



**НАЦІОНАЛЬНИЙ МЕДИЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ  
ІМЕНІ О.О. БОГОМОЛЬЦЯ**

**КАФЕДРА МЕДИЧНОЇ ТА ЗАГАЛЬНОЇ ХІМІЇ**

# **ЛАБОРАТОРНИЙ ЖУРНАЛ**

**З КІЛЬКІСНОГО АНАЛІЗУ**

**ДЛЯ студентів фармацевтичного факультету**

**Видання виправлене і доповнене**

Студентки \_\_\_\_\_ групи

---

П І Б

**КИЇВ**  
2020

|                 |                   |            |
|-----------------|-------------------|------------|
| <b>Укладачі</b> | Калібабчук В.О.   | професорка |
|                 | Рева Т.Д.         | професорка |
|                 | Сліпчук В.Л.      | доцентка   |
|                 | Зайцева Г.М.      | доцентка   |
|                 | Гождзінський С.М. | доцент     |
|                 | Чхало О.М.        | доцентка   |

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

## **ОСОБЛИВОСТІ АНАЛІТИЧНИХ ВИЗНАЧЕНЬ У КІЛЬКІСНОМУ АНАЛІЗІ**

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

- а) еквівалентну взаємодію реагенту, що міститься у певному об'ємі титранта з визначуваною речовиною (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 (титранта), витраченого на хімічну взаємодію з визначуваною речовиною. Знаючи концентрацію й об'єм витраченого титранта, 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 11. Кількісний аналіз. Приготування розчинів. Розв'язання розрахункових та ситуаційних задач. Засвоєння основних практичних навичок роботи з мірним посудом**

#### **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  $\text{CH}_3\text{COOH}$ ;

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

**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  $V(\text{р-ну})$ :**

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

Масову концентрацію виражають у  $\text{кг/м}^3$ . Допускається також  $\text{г/м}^3$ ;  $\text{г/л}$ ;  $\text{г/см}^3$  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/ $\text{м}^3$ . Проте, у лабораторній практиці молярну концентрацію виражають у моль/л або моль/ $\text{дм}^3$ .

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  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , розчинили у мірній колбі на 100мл. Визначити  $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4)$ .  $M(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 126,066\text{г/моль}$ .

2. Розрахувати наважку хімічно чистого  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  для приготування 500мл розчину з  $c(\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0,1\text{моль/л}$ ,  $M(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 294,185\text{г/моль}$ .

3. Розрахувати наважку хімічно чистого  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  для приготування 800мл розчину з  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,05\text{моль/л}$ ,  $M(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 248,19\text{г/моль}$ .

4. Розрахувати наважку калій перманганату  $\text{KMnO}_4$ , що містить 4,5% домішок, для приготування 2000мл розчину з молярною концентрацією еквівалента калій перманганату  $c(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4) = 0,05\text{моль/л}$ .  $M(\text{KMnO}_4) = 158\text{г/моль}$ .

5. Розрахувати наважку кристалогідрату натрій сульфату, що містить 98,25%  $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ , для приготування 500мл розчину з  $c(\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{SO}_4) = 0,21\text{моль/л}$ .

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

### Приклади розв'язання типових задач

**Приклад 1.** Розрахувати наважку  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  для приготування 500мл розчину з  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1\text{моль/л}$ ,  $M(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 248,19\text{г/моль}$ .

| Дано:                                                                                | Розв'язання:                                                                                                                                                                                  |
|--------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| $V(\text{р-ну}) = 500\text{мл} = 0,5\text{л};$                                       | За формулою:                                                                                                                                                                                  |
| $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1\text{моль/л};$                             | $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = \frac{m(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O})}{M(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) \cdot v(\text{р-ну})}$ |
| $M(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 248,19\text{г/моль}$ | розраховують масу $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ :                                                                                                               |
| $m(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = ?$                   |                                                                                                                                                                                               |

$$m(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot V(\text{р-ну}) \cdot M(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}).$$

$$m(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1\text{моль/л} \cdot 0,5\text{л} \cdot 248,19\text{г/моль} = 12,4095\text{г}$$

**Приклад 2.** Розрахувати наважку  $\text{KMnO}_4$  для приготування 250мл розчину з  $c(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4) = 0,04\text{моль/л}$ ,  $M(\text{KMnO}_4) = 158,034\text{г/моль}$ .

| Дано:                                                                                                    | Розв'язання:                                                                                              |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| $V(\text{р-ну}) = 250\text{мл} = 0,25\text{л};$                                                          | За формулою:                                                                                              |
| $c(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4) = 0,04\text{моль/л};$                                                       | $c(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4) = \frac{m(\text{KMnO}_4)}{M(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4) \cdot v(\text{р-ну})}$ |
| $M(\text{KMnO}_4) = 158,034\text{г/моль}$                                                                | розраховують масу $\text{KMnO}_4$ :                                                                       |
| $m(\text{KMnO}_4) = ?$                                                                                   |                                                                                                           |
| $m(\text{KMnO}_4) = c(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4) \cdot V(\text{р-ну}) \cdot M(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4);$ |                                                                                                           |

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

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

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

### Розрахунки за результатами титрування.

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

Розрахунки базуються на законі еквівалентів. Для розрахунків використовуємо таку формулу:

$$c_1(\frac{1}{2} X_1) \cdot v_1(X_1) = c_2(\frac{1}{2} X_2) \cdot v_2(X_2)$$

**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 КОН. Визначити  $c(KOH)$ .

|                                                                                                                                                                                               |                                                                    |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------|
| Дано:                                                                                                                                                                                         | Розв'язання:                                                       |
| $v(H_2C_2O_4) = 10 \text{ мл};$                                                                                                                                                               | У формулу:                                                         |
| $c(\frac{1}{2}H_2C_2O_4) = 0,1 \text{ моль/л};$                                                                                                                                               | $c(KOH) \cdot v(KOH) = c(\frac{1}{2}H_2C_2O_4) \cdot v(H_2C_2O_4)$ |
| $v(KOH) = 10,48 \text{ мл}$                                                                                                                                                                   | після відповідного перетворення підстав-                           |
| $c(KOH) — ?$                                                                                                                                                                                  | ляють 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 КОН 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 КОН 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  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .

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  $\text{HCl}$  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 12. Титриметричний аналіз.**

### **Метод кислотно-основного титрування. Лабораторна робота «Приготування та визначення точної концентрації робочого розчину». Розрахунки за результатами титрування**

#### **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** **Приготування робочого розчину NaOH**

### **1. Теоретична частина.**

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

### **2. Хід роботи.**

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

За формулою:  $c_1(\text{NaOH}) \cdot v_1(\text{р - ну}) = c_2(\text{NaOH}) \cdot v_2(\text{р - ну})$  розраховують, який об'єм концентрованого розчину NaOH потрібно для приготування 250мл розчину NaOH з  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ моль/л}$ .

---

---

---

---

---

За допомогою мірного циліндра переносять розрахований об'єм розчину NaOH 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.

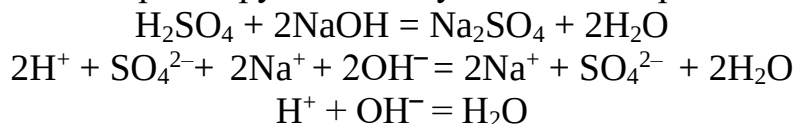


# Лабораторна робота

## Визначення точної молярної концентрації еквівалента робочого розчину NaOH

### 1. Теоретична частина

Для визначення точної молярної концентрації еквівалента робочого розчину NaOH 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 NaOH.

Піпетку спочатку промивають стандартним розчином  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , а потім відміряють промитою піпеткою 10мл стандартного розчину  $\text{H}_2\text{SO}_4$  і переносять у конічну колбу. Додають 2 – 3 краплі розчину фенолфталеїну і титрують приготованим у попередній лабораторній роботі розчином NaOH до появи блідо-рожевого забарвлення, що зберігається не менше 30 секунд.

Відміряють за шкалою бюретки об'єм розчину NaOH, 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(NaOH), мл | V <sub>середн.</sub> (NaOH), мл | c(NaOH), моль/л |
|---|-------------|---------------------------------|-----------------|
| 1 |             |                                 |                 |
| 2 |             |                                 |                 |
| 3 |             |                                 |                 |

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

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

$c(\text{NaOH}) = \dots\dots\dots$

моль/л.

### **ЗАНЯТТЯ 13. Кількісні визначення в методі кислотно-основного титрування. Лабораторна робота «Визначення вмісту хлоридної кислоти у фармацевтичному препараті». Розв'язання розрахункових та ситуаційних задач**

#### **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.

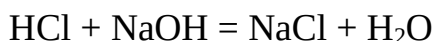
Титрування в неводних середовищах (протолітометрія). Титранти та індикатори методу. Галузі застосування. Переваги та недоліки.

#### **Лабораторна робота. 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 NaOH. При титруванні відбувається така реакція:



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

##### **2. Хід роботи**

Бюретку заповнюють робочим розчином NaOH, точна молярна концентрація еквівалента якого визначена у попередній лабораторній роботі. За методикою ДФУ у конічну колбу із притертою скляною пробкою наливають 20мл дистильованої води, закривають скляною пробкою і точно зважують. Додають у колбу  $\approx 1,5$  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 NaOH до появи блідо-рожевого забарвлення, що зберігається не менше 30 секунд. Відміряють за шкалою бюретки об'єм розчину NaOH, 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:

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

$$m_1(\text{р-ну HCl}) =$$

$$m_2(\text{р-ну HCl}) =$$

$$m_3(\text{р-ну HCl}) =$$

Масу HCl розраховують за формулою:

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

$$m_1(\text{HCl}) = \underline{\hspace{2cm}}$$

$$m_2(\text{HCl}) = \underline{\hspace{2cm}}$$

$$m_3(\text{HCl}) = \underline{\hspace{2cm}}$$

Масову частку HCl в аналізованому розчині розраховують за формулою:

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

$$\omega_1(\text{HCl}) = \underline{\hspace{2cm}}$$

$$\omega_2(\text{HCl}) = \underline{\hspace{2cm}}$$

$$\omega_3(\text{HCl}) = \underline{\hspace{2cm}}$$

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

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

Висновок про відповідність розчину HCl вимогам Фармакопеї:

---

## **ЗАНЯТТЯ 14. Розрахунки результатів титрування для випадків титрування окремих наважок та титрування аліквотних частин. Розв'язання розрахункових задач. Лабораторна робота «Визначення концентрації оцтової кислоти в харчовому оцті»**

### **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 титранти: 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  $m(\text{NH}_3)$  використовують таку формулу:

$$m(\text{NH}_3) = [c(\text{HCl}) \cdot V(\text{HCl}) - c(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH})] \cdot M(\text{NH}_3).$$

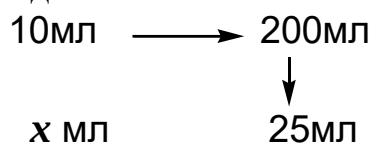
### Приклади розв'язання типових задач

**Приклад 1.** Визначити масову концентрацію  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  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  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , додали 5 крапель розчину індикатора метилового червоного і протитрували робочим розчином  $\text{HCl}$  з  $c(\text{HCl}) = 0,09821$  моль/л. На титрування було витрачено 11,24 мл робочого розчину  $\text{HCl}$ .  $M(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 105,99$  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  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  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  $\text{H}_2\text{SO}_4$  з  $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1$  моль/л. Надлишкову кількість  $\text{H}_2\text{SO}_4$  відтитрували стандартним розчином  $\text{NaOH}$  з  $c(\text{NaOH}) = 0,08542$  моль/л. На титрування було витрачено 12,48 мл стандартного розчину  $\text{NaOH}$ . Розрахувати масу  $\text{Ba}(\text{OH})_2$  в аналізованому розчині.  $M(\text{Ba}(\text{OH})_2) = 171,34$  г/моль.

Розв'язання:

|                                                           |
|-----------------------------------------------------------|
| Дано:                                                     |
| $V(\text{H}_2\text{SO}_4) = 25\text{мл} = 0,025\text{л};$ |
| $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1\text{ моль/л}$ |

Розрахунок маси речовини  $\text{Ba}(\text{OH})_2$  за результатами зворотного

$$V(\text{NaOH}) = 12,48 \text{ мл} = 0,01124 \text{ л};$$

$$c(\text{NaOH}) = 0,08512 \text{ моль/л}$$

$$M(\text{Ba}(\text{OH})_2) = 171,34 \text{ г/моль.}$$


---


$$m(\text{Ba}(\text{OH})_2) = ?$$

титрування, якщо використовують титрант 1 —  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ; титрант 2 —  $\text{NaOH}$ , 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  $\text{NaHCO}_3$ , розчинили у воді і провели ацидиметричне титрування робочим розчином  $\text{HCl}$  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  $\text{NaHCO}_3$  у препараті, а також титр робочого розчину за  $\text{NaHCO}_3$ .  $M(\text{NaHCO}_3) = 84,01 \text{ г/моль}$ .

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

2. Наважку препарату масою 0,5785 г, 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 100 мл. Об'єм розчину довели до кільцевої позначки дистильованою водою і старанно перемішали. Відібрали піпеткою 20 мл 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 16,45 мл. 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 10 мл виготовленого розчину і провели ацидиметричне титрування робочим розчином  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1048 \text{ моль/л}$ . На титрування витратили 15,48 мл 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  $\text{NH}_3$  у розчині за такими даними: 5 мл аналізованого розчину  $\text{NH}_3$  перенесли у конічну колбу, розбавили дистильованою водою, додали за допомогою піпетки 25 мл стандартного розчину  $\text{HCl}$  з  $c(\text{HCl}) = 0,500 \text{ моль/л}$  і 5 крапель розчину індикатора метилового червоного. Надлишкову кількість  $\text{HCl}$  відтитрували робочим розчином  $\text{KOH}$ . На титрування було витрачено 12,48 мл робочого розчину  $\text{KOH}$  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  $\text{HCl}$ ,  $c(\text{HCl}) = 0,01 \text{ моль/л}$ . На титрування було витрачено 18,15 мл робочого розчину  $\text{HCl}$ . Визначити масову концентрацію  $\text{Ba}(\text{OH})_2$  у розчині, що аналізувався.  $M(\text{Ba}(\text{OH})_2) = 171,342 \text{ г/моль}$ .

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

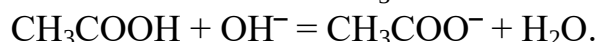
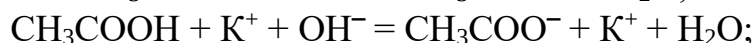
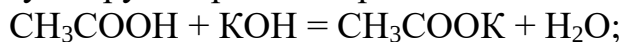
6. Визначити масову концентрацію  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  у розчині за такими даними: 10мл аналізованого розчину перенесли у мірну колбу на 200мл. Об'єм розчину доводять до кільцевої позначки дистильованою водою і старанно перемішують. На ацидиметричне титрування відміряли за допомогою піпетки 20 мл розбавленого у мірній колбі розчину  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  додали 5 крапель розчину індикатора метилового червоного і протитрували робочим розчином  $\text{HCl}$  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:  $\rho(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 69,846 \text{ г/л}$ .

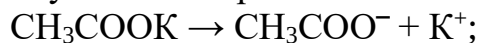
## **Лабораторна робота** **Визначення масової частки $\text{CH}_3\text{COOH}$** **у харчовому оцті.**

### **1. Теоретична частина**

Оцтову кислоту титрують робочим розчином  $\text{NaOH}$  або  $\text{KOH}$ :



В точці еквівалентності розчин буде містити продукт реакції  $\text{CH}_3\text{COOK}$ . Це сіль, що утворена катіоном сильної основи і аніоном слабкої кислоти. Така сіль гідролізує за таким рівнянням:



Розчин у точці еквівалентності буде мати лужну реакцію ( $\text{pH} > 7$ ). Стрибок титрування також знаходиться у лужній області. У відповідності з правилами підбору індикатора для титрування беруть кислотно-основний індикатор, для якого інтервал переходу знаходиться в межах стрибка титрування. В даному випадку таким вимогам відповідає індикатор фенолфталеїн.

Розрахунок показує, що проводити титрування розчину оцтової кислоти з масовою часткою біля 9% без додаткового розведення неможливо. Спочатку потрібно розбавити розчин оцтової кислоти. Початковий розчин  $\text{CH}_3\text{COOH}$  розводять так, щоб на титрування 10мл розбавленого розчину  $\text{CH}_3\text{COOH}$  витрачалось не більше, ніж 25мл і не менше, ніж 10мл робочого

розчину КОН (наприклад, 20мл). У кількісному аналізі для цього використовують відповідні мірні колби і відповідні піпетки.

### Один із можливих варіантів проведення такого розрахунку

1. Визначають, яка маса  $\text{CH}_3\text{COOH}$  може прореагувати, якщо на титрування витратили орієнтовно 20 мл розчину  $\text{KOH}$ ;  $c(\text{KOH}) = 0,1 \text{ моль/л}$ :  $m(\text{CH}_3\text{COOH}) = c(\text{KOH}) \cdot V(\text{KOH}) \cdot M(\text{CH}_3\text{COOH})$ ;

$$m(\text{CH}_3\text{COOH}) = 0,1 \text{ моль/л} \cdot 20 \cdot 10^{-3} \text{ л} \cdot 60,052 \text{ г/моль} = 0,1201 \text{ г};$$

2. Одним із відомих способів розраховують, за допомогою якої мірної колби і якої піпетки треба розбавити 9%-ний розчин  $\text{CH}_3\text{COOH}$  так, щоб у 10мл такого розбавленого розчину містилось  $\approx 0,12\text{г}$   $\text{CH}_3\text{COOH}$ . Густина розчину  $1\text{г}/\text{см}^3$ , тому 1г такого розчину займає об'єм 1мл.

**Оптимальним варіантом розведення є:**

10мл харчового оцту розводять дистильованою водою у мірній колбі місткістю 100мл до об'єму розчину 100мл або 20мл харчового оцту розводять дистильованою водою у мірній колбі місткістю 200мл, а на кожне титрування відміряють піпеткою 10мл виготовленого розчину.

## 2. Хід роботи

У мірну колбу, місткістю 200мл переносять за допомогою піпетки 20мл харчового оцту ( $m(p\text{-ну}) = 20\text{г}$ ), об'єм розчину доводять до кільцевої позначки дистильованою водою і перемішують.

Піпеткою на 10мл, яку попередньо промили дистильованою водою і виготовленим у мірній колбі розчином  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , переносять у конічну колбу для титрування 10мл розбавленого розчину, додають 2 – 3 краплі розчину фенолфталеїну і титрують робочим розчином  $\text{KOH}$  до блідо-рожевого забарвлення. Титрування повторюють 3 рази. Для розрахунків беремо середній об'єм розчину  $\text{KOH}$  з трьох титрувань.

### 3. Результати роботи та розрахунки

Записуємо числові дані концентрації робочого розчину  $c(\text{KOH})$  та результати титрування:

$$c(\text{KOH}) = \quad \text{моль/л}$$

|                     |                                  |
|---------------------|----------------------------------|
| $v_1(\text{KOH}) =$ | $v_{\text{серед}}(\text{KOH}) =$ |
| $v_2(\text{KOH}) =$ |                                  |
| $v_3(\text{KOH}) =$ |                                  |

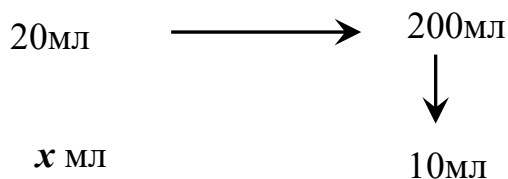
За величиною  $V_{\text{серед}}(\text{KOH})$  розраховуємо масу  $\text{CH}_3\text{COOH}$  у пробі, яку було відтитровано:

$$m(\text{CH}_3\text{COOH}) = c(\text{KOH}) \cdot V_{\text{серед.}}(\text{KOH}) \cdot M(\text{CH}_3\text{COOH}).$$

$$m(\text{CH}_3\text{COOH}) =$$



Потім складаємо схему розведення аналізованого розчину харчового оцту:



За цією схемою розведення розраховуємо скільки мілілітрів із розчину харчового оцту в результаті розведення перейшло в аліквотну пробу для титрування:

$$x = \frac{20 \cdot 10}{200} = 1\text{мл.}$$

Отже, у пробі для титрування знаходиться лише 1мл розчину харчового оцту, густина якого дорівнює 1г/мл. Тому маса аналізованого розчину харчового оцту  $m(\text{р-ну}) = 1\text{г}$ .

За одержаними даними  $m(\text{CH}_3\text{COOH})$  і  $m(\text{р-ну}) = 1\text{г}$ , розраховуємо масову частку  $\text{CH}_3\text{COOH}$  у харчовому оцті.

$$\omega(\text{CH}_3\text{COOH}) = \frac{m(\text{CH}_3\text{COOH})}{m(\text{р-ну})} \cdot 100\% = \text{-----} \cdot 100\% = \text{-----}.$$

## ЗАНЯТТЯ 15. Розрахунки оптимальної наважки аналізованої речовини для випадків титрування окремих наважок і титрування аліквотних частин. Контроль засвоєння практичних навичок

### Питання для підготовки

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.

### 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 відрізнявся 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  $\text{NaOH}$  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  $\frac{1}{3}$ .  $M(\text{H}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7) = 192,1$  г/моль

Розв'язання:

Записуємо потрібні формули:

$$\omega(\text{H}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7) = \frac{m(\text{H}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7)}{m(\text{препар.})} \cdot 100\%.$$

$$m(\text{H}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7) = c(\text{NaOH}) \cdot \frac{v(\text{NaOH})}{1000} \cdot \frac{M(\text{H}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7)}{3}$$

Дано:

$$\begin{aligned} \omega(\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7) &\approx 80\% \\ c(\text{NaOH}) &= 0,1 \text{ моль/л} \\ v(\text{NaOH}) &= 10 \div 20 \text{ мл} \\ M(\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7) &= 192,1 \text{ г/моль} \end{aligned}$$

$$\frac{1}{Z} = \frac{1}{3}$$

$m_1(\text{препарату}) — ?$

$m_2(\text{препарату}) — ?$

1. Розраховуємо, скільки грамів чистої лимонної кислоти може прореагувати з 10мл розчину NaOH (нижня межа заданого в умові задачі інтервалу об'єму титранту):

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

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:

$\omega(\text{NC}_5\text{H}_5\text{—COOH}) \approx 40\%$ ;

$v(\text{мірн. к.}) = 200\text{мл}$ ;

$v(\text{піпетки}) = 50\text{мл}$ ;

$c(\text{NaOH}) = 0,05 \text{ моль/л}$ ;

$v(\text{NaOH}) = 10 \div 20\text{мл}$ ;

$M(\text{NC}_5\text{H}_5\text{—COOH})$

$123,126 \text{ г/моль}$

$m_1(\text{наважки}) — ?$

Записуємо потрібні формули:

$$\omega(\text{NC}_5\text{H}_5\text{—COOH}) = \frac{m(\text{NC}_5\text{H}_5\text{—COOH})}{m(\text{препар.})} \cdot 100\%.$$

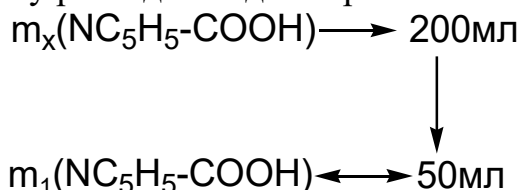
$$m(\text{NC}_5\text{H}_5\text{—COOH}) = c(\text{NaOH}) \cdot \frac{v(\text{NaOH})}{1000} \cdot M(\text{NC}_5\text{H}_5\text{—COOH})$$

1. Розраховуємо, скільки нікотинової кислоти  $\text{NC}_5\text{H}_5\text{—COOH}$  може прореагувати з 10мл розчину NaOH (нижня межа заданого в умові задачі

$m_2(\text{наважки}) — ?$  | інтервалу об'єму титранту):

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

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



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

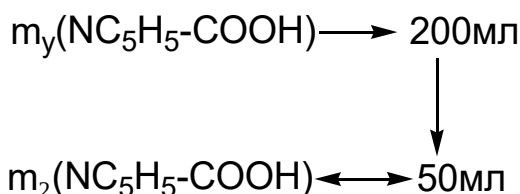
$$m_x(\text{NC}_5\text{H}_5 - \text{COOH}) = \frac{m_1(\text{NC}_5\text{H}_5 - \text{COOH}) \cdot 200}{50} = \frac{0,06159 \cdot 200}{50} = 0,2464 \text{ г}$$

3. Розраховуємо нижню межу оптимальної наважки препарату, в якому за умовою задачі міститься  $\approx 40\%$  нікотинової 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  $\text{NaHCO}_3$ , який за попередніми даними містить приблизно 90%  $\text{NaHCO}_3$ . Методика кількісного визначення: наважку препарату розчиняють у воді в конічній колбі, додають 5 крапель розчину індикатора метилового червоного і титрують робочим розчином  $\text{HCl}$  з молярною

концентрацією еквівалента  $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ моль/л}$ . Об'єм робочого розчину  $\text{HCl}$  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  $\text{HCl}$  з молярною концентрацією еквівалента  $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ моль/л}$ . Об'єм робочого розчину  $\text{HCl}$  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  $\text{LiOH}$ , для точного кількісного визначення вмісту  $\text{LiOH}$ . 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  $\text{HCl}$  з молярною концентрацією еквівалента  $c(\text{HCl}) = 0,05 \text{ моль/л}$ . Об'єм робочого розчину  $\text{HCl}$  має бути у межах інтервалу від 10мл до 20мл.  $M(\text{LiOH}) = 23,948 \text{ г/моль}$ .

## **ЗАНЯТТЯ 16. Перманганатометрія. Титрант методу та його стандартизація. Лабораторна робота «Визначення точної концентрації титранту калій перманганату».**

### **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 перманганометричного 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

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

#### 1. Теоретична частина

У кислому середовищі взаємодія  $\text{KMnO}_4$  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  $50 - 60^\circ\text{C}$ .

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

#### 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 | $V_{\text{серед}}(\text{KMnO}_4)$ , мл |
|---|-------------------------|----------------------------------------|
| 1 |                         |                                        |
| 2 |                         |                                        |
| 3 |                         |                                        |

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

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

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

## **ЗАНЯТТЯ 17. Перманганатометрія. Лабораторна робота «Визначення масової частки гідроген пероксиду у препараті».**

### **Питання для теоретичної підготовки**

Визначення пероксиду водню (гідроген пероксиду) . Окисно-відновна характеристика 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 перебігає у присутності хлорид-іонів? Що являє собою та навіщо застосовується захисна суміш Рейнгарда-Циммермана?

Визначення нітритів. Сутність реверсивного титрування.

Визначення солей Кальцію, Барію та інших індиферентних речовин.

Визначення окисників (калій дихромат).

Визначення органічних сполук (форміати).

### **Лабораторна робота «Визначення масової частки гідроген пероксиду (пероксиду водню) у препараті»**

#### **1. Теоретична частина**

Вміст гідроген пероксиду (пероксиду водню) в розчині визначають, титруючи його робочим розчином калій перманганату. Підкислений сульфатною кислотою безбарвний розчин гідроген пероксиду титрують робочим розчином калій перманганату до появи блідо-рожевого забарвлення. При титруванні відбувається взаємодія, що може бути представлена таким рівнянням реакції:



У цій реакції гідроген пероксид віддає електрони і проявляє властивості відновника. У перманганатометрії індикатор не використовують, надлишкова крапля калій перманганату забарвлює розчин у блідо-рожевий колір.

#### **2. Хід роботи**

За допомогою піпетки 10мл аналізованого розчину  $\text{H}_2\text{O}_2$  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  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 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  $\text{H}_2\text{O}_2$  в результаті розведення перейшло в аліквотну пробу для титрування:



$$\begin{array}{ccc}
 10\text{мл} & \longrightarrow & 500\text{мл} \\
 & & \downarrow \\
 x & & 10\text{мл} \\
 x = \frac{10 \cdot 10}{500} = 0,2\text{мл} .
 \end{array}$$

Отже, у результаті розведення у конічну колбу для титрування перейшло лише 0,2мл початкового розчину  $\text{H}_2\text{O}_2$ .

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

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

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

Розраховуємо масу  $\text{H}_2\text{O}_2$  в аліквотній пробі, яку було відтитровано:

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

$$m(\text{H}_2\text{O}_2) = \underline{\hspace{10cm}}.$$

У першому наближенні приймають, густину початкового розчину рівну 1г/мл. Тоді  $m(\text{р-ну}) = 0,2\text{г}$ . Масову частку  $\text{H}_2\text{O}_2$  в початковому розчині розраховують за формулою:

$$\omega(\text{H}_2\text{O}_2) = \frac{m(\text{H}_2\text{O}_2)}{m(\text{р-ну})} \cdot 100\% = \underline{\hspace{5cm}}$$

## **ЗАНЯТТЯ 18. Йодометричне визначення окисників. (ЙОДОМЕТРИЯ) Лабораторна робота «Визначення точної концентрації титранту натрій тіосульфату та масової частки 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 осади з хромат-іонами (барій, стронцій, плумбум).

## **Лабораторна робота**

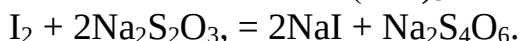
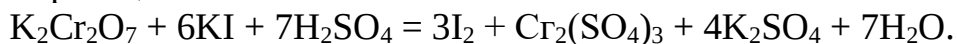
### **«Визначення точної молярної концентрації еквівалента робочого розчину натрій тіосульфату»**

#### **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  $\approx 10$ мл розчину  $H_2SO_4$  і  $\approx 10$ 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  $Na_2S_2O_3$ .

#### **3. Результати роботи та розрахунки**

$c(1/6K_2Cr_2O_7) = \dots\dots\dots$  моль/л;  $V(K_2Cr_2O_7) = 10$ мл = 0,01л

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

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

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

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

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

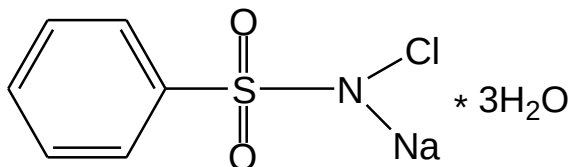
$$C(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = \dots\dots\dots \text{моль/л.}$$

## Лабораторна робота

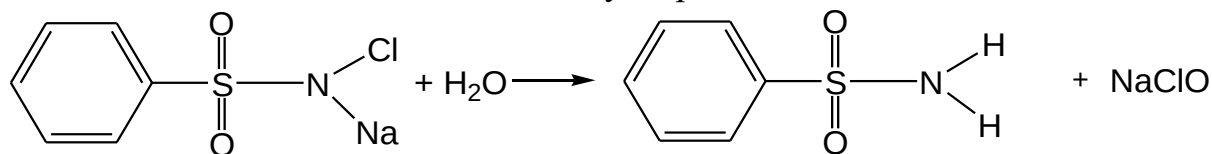
### «Визначення масової частки «активного» хлору в хлораміні Б»

#### 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 бензосульфокислоти:

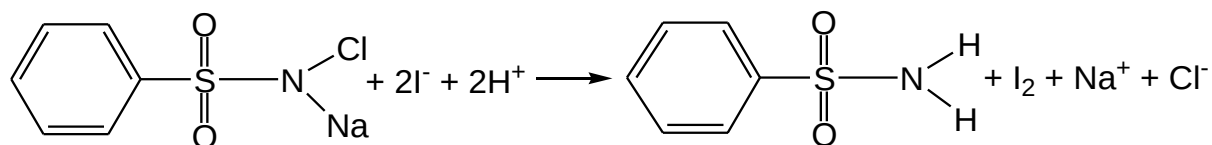


Ця сполука у водному розчині знаходиться у вигляді молекул, які в дуже малій кількості, взаємодіючи з водою, утворюють NaClO:



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  $Na_2S_2O_3$ . 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  $Na_2S_2O_3$  до зникнення синього забарвлення. Титрування повторюють 3 рази.

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

$$m(Cl_{2\text{ акт}}) = c(Na_2S_2O_3) \cdot V(Na_2S_2O_3) \cdot M(\frac{1}{2} Cl_2),$$

де  $V(Na_2S_2O_3)$  – об'єм робочого розчину натрій тіосульфату, затраченого на титрування 250мл розчину хлораміну Б. Масову частку «активного» хлору у хлораміні Б обчислюють за формулою:

$$\omega(Cl_{акт}) = \frac{m(Cl_{акт})}{m(проби)}.$$

## 3. Результати роботи та розрахунки

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

$c(Na_2S_2O_3) =$

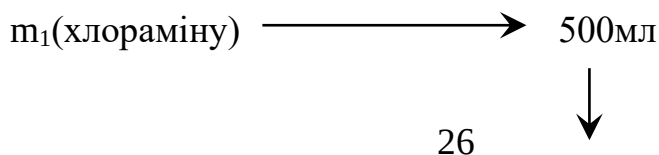
$v_1(Na_2S_2O_3) =$

$v_2(Na_2S_2O_3) =$

$v_{серед}(Na_2S_2O_3) =$

$v_3(Na_2S_2O_3) =$

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



x г (хлораміну)

10мл

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

Отже, у результаті розчинення у мірній колбі місткістю 500мл початкової наважки хлораміну в аліквотну пробу для титрування перейшло лише .....г 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 19. Йодометричне визначення відновників. (ЙОДИМЕТРИЯ) Лабораторна робота «Визначення точної концентрації робочого розчину йоду та масової частки аскорбінової кислоти у препараті». Контроль засвоєння змістового модуля «Окисно-відновне титрування».**

#### **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?

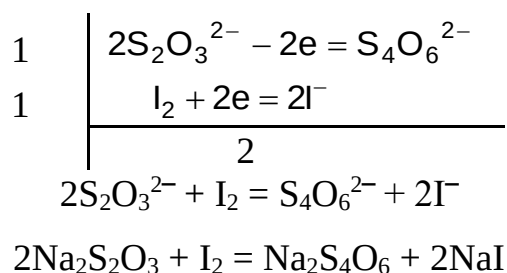
Застосування йодиметрії для визначення:

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

## **Лабораторна робота. «Визначення точної концентрації робочого розчину I<sub>2</sub> за титрованим розчином Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>»**

### **1. Теоретична частина**

Точну концентрацію робочого розчину I<sub>2</sub> визначають за титрованим розчином Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Вільний йод без побічних реакцій кількісно реагує з розчином натрій тіосульфату за таким рівнянням:



Індикатором у такому титруванні є розчин крохмалю, який від надлишкової краплини розчину I<sub>2</sub> забарвлює розчин у блакитний колір (у випадку значного надлишку розчину I<sub>2</sub> — синє забарвлення).

### **2. Хід роботи**

У конічну колбу за допомогою піпетки переносять 10мл титрованого розчину Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, що має відому молярну концентрацію еквівалента. Додають 1 – 2мл розчину крохмалю і титрують робочим розчином I<sub>2</sub> до появи стійкого блідо-блакитного забарвлення. Титрування повторюють 3 рази. Для розрахунку беруть середнє значення об'єму розчину I<sub>2</sub>.

### **3. Результати роботи та розрахунки**

C(Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) = .....; V(Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) = 10мл = 0,01л

V<sub>1</sub>(I<sub>2</sub>)=.....;

V<sub>2</sub>(I<sub>2</sub>)=.....;

V<sub>3</sub>(I<sub>2</sub>)=.....

$$V_{\text{серед.}}(\text{I}_2) = \frac{V_1(\text{I}_2) + V_2(\text{I}_2) + V_3(\text{I}_2)}{3} = \underline{\hspace{2cm}}$$

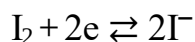
$$c(\frac{1}{2}\text{I}_2) = \frac{c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)}{V_{\text{серед.}}(\text{I}_2)} = \underline{\hspace{2cm}}$$

## **Лабораторна робота**

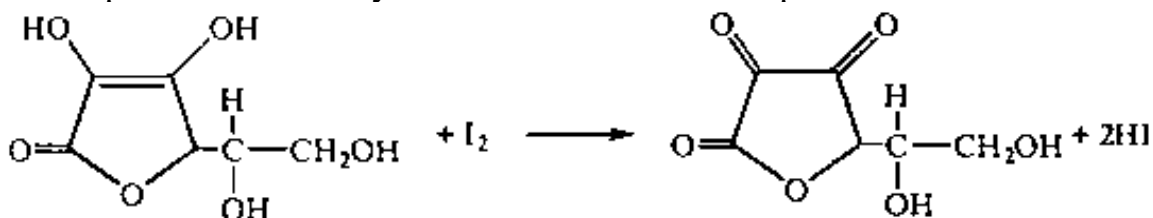
## **«Визначення масової частки аскорбінової кислоти у препараті»**

### **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  $I_2 = \frac{1}{2}$ . 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 –  $C_6H_8O_6$ ;  $M(\frac{1}{2} C_6H_8O_6) = 88,065$  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 «Окисно-відновне титрування».

### 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. Титранти, способи приготування та стандартизації, первинні та вторинні стандарти.

Способи фіксування кінцевої точки титрування. Особливості та механізм дії індикаторів.

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

### **Приклади застосування методів в аналізі.**

Броматометрія, бромометрія.

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

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

### **Застосування броматометрії для визначення:**

- відновників способом прямого титрування (оксид арсену (III), стибій(III), сульфат гідразину, пероксид водню та ін.);
- 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 (діетиламіноетиловий ефір *n*-амінобензойної кислоти). 8-оксихінолін, сульфанілова кислота, анілін);
- для кількісного визначення катіонів металів, що осаджуються 8-оксихіноліном або антраніловою кислотою ( $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$  та ін.).

### **Нітритометрія.**

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

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



Нітриметричне визначення відновників (оксид арсену(III), стибій(III), станум(II), гідрозину сульфат тощо).

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

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

## **ЗАНЯТТЯ 20. Комплексометрія. Титранти методу, їх приготування та стандартизація. Лабораторна робота «Визначення точної концентрації робочого розчину трилону Б та загальної твердості води». Розрахункові та ситуаційні задачі.**

### **Питання для теоретичної підготовки**

Комплексометричне титрування. Комплексометрія.

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

Комплексометрія. Комплекси, які застосовують в титриметричному аналізі, їх властивості.

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

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

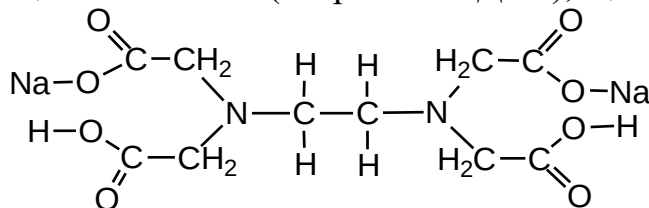
Фіксування КТТ в комплексометрії. Металохромні індикатори, механізм їх дії та вимоги, що висувають до них. Чому металохромні індикатори часто застосовують в твердому стані у вигляді тритурацій? Описати властивості та застосування металохромних індикаторів: еріохрому чорного Т, мурексиду, ксиленолового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

### **Лабораторна робота**

#### **«Визначення точної молярної концентрації еквівалента робочого розчину трилону Б!»**

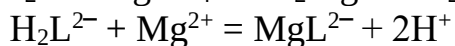
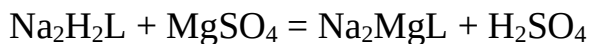
##### **1. Теоретична частина**

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

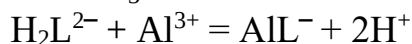


Цю сполуку також називають «Трилон Б», або «комплексон III». Схематично позначають молекулу трилону Б –  $\text{Na}_2\text{H}_2\text{L}$  або  $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$

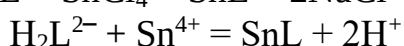
Трилон Б з йонами металів утворює легкорозчинні комплексні сполуки. Важливою особливістю взаємодії трилону Б з йонами різних металів є те, що 1 моль трилону Б завжди реагує з 1 моль металу. Тому фактор еквівалентності трилону Б залежить від заряду катіона. Якщо позначити формулу трилону Б  $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$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



Фактор еквівалентності трилону Б = 1/2



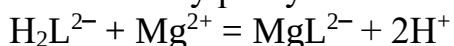
Фактор еквівалентності трилону Б = 1/3



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 трилометричних визначень із цим індикатором проводять у слабколужному розчині ( $\text{pH} \approx 10 - 12$ ). 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  $\text{Mg}^{2+}$ :



Порівняно малостійка комплексна сполука індикатора з йонами  $\text{Mg}^{2+}$  залишається без змін, і забарвлення розчину при цьому залишається бруднувато-червоним. Після того, як усі вільні йони  $\text{Mg}^{2+}$  прореагують із трилоном Б, наступна крапля розчину трилону Б забирає йони  $\text{Mg}^{2+}$  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 хлориду кальцію, хлориду магнію або сульфату магнію.

## 2. Хід роботи.

Бюретку заповнюють робочим розчином трилону Б, попередньо промивши її 3 рази робочим розчином трилону Б. Відміряють піпеткою 10мл стандартного розчину  $\text{MgSO}_4$  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.

### 3. Результати роботи і розрахунки

$$C(\frac{1}{2} \text{MgSO}_4) = \dots\dots\dots \text{моль/л}; V(\text{MgSO}_4) = \dots\dots\dots \text{л}$$

У таблицю записують результати титрування.

| № п/п | V(Na <sub>2</sub> H <sub>2</sub> L), мл | V(Na <sub>2</sub> H <sub>2</sub> L) <sub>серед</sub> , мл |
|-------|-----------------------------------------|-----------------------------------------------------------|
| 1     |                                         | }                                                         |
| 2     |                                         |                                                           |
| 3     |                                         |                                                           |

$$c(\frac{1}{2} \text{Na}_2\text{H}_2\text{L}) = \frac{c(\frac{1}{2} \text{MgSO}_4) \cdot v(\text{MgSO}_4)}{v(\text{Na}_2\text{H}_2\text{L})_{\text{серед}}}$$

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

## Лабораторна робота

### «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:

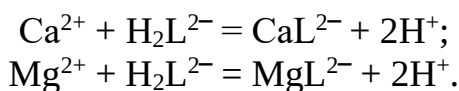
- ♣ німецький градус відповідає 10мг Ca<sup>2+</sup> у 1л води;
- ♣ французький градус відповідає 10мг CaCO<sub>3</sub> у 1л води;
- ♣ англійський градус відповідає 10мг CaCO<sub>3</sub> у 0,7л води (1гран CaCO<sub>3</sub> в англійському галоні води);
- ♣ американський градус відповідає 1мг CaCO<sub>3</sub> у 1л води (1 гран CaCO<sub>3</sub> 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<sup>2+</sup> і Mg<sup>2+</sup> 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  $\approx 5$ мл амонійного буферного розчину і 10 – 15 крапель розчину індикатора хромогену чорного. Титрують робочим розчином трилону Б до переходу забарвлення від фіолетово-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 21. Методи осаджувального титрування.

**Лабораторна робота «Визначення маси цинку в розчині його солі методом гексаціанофератометричного титрування». Контроль засвоєння змістового модуля «Методи осаджувального титрування»**

### 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 –  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$ ,  $\text{SCN}^-$ ,  $\text{Ag}^+$  – 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 рН проводять визначення хлорид-іонів за методом Фаянса-Фішера-Ходакова?

З яким індикатором і за якого значенні рН проводять визначення йодид-іонів і бромід-іонів за методом Фаянса-Фішера-Ходакова?

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.

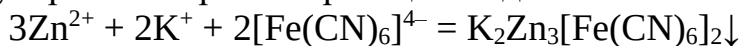
Виведіть формулу для розрахунків маси йонів цинку в розчині за результатами гексаціанофератометричного титрування.

## **Лабораторна робота.**

### **«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

$K_3[Fe(CN)_6]$ , розчин забарвлюється окисненою формою індикатора в синьо-фіолетовий колір. У кінцевій точці титрування відбувається збільшення концентрації  $K_4[Fe(CN)_6]$ , 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  $\approx 10$  мл розчину сульфатної кислоти, 1 краплю розчину дифеніламіну та 1 краплю 1%-го розчину  $K_3[Fe(CN)_6]$ , при цьому розчин забарвлюється у синьо-фіолетовий колір. Отриманий розчин повільно, при енергійному перемішуванні титрують робочим розчином  $K_4[Fe(CN)_6]$ . Поблизу точки еквівалентності титрування сповільнюють, після додавання чергової краплі титранту вміст колби ретельно перемішують протягом  $\sim 10$  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 | $V(K_4[Fe(CN)_6])$ | $V_{\text{серед.}}(K_4[Fe(CN)_6])$ | $m(Zn^{2+})$ |
|-----------|--------------------|------------------------------------|--------------|
| 1         |                    |                                    |              |
| 2         |                    |                                    |              |
| 3         |                    |                                    |              |
| 4         |                    |                                    |              |
| 5         |                    |                                    |              |

За  $V_{\text{серед.}}(K_4[Fe(CN)_6])$  і  $c(K_4[Fe(CN)_6])$  розраховують  $n(K_4[Fe(CN)_6])$ :

$$n(K_4[Fe(CN)_6]) = \frac{c(K_4[Fe(CN)_6]) \cdot V_{\text{серед.}}(K_4[Fe(CN)_6])}{1000}$$

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

$$\begin{array}{ccc} x \text{ г} & & n \text{ моль} \\ \hline 3Zn^{2+} + 2K^+ + 2[Fe(CN)_6]^{4-} & = & K_2Zn_3[Fe(CN)_6]_2 \\ \hline 3 \text{ моль} & & 2 \text{ моль} \end{array}$$

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

## **ЗАНЯТТЯ 22. 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 осади. Кристалічні осади. Співосадження. Види співосадження: адсорбція, оклюзія, ізоморфізм. Способи зменшення співосадження.

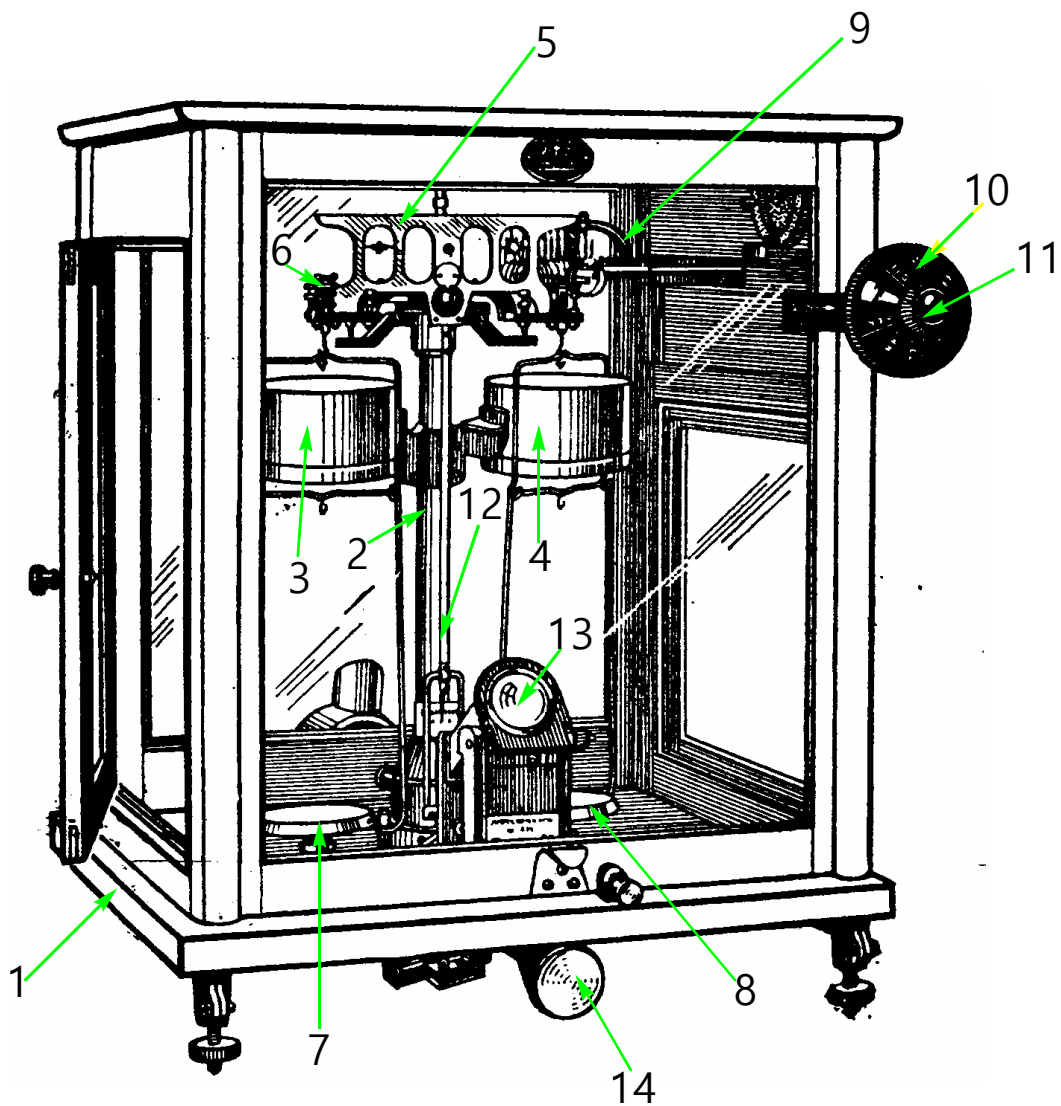
Етапи гравіметричного аналізу. Осаджувальна форма, вимоги до неї. Гравіметрична форма, вимоги до неї. Розрахунки результатів аналізу. Гравіметричний фактор. Застосування гравіметричних методів. Переваги та недоліки гравіметрії.

### **РОБОТА З АНАЛІТИЧНИМИ ТЕРЕЗАМИ**

У хімічній лабораторії використовують:

- ‘Y’ технічні (лабораторні) терези, які забезпечують точність зважування  $\pm 0,01\text{г}$ ;
- ‘Y’ аналітичні терези, наприклад, АДВ-200 (точність  $\pm 0,0001\text{г}$ ) – основні терези для аналітичної лабораторії;
- ‘Y’ мікротерези, що мають точність  $\pm 0,00001\text{г}$  ( $0,001\text{мг}$ );
- ‘Y’ 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. 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  $\approx 20$  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  $\pm 10$ 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 23. Гравіметричне визначення масової частки вологи у препараті. Розрахунки результатів гравіметричного аналізу**

### **Питання для теоретичної підготовки**

Гравіметричний аналіз. Осаджувана 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

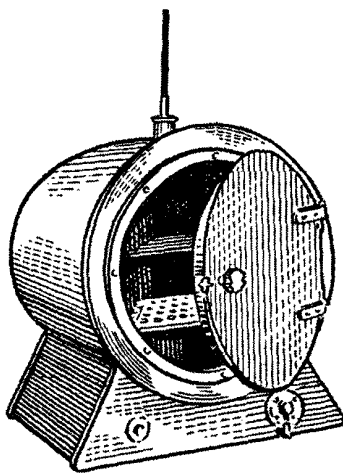
## **Лабораторна робота. «Визначення вмісту води у препараті»**

### **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.



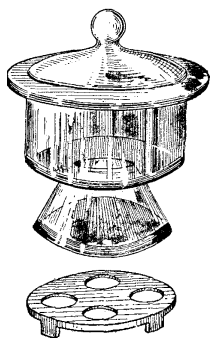
Бюкс з наважкою і кришкою поміщають у сушильну шафу і висушують протягом години.



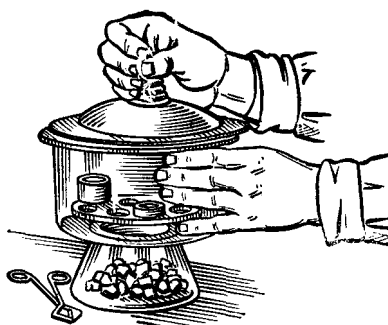
Сушильна шафа з електричним обігріванням

Через годину бюкс поміщають в ексикатор для охолодження.

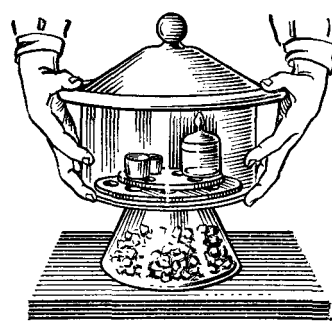
Після охолодження закривають кришкою бюкс і зважують спочатку на технічних чи аптекарських терезах, а потім на аналітичних терезах. Записують у протокол масу бюкса. Для того, щоб упевнитися у повному випаровуванні води з наважки, знову повторюють процедуру нагрівання у сушильній шафі, охолодження в ексикаторі, 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 пустого бюкса \_\_\_\_\_.

Маса наважки \_\_\_\_\_.

Маса наважки після нагрівання \_\_\_\_\_

Маса води \_\_\_\_\_.

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

## ЗМІСТ

|                                                                                                                                                                                                                                                    |    |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| <u>Особливості аналітичних визначень у кількісному аналізі</u> .....                                                                                                                                                                               | 1  |
| <u>ЗАНЯТТЯ 11. Кількісний аналіз. Приготування розчинів. Розв'язання розрахункових та ситуаційних задач. Засвоєння основних практичних навичок роботи з мірним посудом</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 12. Титриметричний аналіз. Метод кислотно-основного титрування. Лабораторна робота «Приготування та визначення точної концентрації робочого розчину». Розрахунки за результатами титрування</u>                                         | 5  |
| <u>Питання для теоретичної підготовки</u> .....                                                                                                                                                                                                    | 5  |
| <u>Лабораторна робота Приготування робочого розчину NaOH</u> .....                                                                                                                                                                                 | 6  |
| <u>Лабораторна робота Визначення точної молярної концентрації еквівалента робочого розчину NaOH</u> .....                                                                                                                                          | 7  |
| <u>ЗАНЯТТЯ 13. Кількісні визначення в методі кислотно-основного титрування. Лабораторна робота «Визначення вмісту хлоридної кислоти у фармацевтичному препараті». Розв'язання розрахункових та ситуаційних задач</u>                               | 8  |
| <u>Питання для теоретичної підготовки</u> .....                                                                                                                                                                                                    | 8  |
| <u>Лабораторна робота. Визначення вмісту хлоридної кислоти у фармацевтичному препараті</u> .....                                                                                                                                                   | 8  |
| <u>ЗАНЯТТЯ 14. Розрахунки результатів титрування для випадків титрування окремих наважок та титрування аліквотних частин. Розв'язання розрахункових задач. Лабораторна робота «Визначення концентрації оцтової кислоти в харчовому оцті»</u> ..... | 10 |
| <u>Лабораторна робота Визначення масової частки <math>\text{CH}_3\text{COOH}</math> у харчовому оцті.</u>                                                                                                                                          | 13 |

|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                           |    |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| <u>ЗАНЯТТЯ 15. Розрахунки оптимальної наважки аналізованої речовини для випадків титрування окремих наважок і титрування аліквотних частин. Контроль засвоєння практичних навичок Тестовий контроль (завдання з бази даних «Крок 1» в тому числі англійською мовою) з теми «Метод кислотно-основного титрування».....</u> | 15 |
| <u>Розрахунки оптимальної наважки аналізованої речовини.....</u>                                                                                                                                                                                                                                                          | 17 |
| <u>ЗАНЯТТЯ 16. Перманганатометрія. Титрант методу та його стандартизація. Лабораторна робота «Визначення точної концентрації титранту калій перманганату».....</u>                                                                                                                                                        | 20 |
| <u>Лабораторна робота Визначення точної молярної концентрації еквівалента робочого розчину <math>\text{KMnO}_4</math> за стандартним розчином <math>\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4</math>.....</u>                                                                                                                        | 21 |
| <u>ЗАНЯТТЯ 17. Перманганатометрія. Лабораторна робота «Визначення масової частки гідроген пероксиду у препараті».....</u>                                                                                                                                                                                                 | 22 |
| <u>Лабораторна робота «Визначення масової частки гідроген пероксиду (пероксиду водню) у препараті».....</u>                                                                                                                                                                                                               | 22 |
| <u>ЗАНЯТТЯ 18. Йодометричне визначення окисників. (ЙОДОМЕТРІЯ) Лабораторна робота «Визначення точної концентрації титранту натрій тіосульфату та масової частки активного хлору в хлораміні».....</u>                                                                                                                     | 23 |
| <u>Питання для теоретичної підготовки.....</u>                                                                                                                                                                                                                                                                            | 23 |
| <u>Лабораторна робота «Визначення точної молярної концентрації еквівалента робочого розчину натрій тіосульфату».....</u>                                                                                                                                                                                                  | 24 |
| <u>Лабораторна робота «Визначення масової частки «активного» хлору в хлораміні Б».....</u>                                                                                                                                                                                                                                | 25 |
| <u>ЗАНЯТТЯ 19. Йодометричне визначення відновників. (ЙОДИМЕТРІЯ) Лабораторна робота «Визначення точної концентрації робочого розчину йоду та масової частки аскорбінової кислоти у препараті». Контроль засвоєння змістового модуля «Окисно-відновне титрування».....</u>                                                 | 27 |
| <u>Питання для теоретичної підготовки.....</u>                                                                                                                                                                                                                                                                            | 27 |
| <u>Лабораторна робота. «Визначення точної концентрації робочого розчину <math>\text{I}_2</math> за титрованим розчином <math>\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3</math>».....</u>                                                                                                                                             | 28 |

|                                                                                                                                                                                                                                                  |    |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| <u>Лабораторна робота «Визначення масової частки аскорбінової кислоти у препараті»</u> .....                                                                                                                                                     | 28 |
| <u>Контроль засвоєння змістового модуля «Окисно-відновне титрування»</u> ..                                                                                                                                                                      | 29 |
| <u>Питання для теоретичної підготовки</u> .....                                                                                                                                                                                                  | 29 |
| <u>ЗАНЯТТЯ 20. Комплексонометрія. Титранти методу, їх приготування та стандартизація. Лабораторна робота «Визначення точної концентрації робочого розчину трилону Б та загальної твердості води». Розрахункові та ситуаційні задачі</u> .....    | 31 |
| <u>Лабораторна робота «Визначення точної молярної концентрації еквівалента робочого розчину трилону Б!»</u> .....                                                                                                                                | 31 |
| <u>Лабораторна робота «Визначення загальної твердості води»</u> .....                                                                                                                                                                            | 33 |
| <u>ЗАНЯТТЯ 21. Методи осаджувального титрування. Лабораторна робота «Визначення маси цинку в розчині його солі методом гексаціанофератометричного титрування». Контроль засвоєння змістового модуля «Методи осаджувального титрування»</u> ..... | 34 |
| <u>Лабораторна робота. «Визначення маси цинку в розчині його солі методом гексаціанофератометричного титрування»</u> .....                                                                                                                       | 35 |
| <u>ЗАНЯТТЯ 22. Гравіметричний аналіз. Засвоєння основних практичних навичок роботи у гравіметричному аналізі</u> .....                                                                                                                           | 37 |
| <u>РОБОТА З АНАЛІТИЧНИМИ ТЕРЕЗАМИ</u> .....                                                                                                                                                                                                      | 37 |
| <u>ПРАВИЛА ЗВАЖУВАННЯ НА АНАЛІТИЧНИХ ТЕРЕЗАХ</u> .....                                                                                                                                                                                           | 40 |
| <u>ЗАНЯТТЯ 23. Гравіметричне визначення масової частки вологи у препараті. Розрахунки результатів гравіметричного аналізу</u> .....                                                                                                              | 40 |
| <u>Лабораторна робота. «Визначення вмісту води у препараті»</u> .....                                                                                                                                                                            | 41 |

Підписано до друку 04.11. 2020 р. Формат 84/16. Обсяг 2,6 друк. арк. Наклад 100.

---

Кафедра медичної та загальної хімії НМУ, Київ – 57, проспект Перемоги, 34