

**МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ**  
**ХАРКІВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ**  
**МІСЬКОГО ГОСПОДАРСТВА імені О. М. БЕКЕТОВА**

**МЕТОДИЧНІ РЕКОМЕНДАЦІЇ**  
до виконання лабораторних та практичних робіт  
із навчальної дисципліни

**«АНАЛІТИЧНА ХІМІЯ»**

*(для студентів 1–2 курсів денної та заочної форм навчання  
спеціальності 192 – Будівництво та цивільна інженерія, спеціалізація  
(освітня програма) «Гідротехніка (водні ресурси)»)*

**Харків**  
**ХНУМГ ім. О. М. Бекетова**  
**2018**

Методичні рекомендації до виконання лабораторних та практичних робіт з навчальної дисципліни «Аналітична хімія» (для студентів 1–2 курсів денної та заочної форм навчання спеціальності 192 – Будівництво та цивільна інженерія, спеціалізація (освітня програма) «Гідротехніка (водні ресурси)») / Харків. нац. ун-т міськ. госп-ва ім. О. М. Бекетова ; уклад. : О. О. Мураєва, Т. Д. Панайотова, І. С. Зайцева. – Харків : ХНУМГ ім. О. М. Бекетова, 2018. – 51 с.

Укладачі: канд. хім. наук О. О. Мураєва,  
канд. хім. наук Т. Д. Панайотова,  
канд. хім. наук І. С. Зайцева

Рецензент К. Б. Сорокіна, кандидат технічних наук, доцент кафедри водопостачання, водовідведення і очистки вод Харківського національного університету міського господарства імені О. М. Бекетова

*Рекомендовано кафедрою хімії, протокол № 3 від 24.10.2017.*

## ЗМІСТ

ВСТУП	.....	4
Лабораторна робота № 1	Метод нейтралізації. Приготування і стандартизація робочих розчинів.....	10
Лабораторна робота № 2	Визначення кислотності та лужності води.....	15
Лабораторна робота № 3	Визначення вмісту різних форм карбонатної кислоти у воді.....	19
Лабораторна робота № 4	Визначення карбонатної твердості води.....	25
Лабораторна робота № 5	Приготування і стандартизація робочих розчинів у комплексонометрії.....	28
Лабораторна робота № 6	Визначення загальної твердості води, вмісту йонів кальцію і магнію.....	29
Лабораторна робота № 7	Визначення вмісту сульфат-йонів у воді.....	33
Лабораторна робота № 8	Приготування і стандартизація робочих розчинів у методі аргентометрії.....	36
Лабораторна робота № 9	Визначення вмісту хлорид-йонів у воді методом Мора.....	38
Лабораторна робота № 10	Приготування і стандартизація робочих розчинів у методі перманганатометрії.....	41
Лабораторна робота № 11	Визначення перманганатної окислюваності води методом Кубеля).....	43
Лабораторна робота № 12	Приготування і стандартизація робочих розчинів у методі йодометрії.....	45
Лабораторна робота № 13	Визначення розчиненого у воді кисню методом Вінклера.....	47
Лабораторна робота № 14	Визначення вмісту вільного залишку хлору в воді.....	48

## ВСТУП

Ці методичні вказівки для виконання лабораторних робіт з дисципліни «Аналітична хімія» призначені для студентів 1–2 курсів денної та заочної форм навчання спеціальності 192 – Будівництво та цивільна інженерія, спеціалізація (освітня програма) «Гідротехніка (водні ресурси)»).

У вивченні аналітичної хімії значна увага приділяється лабораторному практикуму, який дає можливість студентам набути практичних навичок та вмій при виконанні хімічного аналізу. В зв'язку із зростанням значення очистки вод у вирішенні проблеми охорони навколишнього середовища головну увагу майбутніх спеціалістів цього профілю необхідно зосередити на методах дослідження природних вод, а також виробничих і побутових стоків. Тому до методичних вказівок включені лабораторні роботи з аналізу води.

На початку кожної лабораторної роботи наведені контрольні питання і вправи, відповіді на які дозволяють студентам удосконалити своє розуміння теоретичних і практичних знань з відповідних методів аналізу.

Лабораторні роботи студенти виконують протягом навчального семестру, а також можуть використовуватися для індивідуальної науково-дослідної роботи студентів.

Перед початком роботи в аналітичній лабораторії студенти повинні ознайомитися з певними правилами і технікою безпеки.

### **Загальні правила роботи й техніка безпеки для працюючих у хімічній лабораторії**

Під час роботи в хімічній лабораторії необхідно суворо дотримуватися таких загальних правил безпеки:

1. Студенти обов'язково повинні працювати в халатах, вони зобов'язані підтримувати чистоту й порядок на робочому місці в лабораторії.

2. Слід точно дотримуватись порядку й послідовності операцій, вказаних у даних методичних вказівках. Не дозволяється приступати до виконання лабораторної роботи доти, доки студент не опанує всієї техніки її проведення.

3. Склянки з реактивами загального користування повинні знаходитись на визначеному місці; забороняється їх переносити на робочі столи. Слідкуйте за тим, щоб на всіх банках з реактивами були етикетки з написом назви речовини та її концентрації. Перед і після використання скляного посуду, його слід ретельно вимити.

4. Працювати в лабораторії слід обережно, не проливати і не просипати реактиви. Надлишки реактивів суворо забороняється зсипати чи зливати назад у склянку з чистими реактивами.

5. Досліди з легкозаймистими, леткими, вогнебезпечними, токсичними речовинами, або речовинами, які мають неприємний запах, слід проводити подалі від відкритого полум'я і у витяжній шафі.

6. Забороняється зливати в раковину залишки кислот, лугів, вогнебезпечні рідини й рідини з сильним запахом; їх треба зливати в спеціальні склянки.

7. Категорично забороняється пробувати на смак або запах хімічні речовини, або пити воду з хімічного посуду.

8. Забороняється під час нагрівання рідин і твердих речовин у пробірках спрямовувати їх отвором на себе, або в бік студентів, які знаходяться поряд; забороняється нахилитись над склянками, або заглядати в пробірку зверху, щоб уникнути нещасного випадку в разі можливого викиду нагрітої речовини або уламків скла.

9. Прилади, які необхідно нагрівати, або з яких будуть виділятися гази не слід залишати закритими.

10. Категорично забороняється вмикати без дозволу викладача будь-які прилади й рубильники.

11. При всіх роботах, коли можливе розбризкування їдких речовин (переливання кислот, лугів, або подрібнення чи розтирання в ступках, сплавлення та ін.) необхідно одягати захисні окуляри.

12. Для попередження бурхливого закипання і викиду рідини, яка нагрівається до кипіння, необхідно користуватись «кипілками» (шматочками подрібненого фарфору або скляні кільки). «Кипілки» забороняється додавати в нагріту до кипіння рідину, їх слід вносити тільки в холодну рідину.

13. Під час розведення концентрованих кислот, особливо сульфатної, слід лити її у воду, а не навпаки.

14. У разі виникнення непорозумінь стосовно виконання дослідів лабораторної роботи необхідно припинити роботу й звернутися до викладача.

15. На робочому місці категорично забороняється вживати їжу та пити воду. Після закінчення роботи необхідно як слід вимити руки.

16. По закінченню роботи необхідно привести в порядок своє робоче місце.

17. У разі нещасного випадку слід негайно звернутися до викладача.

### **Техніка безпеки під час роботи з газовими пальниками**

Під час використання газових пальників, слід пам'ятати, що газ є отруйною і вибухонебезпечною речовиною. Неправильне й неохайне поводження з газовими пальниками може спричинити отруєння, пожежу, вибух. Потрібно спершу запалити сірник, а потім відкрити кран надходження газу. Слідкуйте за тим, щоб газ не проскочив у середину пальника. Якщо газ або зникає, або стає подовженим і горіння супроводжується свистінням, то це означає, що горіння відбувається всередині гумової трубки, що може привести до її займання. В цьому випадку негайно закрийте кран, зачекайте, поки пальник охолоне, і лише після цього знову запалюйте його, попередньо зменшивши приток повітря. В разі появи запаху газу в лабораторії негайно повідомте про це керівника практики, загасіть вогонь, відчиніть двері й вікна, вийдіть з лабораторії!

## Допомога при термічних і хімічних опіках

У разі термічного опіку (полум'ям пальника або нагрітими предметами) уражене місце необхідно негайно протерти ватою, намоченою етиловим спиртом або розчином перманганату калію. В разі сильного опіку потрібно накласти стерильну пов'язку або накрити обпечене місце чистою тканиною і обов'язково звернутись до лікаря.

Концентровані кислоти (хлоридна, сульфатна, нітратна тощо) та луги (їдкий натр, їдкий калій) при потраплянні на шкіру або в очі можуть завдати дуже тяжкі хімічні опіки. При опіках шкіри кислотою уражене місце слід негайно промити великою кількістю води, потім 3–5 %- ним розчином питної соди (гідрокарбонатом натрію) і знову ретельно промити водою. При потраплянні кислот або кислотної пари в очі, або до ротової порожнини, треба багаторазово промити їх струменем води, потім розчином питної соди та знову водою. При опіках шкіри їдкими лугами слід добре промити уражене місце водою (до зникнення відчуття слизькості), а потім 3–5 %-вим розчином оцтової (або борної) кислоти. В разі опіку очей лугом треба їх промивати під струменем води не менше 15 хв. і негайно звернутися до лікаря.

### Хімічний посуд

В аналітичних лабораторіях найбільш поширене застосування має мірний посуд (мірній конічні колби, бюретки, піпетки, мірні циліндри, стакани й мензурки тощо), який має певні функції та особливості в роботі.

**Мірні колби** (рис. 1) – плоскодонні колби з подовженим, вузьким горлом, на яке нанесена кругова позначка. Об'єм розчину до кругової позначки визначає місткість мірної колби.

На практиці використовують мірні колби місткістю 50, 100, 250, 500, 1 000 мл. Мірні колби застосовують для приготування розчинів точної концентрації з фіксаналів або за точною наважкою речовини, а також для розбавлення розчинів.

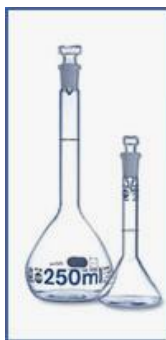


Рисунок 1 – Мірні колби

У мірних колбах категорично не дозволяється нагрівати й довгий час зберігати розчини, здійснювати хімічні реакції. При приготуванні розчину мірну колбу потрібно брати тільки за горло і обов'язково вище позначки, щоб не змінити температуру розчину. Розчин або воду наливають до позначки таким чином, щоб вигнутий меніск рідини торкався позначки своєю нижньою частиною. При цьому позначка колби повинна знаходитися точно на рівні очей.



**Бюретки** (рис. 2) – градуйовані скляні трубки, що мають однаковий діаметр по всій довжині. Вони закріплюються вертикально на лабораторному штативі. В нижній частині бюретки мають скляний кран або гумову трубку зі скляною кулькою (або затискувачем), які з'єднані зі скляним капіляром для витоку розчину. Бюретки призначені для титрування або для вимірювання невеликих об'ємів розчинів у серійних аналізах. Найчастіше використовують бюретки місткістю 25, 50 мл з ціною поділки 0,1 мл. Таким чином, можна за допомогою бюретки виміряти об'єм з точністю до 0,03 мл, умовно поділяючи одну поділку бюретки на три частини.

Рисунок 2 – Бюретки

### **Правила користування бюретками:**

- 1) бюретку влаштовують у штативі чітко вертикально за допомогою металевих лапок і спеціальних затискувачів;
- 2) перед початком роботи бюретку через лійку двічі –промивають дистильованою водою, потім – робочим розчином, яким будуть титрувати, і тільки потім заповнюють робочим розчином до нульової позначки, контролюючи, щоб не було бульбашок повітря в скляному капілярі;
- 3) розчин з бюретки при титруванні додавати краплями, не допускаючи витікання струменем. Розчин у колбі, що титрують, обов'язково ретельно перемішувати;
- 4) при всіх відліках за бюреткою очі спостерігача повинні розташовуватися чітко на рівні меніска рідини.

**Піпетки** – скляні трубки з розширенням у середній частині – «піпетки з кулькою – піпетки Мора» (рис. 3,а). У верхній частині піпетки є одна кругова позначка, яка визначає її місткість (10, 25,50,100 мл), а її нижня частина витягнута в капіляр («носик» піпетки). Піпетка такої форми призначена для точного відбору проб розчинів певного об'єму (аліквот).

У лабораторній практиці застосовують також градуйовані піпетки (рис. 3,б). Це градуйовані циліндричні скляні трубки з відтягнутим кінцем, які мають різні значення ціни поділки. Такі піпетки використовують, як правило, для допоміжних операцій.



а

б

Рисунок 3 – Піпетки:

а – піпетка Мора;

б – градуйована піпетка

### Правила користування піпетками:

- 1) піпетка повинна бути чистою;
- 2) носик піпетку занурюють у стаканчик з розчином і всмоктують його за допомогою резинової груші;
- 3) як тільки розчин у піпетці підніметься вище позначки, грушу швидко від'єднують від піпетки й швидко затуляють верхній отвір піпетки вказівним пальцем;
- 4) тримаючи вертикально над стаканчиком піпетку, її встановлюють таким чином, щоб позначка піпетки знаходилася на рівні очей, трохи послаблюють тиск вказівного пальця, щоб розчин почав поступово витікати в стаканчик доти, доки нижній меніск розчину не торкнеться позначки, після чого припиняють витікання розчину;
- 5) вводять носик піпетки до колби або склянки, куди потрібно перенести порцію розчину (не торкаючись стінок посудини) і зливають розчин;
- 6) при зливанні всього розчину категорично не дозволяється видувати з кінчика піпетки утримувану капілярними силами краплю розчину, тому що піпетка градуйована на вільний злив. Після того, як розчин стече з піпетки, торкаються піпеткою до горла колби (склянки) і ще 5–10 сек. чекають. Конічні колби (рис. 4) – плоскодонні конічні колби місткістю 200–500 мл. Ці колби завжди використовують при титруванні. В них вміщують піпеткою певний об'єм проб води або інших розчинів.



**Конічні колби** (рис. 4) – плоскодонні конічні колби місткістю 200–500 мл. Ці колби завжди використовують при титруванні. В них вміщують піпеткою певний об'єм проб води або інших розчинів.

Рисунок 4 – Конічні колби

**Мірні градуйовані циліндри** (рис. 5) й **мензурки** (рис. 6) використовуються для грубого відмірювання об'єму рідини, існують різної ємкості: 5, 10, 25, 50, 100, 150, 250, 500, 1000 і 2 000 мл.

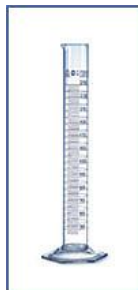


Рисунок 5 – Мірний циліндр



Рисунок 6 – Мензурка

**Хімічні стакани** (рис. 7) бувають різної ємкості ( від 50 до 1 000 мл), їх використовують для допоміжних робіт з водними розчинами й органічними рідинами.



**Крапельниці** (рис. 8) використовують для дозування індикаторів і повільного додавання реагенту до реакційної суміші.

**Бюкс** – стаканчик з притертою пробкою (рис. 9) використовують для зважування, висушування і зберігання речовин.

**Лійка лабораторна** (рис. 10) використовують для переливання рідин або їх фільтрування крізь паперові фільтри.

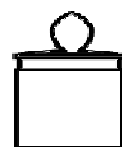


Рисунок 7 – Хімічні стакани    Рисунок 8 – Крапельниця    Рисунок 9 – Бюкс    Рисунок 10 – Лійка

**Промивалка** (рис. 11) призначена для промивання осадів, посуду й приготування розчинів.

**Ексикатор** (рис. 12) – посуд, у якому підтримують певну вологість повітря (звичайно близьку до нуля), виготовлений з товстого скла. Використовують для повільного висушування за кімнатної температури й зберігання гігроскопічних сполук.

**Кристалізатор** (рис. 13) – тонкостінний плоскодонний скляний посуд для перекристалізації речовин; застосовують у лабораторній практиці.



Рисунок 11 – Промивалка

Рисунок 12 – Ексикатор

Рисунок 13 – Кристалізатор

### Миття хімічного посуду

Хімічний посуд перед проведенням дослідів обов'язково необхідно ретельно вимити. Посуд вважається чистим, якщо після виливання з нього води на внутрішній поверхні посуду не залишається крапель.

Новий або мало забруднений посуд достатньо вимити водою з додаванням до неї будь-якого миючого засобу, промити декілька разів водопровідною водою і ополоснути дистильованою водою.

Для миття забрудненого скляного посуду використовують наступні миючі засоби:

1. **Розчин соди**  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ . Рекомендують використовувати гарячий 30-40 % розчин  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ . Після миття посуд промивають декілька разів водопровідною і ополіскують дистильованою водою.

2. **Хромова суміш** – дуже ефективний миючий розчин. Рецепт приготування хромової суміші багато, наприклад: дихромат калію – 60 г, концентрована сульфатна кислота 80 мл, вода – 270 мл). Забруднений посуд

заповнюють на 1/3 – 1/4 хромовою сумішшю, обертальними рухами змочують усі стінки посуду, залишають стояти 1–2 хв. Після чого зливають хромову суміш назад у склянку (ні в якому разі не у водопровідну раковину!), посуд дуже ретельно промивають водопровідною водою, а потім 2–3 рази ополіскують дистильованою.

Сушити скляний посуд потрібно не завжди. Вимитий посуд часто достатньо перевернути до гори дном і дати воді збігти. Хімічний посуд ніколи не витирають рушником зсередини. В разі потреби висушування скляного посуду, це роблять у сушильній шафі (окрім мірного посуду, котрий забороняється висушувати нагріванням). Використовувати висушений в шафі посуд можна тільки після повного його остигання і прийняття температури приміщення.

## **ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 1 МЕТОД НЕЙТРАЛІЗАЦІЇ. ПРИГОТУВАННЯ І СТАНДАРТИЗАЦІЯ РОБОЧИХ РОЗЧИНІВ**

### **1.1 Самостійна підготовка**

#### **Питання і задачі**

1. У чому суть методу нейтралізації, яка реакція лежить у його основі ?
2. Які речовини можна визначити методом нейтралізації і чому? Наведіть приклади.
3. Які робочі розчини використовують у методі нейтралізації? Якої концентрації їх готують і чому?
4. Які речовини використовують як вихідні, які вимоги до них ставляться?
5. Які індикатори використовують у методі нейтралізації? Що таке інтервал переходу й показник титрування індикатора?
6. На чому ґрунтується вибір індикатора, яке значення при цьому має стрибок рН на кривій титрування?
7. Скільки мілілітрів 37 %-вого розчину HCl (густиною 1,19 г/см<sup>3</sup>) потрібно взяти, щоб приготувати 200 мл 0,1Н розчину HCl?
8. Скільки □мілілітрів 2Н розчину NaOH потрібно взяти, щоб приготувати 500 мл 0,1Н розчину NaOH?
9. Скільки грамів Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub> · 10H<sub>2</sub>O необхідно взяти для приготування 500 мл 0,1Н розчину. Для чого використовують цей розчин ? Напишіть рівняння реакції.
10. На титрування 20 мл 0,1Н розчину NaOH пішло 25 мл розчину HCl. Визначити молярну та нормальну концентрації розчину HCl, кількість грамів HCl, що міститься в 1 л цього розчину.

## 1.2. Робота в лабораторії

### Посуд і реактиви

1. Хлоридна кислота HCl(конц.).
2. Хлоридна кислота (фіксанал).
3. Натрій тетраборат  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$  (бура).
4. Натрій гідроксид NaOH(ч.д.а.).
5. Індикатори: метиловий жовтогарячий і фенолфталеїн – 0,1 %-тові розчини.
6. Бюретка місткістю 25 мл.
7. Колби мірні (250, 500, 1000 мл).
8. Конічна колба місткістю 250 мл.
9. Піпетки місткістю 10, 20 мл.

### 1.3 Приготування і стандартизація робочих розчинів

В якості робочих розчинів у методі нейтралізації використовують: розчини кислот (найчастіше 0,1 М або 0,05 М розчин HCl) і розчини лугів (найчастіше 0,1 М або 0,05 М розчин NaOH).

#### 1.3.1 Приготування і стандартизація 0,1 М розчину HCl

##### а) приготування 0,1 М розчину HCl з фіксаналу

Фіксанали (стандарт – титри) – це запаяні в скляні ампули точно зважені маси твердих або точно відміряні об'єми рідких речовин, необхідні для приготування виключно 1 л розчину певної концентрації (наприклад, 0,1 М або 0,05 М тощо). Щоб приготувати 0,1 М розчин HCl з фіксаналу, ампулу старанно вимивають і витирають. У мірну колбу на 1 л вставляють лійку з вкладеним у неї бойком таким чином, щоб довгий кінець його ввійшов у трубку лійки, а короткий (гострий) був направлений догори. Дно вимитої ампули пробивають гострим кінцем бойка в лійці. Другим бойком пробивають верхню поверхню ампули і сильним струменем води повністю вимивають вміст ампули в колбу. Потім ретельно перемішують отриманий розчин і доводять його дистильованою водою до мітки 1 л. Отриманий розчин переливають у чисту склянку і наносять на неї маркування (концентрація, дата).

##### б) приготування ~ 0,1 М розчину HCl з наявної кислоти

У випадку відсутності фіксаналу, приймаючи до уваги леткість і токсичність хлоридної кислоти, її розчин готують наступним чином:

1) розраховують, яка кількість грамів HCl повинна міститися в 1 л 0,1М розчину:  $m(\text{HCl}) = C(\text{HCl}) \cdot M(\text{HCl}) \cdot V_p = 0,1 \cdot 36,46 \cdot 1 = 3,645 \text{ г}$ ;

2) оскільки чистої хлоридної кислоти не існує, то для подальших розрахунків визначають густину наявної хлоридної кислоти. Її виміряють ареометром, для чого останній занурюють у циліндр з кислотою, а потім за таблицею (див. Довідник хіміка) знаходять її відсоткову концентрацію за знайденою густиною кислоти;

3) розраховують, у якій кількості кислоти, що є в лабораторії, міститься потрібне число грамів чистої HCl;

4) оскільки зважувати кислоту незручно, то перераховують її масу на об'єм  $V$ , виходячи із співвідношення  $V = m/\rho$ , (де  $m$  – маса кислоти, г;  $\rho$  – густина кислоти, г/см<sup>3</sup>);

5) відміряють знайдений об'єм кислоти циліндром або піпеткою, розводять дистильованою водою до 1 л у мірній колбі і ретельно перемішують отриманий розчин. Розчин переливають у чисту склянку, наносять маркування (концентрація, дата).

#### **в) стандартизація приготованого ~ 0,1 М розчину HCl**

Стандартизацію розчину HCl проводять за первинним розчином бури (Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub> · 10H<sub>2</sub>O), який був приготований з фіксаналу. Концентрація цього розчину:  $C(1/2 \text{ Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = 0,1$  моль/л. В основі стандартизації лежить наступна реакція:



Молярну концентрацію хлоридної кислоти встановлюється титруванням розчину бури з метиловим жовтогарячим 0,1М розчином хлоридної кислоти.

#### **Хід визначення**

1. Приготований розчин хлоридної кислоти наливають через лійку в ретельно вимиту бюретку, яку перед тим ополіскують невеликими порціями розчину (для виведення залишків води) вище нульової позначки. Заповнюють розчином носик бюретки, витиснувши з нього повітряні бульбашки. Потім знімають лійку і встановлюють нижній край меніска розчину хлоридної кислоти на нульовій позначці.

2. Виконуючи всі правила, переносять піпеткою, яку двічі ополіскують розчином бури, в чисту конічну колбу 10 або 20 мл розчину бури, не видуваючи останню краплю з піпетки, а знімаючи її дотиком кінця піпетки до внутрішньої стінки колби для титрування, додають 2–3 краплини метилового жовтогарячого, після чого колбу підставляють під бюретку таким чином, щоб кінець бюретки ввійшов у колбу на 1–2 см, і починають титрування, поклавши заздалегідь під колбу білий аркуш паперу. Титрування проводять, підтримуючи колбу правою рукою, а лівою, відкриваючи кран бюретки, обережно невеликими порціями доливають хлоридну кислоту, при цьому вміст колби безперервно перемішують плавними обертальними рухами.

Титрування вважають закінченим у той момент, коли забарвлення індикатора в розчині перейде (від додавання однієї краплі хлоридної кислоти) з жовтого в жовтогаряче (pH = 4).

Під час титрування зручно користуватися «свідком». Для цього в окрему колбу відміряють циліндром 50 мл дистильованої води, додають 1–2 краплини метилового жовтогарячого, а з бюретки – 1 краплину розчину хлоридної кислоти. Розчин повинен мати помітне жовтогаряче забарвлення. При користуванні «свідком» титрування закінчують, коли розчин прийме колір

«свідка». Визначають за бюреткою (з точністю до сотих мілілітра) об'єм розчину кислоти, витраченої на титрування і занотують дані в журнал.

Титрування повторюють кілька разів до отримання не менше, ніж трьох результатів, що відрізняються не більше, як на 0,1 мл, причому кожного разу рівень розчину в бюретці треба встановлювати на нуль, а при відліку стежити за тим, щоб око було на рівні меніску. Отримані результати занотують у вигляді таблиці:

Номер досліду	Об'єм (мл) розчину бури, взятого на титрування	Концентрація бури, моль/л	Об'єм (мл) розчину HCl, витраченого на титрування	Концентрація HCl, моль/л
1				
2				
3				

Знаходять середнє значення об'ємів хлоридної кислоти, витрачених на титрування, враховуючи тільки результати, що сходяться, і визначають її концентрацію із співвідношення:

$$C(1/2\text{бури}) \cdot V(\text{бури}) = C(\text{HCl}) \cdot V(\text{HCl}),$$

де  $C(1/2\text{бури})$  – молярна концентрація еквівалента бури, моль/л;

$C(\text{HCl})$  – молярна концентрація хлоридної кислоти, моль/л;

$V(\text{бури})$  і  $V(\text{HCl})$  – об'єми відповідних розчинів, мл.

Отже остаточно

$$C(\text{HCl}) = \frac{C(1/2\text{бури}) \cdot V(\text{бури})}{V(\text{HCl})}, \text{ моль/л.}$$

### 1.3.2 Приготування і стандартизація ~ 0,1 М робочого розчину NaOH

У методі нейтралізації в якості розчинів лугів використовують зазвичай 0,1 М розчин натрій гідроксиду. Оскільки NaOH енергійно реагує з CO<sub>2</sub> повітря, утворюючи на поверхні реактиву карбонати, та є гігроскопічним, то його розчин готують швидко, за приблизною наважкою.

#### а) приготування ~ 0,1 М розчину NaOH за наважкою

Для приготування 1 л 0,1 М розчину натрій гідроксиду наважка NaOH повинна бути 4 г ( $m(\text{NaOH}) = 0,1 \cdot 40 \cdot 1 = 4$  г), але замість розрахованих 4 г NaOH беруть 5–6 г. Наважку зважують швидко на технічних вагах у закритому бюксі. Після чого висипають її в склянку і ополіскують 2–3 рази малими порціями води. Промитий натрій гідроксид вміщують у калібровану на 1 л колбу, доливають невелику кількість води, а коли реактив повністю розчиниться, дають розчину охолонути і доводять об'єм розчину дистильованою водою до позначки. Ретельно перемішують і переливають у чисту склянку. Наносять маркування (концентрація, дата).

**б) приготування робочого ~0,1 М розчину NaOH методом розведення з 1 М розчину NaOH** 1М розчин NaOH готують заздалегідь, виходячи з того, що для приготування, наприклад, 1 л цього розчину потрібна наважка:

$$m(\text{NaOH}) = C_n \cdot M \cdot V = 1 \cdot 40 \cdot 1 = 40 \text{ г.}$$

Наважку беруть більшу (до 50 г), швидко зважуючи її на технічних вагах. Наважку вміщують у склянку, швидко ополіскують 2 – 3 рази малими порціями води. Промитий натрій гідроксид вміщують у калібровану на 1 л колбу і готують розчин. Спочатку слід долити невелику кількість води, а коли реактив розчиниться, дають розчинові охолонути і доводять об'єм розчину до позначки 1 л.

**Отриманий ~ 1М розчин NaOH є вихідним для подальшої роботи студентів.**

Кожен студент отримує індивідуальне завдання на приготування певного об'єму ( $V_1$ ) ~ 0,1 М розчину NaOH з 1 М розчину NaOH, виходячи з того, що в наявності є мірні колби місткістю 100, 110, 200, 220, 250 і 500 мл.

Для приготування необхідного розчину слід розрахувати об'єм 1М розчину NaOH ( $V_2$ ), який потрібно взяти для приготування певного об'єму 0,1М розчину NaOH ( $V_1$ ). Наприклад, для приготування 100 мл 0,1 М розчину NaOH об'єм 1М розчину NaOH розраховують із співвідношення:

$$C_1 \cdot V_1 = C_2 \cdot V_2,$$

де  $C_1$  – молярна концентрація розчину, який потрібно приготувати;

$C_2$  – молярна концентрація розчину, з якого готують;

$V_1$  – об'єм розчину, який потрібно приготувати, мл;

$V_2$  – об'єм розчину, з якого готують, мл.

Отже об'єм 1М розчину NaOH, який потрібно взяти для приготування 100 мл 0,1М розчину розраховують як:

$$V_2 = \frac{C_1 \cdot V_1}{C_2} = \frac{0,1 \cdot 100}{1} = 10 \text{ мл}$$

Для приготування 100 мл 0,1 М розчину NaOH піпеткою набирають 10 мл 1М розчину NaOH і переносять його в чисту мірну колбу місткістю 100 мл, дистильованою водою доводять об'єм розчину до 100 мл, ретельно перемішують.

### **в) стандартизація приготованого ~ 0,1 М розчину NaOH**

Стандартизацію розчину NaOH виконують за відстандартизованим робочим розчином HCl або за 0,1 М розчином HCl, який приготували з фіксаналу. Для титрування сильної кислоти натрій гідроксидом можна вибрати будь-який індикатор, рН якого найближче підходить до рН = 7 (точка еквівалентності). У випадку титрування сильних кислот лугами (або навпаки) можна використовувати і метиловий жовтогарячий, і фенолфталеїн.

**Хід визначення.** До колби на 200–250мл піпеткою вміщують 10–20 мл 0,1 М розчину HCl, додають 3–4 краплини **метилового жовтогарячого** і швидко титрують з бюретки розчином NaOH до переходу кольору від червоного через жовтогарячий до жовтого від однієї краплини NaOH (рН = 4,4).

З фенолфталеїном розчин HCl титрують від безкольорового до слабо рожевого забарвлення (рН = 9), яке не зникає протягом 30 сек. Чи є різниця в результатах титрування і чому? Поясніть, чому при титруванні сильних кислот лугами (або навпаки) можна використовувати і метиловий жовтогарячий і фенолфталеїн? Титрування повторюють не менше ніж 3 рази; різниця у вимірюванні об'єму не повинна перевищувати 0,1 мл. Отримані результати занотовують до журналу у вигляді таблиці:

Номер Досліді	Об'єм (мл) розчину HCl, взятого на титрування	Концентрація HCl, моль/л	Об'єм (мл) розчину NaOH, витраченого на титрування	Концентрація NaOH, моль/л
1				
2				
3				

Розрахунок молярної концентрації лугу  $C(\text{NaOH})$  виконують за формулою:

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

де  $C(\text{HCl})$  – молярна концентрація хлоридної кислоти в розчині, моль/л;

$V(\text{HCl})$  – об'єм розчину хлоридної кислоти, який взяли для титрування, мл;

$V(\text{NaOH})$  – об'єм розчину лугу, який пішов на титрування, мл.

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 2 ВИЗНАЧЕННЯ КИСЛОТНОСТІ ТА ЛУЖНОСТІ ВОДИ

### 2.1 Самостійна підготовка

#### Питання і задачі

1. Що таке кислотність води, присутністю яких сполук вона зумовлена?
2. Що таке загальна, вільна, активна кислотності води?
3. Як визначають різні форми кислотності води?
4. Що таке лужність води, присутністю яких сполук вона зумовлена?
5. Що розуміють під загальною та вільною лужністю води?
6. Що таке гідрокарбонатна, карбонатна та гідратна лужність води?
7. Як визначають різні форми лужності?
8. При визначенні кислотності стічних вод на титрування 100 мл води за фенолфталеїном витрачено 8 мл, а за метилоранжем 3 мл 0,1Н розчину NaOH. Розрахуйте усі види кислотності води. Яким є за таких умов рН води?
9. На титрування 100 мл досліджуваної води витрачено за метилоранжем 5 мл, а за фенолфталеїном 2 мл 0,1Н розчину HCl. Які показники якості води можна розрахувати за цими даними? Чи придатна вода для питних цілей?
10. При визначенні активної кислотності води знайдено, що рН її дорівнює 4. Чому дорівнює концентрація йонів водню в цій воді?

11. рН води дорівнює 6. Які показники якості води можна визначити методом нейтралізації?

12. Скільки грамів  $\text{CH}_3\text{COOH}$  міститься у розчині, якщо на його титрування витрачено 15 мл 0,1 Н розчину  $\text{NaOH}$ .

## 2.2 Робота в лабораторії

### Посуд і реактиви

1. 0,1М розчин  $\text{NaOH}$ ;
2. 0,1М розчин  $\text{HCl}$ .
3. Індикатори: метиловий жовтогарячий (метилоранж) і фенолфталеїн (0,1 %-ові розчини).
4. Бюретка місткістю 25 мл.
5. Конічна колба місткістю 200–250 мл.
6. Піпетки місткістю 100 мл.

### 2.2 Кислотність води. Загальні відомості

Кислотність природних, незабруднених вод залежить, в основному, від вмісту розчиненого вільного діоксиду вуглецю, гумінових та інших слабких органічних кислот. Визначення кислотності проводять, як правило, одразу після відбору проби води. Під кислотністю води розуміють вміст у воді речовин, що реагують з 0,1 М розчином  $\text{NaOH}$ . Визначення кислотності проводять, як правило, одразу після відбору проби води.

Кислотність природних незабруднених вод зумовлена:

- вмістом розчиненого діоксиду вуглецю  $\text{CO}_2$ ;
- вмістом гумінових й інших слабких органічних кислот.

Величина рН таких природних вод більше за 4,4. Якщо рН води менша ніж 4,4, то така вода може бути забруднена сильними мінеральними кислотами або солями, що утворені сильними кислотами й слабкими гідроксидами, які у воді гідролізуються з утворенням кислого середовища.

Кислотність води визначають титруванням проби води 0,1 М розчином  $\text{NaOH}$ . Відомо, що при титруванні електрометричним методом за допомогою рН- метру, кінець титрування вільної кислотності має місце при  $\text{pH} \approx 4,4$ , а загальної кислотності – при  $\text{pH} \approx 8,3$ . При звичайному титруванні з використанням індикаторів метилового жовтогарячого (інтервал переходу забарвлення від – 3 до 4,4, а  $\text{pT}=4$ ) і фенолфталеїну (інтервал переходу забарвлення рН – від 8,2 до 10, а  $\text{pT}=9$ ) кількість 0,1 М розчину  $\text{NaOH}$ , при використанні якого рН розчину досягає значення 4,4 (жовте забарвлення метилоранжу), відповідає вільній кислотності, а 9 (слабке рожеве забарвлення) – загальній кислотності. Якщо рН досліджуваної води більше за 9 (забарвлення фенолфталеїну рожеве), то її кислотність дорівнює нулю.



### 2.3.1 Методика визначення загальної кислотності (рН від 0 до 9)

У конічну колбу місткістю 200–250 мл піпеткою відібрати 100 мл досліджуваної води, додати 3–4 краплини фенолфталеїну і титрувати 0,1 М розчином NaOH (розчин лугу додавати краплинами) до появи слабого рожевого забарвлення розчину, яке не повинно зникати протягом 2–3 хв. Титрування повторити декілька разів до отримання не менше, ніж трьох результатів, що відрізняються не більше, ніж на 0,1 мл.

Загальну кислотність (ммоль/л) розраховують за формулою:

$$K_{\text{заг.}} = \frac{C(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH}) \cdot 1000}{V(\text{H}_2\text{O})}, \quad (2.1)$$

де  $C(\text{NaOH})$  – молярна концентрація NaOH у розчині, моль/л;

$V(\text{NaOH})$  – об'єм робочого розчину NaOH, витрачений на титрування з фенолфталеїном, мл;

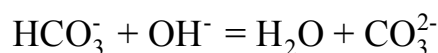
$V(\text{H}_2\text{O})$  – об'єм проби води, мл.

### 2.3.2 Методика визначення вільної кислотності (рН < 4,4)

У конічну колбу місткістю 250–350 мл піпеткою налити 100 мл досліджуваної води, додати 3–4 краплини метилового жовтогарячого і титрувати 0,1 М розчином NaOH до зміни кольору від червоного до жовтого. Якщо при додаванні до проби води метилового жовтогарячого забарвлення води стає жовтим, то це означає, що вільна кислотність дорівнює нулю. Титрування повторюють кілька разів до отримання не менше, ніж трьох результатів, що відрізняються не більше, як на 0,1 мл. Вільну кислотність  $K_{\text{в}}$  розраховують за формулою (2.1).

## 2.4 Лужність води. Загальні відомості

Під загальною лужністю води розуміють суму аніонів  $\text{OH}^-$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{HCO}_3^-$ , що містяться у воді. Одночасно всі аніони існувати не можуть унаслідок протікання кислотно-лужної взаємодії:



Йони  $\text{HCO}_3^-$  існують у інтервалі рН 4–9. При рН < 9 тільки гідрокарбонат-йони зумовлюють загальну лужність води. Йони  $\text{OH}^-$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$  існують при рН > 9 і зумовлюють вільну лужність води.

Метод визначення загальної лужності води і її компонентів базується на титруванні проби води 0,1М розчином HCl у присутності метилового жовтогарячого до переходу забарвлення від жовтого до жовтогарячого. При цьому можливий перебіг таких реакцій:



Вільну лужність визначають титруванням проби води 0,1М розчином HCl у присутності фенолфталеїну до знебарвлення його розчину (рН < 8,2).

**Якщо титрування проводити за допомогою рН-метру (електрометричний метод), то кінець титрування вільної лужності має місце при рН ≈ 8,3, а загальної лужності при рН ≈ 4,5.**

При звичайному титруванні з використанням індикаторів метилового жовтогарячого і фенолфталеїну кількість 0,1 М розчину HCl, при використанні якого рН розчину досягає значення 8,2 (знебарвлення фенолфталеїну), відповідає вільній лужності, а 4 (перехід жовтого забарвлення в жовтогаряче) – загальній лужності. Якщо рН досліджуваної води менше за 4 (забарвлення метилового жовтогарячого – жовтогаряче або червоне), то її лужність дорівнює нулю.

*Визначення лужності треба проводити безпосередньо після відбору проби води, але не пізніше, ніж через 24 год.*

#### **2.4.1 Методика визначення вільної лужності (рН > 9)**

У конічну колбу на 200–250 мл відміряти піпеткою 100 мл досліджуваної води, додати 3–4 краплини фенолфталеїну і титрувати 0,1 М розчином HCl до знебарвлення розчину від однієї краплини розчину HCl. Титрування повторюють кілька разів до отримання не менше, ніж трьох результатів, що відрізняються не більше, чим на 0,1 мл.

Вільну лужність ( $L_B$ ) розраховують за формулою

$$L_B = \frac{C(\text{HCl}) \cdot V(\text{HCl}) \cdot 1000}{V(\text{H}_2\text{O})}, \quad \text{ммоль/л} \quad (2.5)$$

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

$V(\text{HCl})$  – об'єм 0,1 М розчину HCl, витрачений на титрування в присутності фенолфталеїну, мл;

$V(\text{H}_2\text{O})$  – об'єм проби води, що взяли для дослідження, мл.

#### **2.4.2 Методика визначення загальної лужності води**

У конічну колбу місткістю 250 мл піпеткою відміряти 100 мл досліджуваної води, додати 3–4 краплини метилового жовтогарячого і титрувати 0,1 М робочим розчином HCl до переходу забарвлення від жовтого до жовтогарячого (рН=4). Титрування повторюють кілька разів до отримання не менше, ніж трьох результатів, що відрізняються не більше, як на 0,1 мл.

Розрахунок лужності загальної ( $L_{\text{заг}}$ ) ведуть за формулою

$$L_{\text{заг}} = \frac{C(\text{HCl}) \cdot V(\text{HCl}) \cdot 1000}{V(\text{H}_2\text{O})}, \quad \text{ммоль/л} \quad (2.6)$$

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

$V(\text{HCl})$  – об'єм 0,1 М розчину HCl, витрачений на титрування в присутності метилового жовтогарячого, мл;

$V(\text{H}_2\text{O})$  – об'єм проби води, що взяли для дослідження, мл.

**Примітка.** Загальну й вільну лужність можна визначити в інший спосіб – в одній пробі води.

**Хід визначення.** Спочатку знаходять вільну лужність, титруючи пробу води 0,1 М розчином НСІ з фенолфталеїном ( $V_1$ ) до знебарвлення (див. дослід 2.4.1). Потім до цієї ж проби води, після зникнення рожевого забарвлення, додають 3–4 краплини метилового жовтогарячого і продовжують титрувати 0,1 М розчином НСІ до переходу забарвлення від жовтого до жовтогарячого ( $V_3$ ).

Тоді, вільну лужність розраховують за формулою (2.5), а загальну лужність за формулою

$$L_{\text{заг.}} = \frac{C(\text{НСІ}) \cdot (V_1 + V_3) \cdot 1000}{V(\text{H}_2\text{O})} \quad (2.7)$$

За результатами такого визначення різних видів лужності води можна розкласти лужність на **гідратну, карбонатну й гідрокарбонатну** та оцінити внесок кожної з них у загальну лужність води.

1. Якщо  $V_1 = V_3$ , то лужність води зумовлена виключно йонами  $\text{CO}_3^{2-}$  і така лужність має назву карбонатної лужності. Для обчислення карбонатної лужності використовують об'єм  $2V_1$ .

2. Якщо  $V_1 > V_3$ , то компонентами лужності води є йони  $\text{CO}_3^{2-}$  і  $\text{OH}^-$ . Ці йони зумовлюють карбонатну й гідратну лужність, відповідно. Для обчислення карбонатної лужності використовують об'єм  $2V_3$ , гідратної лужності – об'єм  $(V_1 - V_3)$ .

3. Якщо  $V_1 < V_3$  то компонентами лужності води є йони  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{HCO}_3^-$ . Ці йони зумовлюють карбонатну й гідрокарбонатну лужність води. Для обчислення карбонатної лужності використовують об'єм  $2V_1$ , гідрокарбонатної ( $V_3 - V_1$ ). Загальну лужність обчислюють з урахуванням  $(V_1 + V_3)$ .

Оцініть, які йони зумовлюють лужність води та внесок кожної з лужностей води в загальну лужність води.

**Згідно з ДСАНПіН 2.2.4-171-10 загальна лужність питної води повинна бути в межах 0,5-6,5.**

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 3

### ВИВЧЕННЯ ВМІСТУ ФОРМ КАРБОНАТНОЇ КИСЛОТИ

#### 3.1 Самостійна підготовка

##### Питання і задачі

1. Що називають вільною, напівзв'язаною та зв'язаною карбонатною кислотою?

2. Що таке рівноважна карбонатна кислота, як змінюється її наявність при підвищенні карбонатної твердості води і зростанні концентрації йонів  $\text{Ca}^{2+}$ ?

3. Яка карбонатна кислота називається агресивною? Поясніть дію агресивної карбонатної кислоти на бетон і корозію металевих труб.

4. Методика визначення вільної карбонатної кислоти, карбонат-і-гідрокарбонат-йонів.

5. Обчислення агресивної  $\text{CO}_2$  за даними аналізу.

6. рН води дорівнює 10. Які форми карбонатної кислоти можна визначити за цими даними?

7. На титрування 100 мл води в присутності метилоранжу витрачено 5,6 мл 0,1н. розчину  $\text{NaOH}$ , а на титрування 100 мл води в присутності фенолфталеїну – 1,5 мл 0,1 н. розчину  $\text{HCl}$ . Розрахуйте вміст форм карбонатної кислоти, які можна визначити за цими даними.

8. Визначити у воді концентрацію  $\text{HCO}_3^-$  – йона коли відомо, що рН = 9, концентрація  $\text{CO}_3^{2-}$  - йона = 6 моль/л. Константа дисоціації вуглекислоти за другим ступенем  $K_2 = 4,69 \cdot 10^{-11}$ ,  $t = 25^\circ \text{C}$ .

### 3.2 Робота в лабораторії

#### Посуд і реактиви

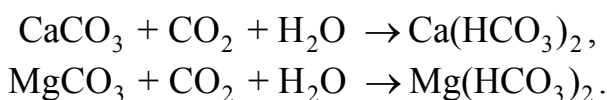
1. 0,1М розчин  $\text{NaOH}$ ; 0,1М розчин  $\text{HCl}$ .
2. Індикатори: 0,1 %-ові розчини фенолфталеїну та метилоранжу (метиловий жовтогарячий).
3. Бюретка місткістю 25 мл.
4. Конічна колба місткістю 250 мл.
5. Піпетка місткістю 100 мл.

### 3.3 Аналітичне визначення форм карбонатної кислоти

Карбонатна кислота (вуглекислота) у воді може бути присутня в трьох формах: **вільної** ( $\text{CO}_2$ ), **напівз'язаної** ( $\text{HCO}_3^-$ ) і **зв'язаної** ( $\text{CO}_3^{2-}$ ).

**Діоксид вуглецю**  $\text{CO}_2$ , під час розчинення у воді, частково вступає з нею у взаємодію з утворенням карбонатної кислоти. Окремо визначити вміст діоксиду вуглецю і карбонатної кислоти у воді важко, тому сумарну концентрацію цих компонентів приймають за концентрацію **вільної вуглекислоти**. Так як тільки близько 1% розчиненого діоксиду вуглецю утворює карбонатну кислоту, розрахунок вмісту вільної вуглекислоти ведуть на діоксид вуглецю  $\text{CO}_2$ . Концентрація вільної вуглекислоти кислоти в поверхневих водах може досягати 10–30 мг/л.

**Напівзв'язаною** формою вуглекислоти у воді є **гідрокарбонат - йони**  $\text{HCO}_3^-$ , які утворюються в процесі дисоціації вуглекислоти за 1-й ступенем:  $\text{H}_2\text{CO}_3 = \text{H}^+ + \text{HCO}_3^-$ , а також у результаті розчинення карбонатних порід під дією карбонатної кислоти:



Гідрокарбонат-йони – найпоширеніша форма вуглекислоти в природних водах (до 400 мг/л). Вони зумовлюють лужність і карбонатну твердість води.

При дисоціації вуглекислоти за 2-м ступенем утворюються карбонат-йони:  $\text{HCO}_3^- \Leftrightarrow 2\text{H}^+ + \text{CO}_3^{2-}$  (зв'язана форма вуглекислоти). Вони містяться тільки в лужних водах (при  $\text{pH} > 9$ ) у присутності йонів  $\text{Ca}^{2+}$  і  $\text{Mg}^{2+}$ . Вміст  $\text{CO}_3^{2-}$  у природних водах невеликий внаслідок малої розчинності карбонату кальцію.

Одночасно всі три форми вуглекислоти у воді існувати не можуть. Кожна з форм існує в певному інтервалі  $\text{pH}$ . З іншого боку, саме наявність тієї чи іншої форми вуглекислоти зумовлює те чи інше  $\text{pH}$  води. На рисунку 3.1 наведена залежність відсоткового вмісту форм вуглекислоти від  $\text{pH}$  води.

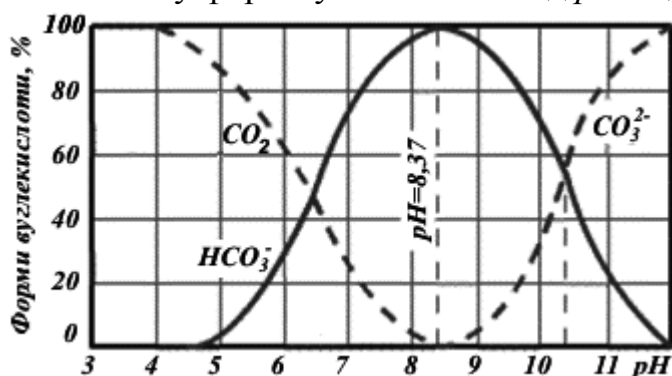


Рисунок 3.1 – Залежність відсоткового вмісту форм вуглекислоти від  $\text{pH}$  води

З рисунку 3.1 витікає, що:

- якщо  $\text{pH} \leq 4,4$  у воді присутня тільки вільна вуглекислота.
- в інтервалі  $\text{pH}$  від 4,4 до 8,37 у рівновазі знаходяться дві форми вуглекислоти –  $\text{CO}_2$  та йони  $\text{HCO}_3^-$ , причому концентрація останніх зростає з підвищенням  $\text{pH}$  і досягає максимального значення при  $\text{pH}$  8,37.
- в інтервалі  $\text{pH}$  від 8,37 до 12 у рівновазі знаходяться йони  $\text{HCO}_3^-$  і  $\text{CO}_3^{2-}$ ; при  $\text{pH} > 12$  – тільки йони  $\text{CO}_3^{2-}$ .

### 3.3.1 Визначення вмісту вільної вуглекислоти $\text{CO}_2$ ( $4,4 < \text{pH} < 9$ )

Вільна вугільна кислота за  $\text{pH}$  більше 4,4 зумовлює загальну кислотність природних питних вод (рис. 3.1). Тому визначення вмісту вільної  $\text{CO}_2$  проводять титруванням проби води 0,1 М розчином лугу  $\text{NaOH}$  у присутності фенолфталеїну ( $\text{pT} = 9$ ) від безбарвного до слабко рожевого кольору. При цьому  $\text{CO}_2$  переходить у гідрокарбонат-іон:



**Методика визначення.** Піпеткою відміряти 100 мл досліджуваної води, додати 3–4 краплини фенолфталеїну і титрувати 0,1 М розчином  $\text{NaOH}$  (розчин лугу додавати краплинами). При цьому кожен раз закривати колбу гумовим

корком і перемішувати вміст колби плавним похитуванням до появи слабого рожевого забарвлення розчину, яке не повинно зникати протягом 2–3 хв.

Розрахунок концентрації вільної вуглекислоти (ммоль/л) виконують за формулою

$$X(\text{CO}_2) = K_{\text{заг}} = \frac{C(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH}) \cdot 1000}{V(\text{H}_2\text{O})}. \quad (3.2)$$

Вміст вільної вуглекислоти (мг/л) розраховують як

$$Y(\text{CO}_2) = X(\text{CO}_2) \cdot M(\text{CO}_2), \quad (3.3)$$

де  $M(\text{CO}_2)$  – молярна маса  $\text{CO}_2$ , що дорівнює 44 г/моль (фактор еквівалентності  $\text{CO}_2$ , згідно з рівнянням (3.1), дорівнює 1).

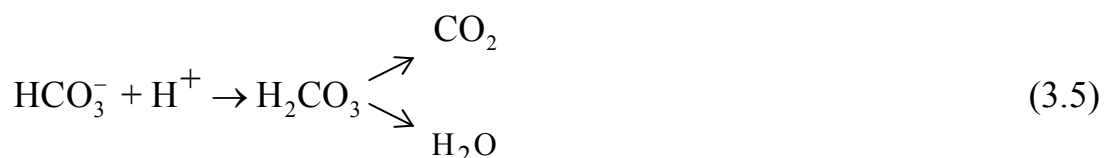
Якщо рН води менше за 4,4, то концентрацію вільної вуглекислоти слід розраховувати як

$$X(\text{CO}_2) = K_{\text{заг}} - K_{\text{в}} - K_{\text{гум}}, \text{ ммоль/л.} \quad (3.4)$$

### 3.3.2 Визначення вмісту гідрокарбонат-іонів $\text{HCO}_3^-$

(напівзв'язаної вуглекислоти) – інтервал рН  $4 < \text{pH} < 9$

В інтервалі рН від 4 до 9 гідрокарбонат-йони ( $\text{HCO}_3^-$ ), унаслідок гідролізу, зумовлюють загальну лужність води (див. рис 3.1). Тому їх вміст визначають титруванням проби води 0,1 М розчином  $\text{HCl}$  у присутності метилового жовтогарячого. При цьому має місце перебіг реакції:



У кінці титрування реакція середовища, як можна бачити з рівняння, повинна бути слабо кислою, тому за індикатор беруть метиловий жовтогарячий.

**Методика визначення.** В конічну колбу піпеткою відміряти 100 мл досліджуваної води, додати 3-4 краплини метилового жовтогарячого і титрувати 0,1 М розчином  $\text{HCl}$  від жовтого до жовтогарячого забарвлення індикатора (рН = 4).

Розрахунок концентрації йонів  $\text{HCO}_3^-$  (ммоль/л) проводять за формулою

$$X(\text{HCO}_3^-) = L_{\text{заг.}} = \frac{C(\text{HCl}) \cdot V(\text{HCl}) \cdot 1000}{V(\text{H}_2\text{O})}, \quad (3.6)$$

Вміст йонів  $\text{HCO}_3^-$  (мг/л) розраховують як

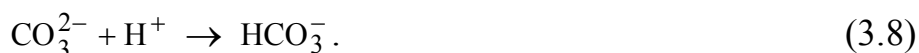
$$Y(\text{HCO}_3^-) = X(\text{HCO}_3^-) \cdot M(\text{HCO}_3^-), \quad (3.7)$$

де  $M(\text{HCO}_3^-)$  – молярна маса  $\text{HCO}_3^-$  – йонів, що дорівнює 61 г/моль (фактор еквівалентності йонів  $\text{HCO}_3^-$ , згідно з рівнянням (3.5), дорівнює 1).

### 3.3.3 Визначення карбонат-іонів $\text{CO}_3^{2-}$ і гідрокарбонат-іонів $\text{HCO}_3^-$ у воді за спільної їх присутності ( $\text{pH} > 8,4$ )

#### а) визначення вмісту іонів $\text{CO}_3^{2-}$

При  $\text{pH}$  більше за 8,4 карбонат – йони внаслідок гідролізу зумовлюють вільну лужність води. Тому їх вміст визначають титруванням проби води 0,1 М розчином  $\text{HCl}$  у присутності фенолфталеїну від рожевого до слабо рожевого забарвлення, яке зникає від однієї краплини розчину  $\text{HCl}$ . При цьому має місце перебіг реакції:



**Методика визначення.** В конічну колбу місткістю 250 мл відміряти піпеткою 100 мл досліджуваної води, додати 3–4 краплини фенолфталеїну і титрувати 0,1 М розчином  $\text{HCl}$  до зникнення рожевого забарвлення ( $V_1$ ).

Розрахунок концентрації іонів  $\text{CO}_3^{2-}$  (ммоль/л) виконують за формулою

$$X(\text{CO}_3^{2-}) = L_g = \frac{C(\text{HCl}) \cdot V_1 \cdot 1000}{V(\text{H}_2\text{O})}, \quad (3.9)$$

де  $V_1$  – об'єм 0,1 М розчину  $\text{HCl}$ , що пішов на титрування у присутності фенолфталеїну, мл;

Вміст іонів  $\text{CO}_3^{2-}$  (мг/л) розраховують як

$$Y(\text{CO}_3^{2-}) = X(\text{CO}_3^{2-}) \cdot M(\text{CO}_3^{2-}), \quad (3.10)$$

де – молярна маса іонів  $\text{CO}_3^{2-}$ , що дорівнює 60 г/моль (фактор еквівалентності іонів  $\text{CO}_3^{2-}$ , згідно з рівнянням (3.8), дорівнює 1).

Розчин не виливають, а діють так, як описано нижче.

#### б) визначення вмісту іонів $\text{HCO}_3^-$ .

#### Методика визначення вмісту іонів $\text{HCO}_3^-$

До відтитрованої з фенолфталеїном проби води (див. дослід 3.3.3, а) додати 3–4 краплини метилового жовтогарячого і титрувати 0,1 М розчином  $\text{HCl}$  до появи жовтогарячого забарвлення ( $V_2$ ). При цьому гідрокарбонат – йони (і наявні раніше, і ті, що утворилися при титруванні  $\text{CO}_3^{2-}$  – йонів) перетворюються у вільну вуглекислоту (див. рівняння (3.5)).

Розрахунок концентрації іонів  $\text{HCO}_3^-$  (ммоль/л) виконують за формулою:

$$X(\text{HCO}_3^-) = \frac{(V_2 - V_1) \cdot C(\text{HCl}) \cdot 1000}{V(\text{H}_2\text{O})}, \quad (3.11)$$

де  $V_2$  – об'єм  $\text{HCl}$ , що пішов на титрування з метиловим жовтогарячим, мл;

$V_1$  – об'єм  $\text{HCl}$ , що пішов на титрування проби води з фенолфталеїном, мл.

Вміст іонів  $\text{HCO}_3^-$  (мг/л) розраховують за формулою (3.7).

### 3.3.4 Розрахунок агресивної вуглекислоти

Визначення агресивної вуглекислоти виконують, користуючись даними таблиці 3.1. Введемо позначення: нехай  $S$  – це сума вільної і напівзв’язаної вуглекислоти ( $C_{CO_2} + C_{HCO_3^-}$ ), мг/л;  $q$  – сума напівзв’язаної і агресивної вуглекислоти, мг/л.

Складемо знайдені кількості вільної і напівзв’язаної вуглекислоти (останню знаходять множенням ммоль/л  $HCO_3^-$  на 22). Отриману суму знаходять у графі « $S$ », а в графі « $q$ » – суму напівзв’язаної і агресивної вуглекислоти. Кількість агресивної вуглекислоти знаходять, відніманням вмісту напівзв’язаної кислоти від числа в графі « $q$ ».

**Приклад.** Вміст іону  $HCO_3^- = 4,55$  ммоль/л і вільної вуглекислоти  $CO_2 = 60$  мг/л, тоді вміст напівзв’язаної вуглекислоти буде  $4,55 \times 22 = 100$  мг/л, сума вільної і напівзв’язаної вуглекислоти буде  $100 + 60 = 160$  мг/л. Знаходимо число 160 в графі « $S$ » і відповідне йому число в графі « $q$ » – 118,1. Цифра 118,1 є сумою напівзв’язаної і агресивної вуглекислоти.

Віднімаючи вміст напівзв’язаної вуглекислоти від суми напівзв’язаної та агресивної вуглекислоти, знаходимо кількість агресивної вуглекислоти:  $CO_2 = 118,1 - 100 = 18,1$  (мг/л).

Таблиця 3.1 – Обчислення агресивної  $CO_2$

$S$	$Q$	$S$	$Q$	$S$	$Q$	$S$	$Q$	$S$	$Q$
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	1	45	43,0	89	77,3	133	104,3	177	126,2
2	2	46	43,9	90	78,0	134,8	104,8	178	126,6
3	3	47	44,7	91	78,7	135	105,4	179	127,0
4	4	48	45,6	92	79,3	136	105,9	180	127,5
5	5	49	46,5	93	80,0	137	106,5	181	127,9
6	6	50	47,3	94	80,8	138	106,9	182	128,4
7	7	51	47,8	95	81,4	139	107,5	183	128,6
8	8	52	48,4	96	82,1	140	108,1	184	129,2
9	9	53	49,0	97	82,7	141	108,6	185	129,7
10	10	54	50,7	98	83,3	142	109,1	186	130,2
11	11	55	51,5	99	84,0	143	109,6	187	130,6
12	12	56	52,4	100	84,6	144	110,2	188	131,0
13	13	57	53,2	101	85,3	145	110,7	189	131,4
14	13,9	58	54,0	102	85,9	146	111,2	190	131,9
15	14,9	59	54,8	103	86,5	147	111,7	191	132,3
16	15,9	60	55,7	104	87,2	148	112,2	192	132,7
17	16,9	61	56,5	105	87,7	149	112,5	193	133,2
18	17,8	62	57,2	106	88,4	150	113,2	194	133,7
19	18,8	63	58,1	107	89,1	151	113,7	195	134,0
20	19,7	64	58,8	108	89,7	152	114,3	196	134,4
21	20,8	65	59,6	109	90,4	153	114,7	197	134,8
22	21,7	66	60,4	110	90,9	154	115,3	198	135,2



Продовження таблиці 3.1

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
23	22,7	67	61,2	111	91,6	155	115,8	199	135,7
24	23,7	68	62,0	112	92,2	156	116,3	200	136,0
25	24,6	69	62,8	113	92,8	157	116,	210	141,6
26	25,6	70	63,5	114	93,4	158	117,3	220	145,6
27	26,5	71	64,3	115	94,0	159	117,6	230	149,8
28	27,5	72	65,0	116	94,6	160	118,1	240	153,8
29	28,4	73	65,8	117	95,1	161	118,6	250	161,2
31	30,3	75	67,3	119	96,3	163	119,6	260	164,9
32	31,2	76	68,0	120	97,0	164	120,1	270	168,5
33	32,2	77	68,8	121	97,6	165	120,6	280	171,9
34	33,1	78	69,5	122	98,1	166	121,0	290	175,3
35	34,0	79	70,3	123	98,6	167	121,5	300	178,8
36	34,9	80	71,0	124	99,2	168	122,0	310	182,1
37	35,9	81	72,7	125	99,8	169	122,5	330	185,0
38	36,8	82	72,4	126	100,4	170	123,0	340	188,3
39	37,7	83	73,1	127	100,9	171	123,4	350	191,3
40	38,6	84	73,8	128	101,5	172	123,9	360	194,2
41	39,5	85	74,5	129	102,1	173	124,3	370	197,3
42	40,3	86	75,2	130	102,6	174	124,7	380	199,9
43	41,2	87	76,9	131	103,2	175	125,2	390	202,8
44	42,1	88	76,5	132	103,7	176	125,6	400	205,7

## ЛАБОРАТОРНА РАБОТА № 4

### ВИЗНАЧЕННЯ КАРБОНАТНОЇ ТВЕРДОСТІ ВОДИ

#### 4.1 Самостійна підготовка

##### *Питання і задачі*

1. Що таке карбонатна твердість води, в яких одиницях вона вимірюється?
2. Наявністю яких сполук у воді зумовлена карбонатна твердість води?
3. Як визначають карбонатну твердість? Дати обґрунтування вибору індикатора при визначенні карбонатної твердості.
4. Скласти рівняння реакції:
  - а) розклад гідрокарбонатів кальцію і магнію;
  - б) гідроліз гідрокарбонатів кальцію і магнію;
  - в) взаємодія гідрокарбонату кальцію з хлоридною кислотою та гідроксидом кальцію.
5. Твердість води, що містить кальцій гідрокарбонат, дорівнює 3 ммоль-екв/л. Скільки грамів гідрокарбонату кальцію міститься в 1 м<sup>3</sup> цієї води?

6. На титрування 100 мл води в присутності метилоранжу витрачено 5 мл 0,1Н розчину НСІ. Після кип'ятіння цієї води протягом години на титрування 100 мл води витрачено 1,5 мл 0,1Н розчину НСІ. Визначити усувну та неусувну карбонатну твердість води.

7. У 100 л води розчинено 24,6 г кальцій гідрокарбонату, 12,9 г магній сульфату і 8,6 г кальцій хлориду. Розрахуйте всі види твердості води. Чи придатна вода для питних цілей?

8. Твердість води, у якій розчинений тільки кальцій гідрокарбонат, дорівнює 5 ммоль/л. Який об'єм 0,1н розчину НСІ потрібен для реакції з кальцій гідрокарбонатом, що міститься в 200 мл цієї води?

### Загальні відомості

**Карбонатна твердість** природної води зумовлена наявністю у воді гідрокарбонатів кальцію і магнію, які зумовлюють також лужність води.

Методом нейтралізації (прямим титруванням) неможливо визначити вміст йонів кальцію і магнію, які зумовлюють твердість води, але цілком можливо визначити вміст гідрокарбонат-йонів  $\text{HCO}_3^-$ , які еквівалентно зв'язані з йонами кальцію і магнію, тобто  $n(1/2(\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+})) = n(\text{HCO}_3^-)$ .

Таким чином, не прямим, а *замісним титруванням* йонів  $\text{HCO}_3^-$  можна визначити карбонатну твердість води. Карбонатна твердість води (ммоль/л), залежно від величини рН води, може бути розрахована як:

$$\text{за умови } \text{pH} > 9 \quad T_{\text{к}} = X(\text{HCO}_3^-) = L_{\text{заг.}} - L_{\text{в}}; \quad (4.1)$$

$$\text{за умови } \text{pH} < 9 \quad T_{\text{к}} = X(\text{HCO}_3^-) = L_{\text{заг.}}, \text{ оскільки } L_{\text{в}} = 0. \quad (4.2)$$

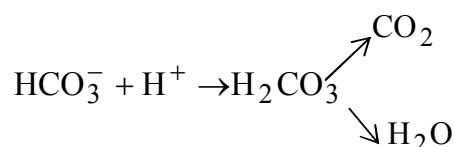
## 4.2 Робота в лабораторії

### *Посуд і реактиви:*

1. Колби для титрування місткістю 250 мл.
2. Піпетки місткістю 100 мл.
3. Бюретки місткістю 25 мл.
4. Робочий розчин; 0,1н. НСІ.
5. Індикатор метилоранж (метиловий жовтогарячий).

### 4.2.1 Хід визначення карбонатної твердості води за умови $\text{pH} < 9$

У конічну колбу місткістю 250 мл піпеткою вмістити 100 мл досліджуваної води. Додати 2-3 краплини метилового жовтогарячого. Титрувати пробу води 0,1Н робочим розчином НСІ до переходу забарвлення від жовтого до жовтогарячого ( $V_1$ ). При цьому має місце реакція:



Титрування повторити кілька разів, вибрати три результати, що збігаються, і визначити середній об'єм 0,1Н розчину НСІ. Карбонатну твердість ( $T_K$ ) розраховують за формулою

$$T_K = X(\text{HCO}_3^-) = L_{\text{заг.}} = \frac{C(\text{HCl}) \cdot V_1(\text{HCl}) \cdot 1000}{V(\text{H}_2\text{O})}, \text{ ммоль-екв/л} \quad (4.3)$$

де  $C(\text{HCl})$  – нормальна концентрація робочого розчину НСІ, моль/л;

$V_1(\text{HCl})$  – об'єм робочого розчину соляної кислоти, мл;

$V(\text{H}_2\text{O})$  – об'єм проби води, мл.

#### 4.2.2 Хід визначення карбонатної твердості води за умови рН > 9

а) до 100 мл проби води додають 2-3 краплини розчину фенолфталеїну і титрують 0,1Н розчином НСІ до знебарвлення ( $V_1$ );

б) до 100 мл проби води додають 2 - 3 краплини метилового жовтогарячого і титрують 0,1Н розчином НСІ від жовтого до жовтогарячого кольору ( $V_2$ ).

Твердість карбонатну ( $T_K$ ) обчислюють за формулою:

$$T_K = \frac{(V_2 - V_1) \cdot C(\text{HCl}) \cdot 1000}{V(\text{H}_2\text{O})}, \text{ ммоль-екв/л} \quad (4.4)$$

де  $V_2$  – об'єм 0,1Н розчину НСІ, який пішов на титрування у присутності метилового жовтогарячого, мл;

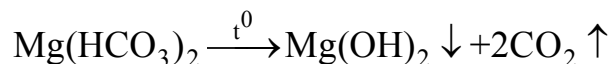
$V_1$  – об'єм 0,1Н розчину НСІ, який пішов на титрування у присутності фенолфталеїну, мл;

$C(\text{HCl})$  – нормальна концентрація розчину НСІ, моль/л;

$V(\text{H}_2\text{O})$  – об'єм проби води, взятий для аналізу, мл.

#### 4.2.3 Визначення усувної та неусувної твердості води

Карбонатна твердість називається *тимчасовою* тому, що вона майже повністю може бути усунена кип'ятінням:



Тимчасову твердість поділяють на **усувну** і **неусувну**.

Визначення неусувної карбонатної твердості ( $T_H$ ) проводять, як описано у досліді 4.2.1 або 4.2.2 (залежно від рН води), після кип'ятіння досліджуваної води протягом 30 хвилин. Обчислення  $T_H$  ведуть за формулою (4.3 або 4.4) .

Усувна карбонатна твердість води ( $T_Y$ ) розраховується як

$$T_Y = T_K - T_H, \text{ ммоль-екв/л.} \quad (4.5)$$

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 5

### ПРИГОТУВАННЯ І СТАНДАРТИЗАЦІЯ РОБОЧИХ РОЗЧИНІВ У КОМПЛЕКСОНОМЕТРІЇ

#### 5.1 Самостійна підготовка

##### *Питання і задачі*

1. Яка сутність методів комплексонометричного аналізу?
2. Вплив рН на перебіг реакції під час титрування?
3. Індикатори, які використовуються в комплексонометричних методах аналізу?
4. Метод трилонометрії. Робочі розчини методу, їх приготування та стандартизація.
5. Розрахуйте скільки грамів трилону Б необхідно зважити для приготування 200 мл 0,05Н розчину трилону Б.

#### 5.2 Робота в лабораторії

##### *Посуд і реактиви:*

1. Бюкси для наважок.
2. Мірна колба місткістю 1 л.
3. Піпетки місткістю 100 мл.
4. Мірні циліндри місткістю 10 – 25 мл.
5. Індикатор еріохром чорний.
6. Конічні колби для титрування.

##### **5.2.1 Приготування приблизно 0,05Н розчину трилону Б**

Розрахувати наважку трилону Б, необхідну для приготування 1 л 0,05Н розчину ( $M = 372,2$  г/моль). Трилон Б зважити на технічних терезах, перенести в мірну колбу, розвести в дистильованій воді, додаючи останню невеличкими порціями, довести до позначки і добре перемішати.

##### **5.2.2 Приготування 0,05Н розчину $MgSO_4 \cdot 7H_2O$**

Розраховану наважку  $MgSO_4 \cdot 7H_2O$  зважити на аналітичних терезах і розвести в мірній колбі місткістю 1 л, добре перемішати.

##### **5.2.3 Приготування амонійної буферної суміші**

20 г хлориду амонію марки х.ч. розвести в 100 мл дистильованої води й перемішати із 100 мл 20 %-вого розчину  $NH_4OH$ , довести дистильованою водою до 1 л.

##### **5.2.4 Приготування індикатора еріохрома чорного**

Змішують 0,25 г еріохрому чорного з 50 г сухого NaCl.

##### **5.2.5 Визначення концентрації робочого розчину трилона Б (стандартизація)**

Визначення проводять при  $pH = 9,2$ . У конічну колбу відміряти піпеткою 100 мл 0,05Н розчину сульфату магнію, додати циліндром 5 мл амонійної

буферної суміші та декілька кристалів індикатора еріохрому чорного. Титрувати трилоном Б до переходу вишнево-червоного забарвлення в синє. Обчислити нормальну концентрацію трилону Б за формулою:

$$C_{\text{тр.}} = \frac{C_{\text{MgSO}_4} \cdot V_{\text{MgSO}_4}}{V_{\text{тр.}}} \text{ моль-екв/л,}$$

де  $C_{\text{тр}}$  – нормальна концентрація робочого розчину трилону Б, моль-екв/л;  
 $C_{\text{MgSO}_4}$  – нормальна концентрація розчину сульфату магнію, моль-екв/л;  
 $V_{\text{MgSO}_4}$  – об'єм розчину сульфату магнію, взятого для титрування, мл;  
 $V_{\text{тр.}}$  – об'єм розчину трилону Б, що пішов на титрування, мл.

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 6

### ВИЗНАЧЕННЯ ЗАГАЛЬНОЇ ТВЕРДОСТІ ВОДИ, ВМІСТУ ЙОНІВ КАЛЬЦІЮ І МАГНІЮ

#### 6.1 Самостійна підготовка

##### Питання і задачі

1. Присутністю яких солей зумовлена загальна, тимчасова й постійна твердість води?
2. Які методи існують для визначення загальної твердості води? Як визначають постійну твердість?
3. Які індикатори використовують у комплексонометричному методі визначення йонів кальцію та магнію у воді? На чому засновано їх використання?
4. В якому середовищі проводиться комплексонометричне визначення загальної твердості води, чим це пояснюється? Поясніть дію аміачної буферної суміші.
5. Які йони заважають визначенню загальної твердості води комплексонометричним методом? Як ліквідувати їх вплив?
6. В 1 м<sup>3</sup> води міститься 55,5 г кальцій хлориду, 324 г кальцій гідрокарбонату й 120 г магній сульфату. Розрахуйте усі види твердості води. Чи придатна вона для питних цілей?
7. Розрахувати, скільки грамів трилону Б треба взяти для приготування 2 л 0,01N розчину ( $M = 372,2$  г/моль).
8. На титрування 100 мл проби води в присутності *exch* пішло 16 мл 0,05 N розчину трилону, а на титрування 50 мл проби води в присутності мурексиду – 6 мл 0,05 N розчину трилону. Розрахуйте усі види твердості води (ммоль-екв/л) та вміст катионів кальцію та магнію (мг/л). Чи придатна вода для питних цілей?

## 6.2 Робота в лабораторії

### Посуд і реактиви

1. Колби конічні для титрування місткістю 250 мл.
2. Піпетки місткістю 100 мл, 50 мл, 25 мл.
3. Бюретки для титрування місткістю 25 мл.
4. Циліндри місткістю 2, 5мл.
5. Амонійна буферна суміш (рН = 9,2) – 20 г амоній хлориду марки х.ч. розвести в 100 мл дистильованої води і перемішати з 100 мл 20 % – ного розчину  $\text{NH}_4\text{OH}$ , довести дистильованою водою до 1 л.
6. 10 %-вий розчин  $\text{NaOH}$ .
7. Робочий 0,05 Н розчин трилону Б.
8. Індикатор еріохром чорний (змішують і розтирають у ступці 0,25 г кристалічного індикатору з 50 г сухого  $\text{NaCl}$ ).
9. Індикатор мурексид (змішують і розтирають у ступці 0,5 г мурексиду і 100 г  $\text{NaCl}$ ).

### 6.3 Визначення загальної твердості води

Відповідно до **ГОСТ 4151-72** загальна твердість питних, підземних, поверхневих вод визначається комплексометричним методом. Цей метод ґрунтується на утворенні безбарвних комплексних сполук йонів кальцію та магнію з трилоном Б у лужному середовищі (рН  $\sim 10$ ) в присутності індикатора еріохрому чорного. Визначення проводять титруванням проби води 0,05 Н розчином трилону Б ( $f_{екв} = 1/2$ ) в присутності еріохрому чорного від червоно-вишневого до синього забарвлення. Визначенню загальної твердості води заважають йони міді, цинку, мангану і високий вміст карбонатів і гідрокарбонатів. Похибка при титруванні 100 мл води складає  $0,05 \text{ моль/м}^3$  ( $0,05 \text{ ммоль/дм}^3$ ).

#### 6.3.1 Методика визначення загальної твердості води

1. У конічну колбу місткістю 200–250 мл піпеткою відміряють такий об'єм води, щоб на його титрування йшло не більше 10 мл 0,05Н розчину трилону Б ( $f_{екв} = 1/2$ ), і доводять дистильованою водою до 100 мл. Рекомендований об'єм досліджуваної води і концентрація трилону Б, залежно від очікуваної твердості, наведені в таблиці 6.1.

Таблиця 6.1 – Рекомендований об'єм досліджуваної води і концентрації трилону Б залежно від припущеної твердості

Очікувана твердість води, ммоль/л	Об'єм проби води для аналізу, мл	Концентрація розчину трилона Б ( $f_{екв} = 1/2$ ), моль/л
0,005 – 5,0	50	0,05
5,0 – 10,0	25	0,05
10,0 – 20,0	10	0,05

2. Для створення і утримання  $pH \sim 10$  до проби води *циліндром* додають 5 мл амонійного буферного розчину ( $NH_4OH + NH_4Cl$ ). *pH отриманого розчину обов'язково контролюють за допомогою універсального індикаторного паперу.*

3. Додають 10–15 мг сухої суміші кристалів індикатора еріохрому чорного з хлоридом натрію. Розчин забарвлюється в червоно – вишневий колір, унаслідок утворення маломіцних комплексних сполук йонів кальцію і магнію з хромогеном чорним.

4. Пробу води титрують 0,05 Н робочим розчином трилону Б ( $f_{екв} = 1/2$ ) при енергійному збовтуванні до переходу вишнево-червоного забарвлення в синє. «Свідком» може бути перетитрована проба, оскільки при додаванні надлишкової кількості трилону Б забарвлення більше не змінюється.

Загальну твердість води  $T_{заг.}$  (ммоль/л) розраховують за формулою

$$T_{заг.} = \frac{C(1/2Na_2H_2Y \cdot 2H_2O) \cdot V(1/2Na_2H_2Y \cdot 2H_2O) \cdot 1000}{V(H_2O)},$$

де  $C(1/2Na_2H_2Y \cdot 2H_2O)$  – молярна концентрація еквівалента трилону Б у розчині, моль/л;

$V(1/2Na_2H_2Y \cdot 2H_2O)$  – об'єм розчину трилону Б, який витрачено на титрування, мл;

$V(H_2O)$  – об'єм проби води, взятої для титрування, мл.

При визначенні загальної твердості природних вод іноді виникають деякі проблеми:

- нечітка зміна забарвлення в точці еквівалентності. Це вказує на присутність міді та цинку. Для усунення впливу цих речовин до проби води додають 1–2 мл розчину сульфиду натрію (3,7 г  $Na_2S \cdot 5H_2O$  розчиняють у 100 мл дистильованої води) і знову проводять дослідження;

- після додавання до проби води буферного розчину та індикатора проба води поступово знебарвлюється або стає мишастого кольору. Це свідчить про наявність у воді мангану. Для усунення його впливу на результати визначення загальної твердості води перед внесенням усіх реактивів до проби води необхідно додати п'ять крапель 1%-вого розчину солянокислого гідроксиламіну  $NH_2OH \cdot HCl$  (1 г  $NH_2OH \cdot HCl$  розчиняють у дистильованій воді та доводять об'єм до 100 мл). Після цього додають усі реактиви і проводять визначення;

- титрування набуває затяжного характеру з нестійким і нечітким забарвленням. Це свідчить про високу лужність води. Її вплив усувають додаванням до проби води (до внесення всіх реактивів)

0,1 М розчину  $HCl$  у кількості, необхідній для повної нейтралізації лужності води, з подальшим кип'ятінням води протягом 5 хвилин. Після цього додають усі реагенти і виконують визначення.

Згідно до ДСанПіН 2.2.4-171-10 величина загальної твердості води нормується двічі:

- як фізико-хімічний показник: загальна твердість повинна бути  $\leq 7$  ммоль-екв/л;
- як показник фізіологічної повноцінності води: загальна твердість води має бути в межах 1,5–7 ммоль-екв/л.

#### 6.4 Визначення вмісту йонів кальцію у воді

Метод визначення вмісту йонів кальцію ґрунтується на утворенні комплексонату кальцію при взаємодії йонів кальцію з трилоном Б у присутності мурексиду як індикатора. Визначення проводять у сильно лужному середовищі (рН ~ 12–13). Це потрібно з двох причин. По-перше, для того, щоб йони  $Mg^{2+}$  випали в осад у вигляді  $Mg(OH)_2$ , а по-друге, саме за такого рН можна використовувати індикатор мурексид, який з йонами кальцію утворює комплексні сполуки, забарвлені в рожевий колір, тоді як його індивідуальне забарвлення – бузкове.

#### Методика визначення вмісту йонів кальцію

1. У конічну колбу місткістю 250 мл, виходячи з очікуваної кальцієвої твердості води, відміряють певний об'єм досліджуваної води (див. табл. 6.2), розбавляють його (при необхідності) до 100 мл дистильованою водою.

Таблиця 6.2 – Рекомендований об'єм досліджуваної води і концентрація трилону Б залежно від концентрації йонів кальцію у воді

Концентрація йонів кальцію, ммоль-екв/л	Об'єм проби води, мл	Концентрація трилону Б ( $f_{екв}=1/2$ ), моль/л
0,5 – 2,5	100	0,05
2,5 – 5,0	50	0,05
5,0 – 10,0	25	0,05

2. До проби води циліндром додають 2 мл 10%-вого розчину NaOH (для створення рН 12–13). рН отриманого розчину обов'язково контролюють індикаторним папером!

3. Додають 10–15 мг суміші мурексиду з NaCl (на кінці шпателя). Після розчинення індикатора розчин забарвлюється в рожевий колір, внаслідок утворення комплексних сполук йонів кальцію з мурексидом.

4. Пробу води титрують 0,05Н розчином трилону Б ( $f_{екв}=1/2$ ) при енергійному збовтуванні до появи бузкового забарвлення. Титрування проводять у присутності «свідка» – перетитрованої проби.

Твердість кальцієву  $T(1/2Ca^{2+})$  розраховують за формулою

$$T(1/2Ca^{2+}) = \frac{C(1/2Na_2H_2Y \cdot 2H_2O) \cdot V(1/2Na_2H_2Y \cdot 2H_2O) \cdot 1000}{V(H_2O)}, \text{ ммоль/л.}$$



Вміст йонів кальцію (мг/л) розраховують як

$$Y(\text{Ca}^{2+}) = T\left(\frac{1}{2}\text{Ca}^{2+}\right) \cdot M\left(\frac{1}{2}\text{Ca}^{2+}\right) = T\left(\frac{1}{2}\text{Ca}^{2+}\right) \cdot 20,04,$$

де  $M\left(\frac{1}{2}\text{Ca}^{2+}\right)$  – молярна маса еквіваленту кальцію ( $f_{\text{екв}} = 1/2$ ), що дорівнює 20,04, г/моль.

**Згідно з ДСанПіН 2.2.4-171-10 вміст йонів кальцію для питної води повинен бути в межах 25–75 мг/л (показник фізіологічної повноцінності питної води).**

Визначенню кальцію заважають йони заліза, мангану, міді, цинку, свинцю, які також здатні утворювати забарвлені комплексні сполуки з мурексидом. Але для природних незабруднених вод цей вплив незначний і ним можна знехтувати. Чутливість методу 0,4–0,6 мг/л, похибка визначення – 1%.

### 6.5 Визначення магнієвої твердості води

Знаючи загальну і кальцієву твердості води, магнієву твердість можна розраховувати як їх різницю

$$T\left(\frac{1}{2}\text{Mg}^{2+}\right) = T_{\text{заг.}} - T\left(\frac{1}{2}\text{Ca}^{2+}\right), \text{ ммоль/л}$$

або в мг/л

$$Y(\text{Mg}^{2+}) = T\left(\frac{1}{2}\text{Mg}^{2+}\right) \cdot M\left(\frac{1}{2}\text{Mg}^{2+}\right),$$

де  $M\left(\frac{1}{2}\text{Mg}^{2+}\right)$  – молярна маса еквівалента йонів магнію ( $f_{\text{екв}} = 1/2$ ), яка дорівнює 12,15 г/моль.

Слід зазначити, що вищенаведені розрахунки припустимі лише для природних незабруднених вод. Для стічних вод необхідно проводити пряме визначення магнію.

**Згідно з ДСанПіН 2.2.4-171-10 вміст йонів магнію для питної води повинен бути в межах 10–50 мг/л (показник фізіологічної повноцінності питної води).**

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 7

### ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ СУЛЬФАТ-ЙОНІВ У ВОДІ

#### 7.1 Самостійна підготовка

##### Питання та задачі

1. У вигляді яких сполук може існувати сульфат-йон у воді?
2. Чому вода, яка містить багато сульфатів, не придатна для питних цілей?
3. У чому сутність визначення сульфатів у воді?
4. У мірній колбі на 200 мл розчинили наважку 1,1256 г  $\text{MgSO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ .

До 20 мл цього розчину додали 25 мл 0,012 М розчину трилону Б. На титрування надлишку трилону Б пішло 9,05 мл 0,01 М розчину  $ZnSO_4$ . Розрахуйте вміст магнію в наважці.

5. На титрування 20 мл стічної води, яка містить  $NiCl_2$ , пішло 21 мл 0,02 М розчину трилону Б. Розрахуйте масу  $NiCl_2$  в 10 м<sup>3</sup> води.

## 7.2 Загальні положення

Сульфат-йони потрапляють у воду при розчиненні осадових порід, до складу яких входить гіпс  $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ , а також у результаті окислення сірководню або сірки, які містяться в промислових стічних водах.

Присутність у воді сульфатів у великій кількості небажана тому що, наприклад,  $Na_2SO_4$  порушує діяльність шлунково-кишкового тракту, а солі  $CaSO_4$  і  $MgSO_4$  зумовлюють твердість води і погіршують її органолептичні властивості - вода набуває гірко-присмаку. Вода, що містить велику кількість сульфатів і хлоридів, має підвищену корозійну активність.

Вміст сульфат-йонів у питній воді згідно з ДСанПіН 2.2.4-171-10 не повинен перевищувати 250 мг/л.

***Проби води при визначенні сульфатів не консервують.***

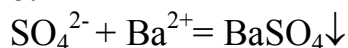
## 7.3 Робота в лабораторії

### Посуд, матеріали, реактиви

1. Бюретка місткістю 25 мл.
2. Піпетки місткістю 50, 1 мл.
3. Конічна колба місткістю 250 мл.
4. Циліндри місткістю 2, 5 мл.
5. Стандартний 0,05 Н розчин трилону Б.
6. Амонійний буферний розчин (рН=9,2).
7. Стандартний розчин  $BaCl_2$  і  $MgCl_2$  (10 г  $BaCl_2 \cdot 2H_2O$  і 4 г  $MgCl_2 \cdot 6H_2O$  в 1 л води).
8. 10 %-ний розчин  $BaCl_2$ .
9. 0,1 Н розчин  $HCl$ .
10. 0,1 Н розчин  $NaOH$ .
11. Індикатор метиловий червоний.
12. Індикатор еріохром чорний Т (0,5 г еріохрому чорного Т ретельно розтирають із 100 г  $NaCl$ . ч.д.а.

## 7.4 Якісне визначення сульфат-йонів

Якісне визначення сульфат-йонів базується на реакції осадження сульфат-йонів розчином хлориду барію:



**Хід визначення.** До 10 мл проби води додають 2-3 краплини 0,1 Н розчину хлоридної кислоти та 0,5 мл 10 %-вого розчину  $\text{BaCl}_2$ . При вмісті сульфатів 5-50 мг/л виникає опалесценція або слабке помутніння, при більшому вмісті сульфатів випадає осад.

### 7.5 Кількісне визначення сульфат-йонів

Кількісно сульфат-йони визначають комплексометричним методом за допомогою трилону Б. Сутність методу полягає в тому, що до аналізованої води додають надлишок йонів  $\text{Ba}^{2+}$  (повільно додають розчин  $\text{BaCl}_2$ ). Частина йонів барію зв'язують сульфат-йони в нерозчинний осад  $\text{BaSO}_4$ . Йони  $\text{Ba}^{2+}$ , що залишилися в розчині, відтитровують стандартним розчином трилону Б, з яким йони барію утворюють комплексні сполуки. Вміст сульфат-йонів розраховують за різницею витрат трилону Б, який йде на зв'язування йонів барію, до і після осаджування сульфат-йонів. Оскільки досліджувана вода завжди містить йони  $\text{Ca}^{2+}$  і  $\text{Mg}^{2+}$ , які також утворюють комплексні сполуки з трилоном Б, то на присутність цих йонів потрібно ввести відповідні поправки.

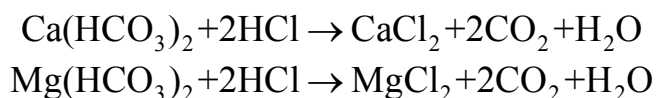
#### Хід визначення сульфат-йонів

**Дослід 1.** У конічну колбу на 200–250 мл піпеткою набирають 50 мл **аналізованої** води і визначають загальний вміст йонів  $\text{Ca}^{2+}$  і  $\text{Mg}^{2+}$  у воді (загальна твердість води). Для цього до проби води циліндром додають 5 мл амонійного буферного розчину (для створення і підтримки  $\text{pH}=9,2$ ) і декілька кристалів індикатора еріохрому чорного Т. Отриманий розчин титрують 0,05 Н розчином трилону Б від винно-червоного до синього кольору і занотовують до журналу об'єм трилону Б ( $V_1$ ), витрачений на титрування проби води.

**Дослід 2 (холостий дослід).** У конічну колбу на 200–250 мл піпеткою набирають 50 мл **дистильованої** води і піпеткою додають 1 мл стандартного розчину  $\text{BaCl}_2$ , що містить йони магнію. Йони магнію потрібні для більш точного встановлення точки еквівалентності. Далі до води циліндром додають 5 мл амонійного буферного розчину (для створення і підтримки  $\text{pH}=9,2$ ) і декілька кристалів індикатора еріохрому чорного Т. Отриманий розчин титрують 0,05 Н розчином трилону Б від винно-червоного до синього кольору і занотовують до журналу об'єм трилону Б ( $V_2$ ), витрачений на титрування проби води.

**Дослід 3.** У конічну колбу на 200–250 мл піпеткою набирають 50 мл **аналізованої** води, додають 2-3 краплі розчину індикатора метилового червоного ( $\text{pT}=5,5$ ) і підкисляють пробу води 0,1 Н розчином хлоридної кислоти до появи червоного забарвлення. Колбу встановлюють на газовий пальник и кип'ятять 3-5 хв. від початку закипання. При цьому спостерігають, щоб протягом усього процесу кип'ятіння колір розчину залишався червоним.

Якщо він стане блідим, або жовтим потрібно додати ще декілька краплин 0,1 Н розчину HCl. Присутність HCl потрібна для того, щоб гідрокарбонати кальцію та магнію перевести у добре розчинні хлориди кальцію та магнію, а кип'ятіння – для інтенсивного видалення CO<sub>2</sub>, який утворюється в результаті реакцій:



Після кип'ятіння до розчину додають 1 мл стандартного розчину BaCl<sub>2</sub>, що містить йони магнію і кип'ятять ще 10-15 сек. для більш повного осадження йонів SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> йонами Ba<sup>2+</sup>. Далі розчин охолоджують 10 – 15 хв. і нейтралізують 0,1 Н розчином NaOH до появи жовтого кольору. Потім до води циліндром додають 5 мл амонійного буферного розчину і декілька кристалів індикатора еріохрому чорного Т. Отриманий розчин титрують 0,05 Н розчином трилону Б від винно-червоного до синього кольору і занотують до журналу об'єм трилону Б (V<sub>3</sub>), витрачений на титрування проби води.

Вміст сульфат-йонів (X) розраховують за формулою

$$X = \frac{(V_1 + V_2 - V_3) \cdot C_n \cdot M_e \cdot 1000}{V_4} \text{ мг/л,}$$

де C<sub>n</sub> – нормальна концентрація трилону Б;

M<sub>e</sub> – молярна маса еквіваленту йонів SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, що дорівнює 48 г/моль-екв;

V<sub>4</sub> – об'єм аналізованої води (50 мл).

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 8

### ПРИГОТУВАННЯ І СТАНДАРТИЗАЦІЯ РОБОЧИХ РОЗЧИНІВ У МЕТОДІ АРГЕНТОМЕТРІЇ

#### 8.1 Самостійна підготовка

##### *Питання та задачі*

1. У чому сутність методу аргентометрії?
2. Які робочі розчини застосовують у методі аргентометрії?
3. Як готують робочі розчини, встановлюється їх точна концентрація?
4. Який індикатор застосовується в аргентометрії?
5. Застосування методу аргентометрії в аналізі води.

#### 8.2 Робота в лабораторії

##### *Посуд, матеріали і реактиви:*

1. Піпетка місткістю 20, 25 мл.
2. Бюретка місткістю 25 мл.

3. Конічна колба місткістю 250 мл.
4. Мірна колба місткістю 200, 250 мл.
5. NaCl, ч. д. а.
6. AgNO<sub>3</sub>, ч. д. а.
7. Насичений розчин калій хромату K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub> (індикатор).
8. Дистильована вода.

### 8.2.1 Приготування 0,05Н розчину AgNO<sub>3</sub>

В якості головного стандартного розчину в аргентометрії використовують розчин AgNO<sub>3</sub> (аргентум нітрат) у водному розчині - нестійка речовина в наслідок перебігу окисно-відновних реакцій за участю Ag<sup>+</sup>-йонів, які є окисниками багатьох органічних домішок у воді. Тому розчин AgNO<sub>3</sub> готують за приблизною наважкою, а потім стандартизують за первинним стандартним 0,05 Н розчином NaCl.

Для приготування 0,05Н розчину AgNO<sub>3</sub> спочатку розраховують наважку, необхідну для виготовлення 1л розчину. Оскільки  $f_{екв.}(AgNO_3)=1$ , а  $M_e = 169,89$  г/моль, то наважка солі буде складати:

$$m(AgNO_3) = 169,89 \cdot 0,05 \cdot 1 = 8,494 \text{ г солі.}$$

Так як у продажі не буває хімічно чистої (х. ч.) AgNO<sub>3</sub>, робочі розчини солі срібла готують приблизної концентрації. 8 – 9 г нітрату срібла (зважені на технохімічних терезах) розводять в 1 л води, добре перемішують і зберігають у посудині з темного скла.

### 8.2.2 Приготування стандартного розчину NaCl

Спочатку розраховують наважку NaCl, необхідну для приготування 0,05Н розчину. Взявши на аналітичних терезах з точністю до 0,0002 г наважку NaCl, переносять її крізь лійку в мірну колбу на 1 л і розчиняють і воді. Розводять дистильованою водою до позначки, щільно закривають колбу пробкою і старанно перемішують. За наважкою розраховують концентрацію отриманого розчину.

### 8.2.3 Визначення концентрації робочого розчину AgNO<sub>3</sub>

Вливають у конічну колбу для титрування піпеткою певний об'єм 0,05Н розчину NaCl (20,00–25,00 мл). Додають 1–2 краплини індикатора K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub> і титрують розчином AgNO<sub>3</sub>, який приготували (див. 8.2.1) до отримання осаду бурого кольору. Колбу під час титрування ставлять на білий папір і збовтують. Титрування повторюють три рази. Відхилення результатів титрування не повинно перевищувати 0,1 мл. Результати титрування занотують до наступної таблиці:

Номер досліду	Концентрація NaCl	Об'єм NaCl	Об'єм AgNO <sub>3</sub>	Концентрація AgNO <sub>3</sub>
1				
2				
3				

Обчислення нормальної концентрації робочого розчину  $\text{AgNO}_3$  ведуть за середнім об'ємом  $\text{AgNO}_3$ , що пішов на титрування:

$$C_{\text{AgNO}_3} = \frac{C_{\text{NaCl}} \cdot V_{\text{NaCl}}}{V_{\text{AgNO}_3}} \text{ моль/л,}$$

де  $C_{\text{AgNO}_3}$  – нормальна концентрація розчину  $\text{AgNO}_3$ , моль/л;

$C_{\text{NaCl}}$  – нормальна концентрація розчину  $\text{NaCl}$ , моль/л;

$V_{\text{AgNO}_3}$  – об'єм розчину  $\text{AgNO}_3$ , що пішов на титрування, мл;

$V_{\text{NaCl}}$  – об'єм розчину  $\text{NaCl}$ , взятий для титрування, мл.

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 9

### ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ХЛОРИД-ЙОНІВ У ВОДІ МЕТОДОМ МОРА

#### 9.1 Самостійна підготовка

##### *Питання та задачі*

1. Які умови випадіння осадів?
2. Чим зумовлене використання  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  в якості індикатору в методі Мора?
3. Який порядок випадіння осадів при титруванні хлорид-йонів розчином нітрату срібла в присутності хромату калію.
4. Визначити концентрацію розчину  $\text{AgNO}_3$ , коли відомо, що на титрування 20 мл розчину, в 250 мл якого утримується 0,7312  $\text{NaCl}$ , витрачено 18,25 мл розчину  $\text{AgNO}_3$ .
5. Скільки йонів хлору утримується в воді (в мг/л), якщо на титрування 100 мл води витрачено 25 мл 0,05Н розчину  $\text{AgNO}_3$ . Чи можна використовувати цю воду для питних цілей?
6. Визначити, при якому значенні рН почнеться утворення осаду гідроксиду алюмінію із  $5 \cdot 10^{-2}$  М розчину хлориду алюмінію при дії  $\text{NaOH}$ , якщо  $\text{DP}_{\text{Al}(\text{OH})_3} = 1,0 \cdot 10^{-32}$ .

##### **Загальні положення**

Хлорид-йони, внаслідок своєї високої розчинності, завжди присутні в природних водах. Вони зумовлюють солоність морських і океанічних вод, а за своїм вмістом у прісних водоймах хлориди посідають третє місце після гідрокарбонат – і сульфат-йонів.

Кількісно визначення хлорид-йонів здійснюють методом Мора, згідно з ГОСТ 4245-72.

#### **9.2 Робота в лабораторії Посуд, матеріали, реактиви**

1. Піпетки місткістю 100, 50, 10, 1 мл.
2. Бюретки місткістю 25 мл.

3. Колби конічні місткістю 250 мл – 2 шт.
4. Крапельниця з фенолфталеїном.
5. Колориметрична пробірка.
6. 0,05М розчин  $\text{AgNO}_3$ .
7. Суспензія амоній гідроксиду.
8. 5 %- вий розчин  $\text{K}_2\text{CrO}_4$ .
9. 10 %- вий розчин  $\text{AgNO}_3$ .
10. 0,1М розчин  $\text{NaOH}$  і 0,1 н. розчин  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .

### 9.3 Якісне визначення хлорид-йонів

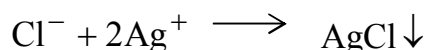
У колориметричну пробірку наливають 5 мл води і додають три краплини 10%-вого розчину  $\text{AgNO}_3$ . Приблизний вміст хлорид-йонів визначають за характером осаду або каламутності у відповідності до вимог таблиці 9.1.

Таблиця 9.1 – Приблизне кількісне визначення хлорид-йонів

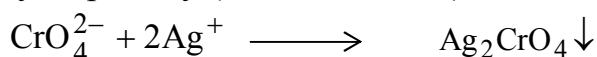
Характеристика осаду або каламутності	Вміст $\text{Cl}^-$ , мг/л
1. Опалесценція або слабка каламутність	1 – 10
2. Велика каламутність	10 – 50
3. Утворюються пластівці, осаджуються не одразу	50 – 100
4. Білий об'ємний осад	більш 100

### 9.4 Кількісне визначення хлорид-йонів

Кількісне визначення хлорид-йонів здійснюють аргентометричним методом Мора, який ґрунтується на утворенні в нейтральному або слабо лужному середовищі ( $pH = 6 - 10$ ) малорозчинного осаду аргентум хлориду  $\text{AgCl}$  ( $DP = 1,78 \cdot 10^{-10}$ )



Для встановлення кінця титрування використовують індикатор – калій хромат  $\text{K}_2\text{CrO}_4$ , який з надлишком йонів аргентума утворює цеглисто-червоний осад аргентум хромату ( $DP = 1,1 \cdot 10^{-12}$ )



Можливість титриметричного визначення хлоридів у присутності хромат-йонів пояснюється тим, що осад аргентум хлориду менш розчинний, ніж осад аргентум хромату

$$C_{\text{AgCl}} = [\text{Ag}^+] = \sqrt{1,78 \cdot 10^{-10}} = 1,3 \cdot 10^{-5} \text{ моль/л} ;$$

$$C_{\text{Ag}_2\text{CrO}_4} = [\text{CrO}_4^{2-}] = \sqrt[3]{1,1 \cdot 10^{-12} / 4} = 6,5 \cdot 10^{-5} \text{ моль/л} .$$

Очевидно, що бурий осад аргентум хромату почне утворюватися тільки після того, коли повністю випаде осад аргентум хлориду.

Метод Мора застосовують для визначення хлоридів у воді з концентрацією понад 2 мг/л. Без додаткового розбавлення можна титрувати

проби води з концентрацією хлоридів до 100 мг/л. Визначенню хлоридів заважають сульфіти, сульфіди та тіосульфати, які можна розкласти пероксидом водню в лужному середовищі. Фосфат – йони заважають при концентрації понад 25 мг/л, йони заліза – при концентрації більше 10 мг/л.

### Методика визначення

Якщо вода каламутна, її фільтрують крізь беззольний фільтр, промитий гарячою водою. Якщо вода має кольоровість вище 30<sup>0</sup>, пробу знебарвлюють додаванням амоній гідроксиду. Для цього до 200 мл проби додають 6 мл суспензії амоній гідроксиду і збовтують суміш до знебарвлення рідини. Потім пробу фільтрують крізь беззольний фільтр. Перші порції фільтру відкидають.

Залежно від результатів якісного визначення відбирають у конічну колбу 100 мл досліджуваної води (або менший її об'єм) і доводять до 100 мл дистильованою водою. Без розведення визначають хлориди в концентрації до 400 мг/л. рН проби води повинно бути в межах 6,5–10.

*Якщо рН води невідоме, то до проби води необхідно додати 2 краплини фенолфталеїну (рТ = 9). При появі рожевого забарвлення прилити по краплях 0,1 М розчин Н<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> до знебарвлення.*

*В разі відсутності забарвлення необхідно нейтралізувати пробу води 0,1 М розчином NaOH до появи рожевого забарвлення, що зникає при збовтуванні.*

Відміряний об'єм води вносять до двох конічних колб і додають по 1 мл розчину індикатора K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>. Одну пробу титрують робочим розчином аргентум нітрату до зміни жовто-цитринного забарвлення на цеглисто-червоне, а другу використовують як контрольну пробу. При значному вмісті хлоридів утворюється осад AgCl, що заважає визначенню. В цьому випадку до відтитрованої першої проби додають 2–3 краплини титрованого розчину NaCl до зникнення цеглисто-червоного відтінку, потім титрують іншу пробу, користуючись першою як контрольною.

Вміст хлорид-йону X (ммоль/л) обчислюють за формулою

$$X = \frac{C(\text{AgNO}_3) \cdot V(\text{AgNO}_3) \cdot 1000}{V(\text{H}_2\text{O})},$$

де  $C(\text{AgNO}_3)$  – молярна концентрація  $\text{AgCl}$  в робочому розчині, моль/л;

$V(\text{AgNO}_3)$  – об'єм розчину  $\text{AgCl}$ , витрачений на титрування, мл;

$M(\text{Cl}^-)$  – молярна маса хлорид – йона, що дорівнює 35,45 г/моль;

$V(\text{H}_2\text{O})$  – об'єм проби води, взятий для титрування, мл.

Вміст хлорид-іону Y (мг/л) обчислюють за формулою

$$Y(\text{Cl}^-) = X(\text{Cl}^-) \cdot M(\text{Cl}^-),$$

де  $M(\text{Cl}^-)$  – молярна маса хлорид – йона, що дорівнює 35,45 г/моль;

Згідно з ДСанПіН 2.2.4-170-10 вміст хлорид-йонів у питній воді не повинен перевищувати 250 мг/л. Розбіжність між результатами повторних визначень при вмісті  $\text{Cl}^-$  від 20 до 200 мг/л – 2 мг/л, при більш високому вмісті – 2 відн. %.



## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 10

### ПРИГОТУВАННЯ І СТАНДАРТИЗАЦІЯ РОБОЧИХ РОЗЧИНІВ У МЕТОДІ ПЕРМАНГАНАТОМЕТРІЇ

#### 10.1 Самостійна підготовка

**Проробити розділи:** суть методу перманганатометрії, фактори еквівалентності окисників і відновників, окисно-відновні потенціали і напрямок окисно-відновних реакцій, робочі розчини методи та їх приготування.

#### Питання та задачі

1. Які робочі розчини використовуються в методі перманганатометрії і якої концентрації? Чи можна їх готувати за точною наважкою?

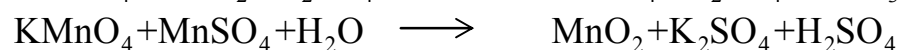
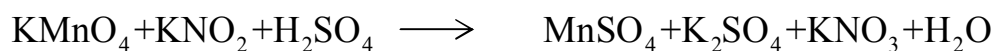
2. Що є індикатором у методі перманганатометрії і на чому ґрунтується його використання?

3. Які вихідні речовини використовують для визначення концентрації калій перманганату?

4. В якому середовищі проводять титрування методом перманганатометрії, чим це зумовлено? Для чого потрібне нагрівання?

5. Чи можна визначити концентрацію розчинів окисників методом перманганатометрії? Навести приклади.

6. Методом напівреакції розставити коефіцієнти і визначити фактори еквівалентності та еквівалентні маси окисників та відновників у таких реакціях:



7. Наважку  $\text{KMnO}_4$  1,87 г розчинили в воді та довели об'єм розчину до 500 мл. Обчислити приблизно нормальну концентрацію розчину  $\text{KMnO}_4$  в кислому середовищі.

8. Яку наважку  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  необхідно взяти для приготування 250 мл 0,02 Н розчину?

#### 10.2 Робота в лабораторії

Для виконання роботи необхідно:

- приготувати приблизно 0,01Н розчин  $\text{KMnO}_4$  (готується заздалегідь);
- приготувати стандартний 0,01Н розчин щавлевої кислоти;
- визначити точну концентрацію розчину  $\text{KMnO}_4$  за щавлевою кислотою.

#### Приготування ~ 0,01Н розчину $\text{KMnO}_4$

Розраховують наважку  $\text{KMnO}_4$ , необхідну для приготування 250 мл 0,01Н розчину. Розраховану наважку зважують на технохімічних терезах і переносять у склянку або колбу. Потім відміряють 250 мл води і приблизно

половину її нагрівають до кипіння. Невеликими порціями гарячої води обробляють наважку  $\text{KMnO}_4$ , час від часу зливаючи розчин в іншу мірну склянку.

Коли вся наважка розчиниться, дають розчину охолонути, переливають у склянку місткістю 250 мл, туди ж додають залишки води. Нерозчинену частину наважки відкидають.

Розчин ретельно перемішують і залишають відстоюватися у темному місці 7–10 днів. Після чого починають визначення концентрації.

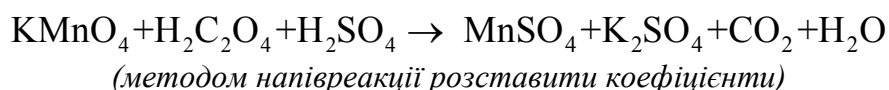
### **Приготування стандартного 0,01Н розчину щавлевої кислоти**

Розраховують наважку щавлевої кислоти  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , необхідну для приготування 250 мл 0,01Н розчину. Беруть наважку на аналітичних терезах у попередньо зваженому бюксі або на годинниковому склі. Переносять наважку в мірну колбу і розчиняють її 20–25 мл холодної дистильованої води, потім додають 15–20 мл гарячої води невеликими порціями. Після того, як уся наважка розчиниться, дають розчині охолонути, обережно доливають водою до мітки і добре перемішують. Обчислюють нормальну концентрацію отриманого розчину.

### **Визначення точної концентрації $\text{KMnO}_4$**

Заповнюють бюретку до верхнього меніску розчином  $\text{KMnO}_4$ , перед тим двічі ополіскуючи її розчином  $\text{KMnO}_4$ . До конічної колби відбирають піпеткою 20–25 мл 0,01 Н розчину щавлевої кислоти, додають до нього 10–15 мл 2Н розчину  $\text{H}_2\text{SO}_4$  і нагрівають до  $75\text{--}80^\circ\text{C}$ , не доводячи до кипіння. Отриманий гарячий розчин щавлевої кислоти титрують розчином  $\text{KMnO}_4$ , додаючи його повільно по краплях доти, поки розчин у колбі не забарвиться у блідо-рожевий колір, що не зникає протягом 1–2 хвилин.

При цьому протікає така реакція:



Титрування з результатами, що збігаються і відрізняються не більш ніж на 0,1 мл, повторюють тричі; об'єм розчину  $\text{KMnO}_4$ , що пішов на титрування, занотують до журналу, визначають середнє значення і обчислюють нормальну концентрацію розчину  $\text{KMnO}_4$  за формулою

$$C_{\text{KMnO}_4} \cdot V_{\text{KMnO}_4} = C_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4} \cdot V_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4},$$

де  $C_{\text{KMnO}_4}$  – нормальна концентрація робочого розчину перманганату калію, моль-екв/л;

$C_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4}$  – нормальна концентрація стандартного розчину щавлевої кислоти, моль -екв/л;

$V_{\text{KMnO}_4}$  – об'єм розчину  $\text{KMnO}_4$ , що пішов на титрування, мл;

$V_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4}$  – об'єм розчину щавлевої кислоти, взятий для титрування, мл.

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 11

### ВИЗНАЧЕННЯ ПЕРМАНГАНАТНОЇ ОКИСЛЮВАННОСТІ ВОДИ МЕТОДОМ КУБЕЛЯ

#### 11.1 Самостійна підготовка

##### Питання та задачі

1. Що розуміють під окислюваністю води? Що таке часткова і повна окислюваність?
2. В яких одиницях вимірюється окислюваність води?
3. Яка окислюваність джерельної, артезіанської і річкової води? Яка окислюваність питної води?
4. Чому перманганатом калію неможливо визначити повну окислюваність води?
5. Для визначення перманганатної окислюваності взята проба води об'ємом 100 мл. Об'єм доданого 0,01Н розчину  $\text{KMnO}_4$  становить 20 мл. Об'єм цього ж розчин, що пішов на титрування надлишків 0,01Н розчину щавлевої кислоти склав 5 мл. Об'єм долитого розчину щавлевої кислоти становить 20 мл. Визначити окислюваність води. Чи є ця вода придатною для питних цілей?

#### 11.2 Робота в лабораторії

##### *Посуд і реактиви:*

1. Колба конічна місткістю 250 мл.
2. Піпетка місткістю 100 мл.
3. Воронка.
4. Бюретка місткістю 25 мл.
4. Стандартний 0,01Н розчин.  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ .
5. Робочий розчин  $\text{KMnO}_4$  (приблизно 0,01Н).
6. Розбавлений розчин  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1:3). Додають при збовтуванні 1 об'єм концентрованої сірчаної кислоти ( $\rho=1,84 \text{ г/см}^3$ ) до 3 об'ємів дистильованої води.
7. Концентрований розчин  $\text{KMnO}_4$ , підкислений  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .
8. Концентрований розчин  $\text{HCl}$ .
9. Скляні кульки або капіляри.

##### Попередня обробка посуду

Щоб уникнути помилки, пов'язаної з випадковим забрудненням колби домішками, здатними до окислення, перед визначенням окислюваності води у колбу налити 100–150 мл концентрованого розчину перманганату калію, підкисленого сірчаною кислотою, закрити колбу лійкою і кип'ятити протягом 3–5 хвилин. Якщо на стінках колби з'являються коричневі плями  $\text{MnO}_2$ , то вміст колби злити знов у ту ж склянку, де знаходиться концентрований

розчин  $\text{KMnO}_4$ , а колбу спочатку обробити концентрованою соляною кислотою, а потім дистильованою водою і знов кип'ятити з тим же розчином перманганату калію. Цю операцію повторити 2–3 рази, після чого ополоснути колбу дистильованою водою.

### Хід визначення перманганатної окислюваності води

1. У заздалегідь підготовлену конічну колбу місткістю 250 мл піпеткою вмістити 100 мл досліджуваної води, додати 20 мл сульфатної кислоти (1:3) і долити з бюретки точно 20 мл 0,01 Н розчину  $\text{KMnO}_4$ . При цьому розчин повинен набути інтенсивного рожевого забарвлення. Колбу закрити лійкою і суміш кип'ятити 10 хвилин (починаючи з початку кипіння). Щоб не було бурхливого кипіння, в колбу можна вмістити скляні капіляри. Час кипіння повинен витримуватися точно. Під час кипіння спостерігати за забарвленням розчину. Якщо забарвлення рідини у процесі кип'ятіння помітно слабшає, додати ще кілька мілілітрів 0,01Н розчину перманганату калію і знову кип'ятити. Необхідно домагатись такого стану, щоб при кип'ятінні інтенсивність забарвлення зберігалась. Якщо в процесі кип'ятіння розчин буріє, це свідчить про нестачу сульфатної кислоти. Кількість доданого перманганату калію записати в журнал.

До трохи охолодженого розчину ( $60 - 70^\circ\text{C}$ ) долити з бюретки 20 мл 0,01Н щавлевої кислоти і перемішати рідину збовтуванням. Коли рідина знебарвиться і стане прозорою, знов її підігріти і надлишок доданої щавлевої кислоти відтитрувати тим же 0,01Н розчином  $\text{KMnO}_4$  до появи слабко-рожевого забарвлення, що не зникає протягом 2 –3 хвилин. Об'єм кислоти і перманганату калію записати в робочий журнал.

2. **Холостий дослід:** відбирають 100 мл дистильованої води і роблять з нею всі операції, які проводили з досліджуваною водою.

Розрахунок перманганатної окислюваності води (X) ведуть за формулою

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot C_{\text{KMnO}_4} \cdot 8 \cdot 1000}{V} \text{ мг/л,}$$

де  $V_1$  – загальний об'єм 0, 01Н розчину  $\text{KMnO}_4$ , доданого до проби води при визначенні окислюваності води, мл;

$V_2$  – об'єм 0,01Н розчину  $\text{KMnO}_4$ , витрачений на окислення 20 мл 0,01Н розчину щавлевої кислоти в холостому досліді;

$V$  – об'єм проби води, мл;

$C_{\text{KMnO}_4}$  – нормальна концентрація розчину  $\text{KMnO}_4$ , моль-екв/л;

8 – молярна маса еквіваленту кисню; г/моль.

Обчислення виконують з точністю  $\pm 0,1$  мг. Перманганатна окислюваність питної води не повинна перевищувати 2 мг/л  $\text{O}_2$ .

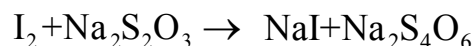
## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 12

### ПРИГОТУВАННЯ І СТАНДАРТИЗАЦІЯ РОБОЧИХ РОЗЧИНІВ У МЕТОДІ ЙОДОМЕТРІЇ

#### 12.1 Самостійна підготовка

##### Питання та задачі

1. Які окислювально-відновні процеси лежать в основі методу йодометрії? Складіть електронні рівняння цих процесів.
2. Які робочі розчини застосовують для визначення відновників і окисників? Як готують ці розчини?
3. Які речовини застосовують для визначення концентрації натрій тіосульфату? Чому дорівнюють фактори еквівалентності тіосульфату натрію і йоду?
4. Назвіть умови, дотримання яких обов'язкове при йодометричних визначеннях.
5. Який індикатор застосовується при йодометричних визначеннях? Як його готують і в який момент при титруванні додають?
6. Чим відрізняється метод заміщення від методу прямого титрування в йодометрії?
7. Скласти рівняння окислювально-відновних реакцій:



Визначити фактори еквівалентності та молярні маси еквівалентів окислювачів і відновників у цих реакціях.

8. Скільки мл 0,5Н розчину  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  потрібно для титрування йоду, який виділиться при взаємодії 50 мл 0,2Н розчину  $\text{KMnO}_4$  з надлишком  $\text{KI}$  у присутності  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ?

#### 12.2 Робота в лабораторії

##### Посуд, приладдя, реактиви:

1. Терези аналітичні.
2. Бюкси, лійки, мірні колби місткістю 200 – 250 мл.
3. Бюретки місткістю 25 мл.
4. Піпетки місткістю 15 – 20 мл.
5. Колби конічні для титрування.
6. Сульфатна кислота ( $\rho = 1,84 \text{ г/см}^3$ ), розбавлена 1 : 4.
7. 7 %-вий розчин  $\text{KI}$ .

### 12.2.1 Приготування робочого розчину натрій тіосульфату

Розрахувати наважку  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  для приготування 0,02Н розчину об'ємом, який був заданий. Зважити її на технохімічних терезах, розчинити в темній склянці необхідної місткості і залишити стояти 7-10 днів у темному місці.

### 12.2.2 Приготування стандартного 0,02Н розчину $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$

Розрахувати наважку калій біхромату, необхідну для приготування 250 мл 0,02Н розчину  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ , зважити її на аналітичних терезах. Кількісно перенести наважку, яку взяли, до 250 мл мірної колби і розчинити в воді. Потім долити водою до позначки і добре перемішати. Розрахувати концентрацію виготовленого розчину.

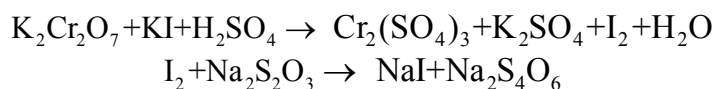
### 12.2.3 Встановлення концентрації робочого розчину $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ методом заміщення

Наповнюють бюретку розчином  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  і встановлюють рівень останнього на нулі. У велику конічну колбу наливають 5–7 мл 7%-вого розчину КІ і 10–15 мл розчину  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1:4). До отриманої суміші, додержуючи всі правила, додають піпеткою 20 мл 0,02Н розчину  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ . Потім накривають колбу годинниковим склом і дають постояти в темному місці 5–7 хвилин. Після цього годинникове скло знімають, ополіскують його над колбою, розводять виготовлений розчин до об'єму приблизно 200 мл дистильованою водою і розпочинають титрувати до світло-жовтого забарвлення, а потім додають 5 мл розчину крохмалю і продовжують титрування до знебарвлення.

Перевіряють точність титрування. Для цього до відтитрованого розчину додають одну краплину 0,02Н розчину  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ . Якщо розчин перетитрований, то повинно з'явитися стійке синє забарвлення.

Визначення повторюють кілька разів до отримання не менш, ніж три подібних результати, що різняться не більш як на 0,1 мл. Знаходять середнє значення об'єму і нормальну концентрацію.

Рівняння реакцій мають такий вигляд:



Методом напівреакцій розставити коефіцієнти. Обчислити фактори еквівалентності й молярні маси еквівалентів окислювачів і відновників.

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 13

### ВИЗНАЧЕННЯ РОЗЧИНЕНОГО У ВОДІ КИСНЮ МЕТОДОМ ВІНКЛЕРА

#### 13.1 Самостійна підготовка

##### Питання та задачі

1. Як потрапляє розчинений кисень до природної води?
2. Яке значення розчиненого кисню для життя вищих організмів у воді?
3. Від яких факторів залежить концентрація у воді розчиненого кисню?
4. Сутність йодометричного методу визначення розчиненого кисню.
5. Як характеризує розчинний кисень якість природних вод?
6. В яких одиницях виражають кількість розчиненого кисню в воді?

#### 13.2 Робота в лабораторії

##### *Посуд і реактиви:*

1. Колби місткістю 250 мл та 500 мл.
2. Бюретка місткістю 25 мл.
3. Лійка з гумовою трубкою.
4. Піпетки місткістю 1 і 10 мл.
5. Лужний розчин KI:
  - а) 150 г KI розчиняють у 100 мл дистильованої води;
  - б) 500 г NaOH або 700 г KOH розчиняють у 500 мл дистильованої води;
  - в) обидва розчини змішують і доводять об'єм до 1 л.
6. 0,5 %-вий розчин крохмалю.
7. Розчин  $MnCl_2$  або  $MnSO_4$  (зважують 425 г  $MnCl_2 \cdot 4H_2O$  або 480 г  $MnSO_4 \cdot 4H_2O$ , розводять у дистильованій воді і доводять до 1 л).
8. Розчин сульфатної кислоти  $H_2SO_4$  (1:4).

##### Хід визначення

Перед безпосереднім визначенням відкалібрувати кисневу склянку. Для цього зважити на технічних терезах з точністю до 0,01 г порожню склянку з пробкою, а потім заповнену по вінця дистильованою водою. Різниця ваги дає вагу дистильованої води та її об'єм.

У відкалібровану склянку певної ємкості за допомогою лійки з гумовою трубкою, яка опущена на дно, обережно налити по вінця досліджувану воду, таким чином, щоб на внутрішній поверхні не залишилося пухирців повітря. Занурюючи піпетку до половини склянки, долити по 1 мл розчину хлориду або сульфату марганцю і розчину лужної суміші (KOH+KI). Закрити склянку пробкою. При цьому частина води (2 мл) буде витиснута із склянки пробкою. На дні склянки утворюється білий осад  $Mn(OH)_2$ . Вміст склянки старанно перемішати і поставити склянку для відстоювання утвореного осаду не менш, ніж на 10 хв. За цей час під дією кисню води білий осад  $Mn(OH)_2$  буріє в результаті утворення  $MnO_2$ . Потім пробу підкислюють, додаючи піпеткою 3 мл

розчину сульфатної кислоти (1:4). Піпетку спочатку занурюють майже до поверхні осаду і в міру витікання розчину її повільно піднімають так, щоб осад не скаламутився. При цьому бурий осад  $MnO_2$  розчиняється, а розчин в наслідок утвореного йоду стає жовтого кольору. Суміші дають постояти в темному місці 5–7 хвилин. Потім розчин переливають у чисту конічну колбу місткістю 500 мл і негайно титрують 0,02N розчином тіосульфату натрію до світло-жовтого забарвлення. Додають 1 мл 0,5 %-вого розчину крохмалю і продовжують титрувати до зникнення синього кольору.

Вміст розчиненого кисню ( $C_X$ ) обчислюють за формулою

$$C_X = \frac{C_{Na_2S_2O_3} \cdot V_{Na_2S_2O_3} \cdot 8 \cdot 1000}{V_{H_2O} - 2} \quad \text{мг О/л,}$$

де  $C_{Na_2S_2O_3}$  – нормальна концентрація натрій тіосульфату, моль-екв/л;

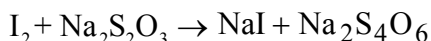
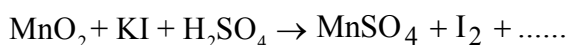
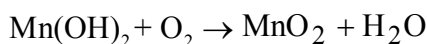
$V_{Na_2S_2O_3}$  – об'єм розчину  $Na_2S_2O_3$ , витрачений на титрування, мл;

8 – молярна маса еквіваленту кисню, г/моль;

$V_{H_2O}$  – об'єм проби води, мл;

2 – об'єм води, яка вилілась при фіксації розчиненого кисню, мл.

Методом напівреакцій розставити коефіцієнти у всіх наступних рівняннях:



Визначити фактори еквівалентності та молярні маси еквівалентів окисників та відновників.

Ступінь насичення води киснем (%) визначають за формулою

$$O_2 = \frac{C_x \cdot 100}{C_0},$$

де  $C_x$  – рівноважна концентрація кисню в мг О/л при температурі води, взятої для аналізу, та атмосферного тиску 760 мм рт.ст.

Величину  $C_0$  для різних температур обчислюють за формулою:

$$O_2 \text{ (мг/л)} = 4,505 \cdot 10^{-3} \cdot t^2 - 3,716 \cdot 10^{-1} \cdot t + 14,650$$

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 14

### ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ВІЛЬНОГО ЗАЛИШКУ ХЛОРА У ВОДІ

#### 14.1 Самостійна підготовка

##### Питання та задачі

1. Які методи використовують для знезараження природної води на станціях водопідготовки?

2. В яких реакціях бере участь хлор у процесі хлорування природної води?



3. Що таке хлоропоглинання води і від яких факторів залежить його величина?

4. На чому ґрунтується бактерицидна дія вільного залишкового хлору в воді?

5. Що таке показник хлорованості води і як його величина характеризує ступінь забруднення домішками природної води?

6. Чому дорівнює показник хлорованості води, якщо для забезпечення вмісту вільного залишкового хлору у воді на рівні 0,5 мг/л після її хлорування протягом 30 хвилин потрібна доза введеного хлору 1,42 мг/л?

## 14.2 Робота в лабораторії

### *Посуд та реактиви:*

1. Конічна колба місткістю 200 мл – 6 шт.
2. Фарфорова чашка випарювальна місткістю 200 мл.
3. Піпетка місткістю 100 мл.
4. Вимірювальна піпетка місткістю 0,1 – 1 мл.
5. Хлорна вода з вмістом вільного залишкового хлору 0,1 мг/л.
6. Розчин хлоридної кислоти 0,5М.
7. 0,005 %-вий розчин метилоранжу.

### **Призначення методу**

Найбільш розповсюдженим методом знезараження природної води є хлорування, що призводить до окислення і руйнування речовин, які входять до складу протоплазми клітин бактерій.

При цьому більша частина хлору, що називається хлоропоглинанням, витрачається на окислення органічних і мінеральних домішок води і лише незначна його частина йде на руйнування бактеріальних клітин.

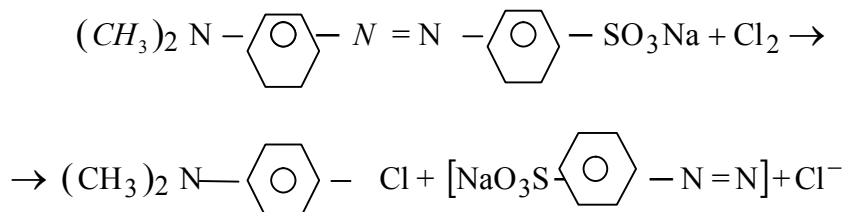
Ступінь завершення реакцій окислення домішок, швидкість яких взагалі різні і визначається, перш за все, хімічною природою домішок, залежить як від тривалості контакту хлору з водою, так і від дози введеного хлору. Тому для порівняльної оцінки хлоропоглинання при різних початкових дозах хлору використовують однакову тривалість хлорування води.

Встановлено, що для збереження бактерицидних властивостей протягом тривалого часу, концентрація вільного залишкового хлору в воді після 30-хвилинного контакту має бути не нижча 0,5 мг/л. Величина, обернена дозі введеного хлору, що забезпечує вміст залишкового хлору 0,5 мг/л, називається показником хлорованості води. Тобто, чим чистіша природна вода, тим більший показник хлорованості.

Показник хлорованості залежить від численних факторів, вплив яких априорі оцінити неможливо, тому достовірні значення його можна визначити лише експериментальним шляхом, що є метою даного методу.

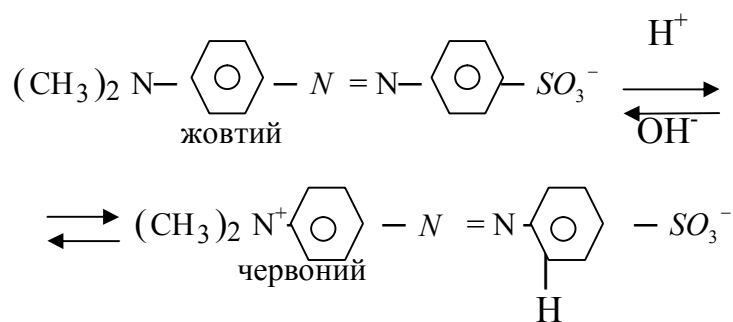
### Сутність методу

Метод ґрунтується на окисленні вільним хлором метилоранжу (парадиметиламіно-азобензолсульфонокислого натрію):



Ця реакція характерна для взаємодії між метилоранжем та хлором, тоді як у хлорамінів окислювальний потенціал недостатній для руйнування метилоранжу.

При досягненні точки еквівалентності в процесі титрування хлорованої води метилоранжем з'являється червоне забарвлення, характерне для цього індикатора в кислому середовищі:



### Хід визначення

У шість конічних колб вносять піпеткою по 100 мл досліджуваної води і послідовно до кожної з інтервалом 5 хв. доливають піпеткою хлорну воду з вмістом активного хлору 0,1 мг/л у кількостях, зазначених у таблиці 14.1

Таблиця 14.1

Показники	Номер колби					
	1	2	3	4	5	6
Об'єм хлорної води, мл	0,5	1,0	1,5	2,0	2,5	3,0
Доза введеного хлору, що відповідає цьому об'єму хлорної води, мг/л	0,5	1,0	1,5	2,0	2,5	3,0

Колби збовтують і закривають пробками. Оскільки тривалість обробки води хлором у всіх колбах повинна дорівнювати 30 хв., то через 5 хвилин після доливання хлорної води в останню шосту колбу починають визначення залишкового хлору в першій колбі. У кожній наступній колбі залишковий хлор визначають з інтервалом у 5 хвилин.

Методика визначення вільного залишкового хлору у воді відповідає ДОСТу 18190-72. У фарфорову чашку відбирають з колби піпеткою пробу води об'ємом 100 мл, додають 2–3 краплини 5М розчину хлоридної кислоти і при

перемішуванні швидко титрують 0,005% розчином метилоранжу до появи незникаючого рожевого забарвлення.

У разі відсутності 0,005% розчину метилоранжу його заздалегідь готують шляхом розчинення 50 мг метилоранжу в дистильованій воді в мірній колбі і доведення об'єму розчину дистильованою водою до 1 л. 1 мл цього розчину відповідає 0,0217 мг вільного хлору.

Вміст вільного залишкового хлору  $X$  обчислюють за формулою

$$X = \frac{(0,04 + V_2 \cdot 0,0217) \cdot 1000}{V_1} \text{ мг/л,}$$

де 0,04 – емпіричний коефіцієнт;

$V_2$  – об'єм 0,005%-го розчину метилоранжу, витраченого на титрування, мл;

0,0217 – титр розчину метилоранжу;

$V_1$  – об'єм води, взятий для аналізу, мл.

Результати визначення вмісту вільного залишкового хлору вносять до таблиці 14.2.

Таблиця 14.2

Номер Колби	Доза введеного хлору, мг/л	Вміст вільного залишкового хлору, мг/л
1	0,5	
2	1,0	
3	1,5	
4	2,0	
5	2,5	
6	3,0	

За даними таблиці 14.2 будують графік, що ілюструє хлоропоглинання, взятої на аналіз води – залежність залишкового хлору від дози введеного хлору

За графіком визначають дозу введеного хлору  $X_1$ , що забезпечує концентрацію вільного залишкового хлору у воді 0,5 мг/л і обчислюють показник хлорованості води  $P_{ХЛ}$  за формулою

$$P_{ХЛ} = \frac{1}{X_1}, \text{ л/мг}$$

За величиною отриманого показника хлорованості роблять висновок про ступінь забрудненості води різними домішками і встановлюють оптимальну дозу введеного хлору.

*Виробничо-практичне видання*

Методичні рекомендації  
до виконання лабораторних та практичних робіт  
із навчальної дисципліни

**«АНАЛІТИЧНА ХІМІЯ»**

*(для студентів 1–2 курсів денної та заочної форм навчання  
спеціальності 192 – Будівництво та цивільна інженерія, спеціалізація  
(освітня програма) «Гідротехніка (водні ресурси)»)*

Укладачі : **МУРАЄВА** Ольга Олексіївна,  
**ПАНАЙОТОВА** Тетяна Дмитрівна,  
**ЗАЙЦЕВА** Інна Сергіївна

Відповідальний за випуск *І. С. Зайцева*

За авторською редакцією

Комп'ютерний набір *О. О. Мураєва*

Комп'ютерне верстання *І. В. Волосожарова*

План 2018, поз. 170 М

---

Підп. до друку 15.03.2018    Формат 60 \* 84/16  
Друк на ризографі    Ум. друк. арк. 2,5  
Тираж 50 пр.    Зам. №

Видавець і виготовлювач:  
Харківський національний університет  
міського господарства імені О. М. Бекетова,  
вул. Маршала Бажанова, 17, Харків, 61002.  
Електронна адреса: rectorat@kname.edu.ua.  
Свідоцтво суб'єкта видавничої справи:  
ДК № 5328 від 11.04.2017.