
1		
2		

3		
---	--	--

$$c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) \cdot V(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) = c(\frac{1}{5} \text{KMnO}_4) \cdot V_{\text{серед.}}(\text{KMnO}_4)$$

$$c(\frac{1}{5} \text{KMnO}_4) = \frac{c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) \cdot V(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4)}{V_{\text{серед.}}(\text{KMnO}_4)}$$

$$c(\frac{1}{5} \text{KMnO}_4) = \text{—————} = \text{моль/л.}$$

ЗАНЯТТЯ 5

Перманганатометрія. Лабораторна робота «Визначення вмісту гідроген пероксиду у препараті».

Бромато- і бромометричне титрування. Нітритометричне титрування.

Питання для теоретичної підготовки

Окисно-відновна характеристика гідроген пероксиду. Визначення гідроген пероксиду. Чи можливе визначення гідроген пероксиду перманганатометрично у присутності лимонної, саліцилової, барбітурової кислот.

Визначення Феруму(II). Чому при визначенні Феруму(II) розчин підкисляють сульфатною кислотою, а не хлоридною кислотою? Яка реакція відбувається у кислому середовищі при наявності хлорид-іонів? Захисна суміш Рейнгарда-Циммермана, склад та застосування.

Визначення нітритів. Сутність реверсивного титрування.

Визначення солей Кальцію, Барію та інших індиферентних речовин методом перманганатометрії.

Броматометричне та бромометричне титрування. Титранти, приготування та стандартизація. Які речовини визначають, які індикатори використовують?

Нітритометричне титрування. Титрант, стандартизація. Які речовини визначають нітритометричним титруванням, які індикатори використовують?

ТЕСТОВІ ПИТАННЯ З БАЗИ ДАНИХ «КРОК 1»

Прочитати тестові питання з відповідями. Обґрунтувати правильну відповідь, яка стоїть першою.

1. Для аналізу фармацевтичного препарату гідроген пероксиду застосовують метод прямого перманганатометричного титрування в кислому середовищі. Для створення сильно кислого середовища застосовується:

- Сірчана кислота
- Соляна кислота.
- Азотна кислота
- Щавлева кислота.
- Оцтова кислота.

2. Методами редоксиметрії проводять кількісне визначення окисників і відновників. Кількісне визначення якої з наведених речовин можна визначити цими методами:

- Гідроген пероксид
- Калію хлорид
- Натрію гідрокарбонат
- Натрію гідроксид
- Магнію сульфат

3. Кількісне визначення методом перманганатометрії проводять в кислому середовищі. Чому для створення середовища не використовують хлоридну кислоту?

- Вона має відновні властивості
- Реагуватиме з визначуваною речовиною
- Є безбарвною і леткою речовиною
- Не буває 100% масової частки у розчині

4. В контрольно-аналітичній лабораторії необхідно хіміку-аналітику провести стандартизацію вторинного розчину калію перманганату. За якою речовиною проводиться стандартизація?

- Кислота щавлева
- Натрію тетраборат.
- Калію біхромат.
- Натрію нітрит.
- Калію йодид.

5. Вкажіть, як визначають кінцеву точку титрування в методі перманганатометрії:

- За появою забарвлення від надлишкової краплі титранту.
- За утворенням комплексної сполуки індикатора з титрантом.
- За утворенням малорозчинної сполуки індикатора з титрантом.
- За утворенням малорозчинної сполуки індикатора
- За руйнуванням комплексу титрант — досліджувана речовина.

6. В якому середовищі найчастіше здійснюють титрування робочим розчином перманганату калію?

- у сірчанокиислому
- у спиртовому
- у нейтральному
- у слабо лужному
- у солянокислому

7. У методах титриметричного аналізу використовують реакції окислення-відновлення; комплексоутворення; осадження; нейтралізації тощо. Яку реакцію використовують при кількісному визначенні щавлевої кислоти, використовуючи робочий розчин перманганату калію?

- реакцію окиснення-відновлення
- реакцію розчинення осаду карбонату кальцію
- реакцію осадження
- реакцію нейтралізації

реакцію комплексоутворення

8. Для аналізу фармацевтичного препарату гідроген пероксиду застосовують метод прямого перманганатометричного титрування в кислому середовищі. КТТ визначають за:

появою блідо-рожевого забарвлення.

появою бурого осаду.

за зміною забарвлення фенолфталеїну.

за зміною забарвлення метилового червоного.

за зміною забарвлення лакмусового папірця.

Лабораторна робота № 5.

Визначення вмісту гідроген пероксиду у препараті

1. Теоретична частина

Вміст гідроген пероксиду (пероксиду водню) у розчині визначають, титруючи його робочим розчином калій перманганату. Титрування проводять у кислому середовищі. Реакція проходить за таким рівнянням:



Для створення кислого середовища у розчин H_2O_2 , який потрібно протитрувати, додають розчин сульфатної кислоти. Інші сильні кислоти (HCl , HBr , HI , HNO_3) для створення кислого середовища не використовують, бо HNO_3 проявляє окиснювальні властивості, може реагувати з визначуваною речовиною і впливати на результати титрування. Сильні кислоти HCl , HBr і HI мають відновні властивості і можуть реагувати з KMnO_4 , наприклад:



Індикатором у цьому титруванні є сам KMnO_4 , що має інтенсивне червоно-фіолетове забарвлення. У процесі титрування забарвлений KMnO_4 реагує з визначуваною речовиною, утворює безбарвні продукти. Тому розчин, який титрують не має забарвлення. Коли вся кількість визначуваної речовини прореагувала, то наступна надлишкова крапля реагенту забарвлює розчин у блідо-рожеве забарвлення. Отже, титрування розчину до блідо-рожевого забарвлення, що не зникає протягом 30 с, – звичайний спосіб фіксування точки еквівалентності в перманганатометрії.

2. Хід роботи

За допомогою піпетки 10мл аналізованого розчину H_2O_2 переносять у мірну колбу місткістю 500мл. Об'єм розчину доводять до кільцевої позначки і старанно перемішують. Для титрування відбирають піпеткою 10мл такого розбавленого розчину, переносять у конічну колбу, додають $\approx 5\text{мл}$ (мензуркою) розчину H_2SO_4 , титрують робочим розчином калій перманганату до появи стійкого блідо-рожевого забарвлення.

3. Результати роботи та розрахунки

Складаємо схему розведення, що показує скільки мілілітрів із початкового розчину H_2O_2 в результаті розведення перейшло в аліквотну пробу для титрування:

$$\begin{array}{ccc}
 10\text{мл} & \longrightarrow & 500\text{мл} \\
 & & \downarrow \\
 x & & 10\text{мл}
 \end{array}$$

$$x = \frac{10 \cdot 10}{500} = 0,2\text{мл}.$$

Отже, у результаті розведення у конічну колбу для титрування перейшло лише 0,2мл початкового розчину H_2O_2 .

Записуємо числові дані концентрації робочого розчину $c(\frac{1}{5} \text{KMnO}_4)$ та результати титрування:

$c(\frac{1}{5} \text{KMnO}_4) =$ моль/л; $v_1(\text{KMnO}_4) =$; $v_2(\text{KMnO}_4) =$

$v_3(\text{KMnO}_4) =$; $v_{\text{серед}}(\text{KMnO}_4) =$

Розраховуємо масу H_2O_2 в аліквотній пробі, яку було відтитровано:

$$m(\text{H}_2\text{O}_2) = c(\frac{1}{5} \text{KMnO}_4) \cdot V_{\text{серед}}(\text{KMnO}_4) \cdot M(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}_2).$$

$m(\text{H}_2\text{O}_2) =$ _____.

У першому наближенні приймають, густину початкового розчину рівну 1г/мл. Тоді $m(\text{р-ну}) = 0,2\text{г}$. Масову частку H_2O_2 в початковому розчині розраховують за формулою:

$$\omega(\text{H}_2\text{O}_2) = \frac{m(\text{H}_2\text{O}_2)}{m(\text{р-ну})} \cdot 100\% = \text{_____}$$

ЗАНЯТТЯ 6

Йодометрія. Йодометричне визначення окисників.

Лабораторна робота «Визначення точної концентрації титранту натрій тіосульфату та вмісту активного хлору в хлораміні»

Питання для теоретичної підготовки

Сутність методу йодометрії. Які реакції лежать в основі визначення окисників? Які титранти використовують?

Способи фіксування кінцевої точки титрування при проведенні визначення окисників.

Титранти методу йодометрії. Як готують стандартний розчин натрій тіосульфату? Як його стандартизують і зберігають? Чому розчин натрій тіосульфату не можна стандартизувати одразу після приготування. Як змінюється його титр при зберіганні, за рахунок яких реакцій?

Який спосіб титрування застосовують при визначенні окисників? Чому окисники не можна титрувати розчином йодиду Калій?

Застосування йодометрії для кількісного визначення:

— окисників (пероксид водню, активний хлор у хлорному вапні, активний хлор у хлораміні Б, йони міді(II), дихромат Калій, бромат Калій та ін.);

— катіонів металів, що утворюють осад з хромат-іонами (барій, стронцій, плумбум).

Лабораторна робота №6.

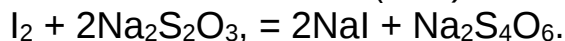
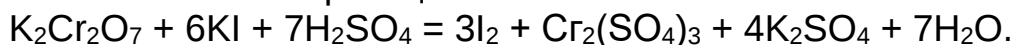
Визначення точної молярної концентрації еквівалента робочого розчину натрій тіосульфату

1. Теоретична частина

Вихідною речовиною (первинним стандартом) для визначення точної концентрації робочого розчину натрій тіосульфату є хімічно чистий $K_2Cr_2O_7$. Ця речовина відповідає вимогам до вихідної речовини:

- ✓ є хімічно чистою речовиною, яка не змінюється на повітрі, реальний склад відповідає хімічній формулі;
- ✓ добре розчиняється у воді і без змін зберігається у розчині;
- ✓ повністю і без побічних реакцій взаємодіє з робочим розчином.

При визначенні точної концентрації робочого розчину $Na_2S_2O_3$ відбуваються такі хімічні реакції:



Фактор еквівалентності для $K_2Cr_2O_7$ дорівнює $1/6$, а для $Na_2S_2O_3$ фактор еквівалентності дорівнює 1.

У методі йодометрії використовується як індикатор розчин крохмалю, який з молекулами I_2 утворює порівняно нестійку сполуку включення, що має темно-синій колір. Крім того між йодом та крохмалем може відбуватися побічна окисно-відновна реакція, швидкість якої залежить від концентрації реагуючих речовин. Тому, щоб звести практично до нуля витрати I_2 на цю побічну реакцію, крохмаль додають у розчин під кінець титрування, коли вміст молекулярного йоду незначний і розчин має блідо-жовте забарвлення.

2. Хід роботи

Бюретку заповнюють робочим розчином $Na_2S_2O_3$. У конічну колбу за допомогою піпетки переносять 10мл розчину $K_2Cr_2O_7$. Додають за допомогою мензурки ≈ 10 мл розчину H_2SO_4 і ≈ 10 мл розчину KI . Вільний молекулярний йод, що виділився, титрують робочим розчином $Na_2S_2O_3$. Титрування проводять спочатку без індикатора до блідо-жовтого забарвлення розчину. Потім у блідо-жовтий розчин додають 1 – 2мл розчину крохмалю (з'являється синє забарвлення) і, не доливаючи бюретки, закінчують титрування робочим розчином $Na_2S_2O_3$ до зникнення синього забарвлення розчину.

Титрування повторюють 3 рази. Для розрахунку беруть середнє значення об'єму $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

3. Результати роботи та розрахунки

$c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = \dots\dots\dots$ моль/л; $V(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 10\text{мл} = 0,01\text{л}$

$V_1(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = \dots\dots\dots$

$V_2(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = \dots\dots\dots$

$V_3(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = \dots\dots\dots$

$V_{\text{серед.}}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) =$

$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = \frac{c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) \cdot V(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)}{V_{\text{серед.}}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)} = \dots\dots\dots$

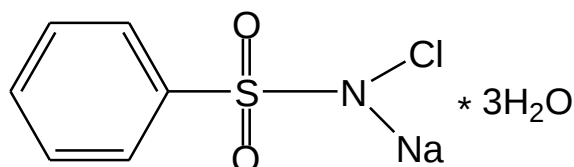
$C(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) =$ моль/л.

Лабораторна робота № 7

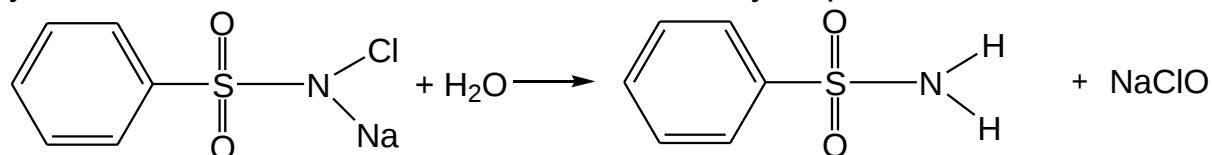
Визначення вмісту «активного» хлору в хлораміні Б

1. Теоретична частина

Хлораміни широко використовуються як дезінфікуючі засоби в медицині та санітарно-гігієнічній практиці. Застосовують декілька різновидів хлорамінів – хлорамін Б, хлорамін Т та інші. Хлорамін Б у кристалічному стані — тригідрат натрієвої солі монохлораміду бензолсульфофосфокислоти:

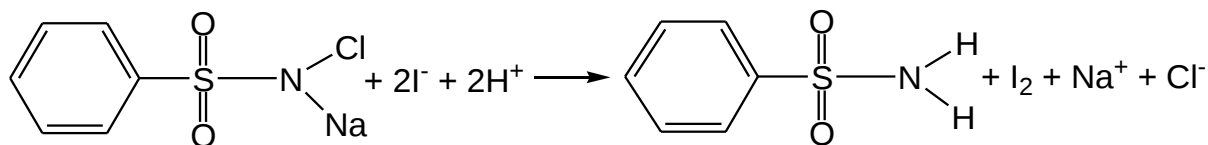


Ця сполука у водному розчині знаходиться у вигляді молекул, які в дуже малій кількості, взаємодіючи з водою, утворюють NaClO :



Саме завдяки NaClO , який утворюється при взаємодії хлораміну з водою, проявляються дезінфікуючі властивості хлораміну.

Кількісною характеристикою якості хлораміну Б є масова частка «активного» хлору в хлораміні Б. Для кількісного визначення «активного» хлору до розчину хлораміну додають надлишок калій йодиду та сульфатної кислоти. При цьому виділяється вільний йод, кількість якого еквівалентна кількості «активного» хлору що міститься у пробі хлораміну Б:



2. Хід роботи

На аптечних терезах зважують 4,0г хлораміну Б, пересипають у бюкс. На аналітичних терезах визначають точну масу бюкса з наважкою хлораміну Б. Наважку хлораміну Б переносять через конічну лійку у мірну колбу місткістю 500мл, а пустий бюкс зважують на аналітичних терезах. Масу наважки хлораміну Б розраховують за різницею між масою бюкса з наважкою і масою бюкса після того, як висипали порошок хлораміну до мірної колби. Наважку хлораміну Б, перенесену в мірну колбу, розчиняють у воді, об'єм розчину доводять до кільцевої позначки дистильованою водою і старанно перемішують.

За допомогою піпетки 10мл виготовленого розчину переносять у конічну колбу, додають циліндром $\approx 8 - 10$ мл розчину KI і стільки ж розчину H_2SO_4 . Колбу закривають годинниковим склом і залишають у темному місці на 3 – 5 хвилин для закінчення реакції. Бюретку заповнюють робочим розчином $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. Йод, що виділився, титрують робочим розчином натрій тіосульфату до жовтого забарвлення. Потім додають 1 – 2мл розчину крохмалю і, не доливаючи бюретки, продовжують титрування робочим розчином $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ до зникнення синього забарвлення. Титрування повторюють 3 рази.

Масу «активного» хлору $m(\text{Cl}_{\text{акт}})$ у взятій пробі хлораміну Б обчислюють за формулою:

$$m(\text{Cl}_{2 \text{ акт}}) = c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot M\left(\frac{1}{2} \text{Cl}_2\right),$$

де $V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ – об'єм робочого розчину натрій тіосульфату, затраченого на титрування 250мл розчину хлораміну Б. Масову частку «активного» хлору у хлораміні Б обчислюють за формулою:

$$\omega(\text{Cl}_{\text{акт}}) = \frac{m(\text{Cl}_{\text{акт}})}{m(\text{проби})}.$$

3. Результати роботи та розрахунки

Точна наважка хлораміну $m(\text{хлораміну}) = \dots\dots\dots\text{г.}$

$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) =$

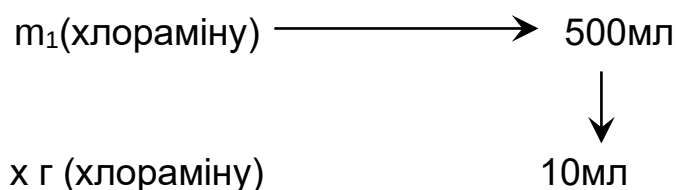
$v_1(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) =$

$v_2(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) =$

$v_{\text{серед}}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) =$

$v_3(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) =$

Складаємо схему розведення, яка показує, скільки грамів із початкової наважки хлораміну перейшло в аліквотну пробу для титрування у результаті розведення:



$$x = \frac{m(\text{хлораміну}) \cdot 10}{500} = \text{-----} = \text{-----} \text{ г}$$

Отже, у результаті розчинення у мірній колбі місткістю 500мл початкової наважки хлораміну в аліквотну пробу для титрування перейшло лишег хлораміну, позначимо її як $m_2(\text{хлораміну})$

Записуємо числові дані концентрації робочого розчину $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ та результати титрування:

$$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = \text{-----} \text{ моль/л}$$

Розраховуємо масу «активного» хлору у пробі, яку було відтитровано, а потім масову частку «активного» хлору у хлораміні.

$$m(\text{Cl}_2) = c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot M\left(\frac{1}{2} \text{Cl}_2\right) =$$

$$\omega(\text{Cl}_2) = \frac{m(\text{Cl}_2)}{m_2(\text{хлораміну})} \cdot 100\% =$$

де: $m_2(\text{хлораміну})$ – маса хлораміну, що знаходилась у 10мл аналізованого розчину хлораміну

$$\omega(\text{Cl}_2) = \text{-----} \cdot 100\% = \text{-----} \%$$

ЗАНЯТТЯ 7

ЙОДОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ ВІДНОВНИКІВ (ЙОДИМЕТРІЯ) Лабораторна робота «Визначення точної концентрації робочого розчину йоду та вмісту аскорбінової кислоти у препараті».

Контроль засвоєння змістового модуля 5. Тестові завдання з бази даних «КРОК 1». Письмова контрольна робота.

Питання для теоретичної підготовки

Сутність методу йодиметрії. Які реакції лежать в основі визначення відновників? Який титрант використовують?

Способи фіксування кінцевої точки титрування при йодиметричному і визначенні окисників.

Титрант методу йодиметрії. Як готують стандартний розчин йоду? Як його стандартизують і зберігають?

Які способи титрування використовують при визначенні відновників? Чому не всі відновники можна відтитрувати прямим способом?

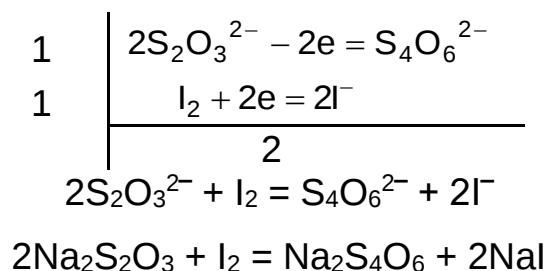
Застосування йодиметрії для визначення:

- відновників (оксид арсену(III), формальдегід у формаліні, сульфіти, меркаптани тощо);
- ненасичених органічних сполук (аскорбінова кислота та ін.);
- ароматичних і гетероциклічних сполук (антипирин та ін.);

Лабораторна робота № 8. Визначення точної концентрації робочого розчину I_2 за титруванням розчином $Na_2S_2O_3$

1. Теоретична частина

Точну концентрацію робочого розчину I_2 визначають за титруванням розчином $Na_2S_2O_3$. Вільний йод без побічних реакцій кількісно реагує з розчином натрій тіосульфату за таким рівнянням:



Індикатором у такому титруванні є розчин крохмалю, який від надлишкової крапліни розчину I_2 забарвлює розчин у блакитний колір (у випадку значного надлишку розчину I_2 — синє забарвлення).

2. Хід роботи

У конічну колбу за допомогою піпетки переносять 10мл титрованого розчину $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, що має відому молярну концентрацію еквівалента. Додають 1 – 2мл розчину крохмалю і титрують робочим розчином I_2 до появи стійкого блідо-блакитного забарвлення. Титрування повторюють 3 рази. Для розрахунку беруть середнє значення об'єму розчину I_2 .

3. Результати роботи та розрахунки

$C(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = \dots\dots\dots$; $V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 10\text{мл} = 0,01\text{л}$

$V_1(\text{I}_2) = \dots\dots\dots$;

$V_2(\text{I}_2) = \dots\dots\dots$;

$V_3(\text{I}_2) = \dots\dots\dots$

$$V_{\text{серед.}}(\text{I}_2) = \frac{V_1(\text{I}_2) + V_2(\text{I}_2) + V_3(\text{I}_2)}{3} = \dots\dots\dots$$

$$c(\frac{1}{2}\text{I}_2) = \frac{c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)}{V_{\text{серед.}}(\text{I}_2)} = \dots\dots\dots$$

Лабораторна робота № 9.

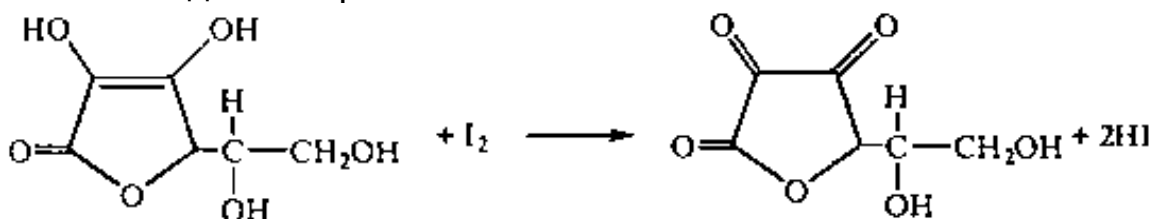
Визначення масової частки аскорбінової кислоти у препараті

1. Теоретична частина

Основна реакція методу:



Ця реакція оборотна. У залежності від умов вона може проходити у прямому напрямку або у зворотному напрямку. Фактор еквівалентності для вільного $\text{I}_2 = \frac{1}{2}$. Вільний йод є окисником середньої сили: нормальний окисно-відновний потенціал дорівнює +0,54В. Відновники досить легко окислюються вільним йодом. Прикладом може бути окиснення йодом аскорбінової кислоти:



Аскорбінова кислота – $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$; $M(\frac{1}{2}\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6) = 88,065\text{ г/моль}$.

Цю реакцію застосовують для йодометричного визначення аскорбінової кислоти.

2. Хід роботи

На аптечних терезах зважують 0,1г препарату, що містить аскорбінову кислоту і висипають у сухий чистий бюкс. На аналітичних

терезах із точністю до 0,0001 г визначають масу бюкса з наважкою препарату. Препарат аскорбінової кислоти висипають у конічну колбу для проведення кількісного визначення, а порожній бюкс зважують на аналітичних терезах. Обчислюють точну масу наважки препарату аскорбінової кислоти як різницю між масою бюкса з наважкою і масою порожнього бюкса.

Наважку препарату аскорбінової кислоти розчиняють у воді, додають 1 - 2мл розчину крохмалю і титрують робочим розчином йоду до блідо-синього стійкого забарвлення.

3. Результати роботи й обчислення.

$$c(\frac{1}{2} I_2) = \dots \quad V(I_2) =$$

$$m(\text{препарату аскорбінової кислоти}) = \dots \text{г.}$$

$$m(C_6H_8O_6) = C(\frac{1}{2} I_2) \cdot V(I_2) \cdot M(\frac{1}{2} C_6H_8O_6) =$$

$$\omega(C_6H_8O_6) = \frac{m(C_6H_8O_6) \cdot 100\%}{m(\text{препарату})} = \dots \%$$

Контроль засвоєння змістового модуля 5

Питання для теоретичної підготовки

Сутність методів окисно-відновного титрування (ОВТ). Вимоги до реакцій в ОВТ. Індуковані (спряжені) реакції, каталітичні та автокаталітичні реакції в аналітичній хімії. Класифікація методів окисно-відновного титрування.

Фіксування кінцевої точки титрування в методах ОВТ. Індикатори окисно-відновного титрування, їх класифікація. Редокс-індикатори, їх механізм дії та умови застосування.

Методи окисно-відновного титрування:

- ❖ перманганатометрія,
- ❖ йодометрія та йодиметрія,
- ❖ броматометрія та бромометрія,
- ❖ нітритометрія,
- ❖ дихроматометрія,
- ❖ йодатометрія,
- ❖ хлорйодиметрія,
- ❖ цериметрія.

Сутність методів. Основне рівняння для кожного методу. Титранти, способи приготування та стандартизації. Приклади використання.

Способи фіксування кінцевої точки титрування. Особливості та механізм дії окисно-відновних індикаторів.

Умови проведення визначень: способи титрування, рН, температура, каталізатори, введення добавок та ін.

Броматометрія, бромометрія. Сутність методу броматометрії. Титрант методу, його стандартизація. Індикатори методу броматометрії. Особливості проведення броматометричного титрування з використанням азоіндикаторів. Для чого в броматометрії проводять «сліпий дослід»?

Сутність методу бромометрії. Титрант методу. Що таке бромат-бромідна суміш? Як вона готується? В якому співвідношенні беруться калій бромат та калій бромід? Способи фіксування КТТ в бромометрії. Які способи титрування застосовують у бромометрії?

Застосування броматометрії для визначення:

- відновників способом прямого титрування (арсен (III) оксид, стибій(III) оксид, гідразин сульфат, гідроген пероксид тощо);
- окисників способом зворотного титрування (калій перманганат, гіпохлорити та ін.).

Застосування бромометрії для визначення:

- органічних сполук, здатних бромуватись (Натрій саліцилат, фенол, резорцин (м-діоксибензол), стрептоцид (*n*-амінобензолсульфаніламід), анестезин (етилловий ефір *n*-амінобензойної кислоти), новокаїн (діетиламіноетилловий ефір *n*-амінобензойної кислоти). 8-оксихінолін, сульфанілова кислота, анілін);
- для кількісного визначення катіонів металів, що осаджуються 8-оксихіноліном або антраніловою кислотою (Al^{3+} , Mg^{2+} та ін.).

Нітритометрія.

Сутність нітритометрії, різноманітність властивостей натрій нітриту, основні рівняння методу. Титрант методу, спосіб його приготування та особливості стандартизації.

Стандартизація натрій нітриту за сульфаніловою кислотою. Умови проведення реакції діазотування. Способи фіксування КТТ. Зовнішні та внутрішні індикатори, механізм їх дії.

Нітритометричне визначення відновників (арсен(III) оксид, стибій(III) оксид, станум(II) оксид, гідразин сульфат тощо).

Нітритометричне визначення окисників (калій перманганат, калій дихромат та ін.).

Нітритометричне визначення ароматичних амінів (новокаїн, стрептоцид та ін.).

ТЕСТОВІ ПИТАННЯ З БАЗИ ДАНИХ «КРОК 1»

Прочитати тестові питання з відповідями. Обґрунтувати правильну відповідь, яка стоїть першою.

1. Титрантом методу перманганатометрії є 0,1 М розчин калій перманганату, який готують як вторинний стандартний розчин. Точну концентрацію калій перманганату встановлюють за:

- арсен (III) оксидом.
- калій дихроматом.
- натрій хлоридом.

сульфатною кислотою.
калій гідроксидом.

2. Кількісний вміст гідроген пероксиду можна визначити безіндикаторним методом :

перманганатометрії.
броматометрії.
йодометрії.
нітритометрії.
аргентометрії.

3. У методах титриметричного аналізу використовують реакції окиснення-відновлення; комплексоутворення; осадження; нейтралізації тощо. Яку реакцію використовують при кількісному визначенні водню пероксиду, використовуючи робочий розчин KMnO_4 ?

Реакцію окиснення-відновлення.
Реакцію розчинення осаду CaCO_3 .
Реакцію осадження.
Реакцію нейтралізації.
Реакцію комплексоутворення.

4. У титриметричному аналізі використовують метод перманганатометрії. Який робочий розчин (титрант) використовують у методі перманганатометрії?

Розчин KMnO_4 .
Розчин $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.
Розчин $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.
Розчин H_2SO_4 .
Розчин BaCl_2 .

5. Який робочий розчин використовують у методі, що називається «нітритометрія»?

Натрій нітрит.
Калій нітрат.
Магній нітрит.
Амоній нітрит.
Ферум(III) нітрат.

6. Який робочий розчин використовують у методі, що називається «хроматометрія»?

Калій дихромат.
Хром(III) нітрат.
Хром(III) сульфат.
Хром(III) хлорид.
Хром(III) бромід.

7. Який робочий розчин потрібно брати для йодометричного визначення відновників?

Робочий розчин I_2 .
Робочий розчин KMnO_4
Робочий розчин $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Робочий розчин $K_2Cr_2O_7$

Робочий розчин NaOH

8. Як обчислюється еквівалент в реакціях окиснення - відновлення?

Молярна маса ділиться на число електронів, що беруть участь у реакції.

Молярна маса ділиться на число йонів водню, що беруть участь у реакції.

Молярна маса ділиться на число йонів гідроксиду, що беруть участь у реакції.

Молярна маса ділиться на добуток ступеня окиснення металу на число атомів металу.

Молярна маса ділиться на валентність металу.

9. Найчастіше вміст первинних та вторинних ароматичних амінів в лікарських засобах знаходять за методом:

Нітритометрії.

Цериметрії.

Броматометрії.

Нейтралізації.

Комплексометрії.

10. Вміст фенолів можна визначити, застосовуючи метод:

Броматометрію.

Дихроматометрію.

Осадження.

Перманганатометрію.

Аскорбінометрію.

ЗМІСТОВИЙ МОДУЛЬ 6

Методи комплексометричного титрування

ЗАНЯТТЯ 8

КОМПЛЕКСОНОМЕТРІЯ.

ВИЗНАЧЕННЯ ТОЧНОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ РОБОЧОГО РОЗЧИНУ ТРИЛОНУ Б.

Питання для теоретичної підготовки

Комплексометричне титрування. Комплексонометрія.

Комплексометричне титрування. Сутність методу. Вимоги до реакцій в комплексометричному титруванні.

Комплексонометрія. Комплексонометричні індикатори, які застосовують в комплексометричному аналізі, їх властивості.

Криві комплексометричного титрування. Як залежить стрибок титрування від констант стійкості комплексної сполуки, рН середовища?

Робочі розчини комплексонометрії. Приготування та стандартизація робочого розчину трилону Б.

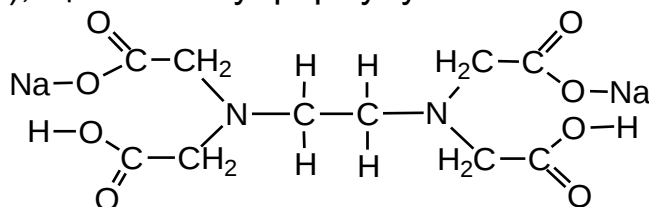
Фіксування КТТ в комплексонометрії. Металохромні індикатори, механізм їх дії та вимоги, що висувають до них. Чому металохромні індикатори часто застосовують в твердому стані у вигляді тритурацій? Описати властивості та застосування металохромних індикаторів: еріохрому чорного Т, мурексиду, ксиленолового оранжевого.

Лабораторна робота № 10.

Визначення точної молярної концентрації еквівалента робочого розчину трилону Б.

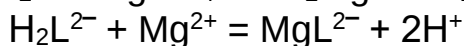
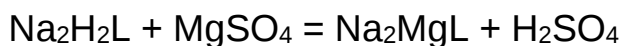
1. Теоретична частина

Велике значення в титриметричному аналізі мають реакції утворення комплексних сполук йонів металів з поліамінокарбоновими кислотами. Для поліамінокарбонових кислот застосовують загальну назву «комплексони». Найбільш розповсюдженим представником комплексонів є динатрієва сіль етилендіамінтетраоцтової кислоти (скорочено ЕДТА), що має таку формулу:

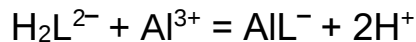


Цю сполуку також називають «Трилон Б», або «комплексон III». Схематично позначають молекулу трилону Б – $\text{Na}_2\text{H}_2\text{L}$ або $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$

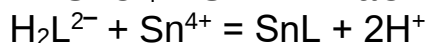
Трилон Б з йонами металів утворює легко розчинні комплексні сполуки. Важливою особливістю взаємодії трилону Б з йонами різних металів є те, що 1 моль трилону Б завжди реагує з 1 моль металу. Тому фактор еквівалентності трилону Б залежить від заряду катіона. Якщо позначити формулу трилону Б $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$, то рівняння взаємодії з різними катіонами можна записати так:



Фактор еквівалентності трилону Б = 1/2



Фактор еквівалентності трилону Б = 1/3

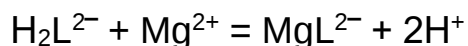


Фактор еквівалентності трилону Б = 1/4

Кінець титрування встановлюють за допомогою метал-індикаторів — речовин, що утворюють з катіонами металів забарвлені комплексні сполуки, колір яких відрізняється від кольору вільного індикатора. Одним із таких метал-індикаторів є кислотний хромоген чорний спеціальний (еріохром чорний Т). Більшість трилонометричних визначень із цим індикатором проводять у слабо лужному розчині (pH $\approx$ 10 - 12). У розчині, що **не містить** вільних йонів Магнію чи Кальцію,

цей індикатор має чорно-синє забарвлення. У розчині, що містить вільні йони Магнію чи Кальцію цей індикатор має бруднувато-червоний колір, бо весь індикатор утворює порівняно малостійку комплексну сполуку з Магнієм чи Кальцієм, що має бруднувато-червоне забарвлення.

При титруванні трилон Б спочатку реагує з вільними йонами Mg^{2+} :



Порівняно малостійка комплексна сполука індикатора з йонами Mg^{2+} залишається без змін, і забарвлення розчину при цьому залишається бруднувато-червоним. Після того, як усі вільні йони Mg^{2+} прореагують із трилоном Б, наступна крапля розчину трилону Б забирає йони Mg^{2+} від бруднувато-червоної сполуки з індикатором. Утворюється вільний індикатор синього кольору. Отже, у точці еквівалентності змінюється колір розчину від бруднувато-червоного до синього.

Точну концентрацію розчину трилону Б у більшості випадків встановлюють за стандартними розчинами кальцій хлориду, магній хлориду або магній сульфату.

2. Хід роботи.

Бюретку заповнюють робочим розчином трилону Б, попередньо промивши її 3 рази робочим розчином трилону Б. Відміряють піпеткою 10мл стандартного розчину $MgSO_4$ і переносять у конічну колбу. Додають мірним циліндром або мензуркою 10мл амонійного буферного розчину і 5 – 10 крапель розчину індикатора. Титрують робочим розчином трилону Б до переходу бруднувато-червоного забарвлення в синє.

Для одержання достовірних результатів усю процедуру повторюють 2 – 3 рази; для розрахунків беруть середнє значення об'єму трилону Б.

3. Результати роботи і розрахунки

$$C(\frac{1}{2} MgSO_4) = \dots\dots\dots \text{моль/л}; V(MgSO_4) = \dots\dots\dots \text{л}$$

У таблицю записують результати титрування.

№ п/п	$V(Na_2H_2L)$, мл	$V(Na_2H_2L)_{\text{серед}}$, мл
1		}
2		
3		

$$c(\frac{1}{2} Na_2H_2L) = \frac{c(\frac{1}{2} MgSO_4) \cdot v(MgSO_4)}{v(Na_2H_2L)_{\text{серед}}}$$

$$c(\frac{1}{2} Na_2H_2L) = \text{—————} = \text{—————} \text{ МОЛЬ/Л}$$

Лабораторна робота № 11.

Визначення загальної твердості води

1. Теоретична частина

Твердість води обумовлюють солі Магнію і Кальцію. Твердість води за стандартом України виражають в мг-екв/л (ммоль/л). В інших країнах твердість води виражають в умовних градусах, наприклад:

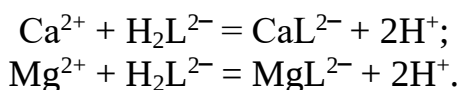
- ✦ німецький градус відповідає 10мг Ca^{2+} у 1л води;
- ✦ французький градус відповідає 10мг CaCO_3 у 1л води;
- ✦ англійський градус відповідає 10мг CaCO_3 у 0,7л води (1гран CaCO_3 в англійському галоні води);
- ✦ американський градус відповідає 1мг CaCO_3 у 1л води (1 гран CaCO_3 у 1 американському галоні води).

За санітарними нормами для виготовлення їжі можна використовувати м'яку воду і воду середньої твердості (твердість до 8 ммоль/л).

Трилон Б у водному розчині дисоціює за таким рівнянням:



Йони Ca^{2+} і Mg^{2+} реагують із трилоном Б відповідно до таких йонних рівнянь:



У цих реакціях фактор еквівалентності трилону Б дорівнює 1/2.

Як індикатор при визначенні загальної твердості води використовують хромоген чорний (еріохром чорний), що виявляє властивості метал-індикатора в слабко лужному середовищі. Тому в аналізований розчин для створення лужного середовища додають амонійний буферний розчин.

2. Хід роботи

У конічну колбу відміряють піпеткою 10мл питної води, додають мензуркою ≈ 5 мл амонійного буферного розчину і 10 – 15 крапель розчину індикатора хромогену чорного. Титрують робочим розчином трилону Б до переходу забарвлення від бруднувато-червоного до синього.

3. Результати роботи й обчислення.

$$V(\text{води}) = \dots\dots\dots \text{л. } c(\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{H}_2\text{L}) = \dots\dots\dots \text{моль/л.}$$

$$V_1(\text{Na}_2\text{H}_2\text{L}) = \dots\dots\dots \text{л. } V_2(\text{Na}_2\text{H}_2\text{L}) = \dots\dots\dots \text{л.}$$

$$V_3(\text{Na}_2\text{H}_2\text{L}) = \dots\dots\dots \text{л. } V_{\text{сер}}(\text{Na}_2\text{H}_2\text{L}) = \dots\dots\dots \text{л.}$$

$$T(\text{води}) = \frac{c(\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{H}_2\text{L}) \cdot V(\text{Na}_2\text{H}_2\text{L})}{v(\text{води})} \cdot 1000, \text{ у ммоль/л}$$

$$T(\text{води}) = \text{—————} = \text{—————} \text{ ммоль/л}$$

Висновок про придатність води для побутових потреб: _____

ЗАНЯТТЯ 9

Комплексонометрія. Розрахункові та ситуаційні задачі. Лабораторна робота «Визначення вмісту ZnO у фармацевтичному препараті». Контроль засвоєння змістового модуля 6. Тестові завдання з бази даних «КРОК 1». Письмова контрольна робота.

Питання для теоретичної підготовки

Умови комплексонометричного титрування. Чому визначення катіонів із зарядом +3 та +4 проводять у кислому середовищі? Чому визначення йонів Co^{2+} , Zn^{2+} , Cd^{2+} , Ni^{2+} проводять у середовищі аміачного буферного розчину?

Які речовини визначають комплексонометрично способами прямого, зворотного та замісного титрування? Наведіть приклади.

Галузі застосування комплексонометрії. Визначення загальної твердості води. Застосування комплексонометрії в фармації.

Лабораторна робота № 12.

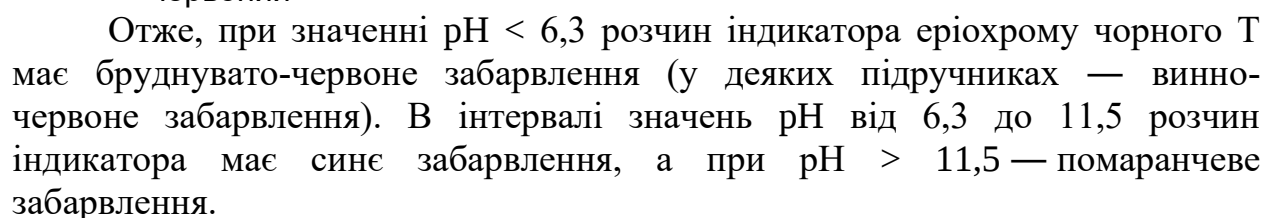
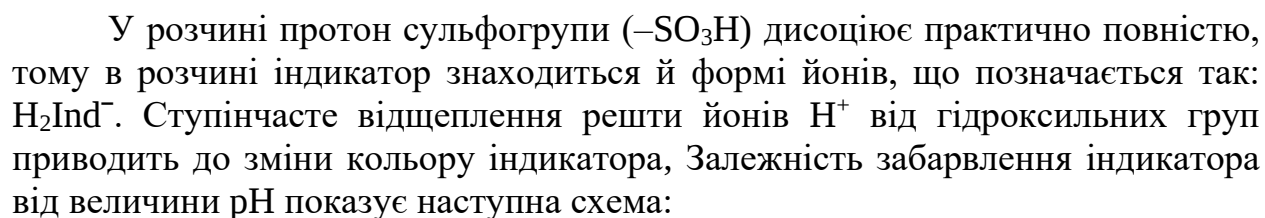
Визначення вмісту ZnO у фармацевтичному препараті

1. Теоретична частина

За ДФУ **цинку оксид** — м'який аморфний порошок білого або злегка жовтуватого-білого кольору, вільний від піщаних часток. Практично не розчинний у воді і 96%-ному спирті. Розчиняється в розведених мінеральних кислотах. Для кількісного визначення ZnO наважку препарату розчиняють у кислоті і проводять комплексонометричне титрування.

За результатами кількісного визначення комплексонометричним методом за ДФУ препарат має містити не менше 99,0 % і не більше 100,5 % ZnO

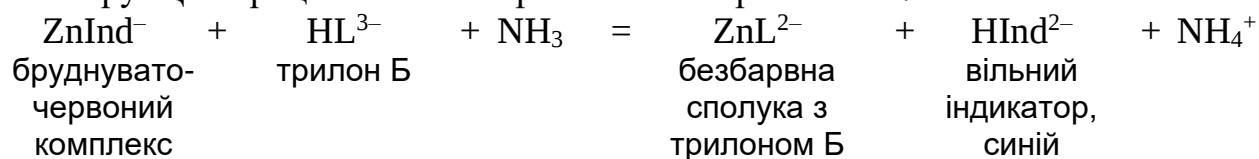
Метод комплексонометрії застосовується для кількісного визначення багатьох катіонів. Прямим комплексонометричним титруванням з різними індикаторами визначають йони Ca^{2+} , Mg^{2+} , Zn^{2+} , Cd^{2+} , Pb^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Cu^{2+} , Fe^{3+} тощо. У комплексонометрії використовують різні індикатори, найчастіше – **металохромні індикатори**. Вони у вільному стані мають один колір, а в комплексній сполуці з йонами металів – інший. Зараз отримано більше 150 металіндикаторів. Найбільш відомий з них – еріохром чорний Т (загальна формула H_3Ind , де вся органічна частина молекули, крім йоногенних атомів Н, умовно позначена як Ind):


$$\text{Zn}^{2+} + \underset{\text{синій}}{\text{HInd}^{2-}} + \text{NH}_3 \rightleftharpoons \underset{\text{бруднувато-червоний}}{\text{ZnInd}^{-}} + \text{NH}_4^{+}$$

Chemical structure of a zinc complex. The zinc atom (Zn) is coordinated by two oxygen atoms (O) from a 1,10-phenanthroline derivative. The ligand is substituted with a sulfonate group (SO₃⁻) and a nitro group (NO₂). The zinc atom is also coordinated by two nitrogen atoms (N) from a 1,10-phenanthroline derivative.

41

йони Zn^{2+} сполучились з трилоном Б, наступна порція титранту буде відбирати йони Zn^{2+} від сполуки з індикатором ZnInd^- , що має бруднувато-червоне забарвлення. У результаті залишається вільний індикатор синього кольору. Цей процес можна зобразити таким рівнянням:



Таким чином, у КТТ спостерігається зміна забарвлення від бруднувато-червоного до синього.

2. Хід роботи

Наважку субстанції масою 0,150 г розчиняють у ≈ 5 мл (мензурка) розведеної хлоридної кислоти. Після повного розчинення наважки додають $\approx 10 - 15$ мл розчину NH_3 , такий же об'єм дистильованої води і перемішують. Додають 5 – 10 крапель розчину індикатора. Титрують робочим розчином трилону Б до переходу бруднувато-червоного забарвлення в синє.

Для одержання достовірних результатів усю процедуру повторюють 2 – 3 рази; для розрахунків беруть середнє значення об'єму трилону Б.

3. Результати роботи й обчислення.

$c(\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{H}_2\text{L}) = \dots\dots\dots$ моль/л.

$V_1(\text{Na}_2\text{H}_2\text{L}) = \dots\dots\dots$ л. $V_2(\text{Na}_2\text{H}_2\text{L}) = \dots\dots\dots$ л.

$V_3(\text{Na}_2\text{H}_2\text{L}) = \dots\dots\dots$ л. $V_{\text{сер}}(\text{Na}_2\text{H}_2\text{L}) = \dots\dots\dots$ л.

$$m(\text{ZnO}) = c(\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{H}_2\text{L}) \cdot \frac{V_{\text{сер}}(\text{Na}_2\text{H}_2\text{L})}{1000} \cdot M(\frac{1}{2}\text{ZnO})$$

$$\omega(\text{ZnO}) = \frac{m(\text{ZnO})}{m(\text{препарату})} \cdot 100\% =$$

Висновок про придатність препарату за ДФУ: _____

Контроль засвоєння змістового модуля 6.

Питання для теоретичної підготовки

Комплексометричне титрування

Комплексометричне титрування. Сутність методу. Вимоги до реакцій в комплексометричному титруванні.

Криві комплексометричного титрування. Залежність стрибка титрування від констант стійкості комплексної сполуки та рН середовища. Комплекси, які застосовують в титриметричному аналізі. Меркуриметрія. Меркуриметрія. Сутність методу, титрант і способи фіксування КТТ. Застосування меркуриметрії.

Комплексонометрія

Робочі розчини комплексометрії. Приготування та стандартизація робочого розчину трилону Б.

Фіксування КТТ в комплексометрії. Металохромні індикатори, механізм їх дії та вимоги, що висувають до них.

Умови комплексометричного титрування. Речовини, які визначають комплексометрично способами прямого, зворотного та замісного титрування.

Написати рівняння реакцій трилону Б ($\text{Na}_2\text{H}_2\text{L}$) з такими солями: AlCl_3 ; $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$; SnCl_4 ; $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$; BaCl_2 (у молекулярному та йонному вигляді). Визначити фактор еквівалентності трилону Б для кожного випадку.

Визначити масову концентрацію BaCl_2 за такими даними: на трилонометричне титрування 20мл розчину BaCl_2 було витрачено 20,12мл розчину трилону Б з $c(\text{Na}_2\text{H}_2\text{L}) = 0,0445\text{моль/л}$. Розрахувати також молярну концентрацію BaCl_2 .

Визначити масову концентрацію ферум(III) хлориду за такими даними: на трилонометричне титрування 20мл розчину ферум (III) хлориду було витрачено 20,14мл розчину трилону Б з $c(\text{Na}_2\text{H}_2\text{L}) = 0,0448\text{моль/л}$. Розрахувати також молярну концентрацію ферум(III) хлориду.

Визначити масову концентрацію ферум(II) сульфату за такими даними: на трилонометричне титрування 20мл розчину ферум(II) сульфату було витрачено 22,22мл розчину трилону Б з $c(\text{Na}_2\text{H}_2\text{L}) = 0,0445\text{моль/л}$. Розрахувати також молярну концентрацію ферум(II) сульфату.

ТЕСТОВІ ПИТАННЯ З БАЗИ ДАНИХ «КРОК 1»

Прочитати тестові питання з відповідями. Обґрунтувати правильну відповідь, яка стоїть першою.

1. Комплексометричне титрування застосовують для контролю твердості води. Загальну твердість води визначають прямим титруванням стандартним розчином трилону Б у присутності індикатора:

Еріохром чорний Т.

Калій хромат.

Флуоресцеїн.

Дифенілкарбазон.

Розчин натрій нітропрусиду.

2. В аналізі широко застосовують буферні розчини для:

підтримування сталим певного значення рН середовища.

зabarвлення розчинів.

утворення комплексних сполук.

досягнення повноти осадження аналітичної групи катіонів.

зміни рН середовища.

3. Стійкість комплексних сполук обумовлена наявністю в них особливого хімічного зв'язку, а саме:

Донорно-акцепторного.

Іонного.
Водневого.
Ковалентного полярного.
Сил Ван-дер-Ваальса.

4. Роздільне визначення Ca^{2+} і Mg^{2+} при сумісній присутності прямим комплексометричним титруванням можливе завдяки:

застосування тільки двох різних індикаторів.
регулюванню рН титрованого розчину.
зміні ступенів окиснення йонів.
використанню конкуруючих реакцій.
використанню додаткового комплексоутворення.

5. У методах титриметричного аналізу використовують реакції окиснення-відновлення; комплексоутворення; осадження; нейтралізації. Які реакції лежать в основі трилонометричного визначення загальної твердості води?

Комплексоутворення.
Осадження.
Окиснення-відновлення.
Кисотно-основної взаємодії.
Гідролізу.

6. Розчин якої речовини можна використовувати в якості титранту у методі комплексометрії?

Трилон Б.
Калій дихромат.
Натрій тіосульфат.
Сульфатна кислота.

ЗМІСТОВИЙ МОДУЛЬ 7

Методи осаджувального титрування та гравіметричні методи аналізу.

ЗАНЯТТЯ 10

МЕТОДИ ОСАДЖУВАЛЬНОГО ТИТРУВАННЯ. Розрахункові та ситуаційні задачі. Лабораторна робота

Питання для теоретичної підготовки

Осаджувальне титрування. Аргентометрія. Меркурометрія.
Гексаціанофератометрія. Сульфатометрія.

Теоретичні основи методів осаджувального титрування. Вимоги до реакцій, які застосовуються в осаджувальному титруванні. Класифікація методів осаджувального титрування.

Способи визначення кінцевої точки титрування. Індикатори методу осаджувального титрування (осаджувальні, абсорбційні, металохромні). Механізм дії індикаторів. Умови застосування та вибір адсорбційних індикаторів.

Аргентометричне титрування. Сутність методу. Титранти методу, їх приготування та стандартизація. Різновиди аргентометрії.

Метод Мора: спосіб титрування, титрант методу, індикатор методу, рівняння реакцій, можливості методу.

В якому середовищі проводять визначення за методом Мора (обґрунтувати)?

Які з йонів – Cl^- , Br^- , I^- , SCN^- , Ag^+ – можна визначити титруванням за методом Мора? Вибір обґрунтувати.

Чи можливо визначати методом Мора хлорид-іони та бромід-іони в солях, що гідролізуються?

Метод Фольгарда: спосіб титрування, титранти метода, індикатор метода, рівняння реакцій, можливості метода.

Чому титрування за методом Фольгарда проводять у кислому середовищі? Якою кислотою створюється середовище і чому?

Особливості визначення хлорид-іонів і йодид-іонів за методом Фольгарда.

Метод Фаянса-Фішера-Ходакова: спосіб титрування, титрант методу, індикатори методу, рівняння реакцій, можливості методу.

З яким індикатором і за якого значенні pH проводять визначення хлорид-іонів за методом Фаянса-Фішера-Ходакова?

З яким індикатором і за якого значенні pH проводять визначення йодид-іонів і бромід-іонів за методом Фаянса-Фішера-Ходакова? Відповідь обґрунтуйте.

Меркурометричне титрування. Сутність методу. Титрант методу, його приготування, стандартизація. Індикатор методу меркурометрії. Можливості методу.

Гексаціанофератометрія. Сутність методу. Титрант методу, його приготування, стандартизація. Можливості методу.

Яким чином проводять стандартизацію розчину титранта $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$?

Чому розчин солі цинку поблизу точки еквівалентності титрують повільно, при ретельному перемішуванні розчину?

Що таке «неправильна кінцева точка титрування»?

Для чого в аналізований розчин солі цинку перед титруванням додають розчин $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$?

Чому в процесі титрування змінюється забарвлення розчину?

Укажіть механізм дії індикатора дифеніламіну.

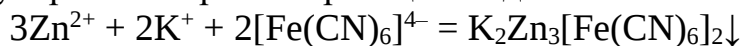
Виведіть формулу для розрахунків маси йонів цинку в розчині за результатами гексаціанофератометричного титрування.

Лабораторна робота № 13.

Визначення маси цинку в розчині його солі методом гексаціанофератометричного титрування

1. Теоретична частина

Визначення маси цинку в сполуках проводять методом прямого гексаціанофератометричного титрування у присутності індикатора. При цьому в розчині протікає реакція осадження йонів цинку:



Визначення кінцевої точки титрування проводять за допомогою окисно-відновного індикатора дифеніламіну. Перед початком титрування в колбу з аналізованим розчином додають 1 краплю 1%-го розчину $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, розчин забарвлюється окисненою формою індикатора в синьо-фіолетовий колір. У кінцевій точці титрування відбувається збільшення концентрації $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, що приводить до зменшення редокс-потенціалу системи і переходу індикатора в безбарвну відновлену форму. Титрування проводять повільно, при ретельному перемішуванні, бо при швидкому титруванні катіони цинку адсорбуються на поверхні осаду до досягнення точки еквівалентності, що приводить до передчасного знебарвлення розчину й фіксації «неправильної кінцевої точки титрування».

2. Хід роботи

У колбу для титрування переносять мірною піпеткою 10 мл розчину солі цинку, додають мензуркою ≈ 10 мл розчину сульфатної кислоти, 1 краплю розчину дифеніламіну та 1 краплю 1%-го розчину $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, при цьому розчин забарвлюється у синьо-фіолетовий колір. Отриманий розчин повільно, при енергійному перемішуванні титрують робочим розчином $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. Поблизу точки еквівалентності титрування сповільнюють, після додавання чергової краплі титранту вміст колби ретельно перемішують протягом ~ 10 секунд. Титрування закінчують при переході забарвлення розчину з синьо-фіолетового у блідо-зелене. Титрування проводять **не менше п'яти** разів до одержання відтворюваних результатів. Отримані значення об'ємів титранту при проведенні п'яти паралельних титрувань записують у таблицю.

3. Результати роботи й обчислення.

Таблиця. Результати титрування розчину солі цинку

№ досліду	$V(\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6])$	$V_{\text{серед.}}(\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6])$	$m(\text{Zn}^{2+})$
1			
2			
3			
4			
5			

За $V_{\text{серед.}}(\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6])$ і $c(\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6])$ розраховують $n(\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6])$:

$$n(\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]) = \frac{c(\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]) \cdot V_{\text{серед.}}(\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6])}{1000}$$

Розраховують за пропорцією масу цинку в аналізованому розчині з урахуванням особливості реакції, що проходить при титруванні:

$$\frac{x \text{ г}}{3 \text{ моль}} + 2\text{K}^+ + \frac{n \text{ моль}}{2 \text{ моль}} [\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-} = \text{K}_2\text{Zn}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]_2$$

$$x \text{ г} = \frac{3 \cdot 65,38 \text{ г} \cdot n \text{ моль}}{2 \text{ моль}}$$

ЗАНЯТТЯ 11

ГРАВІМЕТРИЧНИЙ АНАЛІЗ.

Засвоєння основних практичних навичок роботи у гравіметричному аналізі.

Питання для теоретичної підготовки

Гравіметричний аналіз. Сутність методів гравіметричного аналізу. Класифікація гравіметричних методів.

Методи відгонки, використання в аналізі сировини та лікарських засобів. Визначення вмісту золи методом виділення.

Методи осадження. Вибір осаджувача. Теорія утворення осадів. Аморфні осадки. Кристалічні осадки. Співосадження. Види співосадження: адсорбція, оклюзія, ізоморфізм. Способи зменшення співосадження.

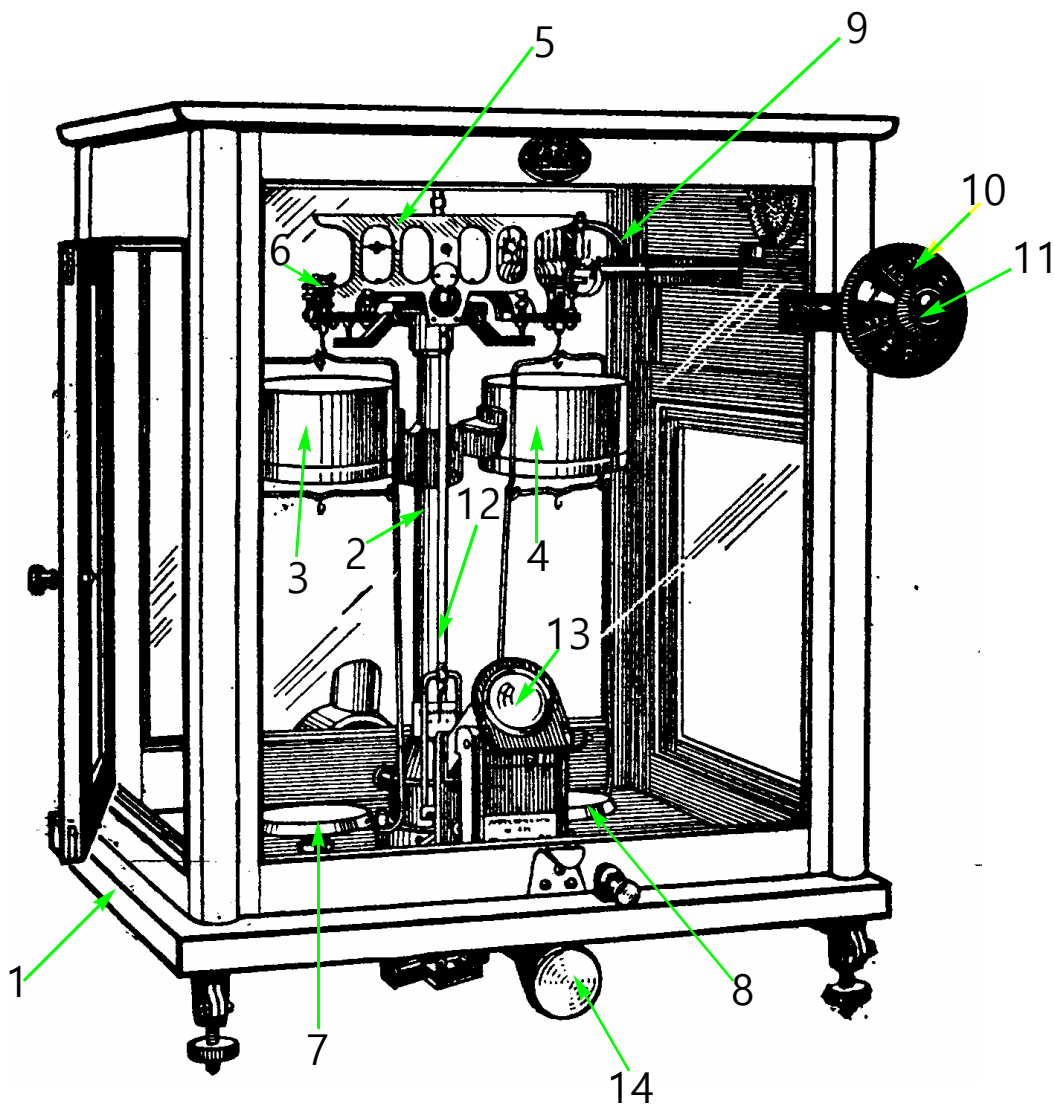
Етапи гравіметричного аналізу. Осаджувальна форма, вимоги до неї. Гравіметрична форма, вимоги до неї. Розрахунки результатів аналізу. Гравіметричний фактор. Застосування гравіметричних методів. Переваги та недоліки гравіметрії.

РОБОТА З АНАЛІТИЧНИМИ ТЕРЕЗАМИ

У хімічній лабораторії використовують:

- Υ технічні (лабораторні) терези, які забезпечують точність зважування $\pm 0,01 \text{ г}$;
- Υ аналітичні терези, наприклад, АДВ-200 (точність $\pm 0,0001 \text{ г}$) – основні терези для аналітичної лабораторії;
- Υ мікротерези, що мають точність $\pm 0,00001 \text{ г}$ ($0,001 \text{ мг}$);
- Υ аптекарські (ручні) терези, що забезпечують достатню для потреб аптеки точність зважування $\pm 0,01 \text{ г}$.

Аналітичні терези моделі АДВ-200 призначені для точних визначень маси тіл при проведенні аналізів. Лабораторні аналітичні терези моделі АДВ-200 призначені для точних визначень маси тіл при проведенні аналізів. Терези розміщені у шафі з бічними скляними дверцятами. Шафа закріплена на основі (1). На основі (1) встановлена колонка (2). На колонці (2) закріплені два кронштейни з корпусами (3) і (4) повітряних заспокоювачів — демпферів. На верхній частині колонки (2) змонтована опорна підкладка, на яку спирається середня призма коромисла (5).



Аналітичні терези АДВ-200

1 — основа; 2 — колонка; 3, 4 — корпуси демпферів; 5 — коромисло; 6 — сидла із закріпленими призмами. 7, 8 — чашки; 9 — пристрій для навантаження правого плеча коромисла міліграмовими гирями від 10мг до 500мг, 10 — великий лімб; 11 — малий лімб; 12 — стрілка; 13 — екран мікрошкали; 14 — ручка аретира.

На лівому плечі коромисла (5) в спеціальному сидлі (6) закріплена призма, на яку навішується серга з двома гачками.

На верхній гачок серги підвішується за допомогою дужки чашка (7), на нижній гачок серги причеплений стакан демпфера, що входить у корпус (3) демпфера.

Подібну конструкцію має праве плече коромисла (5) за винятком того, що на ньому додатково приєднано до правої серги планку, на яку навішуються міліграмові гирі у формі кілець. Терези оснащені вмонтованим пристроєм (9) для навантаження правого плеча коромисла (5) міліграмовими гирями від 10 до 500 мг, які навішуються на планку, приєднану до правої серги. Керування міліграмовими

гирями здійснюється за допомогою обертових лімбів (10) та (11). При обертанні малого лімба (11) навантажуються або знімаються десятки міліграмів, а при обертанні великого лімба (10) — сотні міліграмів. Обертання лімбів здійснюється незалежно один від другого. На коромислі закріплена стрілка (12), на нижньому кінці якої встановлена мікрошкала з відліком десятих часток міліграма від 0 до 10 мг.

Мікрошкала за допомогою оптичного пристрою проектується на екран (13), розташований перед колонкою терезів. Ціна поділки оптичної шкали 0,1 мг.



Чутливість терезів значною мірою залежить від того, наскільки гостро відточені грані трьох призм коромисла і добре відполіровані опорні підкладки, на які ці призми спираються. Для того щоб призми швидко не стиралися і, отже, не падала чутливість терезів, терези оснащені аретиром (пристосуванням, що дозволяє піднімати й опускати коромисло (5) терезів. Коли поворотом ручки (14) аретир піднято, призми не торкаються опорних підкладок і, отже, не зношуються. Аретир має бути постійно піднятим. У такому стані терези повинні знаходитися, коли ними не користуються і коли на чашки терезів кладуть гирі або предмет, що зважується. Опускають аретир лише на короткий відрізок часу, коли визначають масу предмета, що зважується.

Для зважування на демпферних аналітичних терезах застосовуються точні важки — набір гирьок, розміщений у спеціальному футлярі, де знаходиться також пінцет, за допомогою якого беруть гирьки.

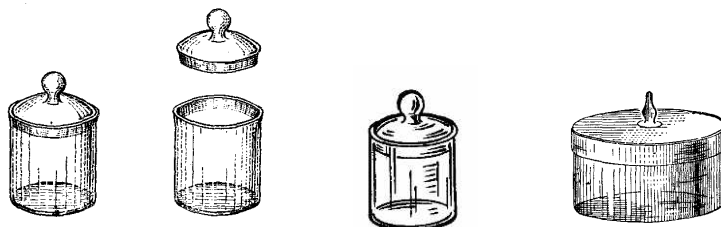


Набір гирьок з пінцетом

Для аналітичних ваг моделей АДВ-200 і ВЛА-200 у футлярі розміщені тільки накладні аналітичні гирі масою 100г, 50г, 10г, 10г, 5г, 2г, 2г та 1 г. Міліграмові гирі у вигляді кілець масою 500мг, 300мг, 200мг, 100мг, 50мг, 30мг, 20мг і 10мг розміщені у пристрої (9). При обертанні лімбів (10) та (11) гирьки у вигляді кілець можуть завантажуватись або зніматись з правого плеча коромисла (5) аналітичних терезів. Повертаючи великий лімб (10) і малий лімб (11) можна завантажити праве плече коромисла необхідними сотнями та десятками міліграмів. Міліграми та десяті частки міліграма відраховуються на оптичній шкалі (13).

ПРАВИЛА ЗВАЖУВАННЯ НА АНАЛІТИЧНИХ ТЕРЕЗАХ

1. Перед кожним зважуванням потрібно перевірити нульову точку відліку аналітичних терезів.
2. Зважування сипких речовин проводять у бюксах, стаканчиках, на годинниковому склі.



Бюкси

Рідини та речовини, які є агресивними і можуть впливати на роботу терезів, зважують лише у запаяних ампулах.

3. Масу зразків та посуду, які потрібно зважити на аналітичних терезах, спочатку визначають з точністю до 0,01г на технічних чи аптекарських терезах.

4. Температуру зразків та посуду треба зрівняти з температурою вагової кімнати, де знаходяться аналітичні терези. Для цього зразки та посуд для зважування (бюкс, стаканчик, годинникове скло тощо) витримують у ваговій кімнаті ≈ 20 хвилин, а потім зважують.

5. Через бокові дверцята шафи терезів на ліву чашку ставлять зразок або відповідну посудину із зразком, а на праву чашку — гирьки масою від 1г до 200г. Гирьки розміщують на середині правої чашки. Міліграми накладають поворотом великого лімба (10) і малого лімба (11).

6. Поворотом ручки (14) обережно опускають аретир, слідкуючи за екраном мікрошкали (13). Якщо мікрошкала на екрані не виходить за межі ± 10 мг, то повністю опускають аретир, повертаючи ручку (14) до упору. Після зупинки коливань стрілки (12) записують у лабораторний журнал показання терезів:

- а) грами, навантажені гирьками на правій чашці (8),
- б) сотні міліграмів — за положенням великого лімба,
- в) десятки міліграмів — за положенням малого лімба (11),
- г) одиниці міліграмів і десяті частки міліграмів відраховуються на оптичній шкалі (13).

7. Потім поворотом ручки (14) у протилежному напрямку піднімають аретир, знімають з лівої чашки терезів зразок або бюкс із зразком, знімають з лівої чашки терезів гирьки, приводять у нульове положення великий лімб (10) і малий лімб (11), закривають дверцята шафи терезів.

8. Після закінчення зважування терези вимикають з електричної мережі.

ЗАНЯТТЯ 12

ГРАВІМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ ВОЛОГИ У ПРЕПАРАТІ. РОЗРАХУНКИ РЕЗУЛЬТАТІВ ГРАВІМЕТРИЧНОГО АНАЛІЗУ

Контроль засвоєння змістового модуля 7

Питання для теоретичної підготовки

Гравіметричний аналіз. Осаджувальна та гравіметрична форми. Вимоги до них.

Гравіметричний аналіз. Етапи гравіметричних визначень. Розрахунки у гравіметричному аналізі. Використання методів для кількісного визначення хімічних речовин і лікарських засобів.

Вказати основні етапи визначення за методом прямої відгонки, які речовини можна визначати, навести приклади.

Вказати основні етапи визначення за методом непрямой відгонки, які речовини можна визначати, навести приклади.

Вказати основні етапи визначення за методом виділення. Які речовини можна визначити, навести приклади.

Вказати основні етапи визначення за методом осадження, які речовини можна визначати? Навести приклади

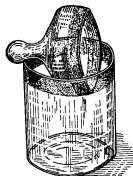
Використання методів для кількісного визначення хімічних речовин і лікарських засобів

Лабораторна робота № 14.

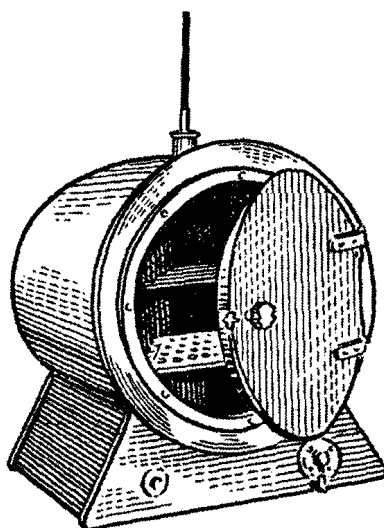
ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ВОДИ У ПРЕПАРАТІ

1 Хід роботи

Зважують бюкс на технічних (лабораторних) терезах з точністю $\pm 0,01\text{г}$. Потім на аналітичних терезах визначають точну масу бюкса (з точністю $\pm 0,0001\text{г}$). На аптечних терезах відважують наважку препарату масою 2г, висипають у бюкс, а потім на аналітичних терезах визначають точну масу бюкса з наважкою.



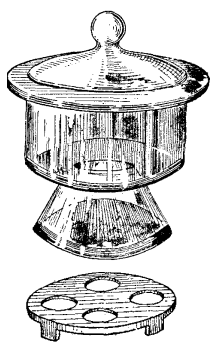
Бюкс з наважкою і кришкою поміщають у сушильну шафу і висушують протягом години.



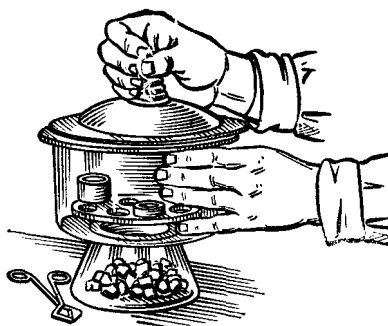
Сушильна шафа з електричним обігріванням

Через годину бюкс поміщають в ексикатор для охолодження.

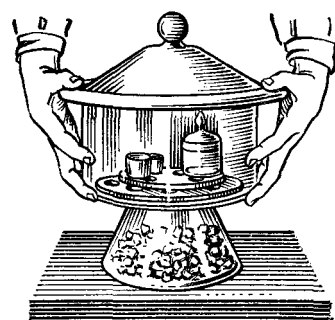
Після охолодження закривають кришкою бюкс і зважують спочатку на технічних чи аптекарських терезах, а потім на аналітичних терезах. Записують у протокол масу бюкса. Для того, щоб упевнитися у повному випаровуванні води з наважки, знову повторюють процедуру нагрівання у сушильній шафі, охолодження в ексикаторі, зважування на аналітичних терезах. Різниця маси з попереднім нагріванням має становити не більше, ніж 0,0005г.



Ексикатор і порцелянова вкладка до нього



Відкривання ексикатора.



Перенесення ексикатора.

Розрахунки $\omega(\text{H}_2\text{O})$ ведуть за формулою:

$$\omega(\text{H}_2\text{O}) = \frac{m(\text{води})}{m(\text{препарату})} \cdot 100\%$$

3. Результати роботи та розрахунки

Маса бюкса з наважкою _____.

Маса порожнього бюкса _____.

Маса наважки _____.

Маса після нагрівання _____

Маса води _____.

$$\omega(\text{H}_2\text{O}) = \frac{m(\text{води})}{m(\text{препарату})} \cdot 100\% = \frac{\quad}{\quad} =$$

ЗАНЯТТЯ 13.

Підсумковий контроль засвоєння модуля 2 «Кількісний аналіз»

Перелік питань для підсумкового контролю з модуля 2

1. Титриметричний аналіз. Вимоги до реакцій, які застосовуються в титриметричному аналізі. Класифікація методів.
2. Концентрація розчинів, розрахунки у титриметричному аналізі.
3. Приготування та стандартизація титрантів за стандартними речовинами та стандартними розчинами.
4. Способи титрування: пряме, зворотне та заміщення.
5. Метод кислотно-основного титрування. Титранти. Стандартні речовини для стандартизації кислот та лугів.
6. Індикатори методу кислотно-основного титрування. Способи їх вибору.
7. Розрахунок, побудова та аналіз кривої титрування сильної кислоти лугами. Фактори, які впливають на величину стрибка титрування.
8. Індикаторні похибки титрування. Причини виникнення. Способи усунення та розрахунок.
9. Кислотно-основне титрування у неводних середовищах. Розчинники та індикатори для неводного титрування. Приклади визначення.
10. Методи окислювально-відновного титрування. Класифікація методів. Вимоги до реакцій.
11. Побудова та аналіз кривих титрування в редокс-метрії. Вибір редокс-індикаторів за кривими титрування. Розрахунок інтервалу переходу редокс-індикаторів.
12. Класифікація та характеристика індикаторів, що використовуються в редокс-метрії. Безіндикаторні методи аналізу.
13. Константа рівноваги окислювально-відновної реакції, її вплив на повноту протікання реакції.
14. Метод перманганатометричного титрування. Титранти та первинні стандарти. Можливості методу (визначення відновників, окисників, індиферентних речовин). Спряжені реакції. Поняття: індуктор, актор, акцептор на прикладі перманганатометричного визначення Fe(II).
15. Метод йоди- та йодометричного титрування. Титранти методу. Можливості методу (приклади визначень).

16. Метод броматометричного титрування. Титранти методу. Приклади визначень. Можливості методу.

17. Метод бромометричного титрування. Приклади визначень. Можливості методу.

18. Метод йодхлорметричного титрування. Титранти методу. Приклади визначень. Переваги та недоліки у порівнянні з йодиметрією.

19. Метод дихроматометричного титрування. Титранти. Індикатори методу. Можливості методу. Приклади визначень (відновників, окисників, і інших речовин), переваги методу.

20. Метод нітритометричного титрування. Титранти. Можливості методу. Приклади визначень. Умови нітритометричних визначень.

21. Цериметрія. Титранти. Можливості методу. Недоліки та переваги методу у порівнянні з перманганатометрією.

22. Методи осаджувального титрування. Вимоги до реакцій, що застосовуються в методі. Побудова кривих титрування.

23. Аргентометрія, метод Мора. Сутність та можливості методу. Титранти. Індикатори. Умови титрування. Приклади визначень.

24. Тіоціанатометричне титрування. Титранти. Метод Фольгарда, його сутність та умови титрування.

25. Адсорбційні індикатори в аргентометрії. Метод Фаянса, його сутність та умови титрування.

26. Меркурометричне титрування. Титрант. Індикатори. Приклади визначень.

27. Методи комплексометричного титрування. Вимоги до реакцій в комплексометрії. Побудова кривих титрування.

28. Комплексонометричне титрування. Індикація точки кінця титрування. Принцип дії металохромних індикаторів. Наведіть приклади.

29. Комплексонометричне визначення твердості води.

30. Меркуриметричний метод аналізу. Сутність, можливості методу, умови титрування.

31. Гравіметричний аналіз. Осаджувальна та гравіметрична форми. Вимоги до них.

32. Гравіметричний аналіз. Етапи гравіметричних визначень. Розрахунки у гравіметричному аналізі. Використання методів гравіметричного аналізу для кількісного визначення хімічних речовин і лікарських засобів.

СИТУАЦІЙНІ ЗАДАЧІ

1. Запропонувати осаджувач, вказати осаджувану форму, вказати гравіметричну форму розрахувати гравіметричний фактор для кількісного визначення за методом осадження:

- ❖ ZnSO_4 ;
- ❖ $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$;
- ❖ AlCl_3 ;
- ❖ Na_3PO_4 ;

- ❖ $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$;
- ❖ K_3PO_4 ;
- ❖ $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$;
- ❖ CaCl_2 .

2. У лабораторії є амонійний буферний розчин, робочий розчин NaOH , робочий розчин AgNO_3 , робочий розчин NH_4SCN , робочий розчин H_2SO_4 , робочий розчин I_2 , робочий розчин $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, робочий розчин трилону Б ($\text{Na}_2\text{H}_2\text{L}$), робочий розчин KMnO_4 ; індикатори фенолфталеїн, метиловий червоний, крохмаль, хромоген чорний, калій хромат, еозин, залізо-амонійний галун. Вибрати реагенти для проведення титрування, написати формулу для розрахунку маси визначуваної речовини за результатами титрування, якщо потрібно провести кількісне визначення

- ❖ аскорбінової кислоти;
- ❖ кальцій хлориду;
- ❖ натрій тіосульфату;
- ❖ пероксиду водню;
- ❖ натрій хлориду;
- ❖ оцтової кислоти CH_3COOH ;
- ❖ магній сульфату;
- ❖ амоніаку (NH_3);
- ❖ хлоридної (соляної) кислоти.

Тестові питання з бази даних «КРОК 1»

1. Для гравіметричного визначення сульфат-іонів як осаджувач використовують розчин:

- барій хлориду
- магнію хлориду
- цинку хлориду
- срібла нітрату
- заліза (II) хлориду

Повнота осадження досліджуваної речовини/іону є визначальною при виборі осадової форми. Осадження вважається повним, коли залишкова концентрація досліджуваного іону у розчині над осадом не перевищує

- 10-6 г/л
- 10-7 г/л.
- 10-8 г/л
- 10-4 г/л
- 10-5 г/л

Яка речовина є ваговою формою при визначенні кальцію гравіметричним методом, якщо осадження проводили оксалатом амонію?

- кальцій оксид

кальцій карбонат
кальцій сульфат
кальцій фосфат
кальцій фторид

При гравіметричному визначенні масової частки сульфат-іонів у лікарському препараті, що містить магнію сульфат, осадження проводили розчином барій хлориду. Після дозрівання осад барій сульфату промивають декантацією з використанням в якості промивної рідини:

Розведеного розчину сульфатної кислоти
Дистильованої води
Розчину барій хлориду
Розчину натрій сульфату
Розчину амоній сульфату

Яку кількість осадника рекомендується брати для гравіметричного аналізу?

Півторакратний надлишок
Еквівалентний
Довільно надлишковий
Трикатний надлишок
Двокатний надлишок

Які умови є необхідними для утворення кристалічних осадів?

Повільне осадження із гарячих розведених розчинів
Швидке осадження із гарячих розведених розчинів
Повільне осадження із холодних розведених розчинів
Швидке осадження із концентрованих розчинів
Повільне осадження із холодних розчинів

Як зменшити розчинність осаду?

Застосувати надлишок осадника
Ввести у розчин сторонні іони
Нагріти розчин
Ввести окисник
Ввести комплексоутворювач

Для визначення масової частки кальцію в лікарському препараті застосували гравіметричний метод осадження. В якості осаджувача використали розчин амонію оксалату. Гравіметричною формою в даному випадку є:

Кальцій оксид
Кальцій оксалат безводний
Кальцій оксалат моноводний

Кальцій карбонат
Кальцій гідроксид

Яка речовина є ваговою формою при визначенні магнію гравіметричним методом, якщо осадження проводили аміачним розчином натрій гідрогенфосфату:

магній пірофосфат
магній-амоній фосфат
Магній гідроксид
Магній оксид
Магній ортофосфат

Гравіметричне визначення вологи у фармацевтичних препаратах виконують методом :

Непрямої відгонки.
Виділення.
Осадження.
зворотним титруванням
кристалізацією .

Серед переваг гравіметричного аналізу слід відзначити:

високу точність аналізу
високу чутливість і довготривалість аналізу
високу селективність і довготривалість аналізу
невисоку чутливість і експресність аналізу;
невисоку чутливість і високу точність

Вкажіть устаткування, в якому зберігають доведені до постійної маси тиглі, бюкси, речовини:

Ексикатор
Сушильна шафа
Муфельна піч
Витяжна шафа
Хімічний стакан

Укажіть який реагент-осаджувач доцільно використовувати при гравіметричному визначенні солей срібла:

хлоридна кислота
натрій сульфат
калій нітрат
магній ацетат
барій сульфат

Для кількісного гравіметричного визначення амонію сульфату як осаджувач використовують розчин:

барій хлориду
магнію хлориду
цинку хлориду
срібла нітрату
заліза (II) хлориду

Яка речовина є ваговою формою при кількісному визначенні ферум(III) нітрату гравіметричним методом, якщо осадження проводили розчином аміаку?

ферум(III) оксид
ферум(III) гідроксид
ферум(III) перхлорат
ферум(III) фосфат
металічне залізо

ТИПОВІ РОЗРАХУНКОВІ ЗАДАЧІ

1. У мірну колбу на 250мл перенесли 25мл розчину натрій хлориду, додали воду до кільцевої позначки і ретельно перемішали. У конічну колбу перенесли піпеткою 10мл розбавленого розчину натрій хлориду, додали піпеткою 25мл розчину AgNO_3 з молярною концентрацією 0,02моль/л і збовтували до утворення грудочок осаду AgCl . Для попередження реакції гідролізу солі Феруму у колбу додали 10 крапель розчину нітратної кислоти. Як індикатор додали 1мл розчину залізо-амонійного галуни $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$. Отриману суміш відтитрували робочим розчином NH_4SCN з $c(\text{NH}_4\text{SCN}) = 0,02\text{моль/л}$ до появи блідо червоного забарвлення розчину. На титрування було витрачено 14,28 мл робочого розчину NH_4SCN . Розрахувати масову концентрацію натрій хлориду у початковому розчині.

2. Розрахувати оптимальну наважку технічного препарату для кількісного визначення вмісту KNO_2 . За попередніми даними препарат містить приблизно 60% KNO_2 . Методика кількісного визначення: наважку препарату розчиняють у воді в мірній колбі на 100мл. Об'єм розчину доводять до кільцевої позначки дистильованою водою і старанно перемішують. Відбирають піпеткою 20мл виготовленого розчину, підкислюють розчином H_2SO_4 і титрують робочим розчином KMnO_4 , $c(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4) = 0,04\text{ моль/л}$. Об'єм робочого розчину має бути в межах інтервалу від 10мл до 20мл. $M(\text{KNO}_2) = 85,10\text{ г/моль}$. Фактор еквівалентності для KNO_2 дорівнює $\frac{1}{2}$.



ДОДАТОК
ГУСТИНИ І КОНЦЕНТРАЦІЇ РОЗЧИНІВ
КАЛІЙ ГІДРОКСИДУ

Густина при 20°C, г/см ³	Концентрація КОН		Густина при 20 °C, г/см ³	Концентрація КОН	
	ω(КОН), %	моль/л		ω(КОН), %	моль/л
1,000	0,197	0,0351	1,105	11,56	2,28
1,005	0,743	0,133	1,110	12,08	2,39
1,010	1,295	0,233	1,115	12,61	2,51
1,015	1,84	0,333	1,120	13,14	2,62
1,020	2,38	0,4335	1,125	13,66	2,74
1,025	2,93	0,536	1,130	14,19	2,86
1,030	3,48	0,6395	1,135	14,705	2,975
1,035	4,03	0,744	1,140	15,22	3,09
1,040	4,58	0,848	1,145	15,74	3,21
1,045	5,12	0,954	1,150	16,26	3,33
1,050	5,66	1,06	1,155	16,78	3,45
1,055	6,20	1,17	1,160	17,29	3,58
1,060	6,74	1,27	1,165	17,81	3,70
1,065	7,28	1,38	1,170	18,32	3,82
1,070	7,82	1,49	1,175	18,84	3,945
1,075	8,36	1,60	1,180	19,35	4,07
1,080	8,89	1,71	1,185	19,86	4,195
1,085	9,43	1,82	1,190	20,37	4,32
1,090	9,96	1,94	1,195	20,88	4,45
1,095	10,49	2,05	1,200	21,38	4,57
1.100	11,03	2,15	1,205	21,88	4,70



ЗМІСТ

<u>ЗАНЯТТЯ 1. Титриметричний аналіз. Титранти, способи їх приготування та стандартизація. розрахунки в титриметричному аналізі.</u>	1
<u>МЕТОДИЧНІ РЕКОМЕНДАЦІЇ ДО РОЗВ'ЯЗАННЯ ЗАДАЧ</u>	2
<u>РОЗРАХУНКИ ЗА РЕЗУЛЬТАТАМИ ТИТРУВАННЯ.</u>	4
<u>Розв'язання задач на визначення молярної концентрації еквівалента за результатами титрування</u>	4
<u>ЗАНЯТТЯ 2. Метод нейтралізації. Засвоєння основних практичних навичок роботи з мірним посудом. Приготування та визначення точної концентрації титрантів методу нейтралізації. Лабораторна робота «ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ХЛОРИДНОЇ КИСЛОТИ У ФАРМАЦЕВТИЧНОМУ ПРЕПАРАТІ».</u>	5
<u>Лабораторна робота №1 Приготування робочого розчину КОН</u>	6
<u>ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №2 ВИЗНАЧЕННЯ ТОЧНОЇ МОЛЯРНОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ ЕКВІВАЛЕНТА РОБОЧОГО РОЗЧИНУ КОН</u>	7
<u>Лабораторна робота №3. Визначення вмісту хлоридної кислоти у фармацевтичному препараті</u>	8
<u>ЗАНЯТТЯ 3. Розрахунки результатів титрування та оптимальної наважки аналізованої речовини. Контроль засвоєння змістового модуля 4. Тестові завдання з бази даних «КРОК 1». Письмова контрольна робота.</u>	9
<u>РОЗРАХУНКИ ОПТИМАЛЬНОЇ НАВАЖКИ АНАЛІЗОВАНОЇ РЕЧОВИНИ</u>	13
<u>КОНТРОЛЬ ЗАСВОЄННЯ ЗМІСТОВОГО МОДУЛЯ 4</u>	16
<u>ТЕСТОВІ ПИТАННЯ З БАЗИ ДАНИХ «КРОК 1»</u>	18
<u>ЗМІСТОВИЙ МОДУЛЬ 5. Методи окисно-відновного титрування</u>	21
<u>ЗАНЯТТЯ 4. Перманганатометрія. Титрант методу та його стандартизація. Розрахункові та ситуаційні задачі. Лабораторна робота «ВИЗНАЧЕННЯ ТОЧНОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ ТИТРАНТУ КАЛІЙ ПЕРМАНГАНАТУ $KMnO_4$»</u>	21

<u>ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 4. ВИЗНАЧЕННЯ ТОЧНОЇ МОЛЯРНОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ ЕКВІВАЛЕНТА РОБОЧОГО РОЗЧИНУ KMnO_4 ЗА СТАНДАРТНИМ РОЗЧИНОМ $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$</u>	22
<u>ЗАНЯТТЯ 5. Перманганатометрія. Лабораторна робота «ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ГІДРОГЕН ПЕРОКСИДУ У ПРЕПАРАТІ»</u>	23
<u>Бромато- і бромометричне титрування. Нітритометричне титрування</u>	23
<u>Питання для теоретичної підготовки</u>	23
<u>Тестові питання з бази даних «КРОК 1»</u>	23
<u>ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 5. ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ГІДРОГЕН ПЕРОКСИДУ У ПРЕПАРАТІ</u>	25
<u>ЗАНЯТТЯ 6. Йодометрія. Йодометричне визначення окисників. Лабораторна робота «Визначення точної концентрації титранту натрій тіосульфату та вмісту активного хлору в хлораміні»</u>	26
<u>Питання для теоретичної підготовки</u>	26
<u>ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №6. ВИЗНАЧЕННЯ ТОЧНОЇ МОЛЯРНОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ ЕКВІВАЛЕНТА РОБОЧОГО РОЗЧИНУ НАТРІЙ ТІОСУЛЬФАТУ</u>	27
<u>ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 7 ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ «АКТИВНОГО» ХЛОРУ В ХЛОРАМІНІ Б</u>	28
<u>ЗАНЯТТЯ 7</u>	31
<u>Йодометричне визначення відновників (Йодиметрія). Лабораторна робота «ВИЗНАЧЕННЯ ТОЧНОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ РОБОЧОГО РОЗЧИНУ ЙОДУ ТА ВМІСТУ АСКОРБІНОВОЇ КИСЛОТИ У ПРЕПАРАТІ»</u>	31
<u>Контроль засвоєння змістового модуля 5. Тестові завдання з бази даних «КРОК 1». Письмова контрольна робота</u>	31
<u>Питання для теоретичної підготовки</u>	31
<u>ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 8. ВИЗНАЧЕННЯ ТОЧНОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ РОБОЧОГО РОЗЧИНУ I_2 ЗА ТИТРОВАНИМ РОЗЧИНОМ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$</u>	31

<u>ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 9. ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ</u>	
<u>АСКОРБІНОВОЇ КИСЛОТИ У ПРЕПАРАТІ</u>	32
<u>Контроль засвоєння змістового модуля 5.....</u>	33
<u>Питання для теоретичної підготовки</u>	33
<u>ТЕСТОВІ ПИТАННЯ З БАЗИ ДАНИХ «КРОК 1»</u>	34
<u>ЗМІСТОВИЙ МОДУЛЬ 6 Методи комплексометричного титрування.....</u>	36
<u>ЗАНЯТТЯ 8. Комплексонометрія. Визначення точної</u>	
<u>концентрації робочого розчину ТРИЛОНУ Б.</u>	36
<u>ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 10. Визначення точної молярної</u>	
<u>концентрації еквівалента робочого розчину ТРИЛОНУ Б.</u>	37
<u>ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 11. Визначення загальної твердості води.</u>	39
<u>ЗАНЯТТЯ 9 Комплексонометрія. Розрахункові та ситуаційні задачі.</u>	
<u>Лабораторна робота «Визначення вмісту ZnO у фармацевтичному</u>	
<u>препараті». Контроль засвоєння змістового модуля 6. Тестові</u>	
<u>завдання з бази даних «КРОК 1». Письмова контрольна робота.</u>	40
<u>Питання для теоретичної підготовки</u>	40
<u>ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 12.</u>	40
<u>Визначення вмісту ZnO у фармацевтичному препараті</u>	40
<u>Контроль засвоєння змістового модуля 6.</u>	42
<u>ТЕСТОВІ ПИТАННЯ З БАЗИ ДАНИХ «КРОК 1»</u>	43
<u>ЗМІСТОВИЙ МОДУЛЬ 7</u>	44
<u>Методи осаджувального титрування та гравіметричні методи</u>	
<u>аналізу.</u>	44
<u>ЗАНЯТТЯ 10. Методи осаджувального титрування. Розрахункові та</u>	
<u>ситуаційні задачі. Лабораторна робота</u>	44
<u>ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 13. Визначення маси цинку в розчині</u>	
<u>його солі методом гексаціанофератометричного титрування ..</u>	45
<u>ЗАНЯТТЯ 11. Гравіметричний аналіз. Засвоєння основних</u>	
<u>практичних навичок роботи у гравіметричному аналізі.....</u>	47

<u>Робота з аналітичними терезами</u>	<u>47</u>
<u>Правила зважування на аналітичних терезах.....</u>	<u>50</u>
<u>ЗАНЯТТЯ 12 Гравіметричне визначення масової частки вологи у</u> <u>препараті. Розрахунки результатів гравіметричного аналізу</u> <u>Контроль</u> <u>засвоєння змістового модуля 7.</u>	<u>50</u>
<u>ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 14.</u>	<u>51</u>
<u>Визначення вмісту води у препараті.....</u>	<u>51</u>
<u>ЗАНЯТТЯ 13. Підсумковий контроль засвоєння модуля 2</u> <u>«КІЛЬКІСНИЙ АНАЛІЗ».....</u>	<u>53</u>
<u>Перелік питань для підсумкового контролю з модуля 2</u>	<u>53</u>
<u>Ситуаційні задачі</u>	<u>54</u>
<u>Тестові питання з бази даних «КРОК 1»</u>	<u>55</u>
<u>Типові розрахункові задачі</u>	<u>58</u>
<u>ДОДАТОК.....</u>	<u>59</u>
<u>Густини і концентрації розчинів калій гідроксиду.....</u>	<u>59</u>

