

ХАРКІВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ МЕДИЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ

КАФЕДРА МЕДИЧНОЇ ТА БІООРГАНІЧНОЇ ХІМІЇ



ЛАБОРАТОРНИЙ ЖУРНАЛ

з аналітичної хімії для самостійної роботи студентів 2 курсу

IV медичного факультету спеціальності

«Технології медичної діагностики та лікування»

(електронна версія)

ХНМУ

2019

Затверджено Вченою радою ХНМУ, протокол № 6 від 26.06. 2019 р.
Г. О. Сирова, В.М. Петюніна, Т. С. Тішакова, Л. В. Лук'янова, О.В.

Лабораторний журнал з аналітичної хімії для самостійної роботи студентів 2 курсу ІV медичного факультету спеціальності «Технології медичної діагностики та лікування» / упоряд. Г. О. Сирова, В.М. Петюніна, Т. С. Тішакова, Л. В. Лук'янова, О.В. – Харків: ХНМУ, 2019. - 57с.

Упорядники: Г. О. Сирова
В. М. Петюніна
Т. С. Тішакова
Л. В. Лук'янова
О. В. Савельєва
О. О. Завада

Основні вимоги з техніки безпеки

1. Студенти в навчальних кімнатах повинні працювати в халатах з довгими рукавами. Довге волосся повинно бути акуратно підібране.
2. Під час роботи слід підтримувати тишу і порядок. Приступаючи до виконання лабораторної роботи, вивчити методику її виконання, усі дії виконувати акуратно у відповідності до опису.
3. Бути уважнішими, щоб реактиви не попадали в обличчя, на руки та одягу. Забороняється відмірювати реактиви, засмоктуючи ротом до піпетки з метою запобігання опіків ротової порожнини. Для цих цілей слід застосовувати циліндр або крапельницю, а для піпетки – гумову грушу.
4. Перед тим як підпалити газову горілку або спиртівку, впевнитись, що поблизу немає горючих рідин (спирту, ефіру, бензину і т.п.).
5. Необхідно слідкувати за газовими кранами, не можна залишати їх нещільно закритими, не можна залишати горілки, які горять, без догляду.
6. При нагріванні рідини потрібно тримати пробірку отвором в сторону від себе та інших, не торкатися горілки, не наближати обличчя до посудини, в якій нагрівається рідина.
7. При розпізнаванні за запахом газу, який виділяється, легким рухом руки направити потік повітря від отвору склянки до себе і обережно вдихнути.
8. Розбавляючи луги і концентровані кислоти, вливати луг або кислоту у воду, а не навпаки. Забороняється зливати у раковини концентровані кислоти і луги.
9. Після закінчення роботи необхідно привести своє робоче місце у повний порядок, вимити посуд, виключити воду та газ. Реактиви і посуд здати черговому студенту або лаборанту.
10. В усіх випадках навіть незначних травм або опіків звертатись до викладача. Усі питання, які виникають у процесі роботи, слід терміново в'ясняти у викладача або лаборанта.

З технікою безпеки ознайомлений(а) _____
підпис студента

МЕТОДИКА ВИКОНАННЯ ОСНОВНИХ ОПЕРАЦІЙ

У лабораторії аналітичної хімії при виконанні якісного аналізу використовують:

- *циліндричні та конічні пробірки* ємністю 5 – 10 см³ (конічні пробірки найбільш зручні для відділення осаду від розчину центрифугуванням);
- *хімічні стакани і конічні колби*, призначені для роботи з порівняно великими об'ємами розчинів;
- *годинникове скло* діаметром 4 – 5 см із максимально великою опуклістю, призначене для виконання кольорових реакцій, що супроводжуються утворенням осаду або розчину з характерним забарвленням;
- *плоске предметне скло* (15 x 75 мм), призначене для виконання мікрокристалоскопічних реакцій;
- *порцелянові чашки* ємністю 5 – 10 см³, призначені для випарювання або нагрівання розчинів;
- *порцелянові тиглі*, призначені для сплавлення нерозчинних речовин;
- *капілярні піпетки, шпателі, скляні палички*, призначені для відбору розчинів, твердих речовин, перемішування тощо;
- *ступки порцелянові*, призначені для подрібнення проб.

Весь скляний і порцеляновий посуд повинен бути ретельно вимитий. Часто наявність навіть мікрозабруднень спотворює результат реакції, що веде до помилкових висновків. Посуд промити за допомогою йоржа содовим розчином, після чого – кілька разів водопровідною водою і, нарешті, дистильованою водою.

Нагрівання і випарювання:

1. Пробірки необхідно нагрівати на водяній бані. Нагрівання пробірки з розчинами безпосередньо на відкритому полум'ї може призвести до розбризкування рідини, втрати досліджуваного розчину, а інколи і до нещасних випадків.
2. При нагріванні розчинів у пробірках не можна направляти отвори пробірок на себе або на сусідів, не можна дивитись зверху в пробірку з рідиною, яку нагрівають.
3. Нагрівати великий об'єм розчину в хімічному стакані або колбі потрібно на піщаній бані.
4. Випарювання розчинів потрібно проводити у порцелянових чашках або тиглях. Рекомендується виконувати цю операцію на піщаних банях або електронагрівачах під тягою.
5. Розчинення сухого залишку необхідно проводити після охолодження чашки або тигля, інакше відбудеться розбризкування.

Осадження:

1. Для одержання осаду до кількох крапель досліджуваного розчину потрібно додати піпеткою певну кількість реагенту, попередньо створивши потрібні умови.

2. Після зливання досліджуваного розчину і реагенту вміст пробірки необхідно ретельно перемішати і, при необхідності, нагріти на водяній бані.

3. Для виявлення йонів реакціями осадження достатньо додати 1 – 2 краплі реагенту до досліджуваного розчину, щоб зробити висновок про наявність або відсутність того чи іншого йону.

4. Для відділення одних речовин від інших реакцією осадження необхідно провести реакцію до кінця. Для перевірки повноти осадження після центрифугування осаду до центрифугату додають краплю реагенту. Якщо розчин залишається прозорим, осадження повне. В іншому випадку операцію осадження потрібно повторити.

Відділення осаду від розчину:

1. Осад від розчину найчастіше відокремлюють *центрифугуванням* за допомогою електричних центрифуг. При центрифугуванні осади збираються на дні конічної пробірки. Прозорий розчин потрібно злити з осаду або відібрати піпеткою. При користуванні центрифугою необхідно виконувати такі правила:

- для центрифугування варто використовувати конічні пробірки, якщо можна, однакові за розміром і формою;
- рідину в пробірку наливати так, щоб рівень її був на 6 – 8 мм нижче краю для уникнення попадання рідини в гільзу центрифуги;
- для збереження балансу кожна пробірка, що містить пробу, повинна бути урівноважена іншою пробіркою, яка містить приблизно такий же об'єм рідини;
- перед центрифугуванням центрифугу необхідно закрити кришкою; **при відкритій кришці центрифугу в електричну мережу не вмикати;**
- збільшувати швидкість обертання центрифуги необхідно поступово;
- після закінчення центрифугування (на це потрібно декілька хвилин) вимкнути прилад і дати можливість центрифугі зупинитись без стороннього втручання, **захисну кришку центрифуги не можна піднімати до її повного зупинення;**
- категорично забороняється працювати з несправною центрифугою.

2. Для відділення осаду від великих кількостей рідини необхідно провести *фільтрування*

Заняття №1. ВСТУП. ЯКІСНИЙ АНАЛІЗ.

ПЕРША АНАЛІТИЧНА ГРУПА КАТІОНІВ

Лабораторна робота 1.

Аналіз суміші катіонів першої аналітичної групи

Реакції виявлення катіонів

Амоній-іони

1. Дія гідроксидів лужних металів

Проведення реакції. В пробірку вносять 3 – 4 краплі розчину, що містить йони амонію і 2 – 3 краплі 2М NaOH або KOH. Пробірку нагрівають, тримаючи над її отвором вологий універсальний індикаторний (лакмусовий) папірець.

Реакція виявлення йонів амонію за виділенням амоніаку є специфічною!

2. Дія реактиву Неслера.

Проведення реакції. До 1 – 2 крапель розчину, що містить йони амонію, додають 1 – 2 краплі реактиву Неслера. Утворюється жовтогарячий осад.

Натрій-іони

1. Цинк октаацетат-триуранілат $Zn(UO_2)_3(CH_3COO)_8$ (мікрокристалоскопічна реакція).

Проведення реакції. На предметне скло наносять краплю розчину, що містить йони натрію, поруч наносять розчин реагенту і скляною паличкою з'єднують краплі. Через кілька хвилин розглядають кристали, що утворилися, під мікроскопом.

2. Калій гексагідроксистибіат (V) $K[Sb(OH)_6]$.

Проведення реакції. До 3 – 4 крапель розчину, що містить йони натрію, додають 3 – 4 краплі розчину $K[Sb(OH)_6]$ і для прискорення утворення осаду потирають скляною паличкою по стінках пробірки. Реакцію проводять при охолодженні – пробірку охолоджують водопровідною водою. Випадає білий кристалічний осад.

3. Забарвлення полум'я. Леткі солі натрію забарвлюють полум'я газового пальника в жовтий колір.

Калій-іони

1. Дія натрію гідротартрату або тартратної кислоти

Проведення реакції. До 2 – 3 крапель розчину, що містить йони калію, додають 2 – 3 краплі розчину $NaHC_4H_4O_6$ і для прискорення утворення осаду потирають скляною паличкою по стінках пробірки. Випадає білий кристалічний осад. При використанні як реагента винної кислоти необхідно додати 2 – 3 краплі розчину натрій ацетату CH_3COONa .

2. Дія натрію гексанітрокобальтату(III)

Проведення реакції. Близько 40 мг випробовуваної субстанції розчиняють у 1 мл води. До одержаного розчину або до 1 мл досліджуваного розчину додають 1 мл оцтової кислоти розведеної і 1 мл свіжоприготованого розчину 100 г/л натрію гексанітрокобальтату(III); відразу утворюється жовтий або оранжево-жовтий осад.

Лабораторна робота 2.

Реакції виявлення катіонів другої аналітичної групи

Реакції виявлення катіонів аргентуму:

1. Дія хлоридної кислоти.

Проведення реакції. Близько 10 мг випробовуваної субстанції розчиняють у 10 мл води. До одержаного розчину або до 2 мл досліджуваного розчину додають 0,3 мл кислоти хлоридної; утворюється білий осад, який розчиняється при додаванні 3 мл розведеного розчину аміаку.

2. Дія йодидів. Калію йодид утворює блідо-жовтий осад аргентуму йодиду AgI , який швидко розкладається з утворенням коричневого осаду Ag_2O :

3. Дія гідроксидів (лужних металів, амонію). Луги виділяють спочатку білий осад аргентуму гідроксиду.

4. Дія сірководню. Під дією сірководню або амонію сульфід у розчин, що містить іони аргентуму, осаджується аргентуму сульфід Ag_2S чорного кольору:

Реакції виявлення катіонів плюмбуму:

1. Дія хлоридної кислоти.

Осад розчинний у гарячій воді та надлишку HCl . Межа виявлення – 0,04 мкг плюмбуму. Проведенню реакції заважають іони аргентуму та меркурію(I).

2. *Дія гідроксидів (лужних металів, амонію).* Луги у еквівалентних кількостях осаджують плюмбуму гідроксид білого кольору:

3. *Дія йодидів (ДФУ).* Калію йодид утворює з солями плюмбуму осад PbI_2 жовтого кольору:

Виконання реакції. 50 мг випробовуваної субстанції розчиняють у 1 мл кислоти оцтової. До одержаного розчину або до 1 мл досліджуваного розчину додають 10 мл води і 0,2 мл розчину калію йодиду; утворюється жовтий осад. Суміш кип'ячать протягом 1-2хв.; осад розчиняється. Розчину дають охолонути; знову утворюється осад у вигляді блискучих жовтих пластинок.

4. *Дія сірководню.* Сірководень осаджує сульфід плюмбуму чорного кольору:

Реакції виявлення катіонів ртуті(І):

1. *Дія хлоридної кислоти.* Хлоридна кислота утворює з ртуті(І) білий осад Hg_2Cl_2 (каломель):

2. *Дія гідроксидів (лужних металів, амонію).* З гідроксидами лужних металів солі ртуті(І) утворюють чорний осад Hg_2O :

3. *Дія йодидів.* Калію йодид осаджує з розчинів солей ртуті(І) осад брудно-зеленого кольору

Лабораторна робота 3.

Реакції виявлення катіонів третьої аналітичної групи

Реакції виявлення катіонів кальцію:

1. *Дія сульфатної кислоти та розчинних у воді сульфатів.* Сульфатна кислота та розчинні у воді сульфати осаджують іони кальцію тільки з концентрованих розчинів, утворюючи при цьому білий кристалічний осад, слабо розчинний у воді:

2. *Дія гліоксальгідроксианіліну.* Гліоксаль-біс-(2-оксіанілін) утворює з іонами кальцію у лужному середовищі важкорозчинний комплекс червоного кольору, який добре екстрагується хлороформом:

Виконання реакції. До 0,2 мл нейтрального розчину, що містить випробовувану субстанцію в кількості еквівалентній близько 0,2 мг кальцій-іону в 1 мл, або до 0,2 мл досліджуваного розчину додають 0,5 мл розчину (2 г/л) гліоксальгідроксианіліну у спирті, 0,2 мл розчину натрію гідроксиду розведеного і 0,2 мл розчину натрію карбонату. Суміш струшують з 1 мл або 2 мл хлороформу і додають 1–2 мл води; хлороформовий шар набуває червоного забарвлення.

3. *Дія калію гексаціаноферату(II)*

Виконання реакції. Близько 20 мг випробовуваної субстанції розчиняють у 5 мл кислоти оцтової. До одержаного розчину додають 0,5 мл розчину калію гексаціаноферату(II); розчин залишається прозорим. До розчину додають близько 50 мг амонію хлориду; утворюється білий кристалічний осад.

Реакції катіонів стронцію:

1. *Дія сульфатної кислоти та розчинних у воді сульфатів.* Сульфатна кислота та розчинні у воді сульфати осаджують іони стронцію у вигляді білого кристалічного осаду SrSO_4 :

2. **Дія амонію оксалату.** Амонію оксалат у розчинах з солями стронцію утворює білий кристалічний осад стронцію оксалату:

3. **Дія гіпсової води.** Гіпсова вода (насичений розчин $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) утворює з іонами стронцію білий кристалічний осад:

Реакції катіонів барію:

1. **Дія сульфатної кислоти та розчинних у воді сульфатів.** Сульфатна кислота та її солі утворюють з іонами барію білий кристалічний осад BaSO_4 :

2. **Дія калію дихромату.** Калію дихромат у присутності натрію ацетату з іонами барію утворює жовтий кристалічний осад:

3. **Дія сульфатної кислоти та калію перманганату.** Сульфатна кислота у насиченому розчині калію перманганату з іонами барію утворює фіолетовий осад, який незнебарвлюється відновниками. Кристали KMnO_4 ізоморфні з кристалами BaSO_4 і тому при випаданні барію сульфату вклинюються у його кристалічну ґратку.

Лабораторна робота 4.

Реакції виявлення катіонів четвертої аналітичної групи

Реакції виявлення катіонів алюмінію:

1. **Дія натрію або калію гідроксиду.** Гідроксиди лужних металів з іонами алюмінію утворюють білий осад алюмінію гідроксиду, розчинний у надлишку реагенту:

2. **Гідроліз солей алюмінію (ДФУ).** У присутності NH_4Cl при нагріванні алюмінат гідролізує з утворенням осаду $\text{Al}(\text{OH})_3$:

Виконання реакції. Близько 15 мг випробовуваної субстанції розчиняють у 2 мл води. До одержаного розчину або до 2 мл досліджуваного розчину додають близько 0,5 мл кислоти хлоридної розведеної; осад не утворюється. Потім додають краплями розчин натрію гідроксиду розведений; утворюється гелеподібний білий осад, який розчиняється при наступному додаванні розчину натрію гідроксиду розведеного. До одержаного розчину поступово додають розчин амонію хлориду; знову утворюється гелеподібний білий осад.

Реакції виявлення катіонів цинку:

1. **Дія натрію чи калію гідроксиду.** Гідроксиди лужних металів осаджують з водних розчинів осад $\text{Zn}(\text{OH})_2$ білого кольору, розчинний у надлишку реагенту з утворенням

2. **Дія амонію гідроксиду.** Розчин амонію гідроксиду осаджує білий осад $\text{Zn}(\text{OH})_2$, який розчиняється у надлишку реагенту з утворенням комплексної сполуки гідроксиду тетраамінцинку:

3. *Дія калію гексаціаноферату(II) (ДФУ).* При взаємодії солей цинку з калію гексаціанофератом(II) утворюється білий осад $K_2Zn_3[Fe(CN)_6]_2$, нерозчинний у розведеній хлоридній кислоті:

4. *Дія кобальту нітрату (утворення „Зелені Рінмана”).* Після спалювання клаптика фільтрувального паперу, змоченого розчином солі цинку і кобальту нітрату, отримують золу, забарвлену у зелений колір кобальту цинкатором („Зелень Рінмана”):

Реакції виявлення катіонів хрому(III):

1. *Дія натрію або калію гідроксиду.* Гідроксиди лужних металів осаджують $Cr(OH)_3$ зеленого кольору, розчинний у надлишку реагенту внаслідок його амфотерних властивостей:

2. *Дія амонію гідроксиду.* Розчини амонію гідроксиду осаджують $Cr(OH)_3$, частково розчинний у надлишку реагенту з утворенням гексаамінхром(III) гідроксиду:

3. *Дія натрію гідроксиду та водню пероксиду.* Під дією H_2O_2 в лужному середовищі хром (III) переходить у хром (VI) з утворенням хроматів жовтого кольору:

4. Дія окисників. Під дією окисників (KMnO_4 , Cl_2 , $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$) у кислому середовищі утворюються дихромати:

5. Реакція утворення надхромової кислоти. Під дією на утворений дихромат-іон H_2O_2 утворюється пероксид хрому CrO_5 (або надхромової кислота H_2CrO_6):

Реакції виявлення катіонів стануму(II):

1. Дія натрію або калію гідроксиду. Гідроксиди лужних металів осаджують з розчинів солей Стануму (II) білий осад $\text{Sn}(\text{OH})_2$, розчинний у надлишку лугу та кислот:

При взаємодії з водню пероксидом натрію станіт переходить у натрію станат:

2. Дія амонію гідроксиду. Амонію гідроксид утворює з іонами стануму осад $\text{Sn}(\text{OH})_2$, нерозчинний у надлишку реагенту:

3. Дія сірководню. Сірководнева вода або амонію сульфід осаджує із розчинів солей стануму (II) темно-коричневий осад стануму сульфід SnS :

Осад SnS нерозчинний у лугах і у надлишку натрію сульфід, проте легко розчиняється у амонію полісульфіди з утворенням тіосолей:

5. Дія солей вісмуту(III) та меркурію(II) в лужному середовищі. Солі стануму (II), будучі відновниками, легко вступають у реакції окислення-відновлення. Найхарактернішими окислювально-відновними реакціями для них є відновлення солей вісмуту (III) і меркурію (II) у лужному середовищі. При цьому спочатку отримують станіт, який вступає в реакцію як відновник і в результаті реакцій утворюються осади меркурію і вісмуту:

Реакції виявлення катіонів стануму(IV).

1. Дія натрію та амонію гідроксидів. Гідроксиди утворюють білий осад $H_2[Sn(OH)_6]$, який має амфотерні властивості:

Осад розчинний у надлишку лугу:

У кислотах осад розчиняється з утворенням комплексних солей:

2. Дія сірководню. З сірководнем солі стануму (IV) утворюють жовтий осад SnS_2 :

Осад розчинний у концентрованій HCl :

На відміну від Sn^{+2} осад SnS_2 розчинний у розчині $(NH_4)_2S$:

3. Проба з металічним ферумом. На відміну від Sn^{+2} , Sn^{+4} не відновлює іони вісмуту та меркурію, проте в кислому середовищі відновлюється ферумом до Sn^{+2} :

4. Дія купферону. Купферон (амонійна сіль N-нітрозофенілгідроксиламіну) з іонами стануму (IV) утворює важкорозчинну сполуку жовтого кольору:

Лабораторна робота 5.

Реакції виявлення катіонів п'ятої аналітичної групи

За кислотно-основною класифікацією катіони магнію, мангану (II), феруму (II, III), стибію (III, V) і вісмуту (III) становлять п'яту групу катіонів, груповим реагентом якої є розчин луку або насичений розчин амонію гідроксиду. Під дією групового реагенту катіони п'ятої групи утворюють гідроксиди, нерозчинні у воді і надлишку групового реагенту.

При виконанні аналізу необхідно звернути увагу на те, що всі препарати стибію є отруйними і вимагають особливої обережності при роботі з ними.

Реакції виявлення катіонів магнію:

1. Дія амонію гідроксиду та натрію гідроксиду. Амонію гідроксид та натрію гідроксид утворюють з катіонами магнію білий аморфний осад $\text{Mg}(\text{OH})_2$, розчинний у кислотах та солях амонію:

2. Дія натрію моногідрофосфату (ДФУ). Натрію гідрофосфат у присутності амонію хлориду та амонію гідроксиду утворює з солями магнію у розчинах білий кристалічний осад MgNH_4PO_4 :

Осад розчинний у сильних кислотах та оцтовій кислоті:

Межа виявлення – 10 мкг магнію. Заважають іони, які утворюють малорозчинні фосфати; не заважають іони амонію, калію та натрію.

Виконання реакції. Близько 15 мг випробовуваної субстанції розчиняють у 2 мл води. До одержаного розчину або до 2 мл досліджуваного розчину додають 1 мл розведеного розчину аміаку; утворюється білий осад, що розчиняється при додаванні 1 мл розчину амонію хлориду. До одержаного розчину додають 1 мл розчину динатрію гідрофосфату; утворюється білий кристалічний осад.

3. Дія магнезону-I та магнезону-II. Магнезон-I (*n*-нітробензолузорезорцин) та магнезон-II (*n*-нітробензолузо- β -нафтол) у лужному середовищі здатні адсорбуватись на осаді $\text{Mg}(\text{OH})_2$, змінюючи при цьому червоно-фіолетове забарвлення на синє:

Реакції виявлення катіонів феруму(II):

1. **Дія амонію гідроксиду та натрію гідроксиду.** Амонію гідроксид та натрію гідроксид утворюють з іонами феруму (II) аморфний осад $\text{Fe}(\text{OH})_2$ брудно-зеленкуватого кольору, розчинний у кислотах:

Осад швидко окислюється на повітрі, змінюючи своє забарвлення на червоно-буре.

2. **Дія калію гексаціаноферрату (III) (ДФУ).** Калію гексаціаноферрат (III) утворює з іонами феруму (II) синій осад „турнбулевої сині”: Осад не розчиняється у кислотах, але розкладається лугами. Межа виявлення – 0,02 мкг феруму. Реакція є специфічною.

Виконання реакції. Наважку випробовуваної субстанції, еквівалентну близько 10 мг ферум-іону (Fe^{+2}), розчиняють в 1 мл води. До одержаного розчину або до 1 мл досліджуваного розчину додають 1 мл розчину калію гексаціаноферату(III); утворюється синій осад, нерозчинний при додаванні кислоти хлоридної розведеної.

3. **Дія амонію сульфїду.** Амонію сульфїд утворює з солями феруму (II) чорний осад FeS , розчинний у розведених мінеральних кислотах:

4. **Дія диметилгліоксиму.** Діацетилдіоксим у амїачному середовищі з іонами феруму(II) утворює добре розчинну у воді стїйку комплексну сполуку червоного кольору:

Реакції виявлення катіонів феруму(III):

1. Дія амонію гідроксиду та натрію гідроксиду. Амонію гідроксид та натрію гідроксид утворюють з іонами феруму (III) аморфний осад $\text{Fe}(\text{OH})_3$ червоно-бурого кольору, розчинний у кислотах і нерозчинний у надлишку лугу:

2. Дія натрію сульфїду. Натрію сульфїд осаджує із розчинів солей феруму (III) осад Fe_2S_3 чорного кольору, розчинний у мінеральних кислотах:

3. Дія калію гексаціаноферату(II) (ДФУ). Калію гексаціаноферат(II) у слабо кислому середовищі утворює темно-синій осад “берлінської блакиті” $\text{Fe}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3$:

Межа виявлення – 0,2 мкг феруму. Осад не розчиняється у мінеральних кислотах, але розчинний у розчині щавлевої кислоти з утворенням комплексної сполуки. Реакція є специфічною. Проведенню реакції заважають окисники, які окислюють реагент, а також оксалати та флуориди, які утворюють стійкі комплекси з ферумом (III).

Виконання реакції. Наважку випробовуваної субстанції, еквівалентну не менше 1 мг феруму-іона (Fe^{+3}), розчиняють у 1 мл води. До одержаного розчину або до 1 мл розчину, зазначеного у окремій фармакопейній статті, додають 1 мл розчину калію гексаціаноферату (II); утворюється синій осад, який не розчиняється при додаванні 5 мл кислоти хлоридної розведеної.

4. Дія тіоціанатів (ДФУ). Калію (амонію) тіоціанат у слабко кислому середовищі з солями феруму (III) утворюють комплексні сполуки червоного кольору, склад яких, залежно від концентрації іонів феруму (III) та тіоціанат-іонів.

Межа виявлення – 0,25 мкг феруму. Проведенню реакції заважають флуориди, арсенати, фосфати, тартрати і цитрати, які утворюють сполуки з іонами феруму (III), а також нітриди, які взаємодіють з тіоціанатами.

Виконання реакції. Наважку випробовуваної субстанції, еквівалентну близько 1 мг ферум-іону (Fe^{+3}), розчиняють у 30 мл води. До одержаного розчину або до 3 мл досліджуваного розчину додають 1 мл кислоти хлоридної і 1 мл розчину калію тіоціанату; з'являється червоне забарвлення. Відбирають дві порції одержаного розчину по 1 мл кожна. До однієї порції додають 5 мл спирту ізоамілового або 5 мл ефіру, струшують і залишають до розшарування; органічний шар набуває рожевого забарвлення. До другої порції додають 2 мл розчину меркурію(II) хлориду; червоне забарвлення розчину зникає.

5. Дія натрію ацетату. Натрію ацетат з іонами феруму (III) на холоді утворює феруму (III) ацетат $\text{Fe}(\text{CH}_3\text{COO})_3$ червоно-бурого кольору:

Реакції виявлення катіонів стибію(III):

1. Дія натрію гідроксиду та амонію гідроксиду. Луги та амонію гідроксид утворюють з солями стибію (III) у розчинах білий осад $\text{Sb}(\text{OH})_3$:

Свіжоосаджений осад розчинний у лугах з утворенням комплексної сполуки $\text{Na}[\text{Sb}(\text{OH})_4]$, а також у сильних кислотах з утворенням відповідних солей.

2. *Дія сульфідів (ДФУ).* Сульфіди з солями стибію (III) утворюють оранжево-червоний осад Sb_2S_3 :

Лабораторна робота 6.

Реакції виявлення катіонів шостої аналітичної групи

Згідно кислотно-основної класифікації до шостої аналітичної групи відносяться катіони купруму (II), кадмію (II), кобальту (II), нікелю (II) і ртуті (II), які під дією надлишку концентрованого розчину амонію гідроксиду (груповий реагент) утворюють розчинні комплексні сполуки – аміакати.

При виконанні аналізу необхідно звернути увагу на те, що всі сполуки ртуті є отруйними і вимагають особливої обережності при роботі з ними.

Реакції виявлення катіонів кадмію:

1. *Дія амонію гідроксиду та натрію гідроксиду.* Амонію гідроксид у еквівалентних кількостях та натрію гідроксид осаджують із розчинів солей кадмію білий осад $Cd(OH)_2$, нерозчинний у лугах, розчинний у кислотах та розчинах аміаку з утворенням безбарвного комплексу тетраамінкадмій-іону:

2. *Дія натрію сульфідів.* Сірководень або сульфіди лужних металів утворює з іонами кадмію жовтий осад кадмію сульфідів, нерозчинний у розчині натрію сульфідів та натрію гідроксидів, розчинний у концентрованій хлоридній, азотній та сульфатній кислотах:

3. Дія дитизону. Дитизон взаємодіє з іонами кадмію у інтервалі рН 6,5-14 з утворенням червоної внутрішньокмплесної сполуки, яка екстрагується хлороформом або чотирхлористим вуглецем:

Реакції виявлення катіонів кобальту(II):

1. Дія амонію гідроксиду. Амонію гідроксид осаджує із розчинів солей кобальту синій осад основної солі, розчинної у надлишку реагенту з утворенням хлориду гексаамінкобальту (II) $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_2$ жовтого кольору:

Хлорид гексаамінкобальту (II) під впливом кисню повітря поступово переходить у хлорид пентаамінкобальту (III) $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Cl}]\text{Cl}_2$ червоного кольору. Ця реакція проходить миттєво під впливом H_2O_2 .

2. Дія натрію гідроксиду. Луги утворюють з іонами кобальту (II) синій осад основної солі. При подальшому додаванні лугу і нагріванні осад перетворюється у кобальту (II) гідроксид рожевого кольору:

На повітрі осад $\text{Co}(\text{OH})_2$ поступово буріє, перетворюючись у кобальту гідроксид(III).

3. Дія натрію сульфїду. Сульфїди осаджують CoS чорного кольору, розчинний у мінеральних кислотах:

Реакції виявлення катіонів купруму (II):

1. Дія амонію гідроксиду. Амонію гідроксид осаджує спочатку з розчинів солей купруму (II) осад основних солей купруму голубувато-зеленого кольору, який розчинний у надлишку реагенту з утворенням тетраамінкупрум (II)-іону інтенсивно-синього кольору:

При підкисленні аміачний комплекс купруму руйнується внаслідок зв'язування молекул аміаку іонами H^+ з утворенням стійкішого комплексу NH_4^+ . При цьому синє забарвлення розчину змінюється на голубе.

2. Дія натрію гідроксиду. Гідроксиди лужних металів осаджують з водних розчинів солей купруму (II) голубий осад $\text{Cu}(\text{OH})_2$, який при нагріванні втрачає воду і переходить у CuO чорного кольору:

Лабораторна робота 7.

Класифікація аніонів

Аніони утворюються у основному *p*-елементами і деякими *d*-елементами (хром, манган). Висока здатність до утворення аніонів властива *p*-елементам, розташованим у правому верхньому куті таблиці Д.І.Менделєєва. Через те, що *p*-елементи мають змінний ступінь окислення, вони здатні утворювати різноманітні кислоти і сила кислот зростає зі збільшенням ступеня окислення елемента. За окислювально-відновними властивостями аніони ділять на аніони-окисники, в яких елемент має вищий ступінь окислення (нітрат-аніон), аніони-відновники з нижчим ступенем окислення (хлориди, броміди, йодиди) і нейтральні аніони, які не проявляють ні окислювальних, ні відновних властивостей (карбонат-, сульфат-, фосфат-аніони).

Окислювально-відновні властивості деяких аніонів можуть мінятися (сульфід-, нітрит-аніони) залежно від умов проведення реакції.

Аналітична класифікація аніонів оснований на реакціях утворення нерозчинних у воді осадів солей барію та аргентуму. За цією класифікацією всі аніони поділяють на три групи: **перша група аніонів** – нерозчинні у воді солі барію: сульфат-, сульфід-, карбонат-, фосфат-, тіосульфат-, оксалат-, тетраборат-, йодат-, арсенат-, арсеніт-, флуорид-, тартрат-, цитрат-іони; **друга група аніонів** – нерозчинні у воді і нітратній кислоті солі аргентуму: хлориди, броміди, йодиди, тіоціанати, ціаніди, бензоати; **третья група аніонів** – солі барію і аргентуму розчинні у воді, групового реагенту немає: нітрат-, нітрит-, ацетат-, бромат-, перхлорат-, саліцилат-аніон.

Більшість аніонів виявляють дробним методом, тому групові реагенти використовують тільки для виявлення груп аніонів, що позбавляє від необхідності у випадку негативної реакції з груповими реагентами шукати у розчині аніони даної групи.

Реакції аніонів першої аналітичної групи

До першої аналітичної групи відносяться сульфат-, сульфід-, карбонат-, фосфат-, оксалат-, тіосульфат-, тетраборат-, арсеніт-, арсенат-, флуорид-, тартрат-, цитрат-, хромат-, дихромат-, силікат-аніони, які утворюють осад з хлоридом барію, розчини з мінеральними кислотами, за винятком сульфату барію. Ці аніони осаджуються груповим реагентом у нейтральному або слабо лужному середовищі.

Реакції виявлення сульфат-іонів:

Дія барію хлориду (ДФУ). З солями барію сульфати утворюють нерозчинний у кислотах і лугах осад $BaSO_4$ білого кольору:

Тому для виявлення сульфатів до досліджуваного розчину додають розчин солі барію і концентровану соляну або нітратну кислоту. Чутливість реакції підвищується при додаванні краплі розчину $KMnO_4$ – осад $BaSO_4$ забарвлюється у фіолетовий колір.

Виконання реакції. Близько 45 мг випробовуваної субстанції розчиняють у 5 мл води. До одержаного розчину або до 5 мл досліджуваного розчину додають 1 мл кислоти хлоридної розведеної і 1 мл розчину барію хлориду; утворюється білий осад. До суспензії, одержаної в результаті реакції, описаної вище, додають 0,1 мл 0,05 М розчину йоду; жовте забарвлення йоду не зникає (відмінність від сульфідів і дитіонітів), але знебарвлюється при додаванні краплинами розчину стануму хлориду (відмінність від йодатів). Суміш кип'ятять; осад не знебарвлюється (відмінність від селенатів і вольфраматів).

Дія плюмбуму ацетату. Солі плюмбуму осаджують з розчинів сульфатів білий осад $PbSO_4$, розчинний при нагріванні у лугах і розчині амонію ацетату:

Реакції виявлення сульфит-іонів:

1. Дія барію хлориду. З солями барію сульфіти утворюють білий осад $BaSO_3$ розчинний у кислотах:

2. Дія хлоридної кислоти. Мінеральні кислоти розкладають розчинні та нерозчинні сульфіти з утворенням SO_2 , який має відновні властивості і тому знебарвлює розчини I_2 та $KMnO_4$:

Реакції виявлення тіосульфат-іонів:

1. Дія солей барію. Барію хлорид, доданий у надлишку, утворює з тіосульфат-аніоном білий осад, оскільки барію тіосульфат легко утворює пересичені розчини, при виконанні реакції слід протерти стінки пробірки скляною паличкою.

2. Дія мінеральних кислот. При взаємодії з кислотами виділяється тіосульфатна кислота $\text{H}_2\text{S}_2\text{O}_3$, яка розчиняється у воду до діоксид сірки і сірку. Сірка випадає у осад і розчин стає каламутним:

Реакції виявлення карбонат-іонів:

1. Дія барію хлориду. З солями барію карбонати утворюють білий осад BaCO_3 , розчинний у кислотах:

2. Дія мінеральних кислот (ДФУ). Кислоти, в тому числі і оцтова, розкладають карбонати з виділенням CO_2 :

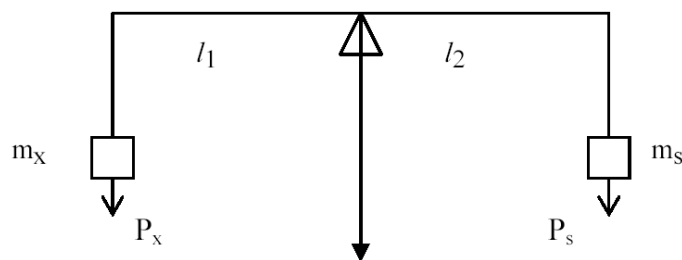
Вуглекислий газ виявляють за помутнінням вапняної або баритової води, тобто насичених водних розчинів $\text{Ca}(\text{OH})_2$ і $\text{Ba}(\text{OH})_2$:

КІЛЬКІСНИЙ АНАЛІЗ.

Хімічні методи аналізу. Гравіметричний аналіз

Терези і принцип зважування

Масу речовини, m , вимірюють, зважуючи речовину. Вага P є пропорційною масі, $P = g$, де g – прискорення сили тяжіння. Зважуючи, силу притягування порівнюють з відомою за величиною силою, створеною пружиною, пневматичним, гідравлічним або електродинамічним устроєм. Найпоширенішим є “класичний” метод: силу притягування зрівноважують вантажем відомої маси на важелі.



В умовах рівноваги співпадають моменти сил, $m_x = m_s$, $P_x l_1 = P_s l_2$, $m_x g l_1 = m_s g l_2$, де $l_1 = l_2$ то $m_x = m_s$, m_x , m_s - моменти сил тяжіння, l_1, l_2 довжини плеч коромисла, m_x , m_s маси об'єкту і гирь - відомого вантажу порівняння. Показання засобів вимірювання ваги, що застосовані на цьому принципі, не залежать від прискорення сили тяжіння. Терези класифікують, виділяючи: зразкові - Іа, І, ІІ, ІІІ, ІV розрядів; лабораторні загального призначення 1, 2, 3, 4 класів. Відповідно класифікують і гирі.

Лабораторна робота 8.

ГРАВІМЕТРИЧНЕ (ВАГОВЕ) ВИЗНАЧЕННЯ ВОЛОГОСТІ КАЛЬЦІЮ ГЛЮКОНАТУ.

Суть методу. Гравіметричний аналіз - метод кількісного хімічного аналізу, заснований на точному вимірі маси речовини, її складових частин, виділених у хімічно чистому стані або у вигляді відповідних сполук. Метод гравіметричного аналізу найчастіше застосовують при визначенні вологи у лікарських препаратах. Цей метод проводять способом висушування з подальшим прожарюванням до постійної ваги. Найчастіше гравіметричний аналіз використовують у контрольній-аналітичній практиці при визначенні доброякісності лікарських субстанцій, які мають у складі молекули води (кристалогідрати), які при порушенні умов зберігання можуть втрачати воду.

Методика проведення експерименту.

0,5 г (точна наважка) кальцію глюконату сушать при температурі від 40 до 60°C до постійної маси. Втрата в масі не повинна перевищувати 0,5%. Вказану наважку вміщують у бюкс і сушать у сушильній шафі біля 1-1,5 години, охолоджують бюкс у закритому ексикаторі і зважують. Потім

сушать речовину ще 30 хвилин і зважують. Якщо маса змінюється не більше ніж на 0,0005 г, висушування закінчують і розраховують відсотковий вміст води:

$$\omega(\text{H}_2\text{O}) = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100\%}{m_1},$$

m_1 - початкова маса наважки, г;

m_2 - маса наважки після висушивання, г.

Обробка результатів.

Результати зважувань заносять до таблиці:

№	Початкова маса наважки, г	Маса тигля	Маса тигля з наважкою, г	маса наважки після висушивання, г;	$\omega, \%$

Висновки: _____

Хімічні методи аналізу. Титриметричні методи аналізу.

Титриметричний аналіз — один із найбільш важливих розділів кількісного об'ємного аналізу, представлений великою кількістю титриметричних методів, що базуються на визначенні об'єму розчину реагенту, необхідного для взаємодії з компонентом, який визначають.

У титриметричних методах до розчину речовини, що визначають, поступово додають розчин реактиву (титранту) точно відомої концентрації. Додавання титранту продовжують, доки його кількість не стане еквівалентною тій речовині, яку визначають. Оскільки титриметричні методи є хімічними, кожен з них ґрунтується на певній хімічній реакції (до яких висуваються відповідні вимоги). За типом хімічної реакції розрізняють кислотно-основне, осаджувальне, комплексонометричне та окисно-відновне титрування. Для визначення кінцевої точки титрування використовують відповідні хімічні індикатори

(кисотно-основні, адсорбційні, металохромні, редокс-індикатори та ін.), інструментальні методи аналізу (потенціометричний, фотометричний, кондуктометричний, амперометричний). У ряді випадків можливе безіндикаторне визначення кінцевої точки титрування (перманганатометрія, цериметрія, йодохлориметрія та ін.). Вибір індикатора проводять за продуктами хімічної реакції чи за кривими титрування, що являють собою залежність певного фізичного параметра розчину від об'єму (маси) — титранту. У разі, якщо реакція між компонентами, що визначаються, і титрантом проходить повільно, використовують зворотне титрування (до розчину компонента, який визначають, додають точно відомий надлишок першого титранту, який відтитровують іншим титрантом).

Якщо компонент, який визначають, не реагує з титрантом або реакція не стехіометрична, використовують також різні види непрямого титрування (титрування замісника, визначення за вмістом продуктів реакції титрування, за різницею тощо). У ряді випадків застосовують реверсійне титрування — розчином речовини, яку визначають, титрують стандартний розчин титранту. Залежно від того, розчин якого титранту застосовують для визначень, кожен із титриметричних методів має відповідну назву (напр.: аргентометрія — AgNO_3 , меркуриметрія — $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$, броматометрія — KBrO_3 , цериметрія — $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$ тощо).

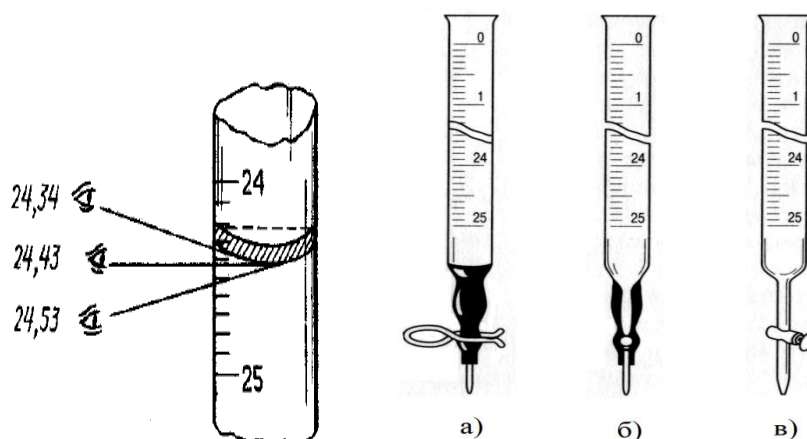
Титриметричні методи широко застосовують у фармації та медицині для визначення складу різних сполук неорганічної та органічної природи.

Мірний посуд та робота з ним.

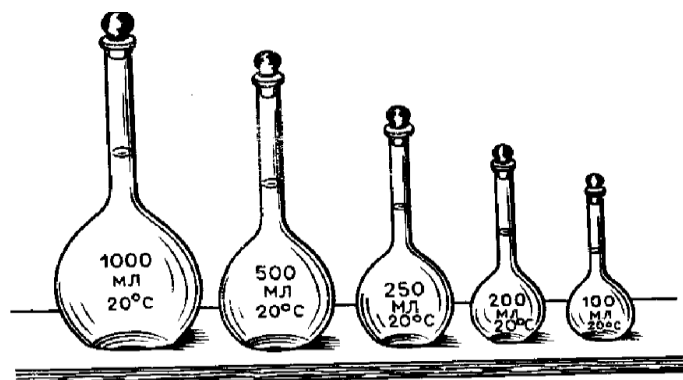
Одиниці об'єму. Одиницею об'єму в інтернаціональній системі одиниць (СІ) є кубічний метр (м^3). Вживаємо і дольні одиниці $1 \text{ дм}^3 = 10^{-3} \text{ м}^3$ та $1 \text{ см}^3 = 10^{-6} \text{ м}^3$. Позасистемною одиницею без обмеження терміну вжитку є літр (л), який тепер прирівнюють кубічному дециметрові. Термін “об'єм” рекомендують, щоб характеризувати простір, що займає тіло або речовина, а “місткість” - для об'єма внутрішнього простору. Термін “ємність” вживати не рекомендують.

Посуд, що вживають у титриметрії. Об'єми розчинів у титриметрії вимірюють, заповнюючи ними посуд відомої місткості. У титриметрії вживають колби, піпетки та бюретки. Мірними циліндрами вимірюють об'єми з меншою точністю, і ми їх тут не розглядаємо. Посуд (звичайно – мірні колби) називають градуйованим “на наповнення”, якщо його місткість відповідає об'ємові рідини всередині посуду. Відповідно до їх вжитку, піпетки та бюретки градуують “на виливання”, їх об'єм відповідає об'ємові рідини, що виливається із заповненого за певними правилами посуду, без врахування тієї рідини, що змочує стінки посуду.

Бюретка – довга градуйована трубка однакового діаметру по всій довжині. Її закріплюють вертикально у штативі. Внизу бюретки – пристрій, через який поступово зливають розчин. Пристроєм є або скляний кран, або гумова трубка зі скляним наконечником, в середину якої вміщують скляну кульку, що перекриває виток розчину. Вихід для нього відкривають, відтягаючи гуму, що облягає кульку посередині. Натискають легко, не за діаметром кульки, а за хордою, трохи зміщуючи натиск вгору від кульки. Якщо натиснути нижче від неї, а потім відпустити, то повітря може ввійти в частину нижче кульки (як при користуванні медичинською піпеткою). Перед початком рівень розчину встановлюють проти позначки “0”. Щоб уникнути похибки від паралаксу – такої, коли на об’єкт та позначку дивляться косо, під кутом, - слід спостерігати за шкалою так, щоб лінія від ока до позначки була під прямим кутом до бюретки. На рисунку показано правильний відлік (посередині), так і відліки з похибками від паралаксу. Намагайтесь закріпити бюретку на висоті, що відповідає вашому зросту – так, щоб можна було дивитись на будь-яку поділку під прямим кутом, може, лише трохи пригинаючись або встаючи навшпиньки.

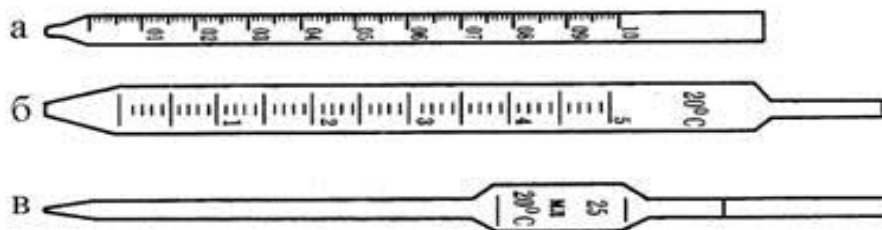


Мірна колба – плоскодонна. Рідина, що налита в колбу до позначки – тонкого кола навкруги горла – має займати об’єм, що записаний на колбі, при стандартній температурі (звичайно 20°C).



Піпетка з однією рисою – це скляна трубка з розширенням посередіні, нижній її кінець відтягнуто у капіляр. На верхній частині витравлено кільцеву мітку. Вона вказує, до

якого місця слід заповнити піпетку, щоб об'єм рідини, що її виливають з піпетки за певними правилами, відповідав номіналові. Існують також градуйовані піпетки – вузькі трубки з багатьма поділками. Ці піпетки дозволяють вимірювати різні об'єми рідини, як і бюретки. У титриметрії їх застосовують лише на допоміжних операціях.



Робота з піпеткою. Піпеткою переносять певний об'єм рідини з однієї посудини в іншу. Застосовують або чисту суху піпетку, або злегка змочену дистильованою водою, якою її вимили. В останньому випадку слідкують, щоб вода не попала і посудину з розчином: витирають піпетку зовні шматочком фільтровального паперу, зразу втягують у неї трохи розчину, сполоскують ним піпетку і виливають в окрему посудину. Сполоскування повторюють тричі. Працюючи з піпеткою, уникають тримати рукою її середню розширену частину, де міститься більша частина розчину, бо інакше розчин нагріється, і його об'єм зміниться. Піпетку беруть за верхню частину великим і середнім пальцями правої руки і, тримаючи піпетку вертикально, зануюють її кінець у розчин. Відсосуючи повітря через верхній отвір піпетки, зтягують у неї порцію розчину трохи вище мітки. Хоча досвічений хімік вміє зтягнути розчин і власним ротом, все ж, особливо працюючи з їдкими та отруйними розчинами, повітря слід відсосувати невеличкою гумовою грушею. Заповнивши піпетку, закривають верхній отвір вказівним пальцем правої руки і виймають її з посудини з розчином. Послаблюючи обережно натиск пальця, випускають надлишок розчину до мітки – звичайно, у допоміжну посудину (якщо зовсім зняти палець, то важко піймати ту мить, коли його слід повернути). Зовнішня поверхня піпетки, що перед тим була занурена у розчин, звичайно мокра, і цю додаткову краплю не слід приєднувати до відміряного розчину. Краплю знімають, доторкнувшись заздалегідь приготованою смужкою фільтровального паперу до бічної поверхні піпетки (до отвору не торкаємось, щоб не спричинити проскоку повітря у піпетку!). Нарешті піпетку вносять у посудину, в яку відмірюють порцію розчину, і тримаючи вертикально, відпускають палець, що розчин вільностікає. Видувати розчин не слід.

Робота з бюреткою. Бюретка – основний прилад у титруванні. Чисту бюретку принаймні двічі ополоскують розчином титранту, заливаючи його зверху. Якщо економити

розчин, ретельно ополоскують стінки, похитуючи лійки, і виливають порцію “промивного” розчину, що ще не заповнила всієї бюретки. Потім бюретку заповнюють розчином через невелику лійку. У нижній частині бюретки – у скляному кінчику і під гумою – не має бути бульбашок повітря. Їх видаляють, зливаючи невелику порцію розчину через відігнутий вгору нижній кінець, або наповнюючи 1-ий раз бюретку знизу – як піпетку.

Перед кожним титруванням бюретку заповнюють до верхньої поділки “0”. Титрують повільно, щоб титрант повністю зтікав зі стінок. Під кінець титрант додають окремими краплями, слідкуючи за індикацією. Вправляючись з бюреткою однією рукою, другою хитають колбу для титрування, перемішуючи її вміст. Закінчивши титрування, чекають щонайменше 30 с (поки титрант повністю не збіжить зі стінок) і реєструють показання.

Закінчивши роботу, бюретку не залишають з розчином. Її ретельно промивають дистильованою водою, і якщо для бюретки відведене постійне робоче місце, заповнюють водою і лишають з у штативі, накривши зверху ковпачком. В умовах практикуму доводиться після роботи воду вилити і бюретку укласти в шафу, закривши кінець паперовим ковпачком від пилу.

КИСЛОТНО-ОСНОВНЕ ТИТРУВАННЯ

Лабораторна робота 9.

Приготування та стандартизація розчину NaOH.

Сутність методу. Метод нейтралізації засновано на проведенні кислотно-основних реакцій. В ході такого титрування змінюється значення рН розчину. Стандартизацію розчинів проводять у випадку, якщо речовина не відповідає вимогам, які пред’являються до стандартних речовин, та встановлюють точне значення молярної концентрації еквіваленту та титр розчину.

Методика виконання експерименту:

1. За допомогою піпетки відібрати точний об’єм (5 мл) стандартного розчину (аліквота) щавлевої кислоти;
2. Аліквоту переносимо до колби для титрування і додаємо 2-3 краплі індикатора (фенолфталеїн);
3. Заповнюємо бюретку розчином лугу NaOH (стандартизований розчин) і проводимо процес титрування – повільно, по краплях додаємо титрант до аліквоти стандартного розчину до зміни кольору.
4. Процес титрування провести тричі – до отримання трьох подібних результатів.
5. Виміряти об’єм досліджуваного розчину NaOH, який затратився на титрування та розрахувати концентрацію та титр NaOH.

Заповнити таблицю:

№ з/п	V (щавлевої кислоти), мл	V (гідроксиду натрія), мл	Розрахунки
1	$V_1 = 5,0$	$V_1 =$	
2	$V_2 = 5,0$	$V_2 =$	
3	$V_3 = 5,0$	$V_3 =$	
4	$V_4 = 5,0$	$V_4 =$	
5	$V_5 = 5,0$	$V_5 =$	$C_{\text{NaOH}} =$
$V_{\text{сер.}} =$			$T_{\text{NaOH}} =$

Обробка експериментальних даних:

1) Щавлева кислота є стандартною речовиною:

m (наважки) = _____ гр.; V розчину = _____ л.

Розрахуйте молярну концентрацію еквівалента розчину дигідрату щавлевої кислоти: _____

2) Розрахуйте молярну концентрацію еквівалента розчину NaOH (з застосуванням закону еквівалентів) _____

3) Розрахуйте титр розчину NaOH _____

Висновки: _____

Лабораторна робота 10.

Визначення кислотності шлункового соку.

Сутність методу. Вміст кислот у фізіологічних рідинах впливає на функціонування клітин, органів і організму в цілому. Визначення кислотності шлункового соку, крові, сечі відноситься до числа аналізів, що виконуються з метою діагностики захворювання і контролю за ходом лікування.

Чистий шлунковий сік являє собою безбарвну рідину з грудочками слизу. Він містить хлоридну кислоту, ферменти, мінеральні речовини, гормон гастрин, слиз, сліди органічних сполук

В клінічній практиці кислотність шлункового соку виражається у клінічних (титриметричних) одиницях, тобто числом мілілітрів 0,1 М лугу, який необхідно витратити для нейтралізації 100 мл шлункового соку.

В лабораторіях визначають вміст вільної соляної кислоти та загальну кислотність.

У нормі активна кислотність, тобто вміст вільної HCl, становить 20-40 ммоль/л (т.о.), а норма загальної кислотності дорівнює 40-60 ммоль/л (т.о.).

Підвищений вміст кислот спостерігається при виразках шлунка, дванадцятипалої кишки, гіперацидних гастритах і ряді захворювань нервової системи.

Знижена кислотність має місце при гострих інфекційних захворюваннях, гіперацидних гастритах, раку шлунку, тощо.

Методика проведення експерименту.

- 1) За допомогою піпетки відібрати точний об'єм (5 мл) розчину шлункового соку (аліквота);
- 2) аліквоту переносимо до колби для титрування і додаємо по 2-3 краплі фенолфталеїну та метилового помаранчевого;
- 3) заповнюємо бюретку розчином лугу NaOH і проводимо процес титрування. Титрування проводимо до зміни кольору розчину з червоного на рожево-помаранчовий. Записуємо об'єм розчину NaOH, який затратився на титрування (V_1) та продовжуємо процес титрування до переходу забарвлення через жовте до малинового. Записуємо об'єм розчину NaOH, який затратився на титрування (V_2). Заповнити таблицю.

Процес титрування повторити до отримання трьох подібних результатів.

№ з/п	Результати титрування V (ш.с.) = 5 мл		Розрахунки
	V_1 (NaOH), мл	V_2 (NaOH), мл	
1			
2			
3			
4			
5			
$V_{1\text{сер.}} =$		$V_{2\text{сер.}} =$	

Обробка експериментальних даних:

- 1) розрахунок поправочного коефіцієнту:

$$K = \frac{0,1}{C(\text{NaOH})}$$

- 2) розрахунок активної кислотності шлункового соку:

$$HCl_{\text{віль.}} = \frac{V_{1\text{сер.}}(\text{NaOH}) \cdot 100}{V_{\text{ш.с.}} \cdot K}$$

- 3) розрахунок загальної кислотності шлункового соку:

$$\text{Загальна кислотність} = \frac{V_{2\text{сер.}} \cdot 100}{V_{\text{ш.с.}} \cdot K}$$

Висновки: _____

ОСАДЖУВАЛЬНЕ ТИТРУВАННЯ.

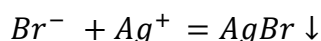
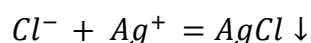
Метод осаджувального титрування. В основі методу осаджувального титрування є реакція утворення малорозчинної сполуки. Вимоги до реакції у цьому методі:

1. Достатньо низька розчинність осаду.
2. Швидке утворення осаду при додаванні титранту.
3. Мінімальний вміст домішок в осаді.
4. Наявність індикатора, що дозволяє фіксувати кінець титрування.

Назви окремих методів осадження походять від назви розчинів титрантів. Метод, що використовує у ролі титранту розчин нітрату аргентуму, отримав називу аргентометрія. Цей метод дозволяє визначати вміст іонів Cl^- та Br^- в нейтральному або слабколужному середовищі. У тіоціанатометрії використовують в ролі титранту розчини амонію тіоціанату (NH_4SCN) або калію тіоціанату ($KSCN$) для визначення Cl^- та Br^- в сильнолужних та кислих розчинах. В меркуриметричному методі в якості титранту використовують розчин меркурій (I) нітрату $Hg_2(NO_3)_2$.

Аргентометричне титрування.

Метод базується на реакції осадження хлорид та бромід аніонів катіонами аргентуму з утворенням малорозчинних галогенідів:



При цьому використовують розчин аргентум нітрату ($AgNO_3$). Якщо аналізують розчин на вміст Аргентуму, то використовують розчин $NaCl$, або KCl . В аргентометрії застосовують різні способи індикації точки еквівалентності:

1. Метод рівного помутніння. При титруванні іонів Cl^- за цим методом поблизу точки еквівалентності відбирають порції прозорого розчину і додають до однієї порції $AgNO_3$, а до другої – $NaCl$. В точці еквівалентності помутніння в обох порціях буде однаковим. В недотитрованих розчинах помутніння буде відбуватися тільки при додаванні розчину нітрату срібла, а в перетитрованих – при додаванні хлориду натрію.

2. Методом Фольгарда, використовуючи зворотне титрування, визначають концентрацію аніонів (Cl^- , Br^- , $C_2O_4^{2-}$, PO_4^{3-}), що утворюють нерозчинні сполуки з іоном

Ag^+ . Індикатором є ферум (III) тіоціанатні комплекси. До розчину, що аналізується, додають надлишок титрованого розчину, ту кількість іонів аргентуму, яка не вступила в реакцію, відтитрують розчином калій або амоній тіоціанату з точно визначеною концентрацією у присутності іонів Fe^{3+} . Перша надлишкова крапля тіоціанату викликає появу червоного забарвлення. Перевагою методу Фольгарда є можливість визначення галогенідів у кислому середовищі.

3. В *методі Фаянса* використовують адсорбційні індикатори, що здатні змінювати своє забарвлення при адсорбції на осаді. Наприклад, для визначення кількості хлорид-іонів у слаболужному середовищі ($\text{pH} = 7\text{--}10$) використовують флуоресцеїн, який має в розчині зеленожовтий колір. У точці еквівалентності він надає осад AgCl червоного забарвлення. Еозин застосовують для визначення кількості бромід-іонів у сильноокислому середовищі.

4. В *методі Мора* в ролі індикатора використовують розчин калій хромату (K_2CrO_4) в слаболужному середовищі ($\text{pH} = 6,5\text{--}10$). В точці еквівалентності утворюється цеглисто-червоний осад аргентум хромату. Метод Мора використовують для визначення кількості Cl^- та Br^- . Йодиди та тіоціанати не визначаються методом Мора внаслідок адсорбції, що ускладнює індикацію точки еквівалентності і призводить до зростання похибки аналізу.

Лабораторна робота 11.

Аргентометричне визначення вмісту хлорид-іонів (метод Мора)

Сутність методу. Метод полягає у осадженні хлорид-іонів у нейтральному або слаболужному середовищі аргентум нітратом з індикацією точки еквівалентності в присутності калій хромату K_2CrO_4 .

Реактиви:

- розчин AgNO_3 з точно відомою концентрацією ($C(\text{AgNO}_3) = 0,02$ моль/дм³);
- розчин NaCl ;
- індикатор – 5 % розчин K_2CrO_4 .

Лабораторний посуд:

- 2–3 конічні колби для титрування місткістю 250–300 см³;
- бюретка на 25 см³;
- піпетка Мора на 10 см³;
- лійка діаметром 35–55 мм.

Хід роботи

1. Весь лабораторний посуд перед початком роботи ретельно промити водопровідною, потім дистильованою водою.
2. Заповнити бюретку розчином AgNO_3 .
3. Відібрати аліквоту розчину NaCl в колбу для титрування (розмір аліквоти 10 см^3).
4. До аліквоти додати пару крапель індикатору.
5. Провести три паралельні титрування до переходу забарвлення індикатору з жовтого в яскраво-помаранчевий (колір червоної цегли).
6. Записати в лабораторний журнал об'єм титранту, що витрачено на титрування.

Обробка результатів.

Результати зважувань заносять до таблиці:

<i>N</i>	$V(\text{NaCl}),$ см^3	$C(\text{AgNO}_3),$ моль/дм^3	$V(\text{AgNO}_3),$ см^3	$V_{\text{ср.}}(\text{AgNO}_3),$ см^3	$C(\text{NaCl}),$ моль/дм^3	$T(\text{NaCl}),$ г/см^3

Розрахувати значення еквівалентної концентрації розчину хлориду натрію та його титр. Результати розрахунків записати в таблиці, враховуючи четвертий знак після коми:

$$C(\text{NaCl}) = \frac{V_{\text{ср.}}(\text{AgNO}_3) \cdot C(\text{AgNO}_3)}{V(\text{NaCl})}$$

$$T(\text{NaCl}) = \frac{C(\text{NaCl}) \cdot M_e(\text{NaCl})}{1000}$$

Висновки: _____

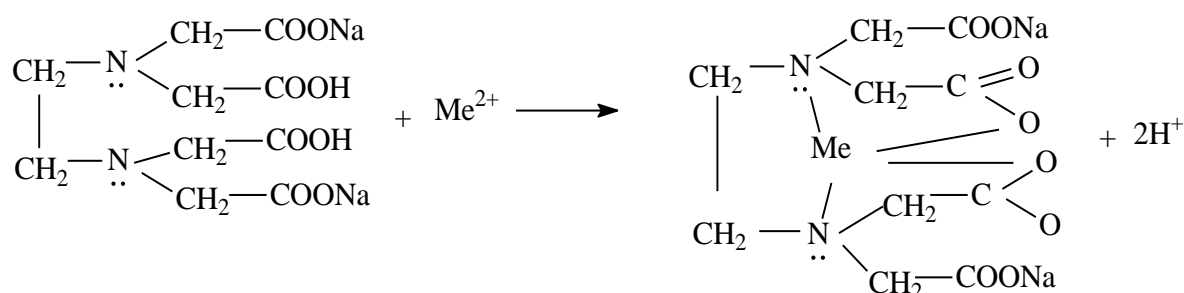
КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧНЕ ТИТРУВАННЯ

Лабораторна робота 12.

Визначення твердості водовідної води

Сутність методу. Твердість – один із технологічних показників, які прийняті для характеристики складу та якості природних вод. Твердою називають воду з підвищеним вмістом іонів Ca^{2+} та Mg^{2+} . Існує два види твердості: тимчасова – викликається присутністю гідрокарбонатів $\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$ та $\text{Mg}(\text{HCO}_3)_2$; постійна – викликана присутністю у воді сульфатів і хлоридів Ca^{2+} та Mg^{2+} .

Для визначення загальної твердості використовується метод комплексометрії. В основі цього методу лежить титрування води в присутності аміачного буферного розчину і індикатора розчином Трилону Б до переходу червоного кольору у блакитний. При титруванні твердої води розчином трилону Б утворюється внутрікомплесна сполука:



У процесі титрування комплекс металу з індикатором руйнується і останній виділяється в чистому вигляді:



Величина загальної твердості	Група води
до 2	м'яка
від 2 до 6	середня твердість
від 6 до 10	тверда
більше ніж 10	дуже тверда

Методика проведення експерименту.

- 1) за допомогою піпетки відібрати точний об'єм водовідної води (5мл) та перенести до колби для титрування;
- 2) додати 2,5 мл аміачного буферного розчину та 2 краплі індикатора (хромогену чорного);

- 3) заповнити бюретку розчином Трилону Б і почати титрування. Процес титрування проводити до зміни кольору з червоного до блакитного;
- 4) процес титрування повторити до отримання трьох подібних результатів;
- 5) виміряти об'єм розчину Трилону Б, який затратився на титрування та заповнити таблицю:

№ з/п	V(H ₂ O), мл	V(Трилону Б), мл	Розрахунки
1.	V = 5,0	V ₁ =	
2.	V = 5,0	V ₂ =	
3.	V = 5,0	V ₃ =	
V _{сер.} =			

Обробка експериментальних даних:

- 1) розрахувати молярну концентрацію еквіваленту розчину Трилону Б:

$$C = \frac{m(\text{Трилону Б})}{M_{\text{екв}} \cdot V}, \text{ моль / л}$$

- 2) розрахувати загальну жорсткість води:

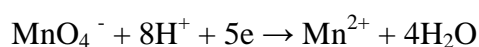
$$Ж (H_2O) = \frac{C_{\text{екв.}}(\text{ТрилонуБ}) \cdot V_{\text{сер.}}(\text{ТрилонуБ})}{V(H_2O)} \cdot 1000, \text{ ммоль / л}$$

Висновки: _____

ОКИСНО – ВІДНОВНЕ ТИТРУВАННЯ

Методи окисно-відновного титрування (оксидиметрія) базуються на окисно-відновних реакціях між титрантом та речовиною, що досліджується та класифікуються залежно від титранту, що використовується. Найбільш розповсюдженими методами є:

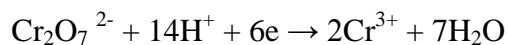
Метод перманганатометрії – як титрант використовують розчин калію перманганату (KMnO₄):



За допомогою цього методу визначають концентрації розчинів сильних та слабких відновників методом прямого титрування. Недоліками калію перманганату є здатність

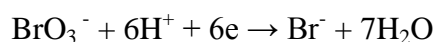
окислювати хлорид-іон (хлоридну кислоту дуже часто використовують як розчинник), по-друге, розчини KMnO_4 нестійкі.

Метод хроматометрії – як титрант використовують розчин калію біхромату ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$):

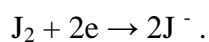


За допомогою цього методу визначають концентрації розчинів сильних та слабких відновників методом прямого титрування та окисників методом оберненого титрування. Калій біхромат має менш виражені окислювальні властивості, ніж калій перманганат. Перевагами $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ над KMnO_4 є те, що твердий реагент $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ можна легко отримати з маркуванням ч.д.а. та х.ч., 70 його стандартні розчини доволі стійкі та можуть бути первинними стандартами.

Метод броматометрії – як титрант використовують розчин калій бромату (KBrO_3). Цей метод дозволяє визначати відновники в присутності хлоридної кислоти:



Метод йодометрії – як титрант використовують йод (I_2) в розчині KI . Методом йодометрії визначають концентрації лише сильних відновників (методом прямого титрування) та сильних окисників (титрування із заміщенням):



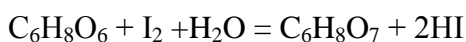
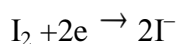
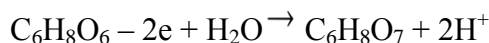
Методом йодометрії визначають концентрації лише сильних відновників (методом прямого титрування) та сильних окисників (титрування із заміщенням).

Лабораторна робота 13.

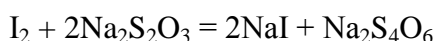
Визначення аскорбінової кислоти

Мета роботи: визначити масу аскорбінової кислоти.

В основі визначення аскорбінової кислоти лежить реакція:



Надлишок йоду відтитрують тіосульфатом:



Масу кислоти в розчині розраховують за формулою:

$$B(\%) = \frac{(N_{I_2} \cdot V_{I_2} - N_{Na_2S_2O_3} \cdot V_{Na_2S_2O_3}) \cdot m_E(HA) \cdot 100}{1000 \cdot A} =$$

де: N_{I_2} – молярна концентрація еквіваленту розчину йоду; V_{I_2} – об'єм розчину йоду; $N_{Na_2S_2O_3}$ – молярна концентрація еквіваленту розчину $Na_2S_2O_3$; $V_{Na_2S_2O_3}$ – об'єм розчину тіосульфату, витрачений на титрування; $m_E(HA)$ – молярна маса еквіваленту аскорбінової кислоти (88,06 г/моль); A – аліквотний об'єм розчину задачі, мл.

Методика виконання роботи. Розчин задачі в мірній колбі на 100,00 мл доводять водою до мітки і перемішують. 20,00 мл цього розчину відбирають піпеткою в конічну колбу для титрування. Туди ж доливають 4 мл H_2SO_4 (1:4) (даний об'єм відміряють циліндром), потім вносять за допомогою піпетки 15,00 мл 0,01 Н розчину йоду. Через 30 с доливають 5 мл 0,5%-ого розчину крохмалю і титрують 0,01 Н розчином тіосульфату до знебарвлення. Титрування повторюють декілька разів і проводять розрахунки.

Результати досліджень і розрахунків вносять в таблицю.

Таблиця.

№ п/п	Об'єм розчину аскорбінової кислоти, см ³	Об'єм розчину $Na_2S_2O_3$, витрачений на титрування, см ³	Середнє значення об'єму розчину $Na_2S_2O_3$, см ³	Маса аскорбінової кислоти в задачі, г

Висновки: _____

ФІЗИКО-ХІМІЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ (ІНСТРУМЕНТАЛЬНІ). ЕЛЕКТРОХІМІЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ ПОТЕНЦІОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ pH

Потенціометрія, як метод аналізу заснована на використанні рівняння Нернста, що поєднує потенціал електрода з активністю, або концентрацією потенціалвизначаючих частинок в розчині:

$$E = E_0 + \frac{RT}{zF} \ln \frac{a(X^{n+})}{a(X^{m+})}$$

де E_0 – стандартний електродний потенціал, В;

R – універсальна газова стала, дорівнює 8,314 Дж/(моль×К);

T – температура, К; z – кількість електронів, що беруть участь в електродній реакції:

$$z = n - m ;$$

F – стала Фарадея, дорівнює 96500 Кл/моль;

$a(X_{n+})$ і $a(X_{m+})$ – активності окисненої та відновленої форми X , моль/дм³.

Потенціометричний аналіз включає два основні варіанта – пряма потенціометрія та потенціометричне титрування. Пряма потенціометрія полягає в тому, що в розчин, який досліджується занурюють необхідний індикаторний електрод і вимірюють його потенціал щодо електрода порівняння.

Важливим застосуванням потенціометрії є вимірювання рН. Величина рН – важливий показник якості води, лікарських і косметичних препаратів та інших товарів.

рН — число, яке умовно характеризує концентрацію іонів водню у водних розчинах. Вимірювання рН полягає в порівнянні потенціалу індикаторного електрода, зануреного у випробуваний розчин, з потенціалом того ж електрода в стандартному буферному розчині з відомим значенням рН. На практиці рН визначають експериментально. рН випробовуваного розчину пов'язане з рН стандартного розчину (рН_s) таким рівнянням:

$$pH = pH_s - \frac{E - E_s}{k}$$

де: E — потенціал електрода у випробовуваному

розчині, у вольтах; E_s — потенціал того самого електрода в розчині з відомим рН (рН_s), у вольтах.

Температурний коефіцієнт (k), виражений у вольтах, при будь-якій температурі може бути розрахований за формулою:

$$k = 0.05916 + 0.000198(t - 25 \text{ } ^\circ\text{C}).$$

Лабораторна робота 14.

Визначення концентрації розчину хлоридної кислоти методом потенціометричного титрування розчином гідроксиду натрію.

Методика проведення експерименту.

В хімічній стакан відмірюють 10 мл розчину HCl. Над стаканом прилаштовують бюретку, заповнену 0,1 М розчином NaOH. Потенціометричне титрування проводять, занурюючи в стакан з досліджуваним розчином два електроди: індикаторний електрод (скляний) та електрод порівняння (хлоросрібний), після чого вмикають рН-метр та

вимірюють рН розчину до введення титранту. До кожної порції (10 мл розчину HCl) додають по 0,5 мл стандартного розчину NaOH і результати вимірювання заносять до таблиці.

№з/п	Об'єм титранту NaOH, мл	рН
1	0,5	
2	1,0	
3	1,5	
4	2,0	
5	2,5	
6	3,0	
7	3,5	

За результатами вимірювання будують графік – потенціометричну криву титрування. На осі абсцис відкладають об'єм титранту (NaOH), а на осі ординат – відповідні значення рН. Знайшовши за графіком еквівалентну точку, встановлюють об'єм лугу, який витрачено на титрування 10 мл досліджуваного розчину кислоти. Закінчення титрування можна визначити ще по різкій зміні потенціалу індикаторного електроду поблизу точки еквівалентності.

Користуючись даними співвідношеннями $S_{\text{к}}V_{\text{к}}$ та $S_{\text{лугу}}V_{\text{лугу}}$ – можна визначити концентрацію кислоти і зробити висновок по лабораторній роботі.

Висновки: _____

ОПТИЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ

Лабораторна робота 15.

Кількісне визначення хлориду натрію у розчинах методом рефрактометрії

В оптично однорідному середовищі світло, як відомо, поширюється прямолінійно. Якщо існує межа розподілу двох середовищ з різними властивостями, на цій межі відбувається відбиття і заломлення світла (рис. 1.).

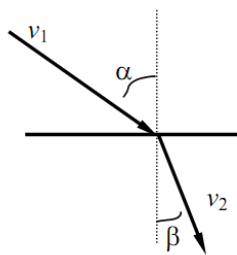


Рис. 1. Графічне зображення показника заломлення: α – кут падіння променів; β – кут заломлення променів

Якщо два середовища є ізотропними діелектриками, відношення синуса кута падіння світла до синуса кута заломлення є величиною постійною для даних двох середовищ і називається відносним показником заломлення:

$$n = \sin \alpha / \sin \beta$$

де α – кут падіння променя, β – кут заломлення променя, n – відносний показник заломлення двох середовищ, тобто показник заломлення другого середовища відносно першого.

1 Обладнання і принцип методу

1.1. Рефрактометрія (лат. *Refractus* – переломлений + грец. *metreo* –виміряю) – оптичний метод аналізу, заснований на явищі заломлення світла при проходженні з одного середовища в інше.

Рефрактометрія – приклад експресного мікрометоду: для виміру показника заломлення потрібно 1-2 краплі розчину, що досліджується, визначення займає лише декілька хвилин. Визначення найчастіше проводять при температурі 20°C і довжині хвилі D лінії спектра атома натрію ($\lambda = 589,3$ нм). Показник заломлення, визначений у таких умовах, позначають n_D^{20} .

Взаємозалежність між концентрацією бінарного розчину і показником заломлення встановлюють за допомогою емпіричних формул або по градуовальному графіку. Для побудови графіка готують стандартні розчини з чистої речовини і вимірюють кожний розчин 3-4 рази, встановлюють середнє арифметичне. Одержане значення відкладають на осі ординат, а на осі абсцис відкладають концентрацію розчину.

1.2. Рефрактометром називають прилад, що служить для визначення показника заломлення світлових променів в прозорих рідинах. Принцип дії приладу заснований на явищі повного внутрішнього відображення, що виникає на межі розділу двох середовищ, при переході променя з оптично більш щільного в оптично менш щільне середовище.

Головною частиною рефрактометра є система двох прямокутних призм – освітлювальної ($A_1B_1C_1$) і вимірювальної (ABC), зроблених зі скла з великим показником заломлення. У освітлювальній призми грань A_1B_1 – матова, а грань AB вимірювальної призми – полірована. Призми розташовані так, що між гранями залишається вузький плоско-паралельний простір, який заповнюється рідиною, що досліджується.

Під час роботи промені від джерела світла проходять через грань B_1C_1 освітлювальної призми і падають на матову поверхню грані A_1B_1 . Внаслідок розсіювання світла матовою поверхнею в рідину, що досліджується, входять промені під всілякими кутами (див. точки a та b). Завдяки цьому, кути падіння променів, падаючих на межу AB рідина – скло, будуть мати значення від 0° до 90° . Якщо на шляху променів, що виходять з вимірювальної призми, поставити зорову трубу, то нижня половина її поля зору буде освітлена, а верхня залишається темною. При цьому положення межі світлотіні визначається променем, відповідним граничному куту (рис. 2.).

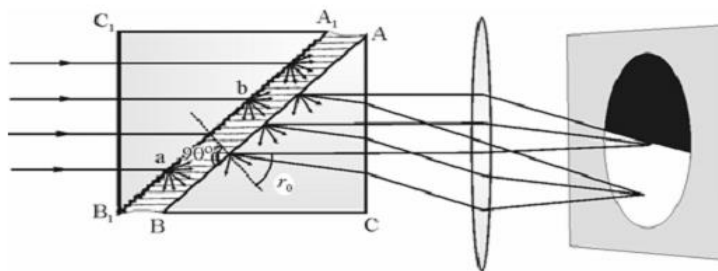


Рис. 2. Хід променів в рефрактометрі

Звичайно вимірювання показника заломлення проводять на рефрактометрах типу Аббе.

1.3. За допомогою рефрактометра ІРФ-454 Б2М аналізують речовини з показником заломлення від 1,2 до 1,7. Точність вимірювання приладу по показнику заломлення не нижча $\pm (2 \cdot 10^{-4})$.

На рис. 3 показаний зовнішній вигляд рефрактометра ІРФ-454 Б2М. Для проведення вимірювань на даному приладі слід відкрити блок призми (1), на поверхню вимірювальної призми нанести 1-2 краплі досліджуваного розчину і закрити блок. Відкрити шторку (4) на передній частині блоку. Встановити прилад на відстані 40-50 см від джерела світла і обертаючи оправу окуляра досягти різкого відображення перехрещення ниток і шкали відліку. Потім, обертаючи маховичок (3) вивести в поле зору межу світлотіні. Якщо межа має розмитий і забарвлений вигляд, обертаючи маховичок (2) досягти її різкого відображення, після чого за допомогою маховичка (3) точно з'єднати межу світлотіні з перехрещенням ниток. Відлік проводять за шкалою, яку спостерігають в окуляр (5). Ціна поділки шкали 0,001. Десятитисячні долі оцінюються приблизно.

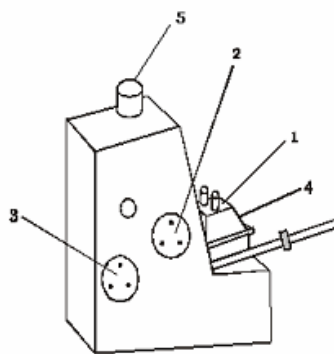


Рис. 3. Зовнішній вигляд рефрактометра IPF-454: 1 – призменный блок; 2, 3 – маховички, 4 – шторка; 5 – окуляр

1.4. Показник заломлення залежить від температури і довжини хвилі світла, при якій проводять визначення. В розчинах показник заломлення залежить також від концентрації речовини і природи розчинника.

2 Прилади і матеріали

- рефрактометр IPF-454 Б2М;
- хімічні стакани;
- термометр 0 – 50°C з ціною ділення 0,2 °С;
- піпетка або скляна паличка;
- фільтрувальний папір;
- бавовняна серветка;
- спирт етиловий 96 % для протирання призми;
- вода дистильована Р,
- 10% стандартний розчин натрію хлориду Р

3 Методика визначення

3.1. Перед початком роботи прилад юстирують. Для цього визначають показник заломлення еталонної рідини або води дистильованої, для якої при температурі 20°C він складає 1,3330.

УВАГА! Перед початком роботи поверхню призми приладу необхідно ретельно витерти м'якою ганчіркою, промити невеликою кількістю спирту і знов ретельно протерти чистою серветкою. Дрібні порошини, що залишилися на поверхні, видалити м'яким пензликом.

3.2. Для проведення операції юстирування:

- перевіряють за допомогою термометра навколишню температуру і проводять термостатування з точністю $\pm 0,2^\circ\text{C}$ (якщо за будь-якою причиною це не можливо, потрібно користуватися спеціальною таблицею залежності показника заломлення від температури, яка є в інструкції по експлуатації приладу);
- піднімають шторку з віконця верхньої камери і відкривають її;

- за допомогою піпетки наносять декілька крапель води дистильованої на поверхню призми і зачиняють верхню камеру.
- поворотом дзеркала домагаються найкращого освітлення шкали;
- переміщуючи ручку з окуляром вздовж шкали вгору і вниз, у поле зору вводять межу світлотіні;
- обертанням ручки компенсатора ліквідують забарвлення межі світлотіні;
- обертанням важеля освітлювача і обертанням самого освітлювача по осі досягають максимальної контрастності межі світлотіні, яку підводять до центру перехрестя сітки.

3.3. Якщо виміряний таким чином показник заломлення води дистильованої дорівнює 1,3330, то нульова позначка рефрактометра встановлена вірно. У протилежному випадку спеціальним ключем підкручують голівку юстирувального гвинта до потрібної межі. Правильність юстирування перевіряють відповідно вимогам технічного опису рефрактометра і інструкції по перевірці.

3.4. Для визначення показника заломлення речовини (для підтвердження справжності та чистоти) випробувану речовину вміщують в стакан і доводять температуру речовини до $+20^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$. Після чого за допомогою піпетки або скляною паличкою речовину в кількості 2-3 крапель швидко наносять на чисту призму рефрактометра, не торкаючись поверхні призми, і проводять вимірювання.

Увага! У випадку визначення показника заломлення речовин, які мають сильний запах, визначення потрібно проводити у витяжній шафі. На холодну вимірювальну призму не можна наносити гарячі проби, а на гарячу – холодні.

3.5. Для визначення показника заломлення розчину речовини, випробуваний розчин за допомогою піпетки наносять на призму приладу (не торкаючись поверхні призми) і проводять вимірювання при температурі $+20^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$. Після вимірювання залишки випробовуваного розчину видаляють за допомогою фільтрувального паперу, призму промивають дистильованою водою і витирають бавовняною серветкою. Промивання водою повторюють 3-4 рази.

4 Хід виконання роботи

4.1 Приготування серії водних розчинів хлориду натрію відомої концентрації:

- В мірну колбу місткістю 10 мл поміщають 2 мл 10% стандартного розчину *натрію хлориду Р*, доводять до позначки водою дистильованою *Р*, перемішують.
- В мірну колбу місткістю 10 мл поміщають 4 мл 10% стандартного розчину *натрію хлориду Р*, доводять до позначки водою дистильованою *Р*, перемішують.
- В мірну колбу місткістю 10 мл поміщають 6 мл 10% стандартного розчину *натрію хлориду Р*, доводять до позначки водою дистильованою *Р*, перемішують.

– В мірну колбу місткістю 10 мл поміщують 8 мл 10% стандартного розчину натрію хлориду P , доводять до позначки водою дистильованою P , перемішують.

4.2. Нульову точку рефрактометра встановити за дистильованою водою. Потім по 3 рази виміряти показники заломлення кожного розчину хлориду натрію відомої концентрації, починаючи з меншої концентрації. Обчислити середнє арифметичне значення n_D , одержані дані записати у табл. 1.

Таблиця 1

Результати експерименту

№ досліду	Вміст солі в розчині, ω (%)	n_D	
		Експериментальне значення	Середнє
1			
2			
3			
4			
5			
6			

4.3. Визначення вмісту солі в розчині.

Визначити на рефрактометрі показник заломлення досліджуваного розчину (отримати у викладача).

5 Інтерпретація результатів

5.1. Використовуючи одержані середні експериментальні значення показників заломлення, побудувати калібрувальний графік у координатах $n_D - \omega(\%)$.

5.2. За калібрувальним графіком знайти масову частку солі у досліджуваному розчині натрію хлориду.

Приклад

Для кількісного визначення хлориду натрію у розчинах методом рефрактометрії готують серію стандартних розчинів з масовою часткою солі від 0% до 8%. Вимірюють значення показників заломлення кожного стандартного розчину, а також показників

заломлення випробуваного розчину з невідомою масовою часткою солі, результати експерименту вносять в таблицю (табл.2).

Таблиця 2

№ дослід у	Вміст солі в розчині, $\omega(\%)$	n_D		№ дослід у	Вміст солі в розчині, $\omega(\%)$	n_D	
		експериментальні значення	середнє			експериментальні значення	середнє
1	0	1,333	1,333	4	6	1,342	1,343
		1,333				1,343	
		1,332				1,343	
2	2	1,336	1,336	5	8	1,346	1,346
		1,335				1,345	
		1,336				1,346	
3	4	1,339	1,339	6	X	1,341	1,341
		1,338				1,342	
		1,339				1,341	

Використовуючи одержані середні експериментальні значення показників заломлення, будують калібрувальний графік у координатах $n_D - \omega(\%)$ (рис.1), одержують рівняння $y = ax + b$, де $y = n_D$, $x = \omega\%$

Вміст солі в випробуваному розчині розраховують за формулою:

$$n_D = \frac{w - b}{a} = \frac{1,341 - 1,333}{0,0016} = 5\%$$

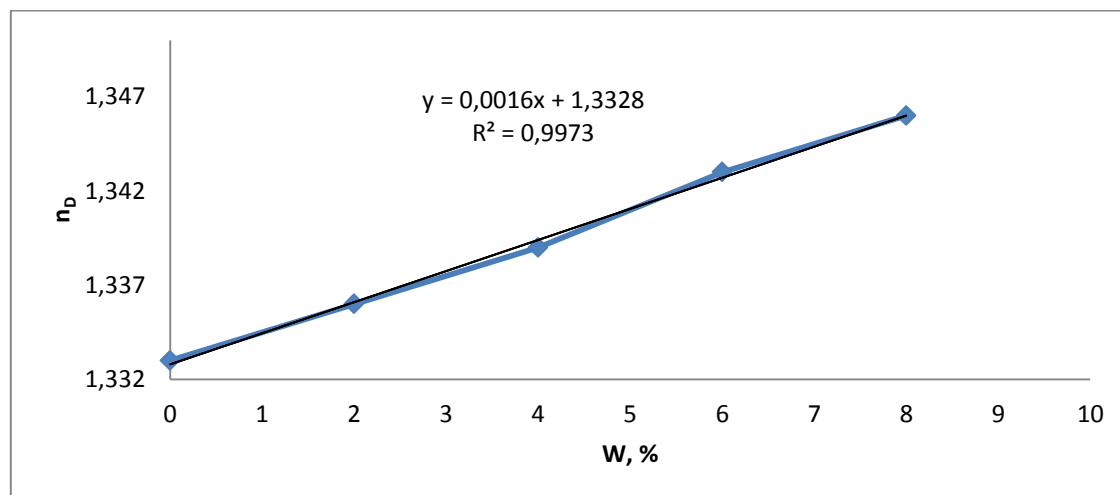


Рис.1. Калібрувальний графік для хлориду натрію.

Висновки. _____

ХРОМАТОГРАФІЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ

Хроматографією називають процес розділення сумішей речовин, який заснований на кількісних відмінностях у поведінці компонентів, які розділяються, при їх перерозподілі між двома фазами, одна з яких нерухома, а друга має постійний напрямок руху. Хроматографічними методами можна проаналізувати газоподібні, рідкі та тверді речовини з різною молекулярною масою.

Виникнення хроматографії як наукового методу пов'язано з ім'ям вченого М.С. Цвету, який у 1903 році здійснив розділення суміші рослинних пігментів та заклав теоретичні основи хроматографії. Цей метод він назвав хроматографією (від греч. "хроматос" – колір), хоча сам же вказав на можливість розділення і безбарвних речовин.

Згідно з Державною фармакопеєю України (ДФУ) хроматографію використовують як для ідентифікації фармацевтичних препаратів, так і для кількісного визначення багатокomпонентних лікарських форм.

Тонкошарова хроматографія (ТШХ) є одним з найбільш зручних, швидких і достатньо точних методів розділення та ідентифікації органічних та неорганічних сполук.

Розрізняють тонкошарову хроматографію із закріпленим шаром сорбенту, коли сорбент закріплюється на пластинці за допомогою фіксатора. Як сорбент використовують силікагель, алюмінію оксид та ін. Часто використовують готові пластинки для тонкошарової хроматографії з закріпленим шаром сорбенту. Хроматографування проводять у спеціальних хроматографічних камерах.

Серед інших хроматографічних методів ТШХ також відрізняють наступні переваги та особливості:

- використовується більш просте і недороге обладнання;
- метод має високу селективність, яку легко варіювати, підбираючи склад рухомої фази; на відміну від методу високоефективної рідинної хроматографії (ВЕРХ), немає обмежень у виборі розчинників;
- дає можливість одночасного розділення декількох зразків; використання одноразового або багаторазового елюювання (при різних умовах), а також одночасного розділення компонентів одного і того ж зразка за допомогою різних елюентів;
- можливе детектування сполук з високою чутливістю і селективністю, які легко варіювати підбором реагенту для проявлення ТШХ-хроматограм; отримані результати розділення легко оцінити візуально;
- можна зберігати хроматограми для подальшого детектування та здійснювати спектральну ідентифікацію хроматографічних зон після розділення в будь-якому діапазоні довжин хвиль.

У методі ТШХ є і деякі недоліки:

- невелика довжина ТШХ пластин;

- чутливість нижча, ніж у ВЕРХ;
- залежність результатів аналізу від навколишнього середовища: відносної вологості, температури та від наявності забруднюючих речовин; труднощі в роботі зі зразками, які мають високу летючість, а також з речовинами, чутливими до дії кисню повітря чи світла та інші.

Лабораторна робота № 16

Розділення амінокислот за допомогою розподільної хроматографії на папері

Мета: Оволодіти методами розподільної хроматографії, як одним з методів якісного аналізу на прикладі розділення суміші амінокислот паперовою хроматографією.

Завдання:

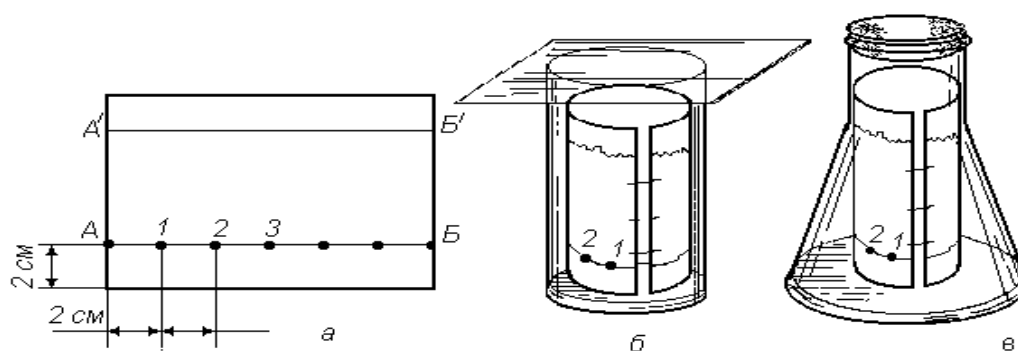
1. Засвоїти методику визначення якісного складу суміші речовин за допомогою паперової хроматографії.
2. Провести розділення суміші амінокислот хроматографією на папері.
3. Розрахувати R_f кожної плями і визначити склад контрольної суміші амінокислот.

Обладнання та реактиви

Прилад для виконання висхідних хроматограм, хроматографічний папір, набір амінокислот, суміш амінокислот, олівець, лінійка, скляні капіляри, суміші розчинників: а) н-бутанол- оцтова кислота- вода (4:1:5); б) ацетон- вода (3:2); в) н-бутанол- бензиловий спирт (1:1), розчин нінгідрину в ацетоні.

Хід роботи

На початку заняття одержати у викладача контрольну задачу - розчин суміші невідомих амінокислот, а у лаборанта - аркуш хроматографічного паперу, відрізаного по розміру циліндра і розкреслений, як вказано на мал.1.



Мал.1. Прилади для висхідної паперової хроматографії.

За допомогою лінійки провести на відстані 2 см від нижнього краю горизонтальну пряму АБ (лінія старту). Намалювати кільця діаметром 3 мм на відстані 2 см один від одного та проставити над ними порядкові номери. Від лінії старту на відстані 10 см провести пряму А'Б' (лінія фінішу).

Розчини амінокислот на папір нанести на окремому столі. Папір покласти на попередньо ретельно вимите скло. Під нижній край паперу підкласти скляну пластинку чи зошит так, щоб та частина паперу, де намальовані кільця, знаходилася в повітрі, не торкалась поверхні скла. Капілярами, що спеціально виготовлені для кожного розчину, на папір в кільця послідовно нанести краплі розчинів сумішей, що досліджуються та “свідків”. Капля, яку наносять не повинна поширюватися за межі намальованого кільця. Розчин на кожне кільце нанести 5-6 разів після висихання попередньої краплі.

Після висихання нанесених крапель ретельно вимити руки з милом, звернути папір у циліндр та зшити аркуш через край так, щоб одержати більш чи менш правильний циліндр. Особливу увагу звернути на то, щоб при зшиванні крапки А та Б співпали. На дно скляного циліндра (обережно, не змочити стінки) налити суміш н-бутанолу, оцтової кислоти, води (4:1:5). Висота шару розчинника не повинна бути вище 1 см від дна циліндра.

Паперовий циліндр обережно вставити вертикально в скляний циліндр так, щоб він не торкався стінок і щоб нанесені краплі знаходились на нижньому кінці паперового циліндра.

Скляний циліндр щільно зачинити кришкою з гумовою прокладкою і залишити стояти до тих пір, доки розчинник підніметься до лінії фінішу. Тоді обережно вийняти паперовий циліндр, розрізати шов, розпрямити папір та висушити його під тягою чи в сушильній шафі (70-80°C).

Коли розчинник повністю випариться, хроматограму проявити. Як проявник для α -амінокислот використовувати розчин нінгідрину (ω (нінгідрину)=0,5%) в ацетоні. Цим розчином оприснути хроматограму декілька разів з пульверизатора так, щоб папір становився тільки слабо вологий та на ньому не утворювались би розмиваючі струмені розчину. Потім висушити папір на повітрі та прогріти у сушильній шафі при 110°C до появи лілових плям. Значно краще висушити хроматограму поступово у темряві. Плями, що проявилися, легко обвести олівцем та при бажанні закріпити розчином нікол сульфату, після чого ще раз просушити хроматограму на повітрі.

Якісний склад контрольній суміші амінокислот визначити по значенню R_f кожної плями, порівнюючи з R_f , що обчислені по хроматограмі для “свідків”.

Значення R_f амінокислот цій системі: гліцин 0,13; аланін 0,18; валін 0,36; фенілаланін 0,46.

В цьому варіанті задачу можливо виконати і для інших амінокислот, а також для простіших вуглеводів. При хроматографуванні вуглеводів їх проявляють амоніачним розчином аргентум нітрата (чорна пляма).

Висновки._____

**ПЕРЕЛІК ПИТАНЬ ДО ДИФЕРЕНЦІЙОВАНОГО ЗАЛІКУ З НАВЧАЛЬНОЇ
ДИСЦИПЛІНИ «АНАЛІТИЧНА ХІМІЯ».**

1. Предмет, задачі та методи аналітичної хімії. Застосування методів аналітичної хімії у медицині.
2. Правила безпечної роботи в хімічній лабораторії. Перша допомога в разі нещасних випадків.
3. Мета і методи якісного аналізу.
4. Техніка проведення якісного аналізу.
5. Вимоги до аналітичних реакцій в якісному аналізі та умови їх проведення. 6. Типи аналітичних реакцій і реагентів та вимоги до них.
7. Використання процесу гідролізу в якісному аналізі.
8. Умови утворення і розчинення осадів.
9. Амфотерність. Використання амфотерності в аналізі.
10. Застосування в аналізі різних типів комплексних сполук.
11. Застосування окисно-відновних реакцій в аналізі.
12. Типи хімічних реактивів, що використовуються в якісному аналізі.
13. Типи класифікації катіонів на аналітичні групи. Кислотно-основна класифікація катіонів.
14. Групові реагенти в аналізі катіонів за кислотно-основною класифікацією, їх призначення.
15. Систематичний і дробний аналізи.
16. Характеристика катіонів: K^+ , Na^+ , NH_4^+ , Ag^+ , Ca^{2+} , Al^{3+} , Zn^{2+} , Mg^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Cu^+ , Hg^{2+} за алгоритмом.
17. Класифікація аніонів за окисно-відновними властивостями.
18. Аналіз аніонів нестійких і летких кислот.
19. Реакції на чистоту та допустимі межі домішок сульфатів і хлоридів. Умови їх виконання.
20. Класифікація аніонів. Групові реагенти в аналізі аніонів, їх дія і призначення.
21. Характеристика аніонів: SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , $S_2O_3^{2-}$, CO_3^{2-} , HCO_3^- , PO_4^{3-} , $B_4O_7^{2-}$, Cl^- , Br^- , I^- , NO_2^- , NO_3^- , CH_3COO^- за алгоритмом.
22. Хід якісного аналізу невідомої речовини, розчиненої у воді.
23. Мета і методи кількісного аналізу.
24. Використання кількісного аналізу для дослідження якості лікарських препаратів.
25. Титриметричний аналіз. Вимоги до реакцій, що використовують у титриметричному аналізі.
26. Класифікація методів титриметричного аналізу.

27. Основні поняття титриметричного аналізу: титрування, титрант, точка еквівалентності, кінцева точка титрування, стандартизація робочого розчину.
28. Способи та прийоми титрування.
29. Способи вираження вмісту речовин у розчинах. Формули переходу від однієї концентрації до іншої.
30. Розрахунки титриметричного аналізу.
31. Вимоги до вихідних (стандартних) речовин.
32. Способи приготування робочих розчинів.
33. Способи приготування вихідних (стандартних) розчинів.
34. Сутність і методика стандартизації титрантів.
35. Сутність і використання в аналізі методу кислотно-основної взаємодії.
36. Способи титрування в методах кислотно-основної взаємодії.
37. Характеристика методу алкаліметрії за алгоритмом.
38. Характеристика методу ацидиметрії за алгоритмом.
39. Застосування методу кислотно-основного титрування для визначення кислот, основ та солей, що гідролізуються.
40. Сутність та класифікація методів осаджувального титрування. Вимоги до реакцій осаджувального титрування.
41. Способи титрування в методах осадження.
42. Характеристика методу Мора за алгоритмом.
43. Характеристика методу Фольгарда за алгоритмом.
44. Механізм дії адсорбційних індикаторів в методі Фаянса—Ходакова.
45. Характеристика методу комплексонометрії за алгоритмом.
46. Суть і застосування в аналізі методу меркурометрії.
47. Сутність і застосування в аналізі методу сульфатометрії.
48. Сутність та класифікація методів окисно-відновного титрування, вимоги до реакцій.
49. Способи титрування в методах окисно-відновного титрування.
50. Характеристика методу перманганатометрії за алгоритмом.
51. Характеристика методу йодометрії за алгоритмом.
52. Сутність і застосування в аналізі методу броматометрії.
53. Сутність і застосування в аналізі методу нітритометрії.
54. Сутність і використання в аналізі методу цериметрії.
55. Характеристика і класифікація фізико-хімічних методів аналізу.
56. Способи оброблення аналітичного сигналу (метод порівняння, додатків, градуювального графіку)

57. Сутність і використання потенціометричного аналізу. Пряме визначення концентрації іонів.
58. Потенціометричне визначення рН.
59. Закон Бугера—Ламберта—Бера. Оптична густина розчину, її залежність від різних чинників.
60. Алгоритм виконання операції при вимірюванні на фотоколориметрі.
61. Суть і застосування методу фотометричного аналізу.
62. Суть рефрактометричного методу аналізу; аналітичний сигнал рефрактометрії, його залежність від різних чинників.
63. Алгоритм виконання операції при рефрактометричних вимірюваннях.
64. Сфери використання рефрактометрії.
65. Сутність поляриметричного методу аналізу. Оптично активні речовини. Аналітичний сигнал. Апаратура методу.
66. Використання поляриметричного методу аналізу при проведенні якісного аналізу, визначення чистоти речовини в аналітичній практиці.
67. Суть хроматографії як методу розділення сумішей. Класифікація хроматографічних методів.
68. Йонообмінна хроматографія. Сутність процесу йонного обміну. Алгоритм виконання аналізу.
69. Тонкошарова хроматографія. Якісний та кількісний аналіз.

Перелік питань I рівня до дифзаліку знаходиться на сайті кафедри, в методичному кабінеті кафедри та кабінеті самостійної роботи студентів.

Бажаємо успіхів!

Навчальне видання

Лабораторний журнал з аналітичної хімії
для самостійної роботи студентів 2 курсу IV медичного факультету спеціальності
«Технології медичної діагностики та лікування»

Упорядники: Сирова Ганна Олегівна
Петюніна Валентина Миколаївна
Тішакова Тетяна Станіславівна
Лук'янова Лариса Володимирівна
Савельєва Олена Валеріївна
Завада Оксана Олександрівна

Відповідальний за випуск О.В. Савельєва