**АНАЛІТИЧНА ХІМІЯ**

**ЛЕКЦІЙНИЙ МАТЕРІАЛ**

**Завдання**

**Завдання №1.** Законспектувати в лекційному зошиті теоретичний матеріал з окремих тем, використовуючи для цього літературні джерела зазначені нижче:

Тема 1 «Перманганатометрія»

План

1. Сутність перманганатометричного методу титрування.
2. Титрування перманганатом у кислому середовищі.
3. Титрування перманганатом у кислому середовищі.
4. Титрування перманганатом у кислому середовищі.
5. Переваги та недоліки перманганатометричного методу титрування.

Тема 2 «Йодометрія. Йодхлориметрія»

План

1. Сутність йодометричного методу титрування.
2. Пряме титрування – йодометрія, непряме титрування –акваметрія.
3. Приготування та стандартизація розчинів натрій тіосульфату і йоду.
4. Йодхлориметричне титрування.

Тема 3 «Броматометрія та бромометрія, хроматометрія, нітритометрія, церіметрія, аскорбінометрія»

План

1. Сутність методів броматометрії та бромометрії, а також хроматометрії.
2. Сутність методів нітритометрії, церіметрії, аскорбінометрії.
3. Особливості застосування даних методів у хімічному аналізі.

**Література**

1. Аналітична хімія. Теоретичні основи якісного та кількісного аналізу: навчально-методичний посібник / М.В. Шевряков, М.В. Повстяний, Б.В. Яковенко, Т.А. Попович. – Херсон: Айлант, 2013. – C. 146-248.

Електронна адреса: http://ekhsuir.kspu.edu/xmlui/bitstream/handle/123456789/320/%D0%A2%D0%B5%D0%BE%D1%80%D0%B5%D1%82%D0%B8%D1%87%D0%BD%D1%96\_%D0%BE%D1%81%D0%BD%D0%BE%D0%B2%D0%B8\_%D0%B0%D0%BD%D0%B0%D0%BB%D1%96%D1%82%D0%B8%D1%87%D0%BD%D0%BE%D1%97\_%D1%85%D1%96%D0%BC%D1%96%D1%97.pdf?sequence=1&isAllowed=y

1. Збірник завдань з органічної, біологічної, аналітичної та фармацевтичної хімії для самостійної роботи студентів: практикум для студентів закладів вищої освіти спеціальності 226 Фармація, промислова фармація денної та заочної форм навчання. / О.Н. Речицький, С.Ф. Решнова, Т.А. Попович – Херсон: вид-во ФОП Вишемирський В.С., 2019. – 132 с.
2. Шевряков М.В. Практикум з аналітичної хімії. Кількісний аналіз: навчальний посібник / М.В. Шевряков, М.В. Повстяний, Г.О. Рябініна. – Херсон: Олді-плюс, 2012. – С. 48-111.
3. Аналітична хімія. Якісний аналіз: навчально-методичний посібник / Т.Д. Рева, О.М. Чхало, Г.М. Зайцева та ін. – К.: Медицина, 2017. – С. 88-98.
4. Аналітична хімія: підручник для студентів напряму “Фармація” і “Біотехнологія” вищих навчальних закладів / Н.К. Федущак, Ю.І. Бідниченко, С.Ю. Крамаренко, В.О. Калібабчук та ін. – Вінниця: Нова Книга, 2012. – С. 272-398.
5. Медична хімія: підручник / В.О. Калібабчук, І.С. Чекман, В.І. Галинська та ін.; ред. В.О. Калібабчук. – К.: Медицина, 2018. – С. 120-129.Завдання

**Завдання №2.** Виконати кожному студенту вісім завдань за своїм варіантом і оформити індивідуальну роботу в зошиті для самостійної роботи.

**Номер завдання**

1. Розрахуйте рН у точці еквівалентності і виберіть індикатори для проведення титрування за реакцією А.
2. Обчисліть масу сульфатної кислоти в розчині об’ємом V(H2SO4) (см3), на титрування аліквоти якого об’ємом 25 см3 витрачено розчин натрій гідроксиду об’ємом V(NaOH) (см3) з молярною концентрацією еквівалента с(1/1NaOH) (моль/дм3).
3. Розрахуйте масову частку кальцій карбонату у лікарському препараті, якщо до кальцій карбонату масою m(г) було додано розчин хлоридної кислоти об’ємом 20 см3 з молярною концентрацією еквівалента с(1/1НСl) (моль/дм3) і надлишок кислоти відтитровано розчином натрій гідроксиду об’ємом 6,5 см3 з молярною концентрацією еквівалента с(1/1NaOH) (моль/дм3).
4. Розрахуйте індикаторну похибку титрування з індикатором Б при титруванні розчину хлоридної кислоти з молярною концентрацією еквівалента с(1/1НСl) = 0,1моль/дм3 розчином натрій гідроксиду з молярною концентрацією еквівалента с(1/1NaOH) = 0,1моль/дм3.
5. Перманганатометрія використовується для аналізу лікарських препаратів з властивостями відновників, наприклад, гідроген пероксиду, йонів Феруму(ІІ), натрій нітрату (III). Розрахуйте масову частку Феруму(ІІ) у препараті, якщо на титрування розчину солі Феруму(ІІ), одержаного розчиненням препарату масою m (г), пішло титранту розчину калій перманганату об’ємом V(KMnO4) (см3) з молярною концентрацією еквівалента с(1/5KMnO4) моль/дм3.
6. Йодометричним методом можна визначити формалін, анальгін, коразон, аскорбінову кислоту, пеніцилін та ін. Обчисліть молярну концентрацію еквівалента розчину натрій тіосульфату, якщо до наважки калій дихромату масою m(K2Cr2O7)(г) додали надлишок калій йодиду і хлоридної кислоти, а виділений йод відтитрували розчином натрій тіосульфату об’ємом V(Na2S2O3) (см3).
7. Бромометричне титрування використовується переважно для кількісного визначення в лікарських препаратах органічних речовин, особливо групи фенолів: фенолу, резорцолу, тимолу, саліцилової кислоти, а також амінів, аскорбінової кислоти, тіосечовини, меркаптанів тощо. Обчисліть масову частку саліцилової кислоти у препараті, якщо до наважки саліцилової кислоти масою m (г) у середовищі сульфатної кислоти було додано розчин калій бромату об’ємом 20,00 см3 з молярною концентрацією еквівалента с(1/6KBrO3) (моль/дм3) та розчину калій броміду і калій йодиду об’ємами по 10 см3 з масовою часткою розчиненої речовини 10%. На титрування надлишку йоду було витрачено розчин натрій тіосульфату об’ємом V(Na2S2O3) (см3) з молярною концентрацією еквівалента с(1/1Na2S2O3) (моль/дм3).
8. Розрахуйте масу наважки препаратів Цинку з масовою часткою елемента ω(Zn) (%), яку слід взяти для аналізу, щоб на титрування розчину даного препарату витрачалось розчину ТрилонуБ об’ємом V (Трилон Б) (см3) з молярною концентрацією еквівалента с (1/1Трилон Б) = 0,1моль/дм3.

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **№ варіанту** | **Номер завдання** | | | | | | |
| **1** | **2** | | | **3** | | |
| **А** | **V(H2SO4)** | **V(NaOH)** | **с(1/1(NaOH))** | **m** | **с(1/1(НСl)** | **с(1/1(NaOH))** |
| **1** | **NaOH+H2SO4**  c(1/1NaOH) =  0,1 моль/дм3  c(1/2H2SO4) =  0,1 моль/дм3 | 500 | 22,5 | 0,0951 | 20,0 | 0,1075 | 0,1236 |
| **2** | **NaOH+CH3COOH**  c(1/1NaOH) =  0,05 моль/дм3  c(1/1CH3COOH) =  0,1 моль/дм3 | 200 | 10,3 | 0,1052 | 25,0 | 0,1103 | 0,1136 |
| **3** | **KOH+CH3COOH**  c(1/1KOH) = 0,1моль/дм3  c(1/1CH3COOH) =  0,05 моль/дм3 | 400 | 20,5 | 0,0906 | 30,0 | 0,1248 | 0,1240 |
| **4** | **KOH+H2SO4**  c(1/1KOH) =  0,05 моль/дм3  c(1/2H2SO4) =  0,05 моль/дм3 | 450 | 25,6 | 0,0912 | 22,0 | 0,1034 | 0,1173 |
| **5** | **NaOH+HCl**  c(1/1NaOH) =  0,2 моль/дм3  c(1/1HCl) =  0,05 моль/дм3 | 250 | 13,7 | 01,1102 | 21,0 | 0,0991 | 0,1060 |
| **6** | **NaOH+CH3COOH**  c(1/1NaOH) =  0,15 моль/дм3  c(1/1CH3COOH) =  0,15 моль/дм3 | 700 | 30,8 | 0,1100 | 24,0 | 0,1015 | 0,1278 |
| **7** | **KOH+CH3COOH**  c(1/1KOH) = 0,05 моль/дм3  c(1/1CH3COOH) =  0,15 моль/дм3 | 750 | 40,3 | 0,0971 | 23,0 | 0,0994 | 0,1133 |
| **8** | **NaOH+HCl**  c(1/1(NaOH) =  0,10 моль/дм3  c(1/1(HCll) =  0,15 моль/дм3 | 300 | 20,4 | 0,0950 | 26,0 | 0,1108 | 0,1081 |
| **9** | **NaOH+HCl**  c(1/1NaOH) =  0,11 моль/дм3  c(1/1HCl) =  0,01 моль/дм3 | 100 | 9,8 | 0,1012 | 31,0 | 0,1201 | 0,1235 |
| **10** | **KOH+HCl**  c(1/1KOH) =  0,01 моль/дм3  c(1/1HCl) =  0,20 моль/дм3 | 350 | 15,4 | 0,1025 | 27,0 | 0,1201 | 0,1273 |
| **11** | **NaOH+H2SO4**  c(1/1NaOH) =  0,05 моль/дм3  c(1/2H2SO4) =  0,15 моль/дм3 | 150 | 12,3 | 0,0971 | 20,0 | 0,1131 | 0,1066 |
| **12** | **NaOH+CH3COOH**  c(1/1NaOH) = 0,15 моль/дм3  c(1/1CH3COOH) =  0,15 моль/дм3 | 200 | 15,9 | 0,0913 | 24,0 | 0,0946 | 0,1030 |
| **13** | **KOH+H2SO4**  c(1/1KOH) =  0,20 моль/дм3  c(1/2H2SO4) =  0,05 моль/дм3 | 500 | 24,7 | 0,0918 | 29,0 | 0,0951 | 0,1184 |
| **14** | **KOH+CH3COOH**  c(1/1KOH)= 0,15 моль/дм3  c(1/1CH3COOH) =  0,15 моль/дм3 | 550 | 30,1 | 0,1108 | 30,0 | 0,1074 | 0,1295 |
| **15** | **NaOH+HCl**  c(1/1NaOH) =  0,05 моль/дм3  c(1/1HCl) =  0,20 моль/дм3 | 800 | 40,5 | 0,1135 | 28,0 | 0,1063 | 0,1237 |

*Продовження таблиці*

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **№ варіанту** | **Номер завдання** | | | | | |
| **4** | **5** | | | **6** | |
| **Б** | **m, г** | **V(KMnO4),**  **см3** | **с(1/5(KMnO4), моль/дм3** | **m(K2Cr2O7) , г** | **V(Na2S2O3), см3** |
| **1** | Метиловий оранжевий | 0,3167 | 28,3 | 0,1498 | 0,1253 | 26,07 |
| **2** | Метиловий  червоний | 0,3301 | 20,5 | 0,1891 | 0,2415 | 31,00 |
| **3** | Бромфеноловий синій | 0,5452 | 19,8 | 0,2514 | 0,3116 | 42,85 |
| **4** | Нейтральний червоний | 0,6613 | 25,4 | 0,3110 | 0,1367 | 29,11 |
| **5** | Фенолфталеїн | 0,4118 | 29,8 | 0,2643 | 0,1203 | 28,05 |
| **6** | Бромфеноловий синій | 0,2612 | 19,6 | 0,1811 | 0,1147 | 30,05 |
| **7** | Брокрезоловий пурпуровий | 0,4591 | 34,5 | 0,2418 | 0,1554 | 26,84 |
| **8** | Тимолфталеїн | 0,2898 | 30,1 | 0,2903 | 0,2370 | 31,47 |
| **9** | Бромкрезоловий зелений | 0,3752 | 24,9 | 0,2910 | 0,1272 | 27,12 |
| **10** | Лакмоїд | 0,3505 | 36,7 | 0,1535 | 0,1135 | 28,16 |
| **11** | Хлорфеноловий червоний | 0,2417 | 17,8 | 0,1728 | 0,1418 | 29,73 |
| **12** | Феноловий  червоний | 0,2906 | 21,4 | 0,1684 | 0,1105 | 30,06 |
| **13** | Тропеолін ОО | 0,2715 | 26,5 | 0,1973 | 0,1168 | 31,09 |
| **14** | Алізариновий жовтий | 0,3387 | 25,3 | 0,2103 | 0,1155 | 28,15 |
| **15** | Нейтральний червоний | 0,3124 | 38,1 | 0,2505 | 0,1252 | 27,12 |

*Продовження таблиці*

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **№ варіанту** | **Номер завдання** | | | | | |
| **7** | | | | **8** | |
| **m, г** | **с(1/6KBrO3), моль/дм3** | **V(Na2S2O3), см3** | **с(1/1Na2S2O3), моль/дм3** | **ω(Zn), %** | **V(Трилон Б), см3** |
| **1** | 0,1695 | 0,1595 | 15,45 | 0,1102 | 15,0 | 15,0 |
| **2** | 0,1744 | 0,1603 | 17,13 | 0,1235 | 14,9 | 13,8 |
| **3** | 0,1835 | 0,1951 | 18,73 | 0,1344 | 13,7 | 14,8 |
| **4** | 0,2021 | 0,1854 | 19,24 | 0,1437 | 12,3 | 13,5 |
| **5** | 0,1927 | 0,1763 | 20,18 | 0,1117 | 16,6 | 18,6 |
| **6** | 0,1638 | 0,1678 | 17.23 | 0,1018 | 15,7 | 14,7 |
| **7** | 0,1545 | 0,1423 | 14,54 | 0,1825 | 14,0 | 12,9 |
| **8** | 0,1455 | 0,1322 | 13,61 | 0,1327 | 12,1 | 15,1 |
| **9** | 0,2163 | 0,2018 | 20,60 | 0,1718 | 19,3 | 18,2 |
| **10** | 0,2071 | 0,2117 | 18,17 | 0,1638 | 18,7 | 19,4 |
| **11** | 0,1624 | 0,2426 | 17.22 | 0,1545 | 17,4 | 20,3 |
| **12** | 0,1723 | 0,1624 | 16,35 | 0,1217 | 16,5 | 13,8 |
| **13** | 0,1819 | 0,1719 | 17,65 | 0,1643 | 11,3 | 14,9 |
| **14** | 0,1918 | 0,1911 | 18,75 | 0,1748 | 10,4 | 15,6 |
| **15** | 0,2021 | 0,1910 | 20,80 | 0,1925 | 15,5 | 17,5 |

**ЛАБОРАТОРНІ РОБОТИ**

**Лабораторна робота № 1**

**Тема «Контрольне визначення вмісту лугу та оцтової кислоти методом кислотно-основного титрування.»**

**Завдання:**

1. Оформити в лабораторному зошиті дану лабораторну роботу.
2. Після лабораторної роботи письмово відповісти на питання:

1.Стандартизувати розчин хлоридної кислоти можна за титрованими розчинами натрію гідроксиду і бури. Який з цих способів забезпечить більш високу точність і чому?

2.Який з індикаторів (метиловий оранжевий, фенолфталеїн, лакмус) можна застосовувати для визначення кінця титрування оцтової кислоти розчином натрію гідроксиду?

3.Визначити молярну масу еквівалента Nа2CO3 при взаємодії з надлишком НСl.

4.Визначити фактори еквівалентності учасників реакції:  
 Са(ОН)2 + 2Н2SO4 = Са(НSO4)2 + 2Н2O.

5.Як впливає константа дисоціації, температура, концентрація розчинів, об'єм розчину, що титрується, швидкість титрування на величину і положення стрибка титрування?

6.Розрахувати молярну масу еквівалента Nа2В4О7∙10Н2О у реакції з хлоридною кислотою.

7.Що таке титр розчину і титр розчину за речовиною, що визначається?

8.Які розчини називаються титрованими?

9.Як розрахувати титр розчину, коли відома його молярна концентрація і молярна концентрація еквівалента?

10.У яких об'ємних співвідношеннях реагують між собою розчини з однаковими молярними концентраціями еквівалентів?

11.У яких об'ємних співвідношеннях реагують між собою розчини з різними молярними концентраціями еквівалентів?

12.Що таке показник титрування індикатора кислотно-основного титрування?

13.Що таке інтервал переходу забарвлення кислотно-основного індикатора?

14.Які робочі розчини і індикатори застосовують в методі кислотно-основного титрування?

15.Як визначити молярну концентрацію розчину за масовою часткою речовин в ньому і густиною розчину?

16.Що таке первинні і вторинні стандартні розчини?

17.Які вимоги пред'являються до первинних стандартів?

18.Написати формулу для розрахунку титру розчину НС1 при титруванні розчину К2НРО4 з метиловим оранжевим.

19.Як визначити масові частки Na2CO3 і NaHCO3 у суміші при титруванні розчину суміші з фенолфталеїном і метиловим червоним? Навести відповідні розрахункові формули.

20.Який з методів – пряме чи обернене кислотно-основне титрування використовується при визначенні вмісту NH4Cl, СаСО3?

21.Який об'єм хлоридної кислоти (с(НСl)=0,1 моль/дм3) необхідний для нейтралізації розчину, що містить 0,2650*г* Nа2СО3, у присутності фенолфталеїну і в присутності метилового оранжевого?

22.Суміш NaОН і Nа2СO3 масою 6,0000*г* розчинили у воді і довели об'єм розчину до 250см3. На нейтралізацію 25см3 отриманого розчину у присутності фенолфталеїну використали 18,0см3 розчину хлоридної кислоти (c(HCl)=0,5 моль/дм3), а в присутності метилового оранжевого – 25,0см3. Визначити масові частки NaОН і Na2CO3 в суміші.

*Хід роботи*

***Контрольне визначення лугу***

Для аналізу студент отримує контрольне завдання у мірній колбі на 100см3. Необхідно розбавити отриманий розчин лугу дистильованою водою, доводячи об’єм колби до риски. Добре перемішати вміст колби, перевертаючи колбу догори дном декілька разів.

З мірної колби піпеткою відбирають 10см3 досліджуваного розчину і вносять у колбу для титрування. Додають 2-3 краплі розчину метилоранжу. Розчин набуває жовтого забарвлення.

У бюретку вносять стандартизований робочий розчин хлоридної кислоти. Проводять титрування до зміни забарвлення індикатора на рожеве.

**Результати титрування**

|  |  |
| --- | --- |
| Об’єм досліджуваного розчину NaOH, взятий на титрування, см3 | Об’єм робочого титрованого розчину HCl, що пішов на титрування, см3 |
| V1 – 10  V2 – 10  V3 – 10 | V1 –  V2 –  V3 – |
| Vсер. – 10 | Vсер. – |

**Розрахунки за результатами титрування**

с(HCl)∙V(HCl(p)) = c(NaOH)∙V(NaOH(p));

.

M(NaOH) = 40 г/моль. Далі розраховують масу NaOH у виданому для аналізу розчині:

.

Далі визначають відносну похибку дослідження.

η = .100%;

Δm=mконтр. – mрозрахована за результатами титрування;

mконтр. – істинне значення маси NaOH у контрольній задачі (знає викладач).

Відносна похибка результатів аналізу не повинна перевищувати

2-3 %.

***Контрольне визначення оцтової кислоти***

Для аналізу студент отримує контрольну задачу у вигляді розчину оцтової кислоти у мірній колбі на 100см3. Необхідно розбавити отриманий розчин дистильованою водою, доводячи об’єм розчину в колбі до риски. Добре перемішати вміст колби, перевертаючи колбу догори дном декілька разів.

У колбу для титрування вносять точно 10см3 отриманого розчину (аліквоту), додають 2-3 краплі розчину індикатора фенолфталеїну. Титрують робочим титрованим розчином NaOH до появи слабко- рожевого забарвлення розчину у колбі для титрування.

Оскільки NaOH не відповідає вимогам до первинних стандартів (гігроскопічний, взаємодіє з CO2 повітря з утворенням натрію гідрокарбонату і карбонату), його розчин готують приблизної концентрації с(NaOH)=0,1моль/дм3, а потім стандартизують за допомогою первинних стандартів (наприклад, щавлевої кислоти) або вже стандартизованого розчину хлоридної кислоти (вторинний стандарт).

Оцтова кислота взаємодіє з натрію гідроксидом за рівнянням реакції:

CH3COOH + NaOH CH3COONa + H2O.

Ця реакція оборотна, процес рівноважний. Натрій ацетат сильно гідролізується. В точці еквівалентності середовище лужне за рахунок гідролізу ацетат-аніона.

При титруванні слабкої кислоти сильною основою різкий стрибок титрування спостерігається в інтервалі рН=7,74-10,0. У цей стрибок титрування укладаються повністю або частково інтервали переходу забарвлення індикаторів фенолового червоного, тимолового блакитного, фенолфталеїну, тимолфталеїну. Фенолфталеїн дуже чутливий до кислот, тому при титруванні в його присутності слабких кислот рекомендується поблизу точки еквівалентності розчини прокип’ятити для видалення СО2.

**Результати титрування**

|  |  |
| --- | --- |
| Об’єм проби розчину оцтової кислоти, взятий для титрування, см3 | Об’єм робочого титрованого розчину NаОH, що пішов на титрування, см3 |
| V1 – 10  V2 – 10  V3 – 10 | V1 –  V2 –  V3 – |
| Vсер. – 10 | Vсер. – |

**Розрахунки за результатами титрування**

c(CH3COOH)∙V(CH3COOH(p)) = c(NaOH)∙V(NaOH(p));

1. c(CH3COOH) = .
2. Масу оцтової кислоти у пробі розраховують за формулою:

m(CH3COOH)=

1. Розраховують відносну похибку аналізу:

η = . 100%;

Δm=mконтр. – mрозрахована;

mконтр. – істинна маса оцтової кислоти в розчині, виданому для аналізу (знає викладач);

mрозрахована – маса оцтової кислоти, визначена за результатами аналізу.

Відносна похибка аналізу не повинна перевищувати 2-3 %.

**Лабораторна робота № 2**

**Тема «Контрольне визначення вмісту карбонатів та гідрокарбонатів при їх сумісній присутності»**

**Завдання:**

1. Оформити в лабораторному зошиті дану лабораторну роботу.
2. Після лабораторної роботи письмово відповісти на питання:

1.Як визначити масові частки Na2CO3 і NaHCO3 у суміші при титруванні розчину суміші з фенолфталеїном і метиловим червоним? Навести відповідні розрахункові формули.

2.Який з методів – пряме чи обернене кислотно-основне титрування використовується при визначенні вмісту NH4Cl, СаСО3?

3.Який об'єм хлоридної кислоти (с(НСl)=0,1 моль/дм3) необхідний для нейтралізації розчину, що містить 0,2650*г* Nа2СО3, у присутності фенолфталеїну і в присутності метилового оранжевого?

4.Суміш NaОН і Nа2СO3 масою 6,0000*г* розчинили у воді і довели об'єм розчину до 250см3. На нейтралізацію 25см3 отриманого розчину у присутності фенолфталеїну використали 18,0см3 розчину хлоридної кислоти (c(HCl)=0,5 моль/дм3), а в присутності метилового оранжевого – 25,0см3. Визначити масові частки NaОН і Na2CO3 в суміші.

*Хід роботи*

***Контрольне визначення масових часток NaOH, Na2CO3, NaHCO3 у сухій суміші***

Кристалічний натрій гідроксид гігроскопічний. Реагуючи з вуглекислим газом повітря, утворює натрій карбонат і натрій гідрогенкарбонат. Отже, технічний NaOH завжди містить домішки Na2CO3 і NaHCO3. Розчини натрій гідроксиду також містять ці домішки. Тому важливо знати вміст домішок у розчині NaOH. Для визначення вмісту домішок у технічному NaOH та в його розчинах застосовується метод фіксації двох точок еквівалентності при титруванні суміші у присутності фенолфталеїну і дотитрування у присутності метилового оранжевого.

Показник титрування фенолфталеїну рТ=9,0; показник титрування метилоранжу рТ=5,0. Отже, титрування суміші NaOH, Na2CO3, NaHCO3 з фенолфталеїном буде закінчено при рН близько 8,0 – у лужному середовищі. Титрування у присутності метилоранжу закінчиться вже в кислому середовищі. Таким чином, з різними індикаторами будуть відтитровуватись різні компоненти суміші.

Для прикладу розглянемо такі варіанти розчинів:

1.NaOH; 2.Na2CO3; 3. NaHCO3; 4.NaOH+Na2CO3; 5.Na2CO3+ NaHCO3.

Позначимо об’єм робочого титрованого розчину хлоридної кислоти, що пішов на титрування досліджуваного розчину у присутності фенолфталеїну, літерою *а*, а об’єм, що пішов на титрування в присутності метилоранжу літерою *б*. Тоді при титруванні наведених вище варіантів розчинів можливі такі співвідношення:

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| Варіант | Розчини | Об’єм розчину НСl, що пішов на титрування, см3 | | |
| при титруванні у присутності | | при дотитруванні з метилоранжем |
| фенолфталеїну | метилоранжу |
| 1 | 2 | 3 | 4 |
| 1 | NaOH | *а* | *б*=*а* | *б*=0 |
| 2 | Na2СО3 | *а* | *б*=2*а* | *б*=*а* |
| 3 | NaHCO3 | *а*=0 | *б* | *б* |
| 4 | NaOH+Na2СО3 | *а* | *б* | *б*<*а* |
| 5 | Na2СО3+NaHCO3 | *а* | *б* | *б*>*а* |

Виходячи з результатів титрування, користуючись четвертою колонкою таблиці, визначають варіант розчину з п’яти можливих варіантів. Наприклад, якщо *а*>*б*, то варіант 4, якщо *б*=0, то варіант 1. Всі вказані варіанти використовуються для розрахунків масової частки речовини у наважці. Розрахунки проводяться за наступними схемами:

*1. NaOH. Знаходять концентрацію розчину NaOH:*

с(NaOH) = .

Визначають m(NaOH) в досліджуваному розчині:

m(NaOH) = ;

М(NaOH) = 40 г/моль.

Визначають w(NaOH) у сухій речовині, виданій для аналізу:

w(NaOH) =  . 100%.

*2. Na2CO3. Знаходять концентрацію розчину Na2CO3:*

c(Na2CO3) = .

Визначають m(Na2CO3) в досліджуваному розчині:

m(Na2CO3) = ;

М(Na2CO3) =М(Na2CO3) = 53г/моль.

Визначають w(Na2CO3) у виданій для аналізу сухій речовині:

w(Na2CO3) = .100%.

*3. NaHCO3. Знаходять концентрацію розчину NaHCO3:*

c(NaHCO3) = .

Визначають m(NaHCO3) в досліджуваному розчині:

m(NaHCO3) =;

М(NaHCO3) = 84г/моль.

Визначають w(NaHCO3) у виданій для аналізу сухій речовині:

w(NaHCO3) = . 100%.

*4. Суміш NaOH+ Na2CO3. Розраховують концентрацію розчину NaOH:*

c(NaOH) = .

Визначають m(NaOH) в досліджуваному розчині:

m(NaOH) = ;

М(NaOH) = 40г/моль.

Визначають w(NaOH) у суміші NaOH + Na2CO3:

w(NaOH) = . 100%.

Далі розраховують Na2CO3. Визначають концентрацію Na2CO3 в досліджуваному розчині:

c(Na2CO3) = .

Визначають m(Na2CO3) в розчині суміші:

m(Na2CO3) = .

Розраховують w(Na2CO3) в сухій суміші:

w(Na2CO3) =  . 100%.

*5. Na2CO3+NaHCO3. Розраховують концентрацію Na2CO3 в розчині суміші:*

c(Na2CO3) = .

Розраховують m(Na2CO3) в розчині суміші:

m(Na2CO3)= 

М(Na2CO3) =М(Na2CO3) = 53г/моль.

Визначають w(Na2CO3) у сухій суміші речовин:

w(Na2CO3) = . 100%.

Далі розраховують NaHCO3.

Розраховують концентрацію NaHCO3 в досліджуваному розчині:

c(NaHCO3) = .

Розраховують m(NaHCO3) в досліджуваному розчині суміші:

m(NaHCO3) = ;

М(NaHCO3) =  =84г/моль.

Визначають w(NaHCO3) у сухій суміші речовин:

w(NaHCO3) = . 100%.

**Хід визначення**

Для аналізу видається зразок у вигляді сухої речовини. Необхідно розрахувати масу наважки цієї речовини, яку необхідно взяти для аналізу.

**Вихідні дані:**

Концентрація розчину суміші чи індивідуальної речовини

с=0,1 моль/дм3

Об’єм загальний розчину – 0,1 дм3

Середня молярна маса еквівалента суміші:

m(наважки) =.

m(наважки) =  = 0,59г.

**Зважування:**

m(бюкса) –

m(бюкса з наважкою) –

m(наважки) –

Взяту наважку переносять кількісно (без втрат) у мірну колбу на 100см3, додають близько половини колби дистильованої води, ретельно перемішують для розчинення речовини, доводять дистильованою водою до риски, знову ретельно перемішують.

У колбу для титрування відбирають аліквоту 10см3, вносять 2-3 краплі розчину фенолфталеїну і титрують робочим титрованим розчином HCl (с(HCl) = 0,1 моль/дм3) до знебарвлення розчину. Відмічають по бюретці об’єм робочого титрованого розчину хлоридної кислоти, що пішов на титрування взятої аліквоти досліджуваного розчину. Цей об’єм позначений у представленій таблиці літерою *а*. У цю ж колбу далі вносять 2-3 краплі розчину метилоранжу і продовжують титрувати до зміни жовтого забарвлення на рожеве. Відмічають об’єм робочого титрованого розчину хлоридної кислоти, що пішов на дотитрування з метиловим оранжевим. Цей об’єм позначений у наведеній таблиці у четвертому стовпці літерою *б*. За даними *а* і *б* визначають варіант суміші чи індивідуальної речовини.

**Результати титрування:**

|  |  |
| --- | --- |
| Об’єм робочого титрованого розчину хлоридної кислоти, см3 | |
| Затрачений на титрування з фенолфталеїном | Затрачений на дотитрування з метиловим оранжевим |
| *а*1 – | *б*1 – |
| *а*2 – | *б*2 – |
| *а*3 – | *б*3 – |
| *а*сер. – | *б*сер.– |

За середніми значеннями об’ємів *а* і *б* проводять розрахунки масової частки речовини у наважці за методикою розрахунку відповідного варіанту контрольної задачі.

**Лабораторна робота № 3**

**Тема «Перманганатометрія. Приготування установчого розчину щавлевої кислоти та розчину калій перманганату. Стандартизація робочого розчину калій перманганату за щавлевою кислотою. Перманганатометричне визначення вмісту солі Мора в технічному продукті».**

**Завдання:**

1. Оформити в лабораторному зошиті дану лабораторну роботу.
2. Після лабораторної роботи письмово відповісти на питання:
   1. Який робочий розчин і який індикатор застосовують при титруванні методом перманганатометрії?
   2. Для яких визначень користуються методом перманганатометрії?
   3. Як аналізують відновники і як окисники методом перманганатометрії?
   4. Як визначається молярна маса еквівалента окисника чи відновника?
   5. Чому дорівнює молярна маса еквівалента: Сl2, КСlO3, К2SО3, НNO3, Н2О2, КМnO4 в кислому і лужному середовищах?
   6. Молярна концентрація еквівалента розчину КМnО4 при застосуванні його для титрування в кислому середовищі становить 0,05 моль/дм3. Яка буде молярна концентрація еквівалента цього розчину при титруванні ним у лужному середовищі?
   7. Яка установочна речовина застосовується у більшості випадків для стандартизації розчину калію перманганату?
   8. Визначити молярну масу еквівалента окисника і відновника в реакції:

5Н2С2О4 + 2MnО4– + 6H+ = 2Мn2+ + 10СО2 + 8Н2О.

* 1. Як залежить величина стрибка титрування в редокс-методах від концентрації вихідних розчинів, рН розчину, різниці стандартних потенціалів окисника і відновника?
  2. Чому для встановлення титру розчину калію перманганату краще взяти натрію оксалат, ніж щавлеву кислоту?
  3. Які умови (температура, рН розчину, швидкість додавання титранту) необхідно дотримувати при прямому перманганатометричному визначенні відновників?

*Хід роботи*

***Приготування та стандартизація робочого розчину KMnО4***

Калію перманганат є сильним окисником і тому легко відновлюється, окиснюючи при цьому всі можливі домішки, що є в його розчині. Крім того, в розчині калію перманганату відбуваються процеси самоокиснення-самовідновлення різних форм Мангану. Виходячи з цього зрозуміло, що KMnO4 не відповідає вимогам до первинних стандартів і його робочий титрований розчин за наважкою кристалічної речовини приготувати неможливо.

Спочатку готують розчин з приблизною концентрацією с(KMnO4) ≈ 0,05моль/дм3. Наважку кристалічного KMnO4 розраховують за формулою:

m (KMnO4) = .

Необхідний об’єм розчину задається. Нехай потрібно приготувати 1дм3 (1000см3) з приблизною концентрацією с(KMnO4) ≈0,05моль/дм3. M(KMnO4) = 31,6г/моль.

Тоді наважка KMnO4 становитиме:

m (KMnO4) = = 1,58г.

Наважку переносять у мірну колбу на 1дм3, додають дистильованої води, ретельно перемішують для розчинення KMnO4 і доводять дистильованою водою до риски. Розчин переносять у посудину з темного скла і закривають притертим скляним корком. Цей розчин повинен довго постояти (навіть декілька місяців), щоб у ньому відбулися процеси окиснення можливих домішок, а також процеси диспропорціонування різних форм Мангану. Після стабілізації концентрації розчину перманганату установлюють його точну концентрацію (титр) за установочною речовиною (первинним стандартом). Як установочні речовини використовують: щавлеву кислоту Н2С2О4∙2Н2О х.ч.; натрій оксалат, висушений при 105-110ºС у сушильній шафі протягом 2 годин; амоній оксалат (NH4)2C2O4∙Н2О;

сіль Мора (NH4)2[Fe(SO4)2]∙6Н2О; калій гексаціаноферат(II) K4[Fe(CN)6]∙3Н2О та ін.

**Приготування установочного  
титрованого розчину щавлевої кислоти**

Оскільки робочий розчин KMnO4 приготовлений з приблизною концентрацією еквівалента 0,05 моль/дм3, то і розчин щавлевої кислоти треба приготувати з концентрацією того ж порядку.

Розчини установочної речовини у великому об’ємі готувати не потрібно, достатньо 100см3.

Розраховують масу наважки щавлевої кислоти, яку треба взяти для приготування 100см3 розчину щавлевої кислоти з молярною концентрацією еквівалента 0,0500 моль/дм3 за рівнянням:

m(Н2С2О4∙2Н2О) = .

Для проведення даних розрахунків треба визначити фактор еквівалентності щавлевої кислоти при взаємодії її в кислому середовищі з калій перманганатом.

2KMnO4+5Н2С2О4+3Н2SO4→2MnSO4+10CO2+K2SO4+8H2O.

+5*e*  -2*e*

Окиснюючись, щавлева кислота віддає 2 електрони. Фактор еквівалентності =

Отже,

m(Н2С2О4∙2Н2О)=



= 0,3152 г;

М(1/2Н2С2О4∙2Н2О)== 63,03г/моль.

Як вже зазначалось, розраховану наважку з точністю до десятитисячних грама зважити на аналітичних терезах практично неможливо, та в цьому і немає потреби. Треба лише знати точну наважку речовини того ж порядку, що і розраховану. А потім уточнити концентрацію за фактором перерахунку:

1. с(Н2С2О4)теор = .
2. с(Н2С2О4)пр = Fперерах∙ С(1/2 H2C2O4)теор.

**Порядок зважування**

Спочатку зважують пустий бюкс на технохімічних терезах. Визначивши приблизну масу бюкса, зважують його на аналітичних терезах з точністю до десятитисячних грама. Потім у бюкс вносять розраховану масу щавлевої кислоти (приблизно 0,3г) і зважують на аналітичних терезах з точністю до десятитисячних грама:

m(бюкса) –

m(бюкса з наважкою) –

m(наважки) –

Наважку через лійку вносять у мірну колбу на 100см3, додають дистильовану воду, розчиняють щавлеву кислоту. Бюкс декілька разів ополіскують дистильованою водою, ці води вносять теж у мірну колбу. Доводять об’єм колби дистильованою водою до риски і ретельно перемішують перевертанням колби догори дном.

Таким чином, за точною наважкою щавлевої кислоти отримують 100см3 титрованого розчину з молярною концентрацією еквівалента з точністю до десятитисячних моль/дм3.

Якщо розчин KMnO4 був приготовлений з іншою концентрацією  
(0,1 або 0,02моль/дм3), то відповідно і розчин щавлевої кислоти готують з концентрацією такого ж порядку.

**Стандартизація робочого розчину калію перманганату**

У колбу для титрування вносять аліквоту (10см3) титрованого розчину щавлевої кислоти, додають 5см3 гарячого розчину сульфатної кислоти (с(Н2SO4)= 2 моль/дм3). Розчин сульфатної кислоти до кипіння доводити не треба.

Бюретка заповнюється розчином KMnO4. Титрують розчин щавлевої кислоти краплинами при постійному перемішуванні. Оскільки реакція відбувається повільно, то спочатку при додаванні з бюретки розчину перманганату розчин у колбі для титрування може забарвитись у рожевий колір, який через деякий час зникне. А вже потім знебарвлення розчину перманганату у колбі буде відбуватися швидше аж до досягнення точки еквівалентності. Утворений у результаті реакції MnSO4 є каталізатором реакції, тому при подальшому додаванні крапель KMnO4 з бюретки, реакція відбувається швидше. Коли вся щавлева кислота буде відтитрована, то понадеквівалентна краплина розчину KMnO4 забарвить розчин у колбі для титрування у рожевий колір. Це безіндикаторний метод визначення кінця титрування. Індикатором є забарвлений розчин реагенту KMnO4.

**Результати титрування**

|  |  |
| --- | --- |
| Об’єм розчину щавлевої кислоти,  взятий на титрування, см3 | Об’єм розчину KMnO4,  що пішов на титрування, см3 |
| V1 – 10  V2 – 10  V3 – 10 | V1 –  V2 –  V3 – |
| Vсер. – 10 | Vсер. – |

**Розрахунок концентрації розчину KMnO4**

с (Н2С2О4)∙V(H2C2O4(p))=c(KMnO4)∙V(KMnO4(р));

c (KMnO4) = .

**Завдання:**

1. Оформити в лабораторному зошиті дану лабораторну роботу.
2. Після лабораторної роботи письмово відповісти на питання:
   1. Який робочий розчин і який індикатор застосовують при титруванні методом перманганатометрії?
   2. Для яких визначень користуються методом перманганатометрії?
   3. Як аналізують відновники і як окисники методом перманганатометрії?
   4. Як визначається молярна маса еквівалента окисника чи відновника?
   5. Чому дорівнює молярна маса еквівалента: Сl2, КСlO3, К2SО3, НNO3, Н2О2, КМnO4 в кислому і лужному середовищах?
   6. Молярна концентрація еквівалента розчину КМnО4 при застосуванні його для титрування в кислому середовищі становить 0,05 моль/дм3. Яка буде молярна концентрація еквівалента цього розчину при титруванні ним у лужному середовищі?
   7. Яка установочна речовина застосовується у більшості випадків для стандартизації розчину калію перманганату?
   8. Визначити молярну масу еквівалента окисника і відновника в реакції:

5Н2С2О4 + 2MnО4– + 6H+ = 2Мn2+ + 10СО2 + 8Н2О.

* 1. Як залежить величина стрибка титрування в редокс-методах від концентрації вихідних розчинів, рН розчину, різниці стандартних потенціалів окисника і відновника?
  2. Чому для встановлення титру розчину калію перманганату краще взяти натрію оксалат, ніж щавлеву кислоту?
  3. Які умови (температура, рН розчину, швидкість додавання титранту) необхідно дотримувати при прямому перманганатометричному визначенні відновників?