

Институт за хемија

Природно-математички факултет

**Аналитичка и инструментална
хемија**

-практикум за лабораториски вежби-

ВЕЖБА БР. 1 : Вага и мерење

Правила за употреба на вага

- Вагата треба да се наоѓа во посебна просторија во која има константна температура. Потребно е таа просторија да се чува од какво и да било испарување, дури и од влага, па затоа вратата од вагалната треба секогаш да биде затворена, а прозорците не треба да се отвараат за време на мерењето.
- Вагите не смеат да бидат блиску до прозор или до грејно тело, не смеат да бидат изложени на силна сончева светлина.
- Вагата не смее да дојде во допир со вода, ниту со некоја хемикалија, за да не дојде до корозија и нагризување.
- Никогаш не се ставаат хемикалии директно на тасот од вагата, туку мерењето се изведува во садче за мерење, во чаши или на саатно стакло.
- При мерење на супстанција, не се додава или одзема додека садот за мерење стои на тасот, туку е потребно да се извади, и дури тогаш да се додава или да се одзема супстанција.
- На вага не смее да се ставаат топли предмети. Точни резултати се добиваат само ако предметот кој се мери има иста температура како вагата и теговите. Супстанциите кои се жарат, пред мерењето, мора да стојат во вагалната во ексикатор се додека не се изладат до собна температура (20-40 минути).
- Вагите никогаш не смее да се преоптоваруваат. Збирот на масите на теговите во комплетот ја дава максималната маса која може да се мери на дадената вага, а таа да не се оштети.
- За време на мерењето, вратичката на ормарот на вагата мора да биде затворена.
- На секоја вага со два таса и на полуавтоматските ваги им припаѓаат одредени тегови.

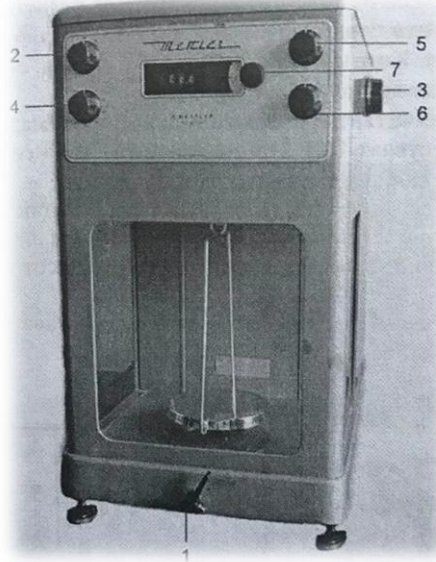
Мерење на вага

Метлер вагите (Mettler) најчесто се применуваат во аналитичките лаборатории (Сл.1.). Тие претставуваат полуавтоматски ваги со еден тас, каде што се става предметот што се мери, а теговите се ставаат директно на лостот.

Вагата се откочува на тој начин што прво се завртува склопката (1) налево. Притоа, се вклучува сијаличката (2) на предната страна на вагата. Со откочување на вагата се пали светлото што ја осветлува скалата. Со завртување на копчето (3) се дотерува нулата на вагата. Кај метлер вагите со пет децимали нулата точка на подвижната скала треба да е во средината на двете паралелни линии. Вагата се закочува со поставување на склопката (1) во вертикална положба.

При вагање, се отвора вратата на десната страна на вагата и се поставува предметот што се мери на средината на тасот. Вратата се затвора и се започнува со ставање тегови, кои се ставаат само со копчиња. Прво, со копчето (4) се ставаат теговите од 10 до 90 g (по десет одеднаш). Дали ставениот тег е голем или мал се дознава на следниот начин:

- Доколку во видното поле ја нема скалата (т.е. се гледа само бело осветлено поле), тоа е знак дека ставениот тег е голем.
- Ако, пак, скалата се покаже и оди нагоре, тоа е знак дека ставениот тег е мал и треба да се стави поголем.



Сл. 1. Mettler - вага

Со копчето (5) се ставаат тегови од 1 до 9 g. Потоа, следува ставање на милиграмите, односно со копчето (6) се определува првата децимала (0,1-0,9 g). Кога се ставени доволно тегови, скалата се движи пополека и за кратко време застанува.

На екранот се читаат грамвите и првата децимала (Сл.2.), кои во овој случај изнесуваат 10,4. На подвижната скала се читаат втората и третата децимала, односно 30 за прикажаното мерење. Со помош на вртењето на нониусот (7) кој е поставен во вид на круг, се читаат четвртата и петтата децимала, со дотерување на цртата да дојде во средина на знакот и во овој случај тие имаат вредност 00.

При секое вртење на копчето (1) кога се става нов тег, вагата задолжително се закочува. Кога е завршено мерењето, се запишува бројната вредност (во конкретниов случај 10,43000 g), вагата се закочува и садот кој се мери се вади од тасот. Сите копчиња за ставање тегови се ставаат на положба нула.



Сл. 2. Отчитување на измерената вредност на Mettler-вага

ВЕЖБА БР. 2 : Подготовка на стандарден раствор од Na_2CO_3

Растворот се приготвува со растворање на точно определена маса од цврст натриум карбонат, претходно добро исушен во сушилница и темпериран до собна температура, во определен волумен на дејонизирана вода. Точната концентрација на вака приготвениот раствор од натриум карбонат се добива со пресметување по математички пат.

Се приготвуваат 250 mL раствор од натриум карбонат со приближна концентрација 0,05 mol/L. Потребната маса од цврст Na_2CO_3 за приготвување на овој раствор се пресметува на следниот начин:

$$c(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0,05 \text{ mol/L}$$

$$V(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 250 \text{ mL}$$

$$m(\text{Na}_2\text{CO}_3) = ?$$

$$m(\text{Na}_2\text{CO}_3) = c(\text{Na}_2\text{CO}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{CO}_3) \cdot M(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 1,32500 \text{ g}$$

Во одмерно садче за ваагање на техничка вага се мерат 1,3-1,4 g цврст Na_2CO_3 , а потоа садчето заедно со цврстиот Na_2CO_3 во него се вага на метлер-вага со точност до петта децимала. Се запишува оваа маса на полното садче (m_1) и потоа цврстиот натриум карбонат внимателно се префрла во одмерна колба од 250 mL со помош на обична стаклена инка поставена на колбата. Инката и колбата треба претходно добро да се измијат и да се исплакнат со дејонизирана вода. Потоа, празното садче повторно се вага на метлер-вага и се запишува масата (m_2). Доколку при префрлањето на цврстиот натриум карбонат се случи да во садчето остане сосема малку од цврстата супстанца, тогаш садчето се вага заедно со оваа супстанца во него како празно.

Колбата и инката се испираат со дејонизирана вода, внимателно, со цел целата цврста супстанца да падне долу во колбата. Потоа, се вadi инката од колбата, па се испира горниот тесен дел од колбата. Колбата се полни со дејонизирана вода малку повеќе од половина, се затвора со капачето и добро се промешува, за да се раствори целиот натриум карбонат. Потоа, колбата се дополнува со дејонизирана вода до марката, се затвора со капачето и добро се промешува за да се изедначи концентрацијата на целиот раствор во неа.

Вака приготвениот раствор од натриум карбонат има точно определена концентрација која се пресметува со примена на следниот израз:

$$c(\text{Na}_2\text{CO}_3) = \frac{m(\text{Na}_2\text{CO}_3)}{M(\text{Na}_2\text{CO}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{CO}_3)}$$

при што, масата на натриум карбонат се пресметува како разлика помеѓу масата на полно садче (m_1) и масата на празно садче (m_2).

ВЕЖБА БР. 3 : Подготовка на стандарден раствор од хлороводородна киселина

За да се приготви 1 L раствор од хлороводородна киселина со концентрација 0,1 mol/L треба да се земе одреден волумен од концентрираната киселина и да се разреди со дејонизирана вода во реагенс шише, до волумен 1 L.

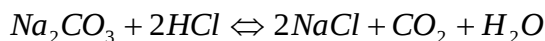
Волуменот од концентрираната киселина потребен за приготвување на разредениот раствор се пресметува на следниот начин:

$$\begin{aligned}c(\text{HCl})_{\text{разр.}} &= 0,1 \text{ mol/L} \\V(\text{HCl})_{\text{разр.}} &= 1 \text{ L} \\M(\text{HCl}) &= 36,50 \text{ g/mol} \\\rho(\text{HCl})_{\text{конц.}} &= 1,19 \text{ g/mL} \\\omega(\text{HCl})_{\text{конц.}} &= 0,36\end{aligned}$$

$$V(\text{HCl})_{\text{конц.}} = \frac{c(\text{HCl})_{\text{разр.}} \cdot V(\text{HCl})_{\text{разр.}} \cdot M(\text{HCl})}{\omega(\text{HCl})_{\text{конц.}} \cdot \rho(\text{HCl})_{\text{конц.}}}$$

Стандардизирање на раствор од хлороводородна киселина

Растворот од HCl, приготвен на претходно опишаниот начин, има концентрација приближно 0,1 mol/L. Точната концентрација на растворот се определува најчесто со титрација со примарен стандарден раствор од натриум карбонат во присуство на индикатор метил црвено. Притоа, се одвива следната реакција:



Со одмерна пипета се зема проба од стандардниот раствор од Na₂CO₃ во ерленмаер, се додаваат 2-3 капки раствор од индикатор метил црвено и пробата се титрира со растворот од HCl чија концентрација се определува, до промена на бојата на пробата од жолта во боја на бело вино (слабо розева нијанса).

Потоа пробата се загрева до вриење и се остава 2-3 минути да врие со цел да се отстрани присутниот CO₂ од пробата, при што бојата на пробата повторно преминува во жолта. Потоа пробата се лади и повторно се титрира со растворот од HCl до промена на бојата во боја на бело вино. Од биретата се отчитува крајниот волумен на хлороводородна киселина потрошена за титрацијата. Се прават уште две титрации со две нови проби од натриум карбонат.

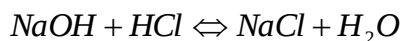
$$\frac{n(\text{HCl})}{n(\text{Na}_2\text{CO}_3)} = \frac{2}{1}$$

$$n(\text{HCl}) = 2 \cdot n(\text{Na}_2\text{CO}_3)$$

$$c(\text{HCl}) = \frac{2 \cdot c(\text{Na}_2\text{CO}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{CO}_3)}{V(\text{HCl})}$$

ВЕЖБА БР. 4 : Определување на маса на натриум хидроксид

Растворот од натриум хидроксид се титрира со стандарден раствор од хлороводородна киселина во присуство на индикатор метил црвено:



Пробата се добива во одмерна колба од 100 mL, се дополнува со дејонизирана вода до марката и добро се премешува. Со чиста пипета се пипетираат 20 mL проба во ерленмаер, се додаваат 2-3 капки раствор од индикатор метил црвено и пробата се титрира со стандарден раствор од хлороводородна киселина, до промена на бојата на растворот од жолта до боја на бело вино (слабо розева нијанса).

Потоа пробата се загрева до вриење и се остава 2-3 минути да врие, при што бојата на пробата повторно преминува во жолта. Потоа пробата се лади и повторно се титрира со растворот од HCl до промена на бојата во боја на бело вино. Од биретата се отчитува крајниот волумен на хлороводородна киселина потрошена за титрацијата. Се прават уште две титрации со две нови проби од натриум хидроксид.

Врз основа на потрошениот волумен од стандардниот раствор, кој претставува средна вредност од три изведени титрации, од хлороводородна киселина се пресметува масата на натриум хидроксид во 20 mL проба земена за анализа на следниот начин:

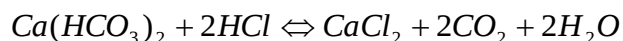
$$\frac{n(\text{NaOH})}{n(\text{HCl})} = \frac{1}{1}$$

$$n(\text{NaOH}) = n(\text{HCl})$$

$$m(\text{NaOH}) / 20\text{mL} = c(\text{HCl}) \cdot V(\text{HCl}) \cdot M(\text{NaOH})$$

ВЕЖБА БР. 5 : Определување на карбонатна (непостојана) тврдина на вода

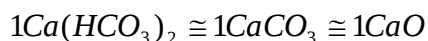
Карбонатната тврдина на вода ја сочинуваат карбонатите и хидроген карбонатите кои се присутни во водата. Карбонатната тврдина на водата се определува со помош на стандарден раствор од хлороводородна киселина со кој се титрираат карбонатите и хидроген карбонатите присутни во водата. Реакцијата која се одвива притоа е следната:



Пробата од вода се добива во одмерна колба од 250 mL, се дополнува со дејонизирана вода до марката и добро се промешува. Со одмерна пипета од 100 mL се зема од пробата во ерленмаер, се додаваат 2-3 капки од индикатор метил црвено и пробата се титрира со стандарден раствор од хлороводородна киселина, до промена на бојата на растворот од жолта до боја на бело вино (слабо розева нијанса).

Потоа пробата се загрева до вриење и се остава 2-3 минути да врие, при што бојата на пробата повторно преминува во жолта. Потоа пробата се лади и повторно се титрира со растворот од HCl до промена на бојата во боја на бело вино. Од биретата се отчитува крајниот волумен на хлороводородна киселина потрошена за титрацијата. Се прави уште една титрација на идентичен начин.

Врз основа на потрошениот волумен од хлороводородна киселина, се пресметува масата на CaO во пробата земена за титрација на следниот начин:



$$\frac{n(\text{CaO})}{n(\text{HCl})} = \frac{1}{2}$$

$$n(\text{CaO}) = \frac{1}{2} \cdot n(\text{HCl})$$

$$m(\text{CaO})/100\text{mL} = \frac{1}{2} \cdot c(\text{HCl}) \cdot V(\text{HCl}) \cdot M(\text{CaO})$$

Бидејќи, по дефиниција, еден германски степен на тврдина на вода изнесува 10 mg CaO во 1 L вода:

$$1^{\circ}\text{D} = 10 \text{ mg CaO} / 1 \text{ L} = 1 \text{ mg CaO} / 100 \text{ mL}$$

карбонатната тврдина на водата изразена во германски степени ќе се пресмета според следната формула:

$$^{\circ}\text{D} = \frac{1}{2} \cdot c(\text{HCl}) \cdot V(\text{HCl}) \cdot M(\text{CaO}) \cdot 1000$$

Тврдината на водата, освен во германски степени, може да се изрази и во француски степени. По дефиниција, еден француски степен на тврдина на вода изнесува 10 mg CaCO₃ во 1 L вода:

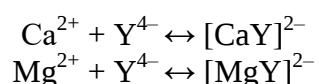
$$1^{\circ}\text{F} = 10 \text{ mg CaCO}_3 / 1 \text{ L} = 1 \text{ mg CaCO}_3 / 100 \text{ mL}$$

Така, карбонатната тврдина на водата изразена во француски степени ќе се пресмета според следнава формула:

$$^{\circ}F = \frac{1}{2} \cdot c(HCl) \cdot V(HCl) \cdot M(CaCO_3) \cdot 1000$$

ВЕЖБА БР. 6 : Определување на вкупна тврдина на вода

Постојат повеќе методи за определување на вкупната тврдина на водата, но најчесто се применува наједноставниот метод на комплексометриска титрација. Според овој метод, вкупната тврдина на водата се определува комплексометриски со титрација на вкупната количина на калциумовите и магнезиумовите јони присутни во водата со стандарден раствор од K_{III} (комплексон III – динатриумова сол на етилендиаминтетраоцетна киселина) при рН 10, во присуство на индикатор ериохром црно Т. Реакциите кои се одвиваат притоа се следните:



Пробата се добива во одмерна колба од 250 mL, се дополнува со дејонизирана вода до марката и добро се промешува. Со одмерна пипета од 100 mL се зема од пробата во ерленмаер, се додаваат 5 mL раствор од амонијачен пуфер со рН 10 и на врв на лажичка цврста супстанца од индикатор ериохром црно Т.

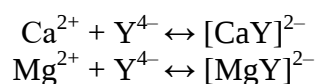
Се титрира со стандарден раствор од K_{III} до промена на бојата од виолетова во сина. Од биретата се отчитува волуменот на растворот од K_{III} потрошен за титрацијата. На идентичен начин се изведува уште една титрација.

Врз основа на волуменот на растворот од K_{III} потрошен за титрацијата, се пресметува вкупната тврдина на водата изразена во германски степени:

$$^{\circ}D = c(K_{III}) \cdot V(K_{III}) \cdot M(CaO) \cdot 1000$$

ВЕЖБА БР. 7 : Определување на маса на калциум и магнезиум во смеса

Вкупната количина на калциум и магнезиум јоните во смеса се определува со титрација со стандарден раствор од K_{III} при $pH\ 10$ во присуство на индикатор ериохром црно Т. Реакциите кои се одвиваат притоа се следните:



Количината на калциумовите јони се определува од нова проба, при титрација со стандарден раствор од K_{III} при $pH > 12$ во присуство на индикатор мурексид, при што магнезиумовите јони се наоѓаат во талог како $Mg(OH)_2$.

Пробата се добива во одмерна колба од 100 mL, се дополнува со дејонизирана вода до марката и добро се промешува. Со одмерна пипета од 20 mL се зема од пробата во ерленмаер, се додава 20 mL дејонизирана вода, 2 mL раствор од амонијачен пуфер со $pH\ 10$ и на врв на лажичка цврста супстанца од индикатор ериохром црно Т.

Потоа пробата се титрира со стандарден раствор од K_{III} до промена на бојата од виолетова во сина. Од биретата се отчитува волуменот на растворот од K_{III} (V_1) потрошен за титрацијата. На идентичен начин се изведува уште една титрација.

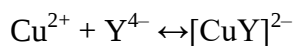
Се отпипетира нова проба од 20 mL во ерленмаер, се додаваат 10 mL раствор од натриум хидроксид со концентрација 1,0 mol/L (pH на растворот треба да изнесува меѓу 12 и 13), 20 mL дејонизирана вода и на врв на лажичка цврста супстанца од индикатор мурексид. Пробата се титрира со стандарден раствор од K_{III} до промена на бојата на растворот од црвена во виолетова. Од биретата се отчитува волуменот на K_{III} (V_2) потрошен само за титрација на количината на калциумовите јони во пробата. На идентичен начин се изведува уште една титрација.

Потоа, врз основа на потрошените волумени од стандардниот раствор на K_{III} (V_1 и V_2), се пресметува масата на калциум и магнезиум јоните во 20 mL проба земена за титрација на следниот начин:

$$\begin{aligned}m(Ca^{2+}) / 20mL &= c(K_{III}) \cdot V(K_{III}) \cdot M(Ca^{2+}) \\m(Mg^{2+}) / 20mL &= c(K_{III}) \cdot (V_1 - V_2) \cdot M(Mg^{2+})\end{aligned}$$

ВЕЖБА БР. 8 : Комплексометриско определување на бакар

Cu^{2+} јоните се титрираат со стандарден раствор од K_{III} , при рН околу 8, во присуство на индикатор мурексид:



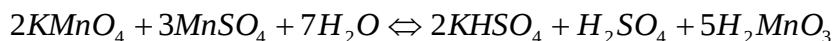
Пробата се добива во одмерна колба од 100 mL, се дополнува со дејонизирана вода до марката и добро се промешува. Со чиста пипета се отпипетираат 20 mL проба во ерленмаер и полака се додава раствор од амониум хидроксид со концентрација 1,0 mol/L додека се образува слаб талог. Се продолжува со додавање на раствор од амониум хидроксид додека образуваниот талог не се раствори. Во пробата се додаваат 10 mL раствор од амониум хлорид со концентрација 1,0 mol/L (со цел да се дотера рН вредноста на растворот да биде околу 8) и на врв од лажичка цврста супстанца од индикатор мурексид. Потоа, пробата се титрира со стандарден раствор од K_{III} до појава на виолетова боја на растворот. Од биретата се отчитува волуменот на K_{III} потрошен при титрацијата. На идентичен начин се изведуваат уште две титрации.

Врз основа на потрошениот волумен од стандардниот раствор на K_{III} , се пресметува масата на бакарот во 20 mL проба земена за титрација според следната формула:

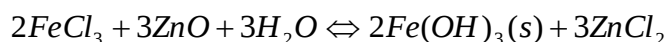
$$m(\text{Cu}^{2+}) / 20\text{mL} = c(\text{K}_{\text{III}}) \cdot V(\text{K}_{\text{III}}) \cdot M(\text{Cu}^{2+})$$

**ВЕЖБА БР. 9 : Определување маса на манган во присуство на железо
според метод на Волард (Volhard)**

Според методот на Волард, манганот се определува перманганометриски во слабо алкална средина:



Присутното железо, за да не реагира со KMnO_4 , се таложи со суспензија на ZnO во вид на $\text{Fe}(\text{OH})_3$:



Талогот од $\text{Fe}(\text{OH})_3$ не се филтрира, туку во негово присуство се титрира манганот со стандарден раствор од KMnO_4 .

Пробата се добива во колба од 100 mL и се дополнува со дејонизирана вода до марката. Растворот се промешува и со чиста пипета се пипетира проба од 20 mL во ерленмаер од 1000 mL. Во отпипетираната проба од 20 mL, со градуирана пипета во мали порции се додава емулзија на ZnO . По секое додавање силно се промешува. Кога ќе се појави слабо заматување од образуваниот $\text{Fe}(\text{OH})_3$, растворот се загрева и се меша за да се забрза неговото формирање. На дното на ерленмаерот треба да има мал вишок суспензија од ZnO .

Кога ќе се исталожат сите Fe^{3+} јони, растворот од ерленмаерот се разредува со 300-400 mL вода и се загрева додека не зоврие. Се титрира со стандарден раствор од KMnO_4 , така што одеднаш се додаваат по 5 mL KMnO_4 и силно се меша. Се чека талогот да падне на дното од ерленмаерот, за да се види дали растворот над талогот е розево овоен. Така, постојано се додаваат по 5 mL KMnO_4 , додека растворот не се обои розево (на пример се трошат 25 mL KMnO_4). Кога се гледа бојата, ерленмаерот треба да се држи косо.

Потоа, се отпипетира друга проба од Mn^{2+} и на ист начин се таложат Fe^{3+} јоните, се разредува, се загрева и одеднаш се додаваат 20 mL стандарден раствор од KMnO_4 (важи за овој пример!). Силно се меша и се чека талогот да падне на дното од ерленмаерот. Потоа се додава по 1 mL KMnO_4 , се меша и, држејќи го косо ерленмаерот, се чека овторно да падне талогот. Се титрира се додека растворот над талогот не се обои розево (на пр. потрошени се 23 mL од стандардниот раствор од KMnO_4).

Се отпипетира трета проба од Mn^{2+} , која се приготвува на ист начин како и претходните две. Во жешката проба одеднаш се додаваат 22 mL KMnO_4 , се помешува и се чека талогот да падне на дното од ерленмаерот. Потоа растворот од KMnO_4 се додава капка по капка, се меша и повторно се чека талогот да падне на дното. Кога растворот над талогот ќе се обои розево, тоа е знак дека реакцијата е завршена (на пр. 22,40 mL). Од потрошениот волумен на растворот од KMnO_4 за третата титрација се пресметува масата на манган.

Оваа вежба треба брзо да се работи бидејќи талогот од MnO_2 се нафаќа на ѕидот од ерленмаерот (го обојува жолто) и тешко се гледа розевата боја на растворот од KMnO_4 .

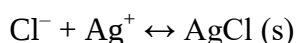
$$\frac{n(\text{KMnO}_4)}{n(\text{Mn})} = \frac{2}{3}$$

$$2 \cdot n(\text{Mn}) = 3 \cdot n(\text{KMnO}_4)$$

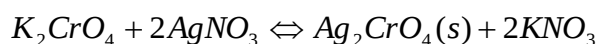
$$m(\text{Mn}) / 20\text{mL} = \frac{3}{2} \cdot c(\text{KMnO}_4) \cdot V(\text{KMnO}_4) \cdot M(\text{Mn})$$

ВЕЖБА БР. 10 :Определување маса на хлориди според метод на Мор (Mohr)

Според методот на Мор (т.н. метод на градење на втор талог), се врши определување на хлоридите во неутрални или слабо алкални раствори. Како индикатор се употребува 5% раствор од калиум хромат, K_2CrO_4 , а се титрира со стандарден раствор од сребро нитрат, $AgNO_3$. Определувањето се темели врз реакцијата:



Во еквивалентната точка, кога сите Cl^- јони ќе се исталожат со $AgNO_3$ во тешкорастворлив талог $AgCl$, вишокот од Ag^+ јоните реагира со индикаторот и дава талог Ag_2CrO_4 кој на растворот му дава кафена нијанса. Јоните од Ag^+ реагираат прво со Cl^- јоните (иако во растворот истовремено се присутни и Cl^- и CrO_4^{2-}) заради помалата вредност на количинската растворливост на Cl^- јоните (од $AgCl$). Талогот од Ag_2CrO_4 има керамидесто-црвена боја.



Пробата за анализа се добива во колба од 100 mL, се дополнува со дејонизирана вода до марката и со чиста пипета од 20 mL се отпипетира проба во ерленмаер. Се додава 1 mL 5% раствор на K_2CrO_4 (растворот добива жолта боја) и се титрира со стандарден раствор од $AgNO_3$ кој се наоѓа во биретата.

Се титрира се додека растворот над белиот талог од $AgCl$ не добие светло кафена нијанса. Доколку талогот добие кафена боја, тоа е знак дека пробата е претитрирана (ваквата проба се истура). Титрацијата се повторува уште два до три пати. Од вкупниот потрошен волумен на растворот од $AgNO_3$ за направените титрации се пресметува средна вредност.

Масата на хлоридите во анализираниот волумен од пробата се пресметува со примена на изразот кој произлегува од соодветната равенка:

$$\frac{n(AgNO_3)}{n(Cl^-)} = \frac{1}{1}$$

$$n(AgNO_3) = n(Cl^-)$$

$$m(Cl^-) / 20mL = c(AgNO_3) \cdot V(AgNO_3) \cdot M(Cl^-)$$

ВЕЖБА БР. 11: Фотометриско определување на фосфати

Фосфатниот јон (PO_4^{3-}) со амониум молибдатот ($(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}$) образува комплексна фосфомолибденска киселина која со редукциони средства, како што е метолот (4-(метиламино)фенол сулфат), во кисели раствори, се редуцира во молибденско сино. При ова, може да пречи силициумовата киселина која дава слична реакција (тоа се избегнува со додавање на лимонска киселина).

Потребни реагенси:

- раствор од амониум молибдат, $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}$;
- раствор од натриум бисулфит, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$;
- раствор од метол

Пробата се добива во одмерна тиквичка од 25 mL, а стандарден раствор од фосфат во тиквичка од 50 mL. Од стандардниот раствор се приготвува серија раствори во тиквички од 25 mL со следните концентрации: 3; 6; 9; 12 и 15 $\mu\text{g/mL}$. Потоа во тиквичките во кои е ставено соодветното количество од стандардниот раствор, во тиквичката со пробата, како и во тиквичката во која се приготвува слепата проба се додава: 0,5 mL раствор од $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$; 1 mL раствор од $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}$; 1 mL раствор од метол и се дополнуваат со деминерализирана вода до марката. Растворите се оставаат да стојат 30 min и потоа се спектрофотометрираат на бранова должина од 600 nm. Стандардната крива се конструира со нанесување на вредностите на апсорбанцата (на ординатата) за соодветните вредности на концентрацијата на растворите од стандардната серија (на апсцисата). Од дијаграмот, од вредноста на измерената апсорбанца, се отчитува концентрацијата на фосфати во пробата и се пресметува масата на фосфати (изразена во μg).

Прашања:

1. Напишете ги структурните формули на метол и на молибденско сино.
2. Дали фосфатите можат да се мерат спектрофотометриски без да се преведат во комплекс и зошто?
3. Дали во овој случај се користи слепа проба и како се подготвува?
4. Зошто растворите треба да стојат 30 min пред мерење?
5. Зошто спектрофотометриското мерење се прави на 600 nm и дали може да се врши мерење и на некоја друга бранова должина?

ВЕЖБА БР. 12: Спектрофотометриско определување на Cr(VI) или Mn(VII)

а) Спектрофотометриско определување на Cr(VI)

Стандардниот раствор од Cr^{6+} се добива во тиквичка од 100 mL, а пробата во тиквичка од 50 mL. Од стандардниот раствор на хром се приготвува серија раствори со концентрации: 40; 80; 120; 160 и 200 $\mu\text{g/mL}$,

Серијата раствори на хром се спектрофотометрира на 430 nm и се конструира стандардна крива. Добиената проба се спектрофотометрира на 430 nm. Од вредноста на апсорбанцата на пробата на 430 nm, од стандардната крива, се отчитува концентрацијата на хром во пробата, а потоа се пресметува масата на хром (изразена во μg).

б) Спектрофотометриско определување на Mn(VII)

Стандардниот раствор од Mn^{7+} се добива во тиквичка од 100 mL, а пробата во тиквичка од 50 mL. Од стандардниот раствор на манган се приготвува серија раствори со концентрации: 2; 5; 10; 15 и 20 $\mu\text{g/mL}$.

Серијата раствори на манган се спектрофотометрира на 550 nm и од добиените вредности за апсорбанцата се конструира стандардна крива. Добиената проба се спектрофотометрира на 550 nm. Од вредноста на апсорбанцата на пробата на 550 nm, од стандардната крива, се отчитува концентрацијата на манган во пробата, а потоа се пресметува масата на манган (изразена во μg).

Прашања:

1. Дали при определување на хром и манган се користи слепа проба?
2. Кој од следниве елементи може да се комбинира со хром, кој со манган, а кој и со двата: бакар (II) сулфат, никел сулфат, кобалт хлорид. Растворите имаат сина, зелена и розова боја, соодветно. Дали со сигурност може да го тврдите тоа и како може да потврдите?

ВЕЖБА БР. 13: Определување на железо со колириметриска титрација со сулфосалицилна киселина

Потребни реагенси:

- концентрирана HCl;
- 0,1 mol/L сулфосалицилна киселина (C₇H₆O₆S).

Пробата се добива во висока чаша од 400 mL, се разредува со 200 mL деминерализирана вода, се додава 2 mL концентрирана HCl и 5 mL раствор од сулфосалицилна киселина (C₇H₆O₆S) со концентрација 0,1 mol/L и добро се промешува со стаклена прачка (растворот е розово обоен).

Во друга чаша од 400 mL се става 200 mL деминерализирана вода, се додава 2 mL концентрирана HCl и 5 mL 0,1 mol/L сулфосалицилна киселина (C₇H₆O₆S) и се промешува (растворот е безбоен). Овој раствор се титрира со стандарден раствор од железо кој се добива во тиквичка од 100 cm³ (се дополнува до марката). Титрацијата се изведува со постојано мешање со стаклена прачка до изедначување на бојата со бојата на непознатиот раствор.

Масата на железо во пробата се пресметува од волуменот на стандардниот раствор од железо потрошен при титрацијата и неговата концентрација.

Прашања:

1. Дали двете чаши кои се користат треба да бидат со ист волумен и зошто?
2. Зошто растворот на железо кога ќе му се додаде HCl и C₇H₆O₆S добива розова боја? Напишете ја равенката на реакцијата.
3. Што можете да кажете за точноста на методата?

ВЕЖБА БР. 14: Рефрактометриско определување на алкохол во вода

Рефрактометријата е метода на анализа базирана на способноста на супстанците да ја прекршуваат светлината кога минува низ нив. Индексот на прекршување е карактеристика на секоја супстанца кој е во врска со нивниот состав и структура. Индексот на прекршување со определува со рефрактометри, од кои најчесто употребуван е Абеовиот рефрактометар, кој овозможува работа со мала количина течност. Тој се состои од две правоаголни призми, окулар со компензатор, огледало и скала на која се отчитува индексот на прекршување. Течноста за испитување се става меѓу призмите. Долната призма се осветлува преку огледалото, светлината минува низ неа, потоа низ течноста и втората призма и доаѓа во цевката каде што се сместени две Амичи-призми, собирна леќа и окулар. Испитуваниот раствор се нанесува во тенок слој меѓу призмите. Положбата на призмата во однос на окуларот се менува со помош на винт. Вредноста на индексот на прекршување се отчитува кога светлото и темното поле ќе се состават во центарот на видниот круг (види слика).



Сл. 3. Отчитување вредност на индекс на прекршување на Абеов рефрактометар

Пробите за анализа се добиваат во две суви епрувети. Од 50 % (волуменски) раствор на алкохол се приготвува серија раствори од алкохол: 10; 20; 30; 40 и 50 %. Се определува индексот на прекршување на приготвените раствори и на добиените проби. Од вредностите за индексот на прекршување на стандардните раствори се конструира стандардна крива (на апсциса-% на алкохол, на ордината-индекс на прекршување), од која се отчитуваат вредностите за содржината на алкохол во пробите.

Прашања:

1. Зошто епруветите во кои се наоѓаат пробите за анализа, како и стандардните раствори треба да бидат суви?
2. Наведете уште неколку други супстанции чија концентрација може да се определи врз основа на индексот на прекршување.

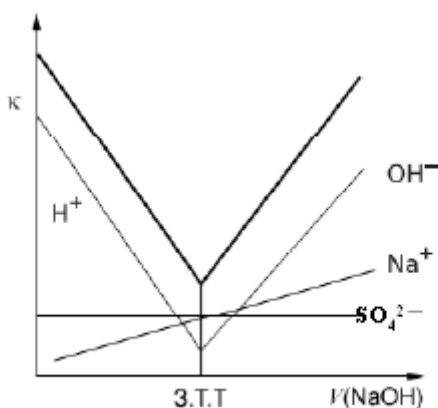
ВЕЖБА БР. 15: Кондуктометриска титрација на сулфурна или оцетна киселина со натриумова база

Кондуктометриските титрации се базираат на следење на промената на спроводливоста во текот на хемиската реакција во која се врши измена на јони со различна подвижност. Хемиската измена може да настане како последица на реакција на неутрализација, таложење или при комплексирање на јони. При кондуктометриски титрации треба да се води сметка за сите фактори кои влијаат на подвижноста, во смисла да се добие титрациона крива со што е можно поостар агол. Тоа особено подразбира избор на соодветен растворувач и титрант, како и постојана температура во текот на титрацијата.

Титрација на силна киселина со силна база

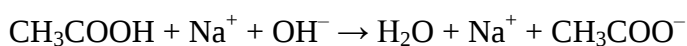


При титрација на H_2SO_4 со NaOH , водородните јони кои имаат многу голема јонска спроводливост се заменуваат со јони на натриум кои имаат значително помала спроводливост. Како резултат на таквата измена доаѓа до намалување на спроводливоста. Во завршната точка на титрација (З.Т.Т.) спроводливоста е најмала и потекнува само од настанатиот натриум сулфат. После постигнувањето на завршната точка учеството на настанатиот натриум сулфат во вкупната спроводливост е константно, а спроводливоста се зголемува со додавање на јоните на титрантот т.е. хидроксидни јони и натриумови јони. Како резултат на големата подвижност на хидроксидните јони спроводливоста нагло расте. Ова е типичен пример, каде јасно се гледа промената на спроводливоста на растворот (Сл.4.).



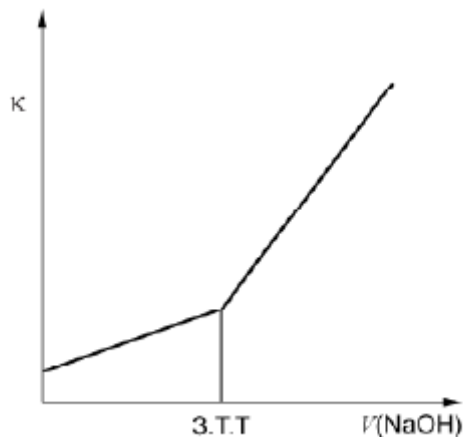
Сл. 4. Титрација на силна киселина со силна база

Титрација на слаба киселина со силна база



При реакција на CH_3COOH со NaOH уште на самиот почеток спроводливоста е мала заради слабата дисоцијација на оцетната киселина. До З.Т.Т. спроводливоста постепено расте заради тоа што како продукт на хемиската реакција се добива

CH_3COONa , електролит кој е појак од оцетната киселина. После З.Т.Т. спроводливоста нагло расте како резултат на додавање на силна база т.е. зголемување на концентрацијата на хидроксидни јони. Наклонот на кривата зависи од концентрацијата на титрантот, а аголот помеѓу двете криви е до толку помал колку што е поголема концентрацијата на титрантот. На тој начин прецизно може да се определи З.Т.Т (Сл.5.). Мала закривеност на кривата во З.Т.Т. се појавува заради хидролиза на настанатиот натриум ацетат.



Сл. 5. Титрација на слаба киселина со силна база

а) Кондуктометриска титрација на сулфурна киселина со натриумова база

Пробата се добива во одмерна тиквичка од 100 mL. Од неа се пипетираат 20 mL во чаша од 250 mL и се разблажува со деминерализирана вода до волумен од приближно 100 mL. Во чашата се става тefлонска мешалка и се поставува на магнетна мешалка. Во вака приготвениот раствор за анализа се поставува кондуктометриската ќелија и се приклучува на кондуктометарот. Пробата се промешува, мешалката се исклучува и се отчитува почетната резистенција на растворот. Потоа се титрира со додавање на по 0,5 mL стандарден раствор од NaOH. По секое додавање на базата пробата се промешува, мешалката се исклучува и се отчитува резистенцијата на растворот.

Вредностите за потрошените mL база, соодветните вредности отчитани за резистенцата (R) и пресметаните вредности за кондуктанцата ($1/R$) се прикажуваат табеларно. Графички се претставува зависноста на кондуктанцата од волуменот на потрошениот стандарден раствор од NaOH. Од пресекот на двете прави што при тоа се добиваат се отчитува завршната точка на титрацијата. Масата на сулфурна киселина во пробата се пресметува според следниот израз:

$$m(\text{H}_2\text{SO}_4)/20 \text{ mL} = 1/2 \cdot V(\text{NaOH}) \cdot c(\text{NaOH}) \cdot M(\text{H}_2\text{SO}_4)$$

б) Кондуктометриска титрација на оцетна киселина со натриумова база

Пробата се добива во одмерна тиквичка од 100 mL. Од неа се пипетираат 20 mL во чаша од 250 mL и се разблажува со деминерализирана вода до волумен од приближно 100 mL. Во чашата се става тефлонска мешалка и се поставува на магнетна мешалка. Во вака приготвениот раствор за анализа се поставува кондуктометриската ќелија и се приклучува на кондуктометарот. Пробата се промешува, мешалката се исклучува и се отчитува почетната резистенција на растворот. Потоа се титрира со додавање на по 0,5 mL стандарден раствор од NaOH. По секое додавање на базата пробата се промешува, мешалката се исклучува и се отчитува резистенцијата на растворот.

Вредностите за потрошените mL база, соодветните вредности отчитани за резистенцата (R) и пресметаните вредности за кондуктанцата ($1/R$) се прикажуваат табеларно. Графички се претставува зависноста на кондуктанцата од волуменот на потрошениот стандарден раствор од NaOH. Од пресекот на двете прави што при тоа се добиваат се отчитува завршната точка на титрацијата. Масата на оцетна киселина во пробата се пресметува според следниот израз:

$$m(\text{CH}_3\text{COOH})/20 \text{ mL} = V(\text{NaOH}) \cdot c(\text{NaOH}) \cdot M(\text{CH}_3\text{COOH})$$

Во дневникот се прикажува:

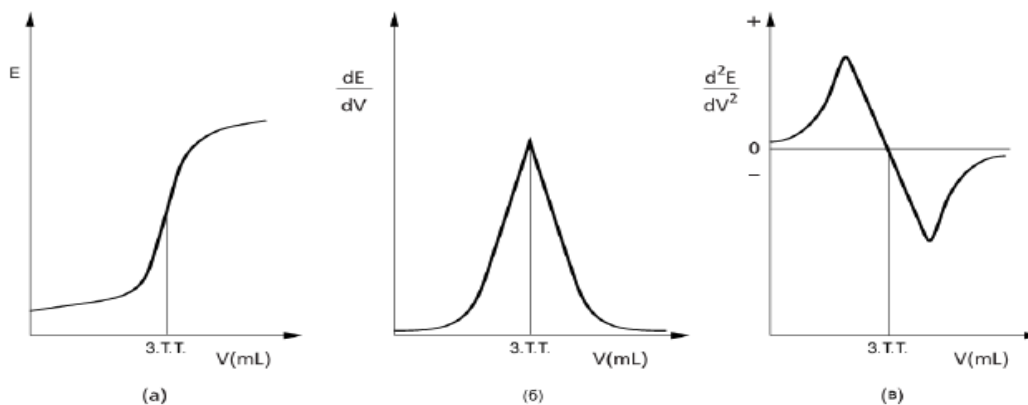
- табеларен и графички приказ на резултатите од мерењето;
- резултат пресметан користејќи графичка и аналитичка метода (регресиона анализа) за определување на завршната точка на титрацијата.

ВЕЖБА БР. 16: рН-метричка титрација на оцетна киселина

Потенциометриските титрации се квантитативни електрохемиски методи за одредување на концентрацијата на растворот. Завршната точка на титрација се определува врз основа на промена на потенцијалот на индикаторската електрода. Потенциометриските титрации своето име го добиле по тоа што потенцијалот на електродата претставува индикатор дека е постигната завршната точка. Заради тоа и електродата која има улога на индикатор се вика индикаторска електрода, затоа што си го менува својот потенцијал во зависност од активитетот на различните јони во растворот. Оваа метода дава поточни резултати од волуметрија, а може да се користи и при титрација на многу разредени раствори, заматени или обоени, или во случај кога не постои соодветен индикатор.

Титрацијата се изведува во присуство на инструмент кој во близина на завршната точка покажува максимален отклон на стрелката. На растворот во одредени порции му се додава титрант со позната концентрација и се мери промената на потенцијалот на индикаторската електрода и се црта интегрална крива $E = f(V)$.

По преминување на еквивалентната точка, промените на потенцијалот при додавање на постојано еднакви порции од титрантот постепено се намалуваат, а титрационата крива (во координати $E-V$, каде V е волуменот на додадениот титрант) го има карактеристичниот S-облик (или, како што уште се вика, *сигмоидален облик*) (Сл.6 а). Завршната точка на титрацијата понекогаш позгодно може да се определи ако на дијаграмот се нанесе E како функција од V , туку $\Delta E/\Delta V$ како функција од V (Сл.6 б), па дури и $\Delta^2 E/\Delta V^2$ како функција од V (Сл.6 в).



Сл. 6. Потенциометриски криви

Пробата се добива во одмерна тиквичка од 100 mL. Од неа се пипетираат 20 mL во чаша од 250 mL и се разблажува со деминерализирана вода до приближен волумен од 100 mL. Во чашата се става тefлонска мешалка и се поставува на магнетна мешалка до рН-метарот. Во растворот се вронува стаклената електрода, која во овој случај е комбинирана заедно со каломеловата електрода. Во случај кога немаме комбинирана стаклена-каломелова електрода, во растворот се потопува стаклена електрода и електролитен мост од KCl за воспоставување на контакт со каломеловата електрода. Растворот добро се премешува и се отчитува вредноста пред почетокот на титрацијата (рН-метарот претходно мора да е калибриран). Титрацијата се изведува со додавање на по 1 mL од стандардниот раствор од NaOH, растворот се премешува, мешалката се

исклучува и се отчитува рН-вредноста. Откако ќе се забележи поголем скок на рН, титрацијата се продолжува со додавање на уште 2-3 cm³ од базата.

Титрацијата се повторува со нови 20 mL од пробата, при што во близина на завршната точка на титрацијата, т.е. онаму каде што беше забележан најголем скок на рН при првата титрација, се титрира со по 0,1 mL од базата.

Во табела се прикажуваат вредностите за волуменот од потрошената база (mL), соодветните вредности за рН и диференцијалните вредности $\Delta\text{pH}/\Delta V$. Графички се претставува диференцијалната крива т.е. зависноста на $\Delta\text{pH}/\Delta V$ од волуменот на базата и од графикот се отчитува завршната точка на титрацијата (при најголемиот скок на рН). Масата на оцетна киселина во пробата се пресметува според следниот израз:

$$m(\text{CH}_3\text{COOH})/20 \text{ mL} = V(\text{NaOH}) \cdot c(\text{NaOH}) \cdot M(\text{CH}_3\text{COOH})$$

Во дневникот се прикажува:

- табеларен и графички приказ на резултатите од мерењето;
- пресметка и конечен резултат.