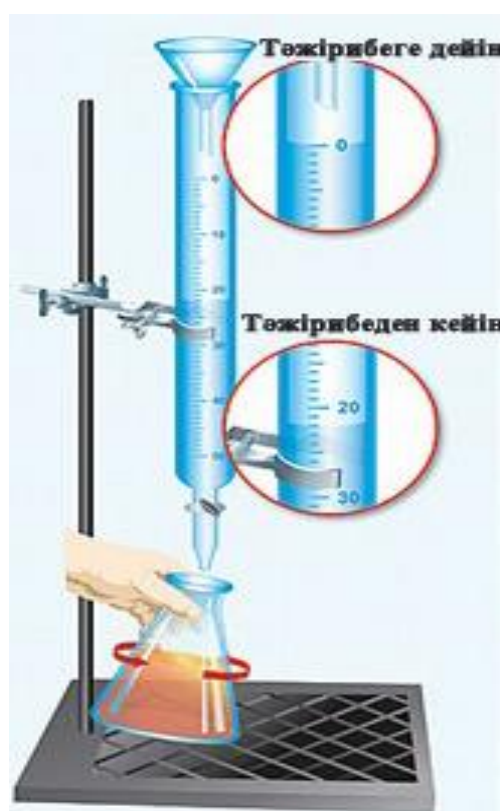


МӘДІБЕКОВА Ғ.М.

АНАЛИТИКАЛЫҚ ХИМИЯ 2
(сандық анализ
лабораториялық практикумы)



ШЫМКЕНТ 2026

**Ө. ЖӘНІБЕКОВ АТЫНДАҒЫ ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН
ПЕДАГОГИКАЛЫҚ УНИВЕРСИТЕТІ**

ЖАРАТЫЛЫСТАНУ ФАКУЛЬТЕТІ

ХИМИЯ КАФЕДРАСЫ

АНАЛИТИКАЛЫҚ ХИМИЯ 2

(лабораториялық практикум)

**Сандық анализ курсынан
лабораториялық жұмыстарға арналған**

ӘДІСТЕМЕЛІК НҰСҚАУ

Шымкент 2026

УДК 543.063

Ө. Жәнібеков атындағы Оңтүстік Қазақстан педагогикалық университеті Жаратылыстану факультетінің оқу-әдістемелік Кеңесінің мәжілісінде (№ 5 хаттама, 2026 ж) бекітілді.
5 баспа табақ.

Мәдібекова Ғ.М. Аналитикалық химияның сандық анализ курсынан лабораториялық жұмыстарға арналған әдістемелік нұсқау. –Шымкент, 2026- 78 бет.

Әдістемелік нұсқау 6B01504-Химия мұғалімін дайындау, 6B01507-Химия-биология мұғалімін дайындау мамандығы студенттеріне арналған. Әдістемелік нұсқауға аналитикалық химия пәнінің сандық анализ курсы бойынша жүргізілетін лабораториялық сабақтардың әдістемелері енгізілген.

© Мәдібекова Ғ.М. **АНАЛИТИКАЛЫҚ ХИМИЯ Қ ХИМИЯ 2**
(лабораториялық практикум)

Кіріспе

Аналитикалық химия заттардың құрамын анықтайтын әдістер туралы ғылым. Теориялық негізін жаратылыстанудың іргелі заңдары құрайды.

Аналитикалық химияның негізгі мақсаты – анализ теориясын жасау, жан-жақты зерттеу, жаңа химиялық анықтау әдістерін жасау, оларды ғылым мен техника дамуына сәйкес жетілдіру, анализдеудің дәл, сезімтал, тез жүргізілетін тәсілдерінің теориялық негізін жасап, тәжірибе жүзінде өндірісте, рудалар мен қоспалар, жер қыртысы, жоғары техникалы атом энергетикасы мен аса таза заттар құрамын зерттеуде пайдаланалатын әдістерді жасау, жетілдіру, компьютерлендіру.

Аналитикалық химия пәнін оқып, үйрену барысында студент химиялық құбылыстарды дұрыс түсініп, логикалық ойлауын жетілдіріп, тәжірибе іскерлігін арттырады.

Сандық анализ- аналитикалық химияның ең негізгі бөліктерінің бірі, мақсаты- заттардың құрам бөліктерінің сандық мөлшерін анықтау.

Сандық анализ әдістері биологияда, физиологияда, биохимияда, медицинада, фармацияда, химия және құрылыс өндірісінде, металлургияда және тағы басқа салаларда қолданады.

Сандық анализ әдістері химиялық, физикалық және физика-химиялық болып үш топқа бөлінеді:

Химиялық әдістерге гравиметриялық, титриметриялық және газдық (валюмометрия) анализдер жатады.

Физикалық әдістерге - спектральды анализ, люминисцентті анализ және т.б. жатады.

Физика-химиялық әдістерге – оптикалық (фотометрия), электро-химиялық және хроматографиялық анализдер жатады.

Химиялық әдістерден бұл нұсқауда гравиметриялық және титриметриялық анализдер қарастырылады. Әр бөлімнің соңында теориялық және практикалық материалдарды толық меңгеру үшін студенттерге өз бетінше дайындалуға сұрақтар мен есептер берілген.

I-Бөлім

ТИТРИМЕТРИЯЛЫҚ (КӨЛЕМДІК) АНАЛИЗ

Титриметриялық анализдің маңызы. Көлемдік анализдеу әдістері барысында зерттелетін заттың ерітіндісі дайындалады, анықталатын затпен әрекеттесетін реагенттің стандартты ерітіндісі (немесе стандартталған) ерітіндісі (титрант) алынады. Анықталатын зат ерітіндісін титрлеу барысында эквиваленттілік моменті анықталады. Эквиваленттік нүкте индикатор көмегімен немесе индикаторсыз екі түрлі тәсілмен анықталады: индикатор түсінің өзгеруін көзбен көріп байқау немесе қондырғы көмегімен. Эквиваленттілік моментінде (нүктеде) әрекеттесуші заттардың мөлшері тең.

Зерттелетін ерітіндінің концентрациясы сол ерітіндінің көлеміне, титранттың көлемі мен концентрациясына байланысты есептеледі, яғни эквиваленттер заңын $C_1V_1 = C_2V_2$ пайдаланып, одан

$$C_x = C_1 V_1 / V_2$$

табады, мұнда, $V_1 V_2$ - зерттелетін ерітіндінің және титранттың көлемі, см³; $C_1 C_2$ - зерттеу ерітіндісінің және титранттың эквивалентінің молярлы концентрациялары (моль/л).

Титриметриялық анализдеу әдістері қолданған реакцияның типіне байланысты бірнеше түрге бөлінеді:

- қышқыл-негіздік титрлеу әдістері
- тотығу-тотықсыздану титрлеу әдістері
- тұндыру және комплексонометриялық титрлеу әдістері.

Барлық титрлеу әдістерінде ерітінділердің екі түрі пайдаланады:

а) бірінші стандарттар ерітінділері – стандартты ерітінділер .

Олар заттың дәл өлшенген бөлігін судың белгілі көлемінде (өлшеуіш ыдыста) еріту арқылы даярланады. Бұндай ерітінділердің концентрациясы таразыда өлшенген мәндер мен өлшеуіш ыдыстың көлемі бойынша есептелінеді.

б) екінші стандарттар ерітінділері – стандартталынған ерітінділер.

Олардың керекті концентрациялы ерітінділері жуық шамамен үлкен шыны ыдыста даярланады. Мұндай ерітінділердің дәл концентрациясы стандартты ерітінділермен титрлеу арқылы анықталады (стандарттау).

№1 ЛАБОРАТОРИЯЛЫҚ ЖҰМЫС

Өлшеуіш ыдыстар сыйымдылығын анықтау

Көлемдік анализде қолданатын өлшеуіш ыдыстарды зауытта дайындау барысында көрсетілген көлемнен ауытқулар болуы мүмкін. Сондықтан қолданар алдында өлшеуіш ыдыстардың көлемі тексеріледі. Мұндай тексеруді өлшеуіш ыдыстар сыйымдылығын анықтау немесе калибрлеу деп атайды. Өлшеуіш ыдыстар сыйымдылығы ыдысқа құйылған (немесе ыдыстан ағызып алынған) таразыға тарту бөлме температурасына сәйкес келетін дистильденген су массасымен тексеріледі.

1. Өлшеуіш колбалардың сыйымдылығын тексеру.

Көлемі 100 мл болатын өлшеуіш колбаның сыйымдылығын тексеру. Колбаны тазалап жуып, кептіргіш шкапта кептіреді, бөлме температурасына дейін салқындатады. Салмағын техникалық таразыда жуық шамамен, соңынан аналитикалық таразыда дәл өлшейді. Колбаны белгісіне дейін дистилденген сумен толтырып, сыртын сүлгімен сүртеді. Колбаның белгісіне дейінгі қабырғасындағы су тамшыларын фильтр қағазымен сорып алады. Су құйылған колбаны таразыға қайта орналастырып салмағын өлшейді. Тәжірибе 3 рет қайталанады. Тәжірибе жүргізу уақытындағы судың температурасына байланысты тығыздығы кестесіне қарап (қосымша 1), сол температураға сәйкес 100 мл көлемнің массасын есептейді. Колбаның ішіндегі судың өлшенген массасы мен температураға сәйкес есептелінген массасы арасындағы айырмашылықты біліп, колбаның сыйымдылығын анықтайды.

Мысалы. Колбаның массасы	25,24 г
Колбаның сумен массасы	125,32 г
Колбадағы су массасы	100,08 г

Су температурасы 22С, бұл кезде су тығыздығы 0,99780 г/см³ тең.

$$V = \frac{m}{d} = \frac{100,08}{0,99780} \approx 100,30 \text{ см}^3$$

$$V = V - V = 100,00 - 100,30 = - 0,30 \text{ см}^3$$

2. *Өлшеуіш пипеткалар сыйымдылығын анықтау.* Дистилденген судың температурасын өлшеп, пипеткаға белгісіне дейін сорып алады да алдын ала өлшенген бюкске құяды. Пипеткамен жұмыс істеу ережелері сақталады, яғни пипетканың ұшында қалған тамшы үрленіп түсірілмейді. Бюкстың қақпағы жабылып таразыға тартылады. Бос

бюкстың және бюкстың сумен массасын өлшеу аналитикалық таразыларда 0.0002 г дейінгі дәлдікпен жүргізіледі. Тәжірибе үш рет қайталанады (өлшеу нәтижелерінің айырмашылығы 0.0002 г аспауы қажет) және алынған шамалардан орта мән табылады. Пипетканың сыйымдылығын колба сыйымдылығын есептегендей есептейді.

Мысалы: Пипеткадан ағызылған су массасы 24,9820 г
 $d = 0,99669 \text{ г/см}^3$
 $V = m/d = 24,9820/0,99780 = 25,04 \text{ (см}^3\text{)}$
 $V = 25,04 - 25,00 = 0,04 \text{ (см}^3\text{)}$

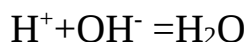
3. *Бюретка сыйымдылығын тексеру.* Бюретканың сыйымдылығын тексеру әр түрлі көлемге сәйкес көрсеткіштегі су мөлшерін өлшеу арқылы жүргізіледі. Ол үшін алдын-ала өлшенген бюксқа тексерілетін бюреткадан 0-5 мл немесе 0-10 мл интервалында суды ағызып отырып, әр жолы аналитикалық таразыда 0,001г. дәлдікпен өлшейді. Судың табылған массасына және оның температурасына сәйкес көлемін тауып, түзетулер кестесін құрастырады да, бюреткамен жұмыс жасауда соны пайдаланады.

Кесте 1

N	Бюретка белгісі	m(бюр.+су), г	m(су), г	V, см ³	түзетулер
1					
2					
3					

ҚЫШҚЫЛ-НЕГІЗДІК ТИТРЛЕУ

Әдістің негізі мына реакциямен сипатталады:



Қышқыл-негізді титрлеу әдісімен қышқылдардың, негіздердің және қышқылдық немесе сілтілік қасиеттер көрсететін тұздардың мөлшері анықталады. Титранттар ретінде күшті қышқыл немесе сілтілерді қолданады. Титрлеудің соңғы нүктесін (эквиваленттік нүктесін) индикатордың түсі өзгеруіне байланысты немесе инструментальды әдіспен анықтайды. Қышқыл-негіздік титрлеу әдісінде ортаның рН-ына байланысты титрлеу көрсеткіштерін (рТ) өзгертетін индикаторлар қолданады.

АЦИДИМЕТРИЯЛЫҚ ТИТРЛЕУ

Жұмысшы ерітіндісі (титрант) ретінде қышқылдың титрленген ерітіндісі қолданады. Бұл әдіспен негіздердің, гидролизденетін тұздардың, негіздік оксидтердің сандық мөлшері, су кермектілігі анықталады.

Кесте 2

Қышқыл-негіздік титрлеуде қолданатын индикаторлар

Индикатор	Ауысу интервалы	Түсі		Титрлеу көрсеткіші рТ	100 мл титрлеу ерітіндісіне қажетті индикатор мөлшері
		Қышқыл ортада	Негіздік ортада		
Метил қызғылт сары	3,1-4,4	Қызғылт	сары	3,75	0,05% судағы ерітіндісінен 1 тамшы
Метил қызыл	4,4-6,2	Қызыл	Сары	5,3	90%-ті спирттегі 0,2%-ті ерітіндісінен 1 тамшы
Нейтралды қызыл	6,8-8,0	Қызыл	Сары	7,4	0,1%-ті судағы ерітіндісінен 1 тамшы
Лакмус	5,0-8,0	Қызыл	Көк	6,5	0,5%-ті судағы ерітіндісінен 5 тамшы
Фенолфта-лейн	8,0- 10,0	Түссіз	Күлгін	9,0	70%-тік спирттегі 0,05%-ті ерітіндісінен 1-2 тамшы

№2 ЛАБОРАТОРИЯЛЫҚ ЖҰМЫС

Ацидиметрия әдісі. Хлорсутек қышқылының титрленген ерітіндісін дайындау, стандарттау.

Қышқыл-негізді титрлеу әдісі бойынша дәл өлшенген бөліктен даярлауға болатын хлорсутек қышқылының ерітіндісімен жұмыс жүргізеді, яғни мұнда дайындалған титрлі ерітінділер пайдаланады. Бірақ бұл жағдайда ерітінділерді алу әдістемесі күрделі, сондықтан тәжірибеде титрі бастапқы стандартты заттар ерітінділерімен анықталатын НСІ жұмысшы ерітінділері қолданады.

Қышқылдардың титрін анықтау үшін стандартты заттар ретінде натрий тетраборатын $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ (бура), сусыз натрий карбонатын Na_2CO_3 (сода), сынап тотығын, калий иодатын KIO_3 қолданады.

Өте ыңғайлысы - натрий тетрабораты, өйткені 60°C градуста қайта тұндырып және ауада кептіріп, $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ формуласына дәл сәйкес, химиялық таза түрінде оңай алуға болады.

Натрий тетрабораты бастапқы заттарға қойылатын басқа да талаптарға сай: бұл заттың құрамы құрғақ және ерітінді күйінде тұрақты және эквивалентінің молярлық массасы үлкен (190,7 г).

Жұмыстың негізгі этаптары

- 2.1. Хлорсутек қышқылының ерітіндісін дайындау.
- 2.2. Натрий тетраборатының стандартты ерітіндісін дайындау.
- 2.3. Дайындалған хлорсутек қышқылының ерітіндісін натрий тетраборатымен стандарттау.

Қажетті реактивтер мен ыдыстар : HCl концентрлі;
 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ қайта кристалданған тұз;
1%-тік метилоранж ерітіндісі;
ареометр;
титрлеу қондырғылары: штативке бекітілген бюретка, пипетка, өлшеуіш колба (100 мл, 250мл); титрлеу колбалары: 250мл немесе 300мл (3 дана); стакандар.

2.1 Хлорсутек қышқылының ерітіндісін дайындау

Хлорсутек қышқылының концентрациясы $C(\text{HCl})=0,1$ моль/л, көлемі $V(\text{HCl})=1000 \text{ см}^3$ ерітіндісін оның концентрлі ерітіндісінен сұйылту арқылы дайындайды. Ерітінді дайындауға қажетті хлорлы сутек массасы 3,65 г HCl (өйткені $M(\text{HCl})= 36,46$ г). Ареометр арқылы концентрлі хлорсутек қышқылының тығыздығы өлшенеді ($d=1,19 \text{ г/см}^3$). Анықталған тығыздыққа сәйкес келетін қышқылдың концентрациясы күшті қышқылдар ерітінділерінің тығыздығы кестесінен (қосымша 2) анықталады (38%).

Ерітінді даярлауға қажетті көлемі төмендегідей формуламен есептеледі.

$$\begin{aligned} V_{\text{алд.}}(\text{HCl}) &= M(\text{HCl}) \cdot C(\text{HCl}) / W_{\text{алд.}}(\text{HCl}) \cdot \rho \cdot 100\% = \\ &= 36,46 \cdot 0,1 / 38 \cdot 1,19 \cdot 100\% = 8,06 \text{ мл} = 8,1 \text{ мл} \end{aligned}$$

$$\begin{array}{rclcl} 100\text{г ерітіндіде} & -- & 38 \text{ г HCl} & & \\ x & -- & 3,65 \text{ г} & & x = 9,6 \text{ г} \end{array}$$

массадан көлемге өту: $V=m/d= 9,6/1,19 = 8,1$ (мл)

Концентрлі HCl-дың есептелген көлемі (8-9 мл) кішкене мензуркамен алынып, дистилденген сумен 1 л дейін сұйытылады, араластырылады. Дайындалған ерітіндінің концентрациясы жуық шама, ыдыстың сыртына ерітіндінің аты, концентрациясы көрсетілген этикетка жапсырылады.

2.2 Натрий тетраборатының стандартты ерітіндісін дайындау

Концентрациясы $C(1/2 \text{ Na}_2\text{B}_4\text{O}_7) = 0,1$ моль/л, көлемі $V(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7) = 250$ мл дайындау үшін натрий тетраборатының дәл өлшенген бөлігін мына формуламен есептейді:

$$m_{\text{н.т.}} = C(1/2\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7) \cdot V(1/2\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7) \cdot M(1/2\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) / 1000$$

Хлорсутек қышқылының (HCl) 1 молімен натрий тетраборатының 0,5 молі әрекеттесетіндіктен эквиваленттік факторы $f_{\text{экв(т.б.)}} = 1/2$, сонда натрий тетраборатының эквивалентінің молярлық массасы $381,2/2 = 190,7$ г тең болады.



Техникалық таразыда есептелген (4-5г) натрий тетраборатын өлшеп алады, сосын дәл өлшенген бюкске салып, аналитикалық таразыда өлшейді, екі өлшемнің айырмашылығынан тетрабораттың дәл массасын табады. Бюкстан ұнтақты құрғақ құйғыш арқылы өлшеуіш колбаға ауыстырады, ыстық сумен бюкстен және құйғыштан колбаға натрий тетраборатының қалдықтарын жақсылап шайып құяды. Колбаның 2/3 көлеміне дейін – ыстық су қосып, араластыра отырып натрий тетраборатын ерітеді. Содан соң ерітіндіні бөлме температурасына дейін суытып, белгіге дейін дистилденген су қосады. Ерітіндінің титрін, концентрациясын есептеп, нәтижесін кестеге енгізеді.

Кесте 2.2

$\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ стандартты ерітіндісін дайындау нәтижелері

М ₁ - бюкс массасы , г	m _б - бюкс+д.ө. б. массасы, г	m _{д.ө.б.} -дәл өлшенген бөлік массасы, г	V _{ө.к.} - өлшеуіш колба көлемі, мл	T _{т.б.} , г/мл	C(1/2Na ₂ B ₄ O ₇), моль/л
--	--	--	---	-----------------------------	---

15.1785	19.7892	4.6107	250,00	0.0184 4	0.09656

Дайындалған ерітіндінің титрін табу үшін дәл өлшенген бөліктің массасын ерітіндінің көлеміне (250,00 мл) бөледі.

$$T = m / V = 4,6107 / 250 = 0,01840 \text{ г/мл}$$

Титрден эквиваленттің молярлі концентрациясына өту үшін, оны 1000-ға көбейтеді және эквивалентінің молярлық массасына бөледі:

$$C(1/2Na_2B_4O_7) = T \cdot 1000 / M(1/2Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O)$$

2.3 Дайындалған хлорсутек қышқылының ерітіндісін натрий тетраборатымен стандарттау

Бюретканы жақсылап жуады, соңынан 2 рет дайындалған HCl-дың аз мөлшерімен шаяды. Сосын бюреткаға толтырып HCl ерітіндісін құяды, астына колба немесе стакан қойып, қысқышты ашып бюретканың ұшындағы шыны трубкасын ауа қалдырмай толтырады. Одан кейін бюреткадағы ерітінді деңгейін нольге келтіреді.

Үш таза титрлеу колбасына пипеткамен 10,00 мл (немесе 20,00 мм, 25,00 мм) дайындалған натрий тетраборатының ерітіндісін құяды, 1-2 тамшы метилоранж индикаторын қосады. Титрлеуді бір тамшы хлорсутек қышқылынан ерітіндінің түсі сарыдан ашық қызғылт түске өзгергенге дейін жүргізеді. Көрсеткіштерді кестеге енгізеді.

Кесте 2.3

HCl ерітіндісін натрий тетраборатымен стандарттау

N	V, мл Na ₂ B ₄ O ₇	C(1/2Na ₂ B ₄ O ₇) моль/л	V(HCl), см ³	C(HCl), моль/л	T _{HCl} , г/см ³
1	20.00	0.09642	20.05	0.09652	0.003523
2	20.00		20.00		
3	20.00		19.95		
ор	20.00		19.90		

Концентрацияны эквиваленттер заңының формуласымен есептейді:

$$C(\text{HCl}) = C(1/2 \text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7) \cdot V(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7) / V(\text{HCl}), \text{ моль/л}$$

Титрді:

$$T(\text{HCl}) = C(\text{HCl}) \cdot M(\text{HCl}) / 1000, \text{ г/см}^3$$

Кесте толтырылып, қорытынды жасалып, жұмыс қорғалады. Стандартталған HCl ерітіндісі келесі сабаққа дейін сақталады.

№2 Лабораториялық жұмыстардың бақылау сұрақтары

1. Титриметриялық анализ негізі.
2. Титриметриялық анализдің есептеулері қай заңға негізделген?
3. Нейтралдау әдістерінің негізі.
4. Стандартты ерітіндіні қалай дайындайды?
5. Көлемдік анализдің реакцияларына қойылатын талаптар.
6. Көлемдік анализ әдістерінің классификациясы.
7. Өлшеуіш ыдыстың сыйымдылығын анықтау.
8. Бастапқы заттарға қойылатын талаптар.
9. Хлорсутек қышқылын дайындау, стандарттау.
10. Ерітінді концентрацияларын белгілеу тәсілдері.
11. Эквиваленттік фактор.
12. Заттың эквивалентінің молярлы массасын есептеу.
13. Ерітіндінің процентті концентрациясы.
14. Ерітіндінің эквивалентінің молярлы концентрациясы.

№ 3 ЛАБОРАТОРИЯЛЫҚ ЖҰМЫС

Концентрациясы белгісіз ерітіндідегі сілті мөлшерін ацидиметрия әдісімен анықтау

Анықтау әдістемесі

3.1. Жұмысшы ерітіндісі-титрант ретінде стандартталған тұз қышқылының ерітіндісі қолданады. Ол бюреткаға орналастырылады.

3.2. Сілтінің зерттеуге қажет мөлшері студенттерге өлшеуіш колбада беріледі. Студент өлшеуіш колбаны белгісіне дейін дистилденген сумен толтырады.

3.3. Дайындалған ерітіндінің аликвотасын пипеткамен (10,00 мл) 3 титрлеу колбасына орналастырады, 1-2 тамшы метилоранж индикаторын қосады.

3.4. Титрлеуді (1 куәгер қатысында) араластыра отырып жүргізеді, тұз қышқылының ерітіндісін бюреткадан тамшылатып,

индикатордың түсі өзгергенше қосады (қызғылт түс). Титрлеуді 3 рет қайталап, нәтижелерін кестеге енгізеді.

(Куәгер: титрлеу колбасындағы дистилденген судың мөлшері сұйықтың көлеміне тең).

Кесте 3.1

Сілті құрамын анықтайтын көрсеткіштер

N	V(NaOH) , мл(ө.к.)	V(HCl), мл	C(HCl) , моль/л	T _{HCl/NaOH} , г/мл	m(NaOH), г	n(NaOH) , моль
1						
2						
3						
Орта						

Титрлеудің орта мәнін алып, үлгідегі сілті құрамын есептейді. Тұз қышқылының концентрациясын біле отырып, оның NaOH бойынша (T_{HCl/NaOH}) титрін есептеуге болады.

$$T_{\text{HCl/NaOH}} = C(\text{HCl}) \cdot M(\text{NaOH}) / 1000, \text{ г/мл}$$

Сілті массасын мына формуламен есептейді:

$$m(\text{NaOH}) = (T_{\text{HCl/NaOH}} \cdot V(\text{HCl})) \cdot V_{\text{өк}} / V(\text{NaOH})_{\text{пип}}, \text{ г}$$

сілті мөлшері

$$n(\text{NaOH}) = m(\text{NaOH}) / M(\text{NaOH}), \text{ моль}$$

№3 Лабораториялық жұмыстардың бақылау сұрақтары

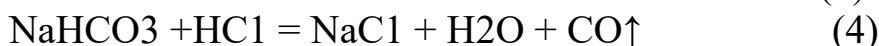
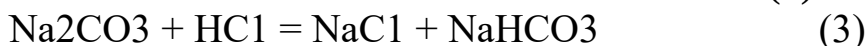
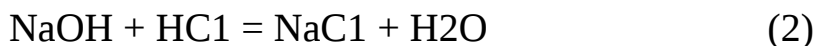
1. Қышқыл-негізді титрлеудің индикаторлары, олардың рТ (титрлеу көрсеткіші).
1. Тұз қышқылының жұмысшы ерітіндісін дайындау.
2. Ацидиметрия әдісінің теориялық негізі.
3. Күшті қышқылды күшті негізбен (HCl және NaOH) титрлеу қисығын есептеп, тұрғызу.
5. Алкалиметрия әдісінің теориялық негізі.
6. Қоспада бірге жүрген NaOH пен Na₂CO₃ мөлшерін анықтау, неге екі индикатор қолданатынын негіздеңіздер.
7. Na₂CO₃-тің 0,300 г 250 мл өлшеуіш колбада ерітілген. Осы ерітіндісінің 25 мл-ін титрлеуге 0,1Н HCl ерітіндісінен 21,25 мл жұмсалды. HCl ерітіндісінің Na₂CO₃ бойынша титрін, соданың эквивалентінің молярлы концентрациясын, массасын, массалық үлесін анықтаңыз.

№ 4 ЛАБОРАТОРИЯЛЫҚ ЖҰМЫС

Қоспада NaOH және Na₂CO₃ бірге жүрген мөлшерін анықтау

Тәжірибе жүзінде сілті құрамында ауадан сіңірген көмірқышқыл газынан карбонат кездеседі. Соның әсерінен улы натр ерітіндісі NaOH және Na₂CO₃ қосындысына айналады. Кейбір жағдайларда NaOH пен Na₂CO₃-тің ерітіндідегі құрамын білу қажет. Оны анықтау 2 тәсілмен орындалады. Екеуінің біреуі Na₂CO₃-ті титрлеу қисығындағы екі эквиваленттік нүктесін байқауға негізделген, екіншісі NaOH-ты CO₃²⁻ иондарының Ba²⁺ иондарымен тұнуынан кейін анықтайды.

Бірінші әдіс бойынша ерітіндіні қышқылмен және фенолфталеинмен, кейін метилоранжбен титрлейді. Сонда келесі реакциялар жүреді



Фенолфталеинмен титрлегенде қышқыл NaOH нейтрализациялауына және Na₂CO₃ -ің теңдеу (3) бойынша өзгеруіне шығындалады. Метилоранжбен титрлеу кезінде қышқыл NaHCO₃ің теңдеу бойынша нейтрализациялануына ғана шығындалады. Na₂CO₃ің NaHCO₃-ке теңдеу (3) бойынша өзгеруі және NaHCO₃-ң (4) теңдеу бойынша нейтрализациялауға кеткен қышқыл шығыны бірдей болуы керек. Сондықтан NaOH нейтрализациясына жұмсалған қышқыл алынып тасталады. Осыдан NaOH шығыны есептеледі. Метилоранжбен титрлеу кезінде шығындалған қышқыл көлемі 2 еселеп, Na₂CO₃ пен реакцияға жұмсалған көлемі табылады.

Сараптама барысы Талдаудың нәтижесін есептеу. Мысалға натрий гидроксидінің 1,0319 г натрий көмірқышқыл қоспасымен және 250 мл өлшеуіш колбаға суды араластырады. Шамамен 0,1 н. ерітінді алынады. 25 мл ерітіндіні титрлеуге 0,1 н. HCl шығындалады, 23,9 мл фенолфталеин қатысымен, 0,9 мл метилоранж қатысымен, яғни NaOH титрлеуге шығындалды 23,9 – 0,9=23 мл HCl

Na₂CO₃ титрлеуге шығындалады

$$0,9 \cdot 2 = 1,8 \text{ мл HCl}$$

Осындай жолмен есептеу арқылы, натрий карбонатын және натрий гидроксидін титрлеуге жұмсалған тұз қышқылы көлемі анықталады. Шығынын оңай есептеуге және үлгідегі пайыздық шығымын да есептеуге болады. Тұз қышқылының титрі натрий карбонаты және натрий гидроксиді бойынша жеке есептеледі.

$$\text{THCl/Na}_2\text{CO}_3 = 53 \cdot 0,1/1000 = 0,005300 \text{ г/мл}$$

$$\text{THCl/NaOH} = 40 \cdot 0,1/1000 = 0,004000 \text{ г/мл}$$

Бұл жағдайда 25 мл ерітіндіден анықтауға болады
 $0,005300 \cdot 1,8 = 0,009540$ гр натрий карбонаты
 $0,004000 \cdot 2,3 = 0,09200$ гр натрий гидроксиді
 Әрі қарай 1,0319 гр талданған үлгідегі, яғни 25 мл ерітінді құрайды.
 $(0,00954 \cdot 250)/25 = 0,0954$ гр Na_2CO_3 $0,092 \cdot 250/25 = 0,9200$ NaOH
 $0,0954 \cdot 100/1,0319 = 9,13$ Na_2CO_3
 $0,9200 \cdot 100/1,0319 = 18,1$ NaOH

Көрсетілген әдіс нақты жеткіліксіз, бірақ та оны зауыт лабораториясында жиі қолданады. 2-ші әдіс оған қарағанда біршама қиын, бірақ нақты нәтижесін береді. Бастапқыда 1 порция натрий көмір қышқылы бар сілті қоспасымен және 0,1 н натрий карбонаты тұзды қышқыл ерітіндісімен метилоранж қатысында натрий гидроксидінің жалпы құрамын анықтайды. Сосын басқа порцияға барий хлораты ерітіндісінің біршама мөлшерін құяды, сонымен қатар келесі теңдеу бойынша толығымен тұндырады



Натрий гидроксиді ерітіндісінде қалғанын, түссізденгенше фенолфталин қатысында қышқылмен титрлейді. Қышқылдың көлеміне қарап, титрлеуге кеткен натрий гидроксиді мөлшерін есептейді. 1-2 жағдайда қышқылдың көлеміне кетірген натрий карбонаты титрлеуге шығындалған қышқыл санының арасындағы айырмашылық сәйкес келеді. Осыдан іздеп отырған заттың құрамындағы натрий карбонаты санын анықтайды. Сонымен қатар, қарастырылған тәжірибедегі, іздеген заттың 250 мл 0,1 н. ерітіндісін дайындайды. 25 мл дайындалған ерітіндіге 1-2 тамшы метилоранж қосады және ашық қызғылт түс пайда болады. Тұзды қышқылмен титрлейді. 3 рет титрлегенде 25,6 мл 0,1 н тұз қышқылы ерітіндісі шығындалады. Талданатын заттың осындай тағы бір көлемін алады, оған фенолфталиннің 1-2 тамшысын және 10 мл 1 н. барий хлориді ерітіндісін қосады. Сүзбей, өшкін қызыл сұйықтықты тұз қышқылымен түссізденгенше ақырындап титрлейді. Шамамен орта есеппен 24 мл 0,1 н тұз қышқылы шығындалады.

Бақылау сұрақтары мен тапсырмалары 1) Көлемді сараптамаларда қолданылатын реакцияларға қойылатын талаптар. 2) Заттың грамм-эквиваленті дегеніміз не және ол нейтралдау

АЛКАЛИМЕТРИЯЛЫҚ ТИТРЛЕУ

Жұмысшы ерітінді ретінде титрленген сілті ерітіндісі алынады. Бұл әдіспен қышқылдардың, қышқыл қоспаларының, қышқыл тұздардың, қышқылдық оксидтердің сандық мөлшері бейтараптау реакциясы негізінде анықталады.

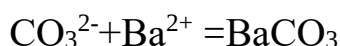
№4 ЛАБОРАТОРИЯЛЫҚ ЖҰМЫС

Натрий гидроксидінің титрленген ерітіндісін дайындау, стандарттау.

А. Натрий гидроксидінің жұмысшы ерітіндісін дайындау

Ерітінділердегі әр түрлі қышқылдардың мөлшерін анықтауға мүмкіндік алу үшін, сілтінің (мысалы NaOH) тирленген ерітіндісін дайындайды. Күйдіргіш натрдың құрамында әрқашанда Na_2CO_3 болады, өйткені ол ауадан CO_2 -ні сіңіреді.

Сондықтан дайындалған NaOH ерітіндісіндегі карбонат-ионды BaCl_2 ерітіндісімен тұнбаға түсіреді:



Жұмыстың негізгі этаптары

- 4.1 Натрий гидроксидінің ерітіндісін дайындау.
- 4.2 Қымыздық қышқылының стандартты ерітіндісін дайындау.
- 4.3 Дайындалған NaOH ерітіндісін қымыздық қышқылының ерітіндісімен стандарттау.

Қажетті реактивтер мен ыдыстар :
индикаторлар: м/о 1%-тік ерітіндісі,
ф/ф 0.1%-тік ерітіндісі, бюкс,
титрлеу қондырғылары: штативке бекітілген
бюретка, пипетка, өлшеуіш колба (100 мл,
250мл); титрлеу колбалары: 250мл немесе
300мл (3 дана); стакандар (2 дана).

4.1 NaOH ерітіндісін дайындау

NaOH ерітіндісін дайындау үшін қысқышпен NaOH түйіршіктерін стаканға немесе шыныға салып тез арада техникалық таразыда өлшеу керек. Концентрациясы $C(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/л ерітіндісінен 1л дайындау үшін 4г NaOH алу керек. Бірақ құрамында сода болғандықтан, көбірек (4.5г) алынады. Өлшеуден кейін NaOH-ты 1л ыдыста 100 мл дистилденген суда ерітіп алып, сонсоң деңгейіне дейін толтырады. Дайын ерітіндіге бірнеше мл BaCl_2 ерітіндісін қосады. NaOH-тың құрамында 3-5% Na_2CO_3 бар, сондықтан CO_3^{2-} ионын толық тұндыру үшін BaCl_2 мөлшерін есептеп, 5% артық алады, тұнба жақсылап тұныққаннан кейін, тұндыру толықтығын тексереді. Тұнбаның үстіндегі сұйықты басқа ыдысқа құйып алады.

4.2 Қымыздық қышқылының стандартты ерітіндісін дайындау

Қышқылдың құрамы $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ формуласына дәл сәйкес келеді. Қышқыл екі негіздік, фэкв $(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})=1/2$, $M(1/2\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})=63$ г/моль.

Концентрациясы $C(1/2\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4)=0.1$ моль/л ерітіндісінен 250 мл дайындау үшін қажетті қышқыл мөлшерін мына формуламен есептейді:

$$m(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = C(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) \cdot V(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) \cdot M(1/2 \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) / 1000 = \\ = 0,1 \cdot 250 \cdot 63 / 1000 = 1,575 \text{ г.}$$

Аналитикалық таразымен дәл өлшенген бөлігін алып, 250 мл өлшеуіш колбада дистилденген сумен ерітеді. Дайындалған ерітіндіні жақсылап араластырып, алынған ерітіндінің титрі мен эквивалентінің молярлы концентрациясын есептейді.

$$T = m/V ;$$

$$C(1/2\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) = T \cdot 1000 / M(1/2\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$$

Нәтижесін кестеге енгізеді.

Кесте 5.2

Қымыздық қышқылының стандартты ерітіндісін дайындау

$M(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}),$ г	$V_{\text{ө,к}},$ мл	$T(1/2 \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4),$ г/мл	$C(1/2 \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4),$ моль/л

Б. 4.3 Дайындалған NaOH ерітіндісін қымыздық қышқылымен стандарттау

Қымыздық қышқылдың стандартты ерітіндісінің аликвотты бөлігін үш титрлеу колбасына алады, үстінен 4-5 тамшы фенолфталеин ерітіндісін қосып, NaOH ерітіндісімен титрлейді. Титрлеу кезіндегі ерітіндіде пайда болатын қызғылт түс араластыруда тез жойылып кетеді. Қышқылдың бәрі титрленіп болғанда, қызғылт түс тұрақталады, бірақ ол да жойылады, өйткені ерітінді ауадағы CO_2 сіңіріп алады. Титрлеуді NaOH-тың тек соңғы тамшысынан ерітіндідегі түс 30 с сақталған жағдайда ғана доғарады. Бірінші титрлеу жуық шамамен жүргізіледі (дәлдігі 1мл дейін), одан кейін ерітіндіні 3 рет ± 0.01 дәлдікпен титрлейді. Алынған көрсеткіштерден орташа мәні алынады. Титрлеуге жұмсалған NaOH ерітіндісінің көлемі мен қымыздық қышқылының белгілі концентрациясы, алынған дәл көлемі арқылы NaOH ерітіндісінің концентрациясы есептеледі.

$$C(\text{NaOH}) = C(1/2 \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) \cdot V(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) / V(\text{NaOH})$$

Кесте 5.3

NaOH ерітіндісін стандарттау

N	V _{пип} , мл	V(NaOH),	C(1/2H ₂ C ₂ O ₄), моль/л	C(NaOH), моль/л	T(NaOH), г/мл	T _{HCl/NaOH} , г/мл
1						
2						
3						
орта						

$$T_{\text{HCl/NaOH}} = C(\text{NaOH}) \cdot M(\text{HCl}) / 1000 ;$$

$$K = C(\text{NaOH})_{\text{тәжр.}} / C(\text{NaOH})_{\text{теор.}}$$

№5 ЛАБОРАТОРИЯЛЫҚ ЖҰМЫС

Алкалиметрия әдісімен концентрациясы белгісіз ерітіндідегі қышқылдың мөлшерін анықтау

0.1 н NaOH және HCl ерітінділерін титрлеу барысында тұрғызылған титрлеу қисықтарында секірме мәні 6 бірлікті құрайды (рН-тың 4-10 мәндерінің аралығында). Сондықтан титрлеудің соңғы нүктесін өзінің түсін рН-тың 4-10 аралығында өзгертетін кез-келген рН – индикаторлары көмегімен анықтауға болады.

Жұмыстың негізгі этаптары

5.1 Анализденетін қоспаның аликвотты бөлігін алу.

5.2 Титрлеу.

5.3 Есептеу.

Қажетті реактивтер мен ыдыстар: NaOH титрленген ерітіндісі,

Индикаторлар- м/о , ф/ф,

титрлеу қондырғылары: штативке бекітілген бюретка, пипетка, өлшеуіш колба (100 мл, 250мл); титрлеу колбалары: 250мл немесе 300мл (3 дана); стакандар (2 дана).

5.1 Анализденетін қоспаның аликвотты бөлігін алу.

Анализденетін хлорлы сутек қышқылының ерітіндісі 100 мл өлшеуіш колбада алынады, белгісіне дейін дистилденген сумен толтырылады. Араластырылады, титрлеу колбаларына пипетка көмегімен 10 мл-ден алынады.

5.2 Титрлеу.

Анализденетін тұз қышқылы ерітіндісінің аликвотты бөлігіне 1-2 тамшы индикатор қосады (егер м/о қолданса, титрлеуді күәгерлер қатысында жүргізеді). Бюреткадан NaOH ерітіндісін тамшылатып араластыра отырып, индикатордың түсі өзгергенше титрлейді. Титрлеуді 3 рет қайталап, нәтижесін кестеге енгізеді.

5.3 Есептеу.

Анализденетін ерітіндідегі қышқыл мөлшерін анықтау үшін төмендегідей формулаларды қолданады.

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

$$m(\text{HCl}) = C(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH}) \cdot M(\text{HCl}) \cdot V_{\text{өк}} / 1000 \cdot V_{\text{пип.}}$$

$$K = C(\text{прак}) / C(\text{теор})$$

Кесте 5.2

Тұз қышқылын натрий гидроксиді ерітіндісімен
титрлеу нәтижелері

N Аликв от	V _{пип} HCl , мл	V ө.к. (NaOH) мл	V _{орт} (NaOH), моль/л	C(NaOH) , моль/л	m (HCl), г	K түзету
1						
2						
3						
орта						

Бақылау сұрақтары

1. Әлсіз қышқылды күшті негізбен титрлеу қисығын есептеп тұрғызу.
2. Тура титрлеу мәні неде?
3. Титрлеу индикаторын таңдау.
4. Титрленген ерітінді дайындау.
5. Стандартты ерітінді дайындау.
6. Сірке қышқылының концентрациясы $C(\text{CH}_3\text{COOH}) = 0,1$ моль/л тең ерітіндісі натрий гидроксидімен 99%-ке титрленген (көлемін есепке алмаймыз). Ерітіндінің рН табыңыздар.
7. Түзету коэффициенті дегеніміз не?
8. HNO_3 ерітіндісінің нормалды концентрациясы неге тең ,егер оның 20 мл-ін титрлеуге 15 мл 0,12 н NaOH ерітіндісі жұмсалған болса.
9. Заттың титрі деген не ?
10. NaOH титрін анықтау үшін титрант ретінде 0,1 М HCl ерітіндісі алынған. Осы ерітіндінің 10 мл титрлеуге 10,55 мл NaOH ерітіндісі жұмсалған. Натрий гидроксидінің күкірт қышқылы бойынша титрін

есептеңіздер.

Жауабы- 0,004645 г/мл.

11. 1 литр ерітіндідегі натрий гидроксидінің массасы неге тең , егер осы

ерітіндінің 20мл титрлеуге концентрациясы $C(H_2SO_4=0,05 \text{ моль/л})$

22,4 мл күкірт қышқылы жұмсалған болса.

Жауабы- 4,48 г.

12. Бастапқы заттарға қойылатын талаптар.

13. Тура титрлеу тәсілі.

14. 30 % күкірт қышқылының эквивалентінің молярлы концентрациясы неге тең, егер $d=1,22 \text{ г/мл}$, $f=1/2$ болса?

Тотығу –тотықсыздану титрлеу әдістері

Тотығу - тотықсыздану титриметриялық әдістерінің негізіне құрамындағы элементтерінің тотығу дәрежесі өзгере жүретін заттардың әрекеттесуі жатады. Реакция жүруінің қажетті шарты потенциалдар айырмашылығы мен әрекеттесуші жұптардың пайда болуы.

$$\lg K = (E_1^0 - E_2^0)n / 0,059$$

мұнда, K – тотығу-тотықсыздану реакциясының тепе-тендік константасы,

E_1^0 және E_2^0 - әрекеттесуші жұптардың стандартты потенциалдары, n -электрондар саны.

Титрлеу барысында жүйенің потенциалы алдымен жай, ал эквиваленттілікке жақын маңда күрт секіріп өзгереді.

Эквиваленттік нүктеде потенциал мәні:

$$E = a E_1^0 - b E_2^0 / a + b ,$$

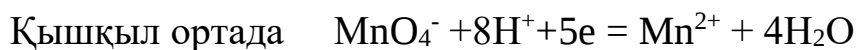
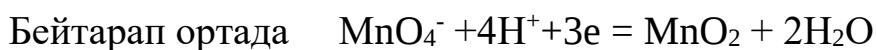
мұнда, a және b – тотықтырғыш және тотықсыздандырғыш алдындағы стехиометриялық коэффициенттері.

Эквиваленттілік моменті жүйенің потенциалының белгілі бір мәнінде тотығып, түсін өзгертетін редокс-индикатор көмегімен немесе титрантпен (кей жағдайда анықталатын затпен) түсті қосылыс беретін арнайы индикатор қатысында анықталады. Кейбір жағдайларға индикатор болып түсті титрант ерітіндісінің артық тамшысы алынады.

Қолданатын титрантқа байланысты тотығу-тотықсыздану титрлеуінің бірнеше түрін айырады: дихроматометриялық ($K_2Cr_2O_7$), перманганатометриялық ($KMnO_4$), броматометриялық ($KBrO_3$), иодометриялық (I_2 , $Na_2S_2O_3$) әдістер.

Перманганатометрия әдісінің негізі

Бұл әдісте жұмысшы ерітіндісі - титрант ретінде калий перманганатының ерітіндісі қолданады. Калий перманганаты күшті тотықтырғыш. Реакция жүруінің әр түрлі жағдайына байланысты перманганат 1 электроннан 5 электронға дейін қабылдай алады:



Соңғы реакцияның сандық анализде маңызы жоғары. Реакцияда $KMnO_4$ эквиваленттік факторы $f_{\text{экв}}(KMnO_4) = 1/5$

$KMnO_4$ - тің қышқыл ортада эквивалентінің молярлы массасы оның молекулалық массасының $1/5$ -іне тең болады.

Титрлеу тотықсыздандырғыш қасиеті бар анықталатын зат ерітіндісіне қышқыл ортада калий перманганаты ерітіндісін тамшылатып қосу арқылы жүргізіледі. MnO_4^- ионы бар ерітінді күлгін түсті, ал Mn^{2+} ионынан ғана тұратын ерітінді түссіз болады.

Колбадағы ерітіндіде анықталатын тотықсыздандырғыш тотықтырғышпен ($KMnO_4$) толық әрекеттесіп біткенде, калий перманганатының келесі тамшысы титрлеу ерітіндісін қызғылт түске бояйды. Қызғылт түстің пайда болуы титрлеудің эквивалент нүктесіне жеткенін көрсетеді.

Перманганатометрия әдісімен тотықсыздандырғыштармен қатар тотықтырғыштарды да анықтауға болады. Тотықсыздандырғыштар тура титрлеу тәсілімен, ал тотықтырғыштар кері титрлеу тәсілімен анықталады. Кері титрлеу тәсілінде анықталатын тотықтырғыш ерітіндісіне концентрациясы белгілі тотықсыздандырғыштың дәл өлшенген көлемін қосады. Анықталатын иондар тотықсыздандырғышпен әрекеттеседі, тотықсыздандырғыштың реакцияға түспеген артық мөлшері калий перманганаты ерітіндісімен титрленеді.

№6 ЛАБОРАТОРИЯЛҚ ЖҰМЫС
Калий перманганаты ерітіндісін дайындау,
титрін тұрғызу.

Жұмыстың негізгі этаптары

- 6.1 Концентрациясы $C(1/5 \text{ KMnO}_4)=0,02$ моль/л, көлемі $V(\text{KMnO}_4)=1000 \text{ см}^3$ болатын калий перманганаты ерітіндісін дайындау.
- 6.2 Концентрациясы $C(1/2 \text{ H}_2\text{C}_2\text{O}_4)=0,02$ моль/л, көлемі $V(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4)=100 \text{ см}^3$ болатын қымыздық қышқылының стандартты ерітіндісін дайындау.
- 6.3 Калий перманганаты ерітіндісін қымыздық қышқылы ерітіндісімен титрлеп, концентрациясын дәл анықтау (стандарттау).
- 6.4. Мор тұзы құрамындағы темір (II) мөлшерін анықтау.

Қажетті реактивтер:

1. Калий перманганаты KMnO_4 , кристалды, х.т.
2. Қымыздық қышқылы $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, кристалды, х.т.
3. Мор тұзы, х.т.
4. 10 % күкірт қышқылы.
5. Күкірт қышқылы $C(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=2$ моль/л.

Титрлеу қондырғысы: штативке бекітілген бюретка, пипетка (10,00 мл), өлшеуіш колба (100 мл, 250мл); титрлеу колбалары: 250мл немесе 300мл (Здана); стакандар (2 дана).

6.1 KMnO_4 ерітіндісін дайындау

Калий перманганатының дәл өлшенген бөлігінен титрлі ерітінді дайындауға болмайды. KMnO_4 құрамында MnO_2 және т.б. перманганат тотықтырған өнімдер болуы мүмкін. Сонымен қатар дистилденген су құрамында тотықсызданатын қоспалар болуы мүмкін. Сондықтан KMnO_4 концентрациясын жуықтап дайындаған ерітіндісін 7 тәулік қарағы жерде ұстайды. Ерітінді түзілген MnO_2 тұнбасынан шыны фильтр арқылы сүзіліп, күңгірт қара ыдыста 1 л дейін сұйылтылады.

Алдымен қажетті массасы есептеледі:

$$m(\text{KMnO}_4) = C(1/5 \text{ KMnO}_4) \cdot V(\text{KMnO}_4) \cdot M(1/5 \text{ KMnO}_4) / 1000 = \\ = 0,02 \cdot 1000 \cdot 31,6 / 1000 = 0,632 \text{ г}$$

KMnO_4 –ның массасы 0,7 г шамасы техникалық таразыда өлшеп алынып, дистилденген ыстық суда ерітіледі. Еріген соң сұйық көлемі 500 мл-ге жеткізіліп, қараңғы жерде 5-7 күнге қалдырылады. Белгілі уақыт өткен соң (келесі сабақта) шыны сүзгіден өткізіліп, ерітінді көлемі 1000 мл-ге дейін сұйылтылады.

6.2. Қымыздық қышқылы ерітіндісін дайындау

Шамамен дайындалған калий перманганатының концентрациясына $C(1/5\text{KMnO}_4)=0,02$ моль/л сәйкес қымыздық қышқылының ($C(1/2 \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4)=0,02$ моль/л) ерітіндісі дайындалады. Алдымен қажетті массасы есептеледі:

$$m(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) = C(1/2 \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) \cdot V(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) \cdot M(1/2 \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) / 1000 = \\ = 0,02 \cdot 100 \cdot 63 / 1000 = 0,126 \text{ г.}$$

$$\text{мұнда, } C(1/2\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4)=0,02 \text{ моль/л}$$

$$V(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4)=100 \text{ см}^3$$

$$M(1/2\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})=126 \text{ г/моль}$$

$$f_{\text{экв}}(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})=1/2$$

$$M(1/2 \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})=126/2=63 \text{ г.}$$

Есептелінген қымыздық қышқылының массасы аналитикалық таразыда дәл өлшенеді. Мысалы, $m(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4)=0,1265\text{г}$ массасы (дәл өлшенген бөлік) көлемі 100 см^3 болатын өлшеуіш колбаға түгел салынып, дистилденген ыстық судан 25-30 мл қосылып, ерітіледі. Толық еріген соң, колбаның белгісіне дейін дистилденген су құйылады. Дайын болған ерітінді концентрациясы есептеледі.

$$T=m/V= 0,1265 \text{ г}/100\text{см}^3=0.001265 \text{ см}^3$$

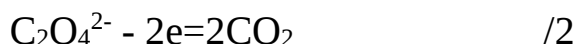
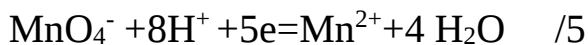
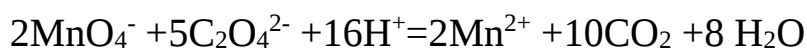
$$C(1/2\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) = T \cdot 1000/M(1/2\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0.001265 \cdot 1000/63 = \\ = 0,02008 \text{ моль/л}$$

Кесте 7.1

$M(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}),$ г	$V(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4)$, см^3	$T=m/V,$ г/ см^3	$C(1/2\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4),$ моль/л
0,1265	100,00	0,001265	0,002008

6.3 Калий перманганаты ерітіндісін қымыздық қышқылымен стандарттау

Шамамен дайындалған калий перманганаты ерітіндісінің титрін дәл концентрациялы қымыздық қышқылымен анықтайды. Бұл заттардың бір-бірімен әрекеттесуі мынадай химиялық процеске негізделген:



Калий перманганаты ерітіндісі бюреткаға құйылып, 0 белгісіне дейін ерітіндінің жоғары деңгейімен келтіріледі.

Көлемі 200-250 мл-лік титрлеу колбасына 20-25 см³ концентрациясы $\text{C}(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=2$ моль/л күкірт қышқылы алынып, 85-90⁰ С –дейін қыздырылады. Пипетка көмегімен 10,00 см³ (20см³) қымыздық қышқылының аликвотты дәл мөлшерін қосып, ыстық кезінде титрлейді.

Титрлеу перманганаттың қосылған тамшысының түсі жойылған соң, келесі тамшысын тамызу арқылы жүргізіледі.

Алғашқыда түссізденуі жай болады, титрлеу ерітіндісінде реакция өнімі Mn^{2+} пайда болған соң реакция жылдамдығы жоғарылайды, яғни реакция нәтижесінде түзілген Mn^{2+} катализатор болады. Реакция автокаталитикалық реакцияға жатады.

Ерітіндінің артық қосылған перманганаттың 1 тамшысынан қызғылт түске боялғаны 30 сек уақытта өзгермеген моменті титрлеудің соңы болады. Бюретканың көрсетілген көлем шамасын жазып алып, титрлеуді 3 рет қайталайды. Титрлеуге жұмсалған KMnO_4 -тің орта көлемін есептейді.

Калий перманганатының жұмысшы ерітіндісінің эквивалентінің молярлы концентрациясын есептейді.

Кесте 6.3

Реті	$\text{V}(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4)$, см ³	$\text{C}(1/2\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4)$, моль/л	$\text{V}(\text{KMnO}_4)$, см ³	$\text{C}(1/5\text{KMnO}_4)$, моль/л	$\text{T}(\text{KMnO}_4)$
1	10.00	0.002008	10.05		
2	10.00		10.04	0.002002	
3	10.00		10.04		0.0000632
Орта			10.03		

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

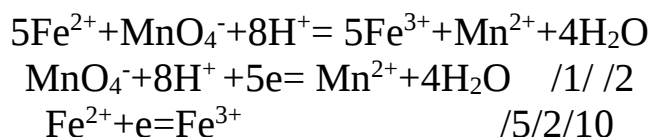
$$T(\text{KMnO}_4) = C(1/5\text{KMnO}_4) \cdot M(1/5\text{KMnO}_4) / 1000$$

$$T(\text{KMnO}_4)/\text{к.с.} = C(1/5\text{KMnO}_4) \cdot M(\text{Fe}) / 1000$$

№6А ЛАБОРАТОРИЯЛҚ ЖҰМЫС

Мор тұзы құрамындағы темір (II) мөлшерін перманганатометрия әдісімен анықтау

Темір (II) мөлшерін анықтау калий перманганатымен темір (III)-ке дейін тотықтыру реакциясына негізделген:



Титрлеу қышқыл ортада жүргізіледі. Эквивалент нүктесінде ерітінді қызғылт түске боялады.

Анализ жүргізу

Мор тұзының майдаланған дәл өлшенген бөлігін аналитикалық таразыда өлшеп алып 100 мл-лік өлшеуіш колбада қайнатылған дистилденген сумен ерітеді. 20 см³ C(1/2H₂SO₄)=2моль/л күкірт қышқылы қосылады, белгісіне дейін дистилденген сумен толтырылып, араластырылады.

Титрлеу колбасына зерттелетін ерітіндінің аликвотты мөлшері 10,00 см³ және концентрациясы 5 см³ C(1/2H₂SO₄)=2 моль/л күкірт қышқылы қосылады. Титрлеу ерітінді қызғылт түске енгенше жалғасады. Титрлеу 3 рет қайталанады.

KMnO₄ – тың титрлеуге кеткен көлемінің орта мәні темір (II) мөлшерін ерітіндіден және құрғақ тұз бөлігінен есептеу үшін пайдаланады.

Кесте 7.4

реті	V _{титр} , см ³	V(KMnO ₄), см ³	C(1/5KMnO ₄), моль/л	m(Мортұзы), г	m(Fe)	ω(Fe), %
1						

2						
3						
орта						

$$m(\text{Fe}) = C(1/5\text{KMnO}_4) \cdot V(\text{KMnO}_4) \cdot M(\text{Fe}) \cdot V_{\text{эк.к.}} / 1000 \cdot V_{\text{тип}}, \text{ г}$$

$$\omega(\text{Fe}) = m(\text{Fe}) \cdot 100 / m_{\text{түз}}, \%$$

Бақылау сұрақтары

1. Редоксиметриялық әдістің негізіне қандай реакциялар жатады?
2. Тотығу-тотықсыздану реакцияларындағы заттың эквивалентін қалай есептейді?
3. Тотығу-тотықсыздану реакцияларына түскен заттардың эквиваленттік факторын есептеу.
4. Тотығу-тотықсыздану әдістерінде титранттар концентрацияларын белгілеу.
5. Тотығу-тотықсыздандыру процестерін сипаттауға не қолданады?
6. ЭДС-ті есептеу үшін қандай формуланы қолданады?
7. Перманганотометрия әдісі қандай реакцияға негізделген?
8. Калий перманганатының ерітіндісінің титрін қымыздық қышқылымен тұрғызу реакциясы теңдеуін жазып, теңестіріңіз және коэффициенттері қосындысын есептеңіз.
9. Концентрациясы $C(1/2 \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 0,05$ моль/л, көлемі 250 мл қымыздық қышқылы ерітіндісін дайындауға қажетті массасын есептеңіз.
10. Массасы 0,075 г $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ титрлеуге концентрациясы $C(1/5 \text{KMnO}_4) = 0,02$ моль/л ерітіндісінен қандай көлем қажет?
11. Концентрациясы $C(1/2 \text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 0,05$ моль/л, көлемі 500 мл натрий оксалаты тұзының ерітіндісін дайындауға қажетті массасын есептеңіз.
12. Концентрациясы $C(1/2 \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 1\text{Н}$ ерітіндісінің титрін, темір бойынша титрін есептеңіз.

ИОДОМЕТРИЯ

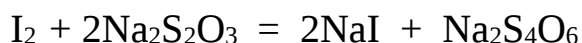
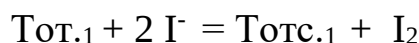
Әдістің негізі

Иодометриялық әдістің негізі мына жартылай реакциямен сипатталады:



$$E^0(\text{I}_3^-/3\text{I}^-) = 0,545 \text{ В}$$

$I_3^-/3I^-$ жұбы екінші реакцияға түсетін жұп потенциалына байланысты, тотықтырғыш немесе тотықсыздандырғыш бола алады. Тотықсыздандырғыштар ($E_0 < 0,545 \text{ В}$) тура әдіспен анықталады, титрант ретінде иод ерітіндісі қолданады. Тотықтырғыштар ($E > 0,545 \text{ В}$) орын алмасу әдісімен анықталады



Бұл реакцияда $S_2O_3^{2-}$ екі ионы 2 электронын беріп тотығады, сондықтан натрий тиосульфаты эквивалентінің молярлық массасы оның молярлық массасына 248,2 г тең. Иод эквивалентінің молярлық массасы оның атомдық массасына тең 126,9 г., өйткені иодтың әр атомы бір электрон қосып алып, I^- -иодид ионына дейін тотықсызданады ($n(I) = n(Na_2S_2O_3)$).

Индикатор ретінде жаңа дайындалған 1%-тік крахмал ерітіндісін қолданады. Иодтың крахмалмен әрекеттесуі екі процесс арқылы жүреді- адсорбция және комплекс тізілу, нәтижесінде көк түсті қосылыс пайда болады.

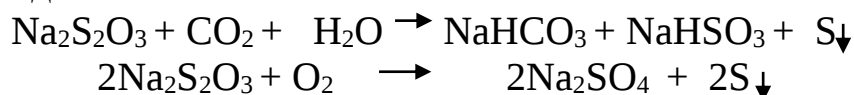
Тотықтырғыштарды титрлеу кезінде крахмалды титрленетін ерітіндіге иодтың негізгі мөлшері титрленіп болғанда қосады, себебі крахмал иодтың артығымен өте тұрақты қосылыс түзіп, $Na_2S_2O_3$ титрантының артық жұмсалуды байқалады.

№7 ЛАБОРАТОРИЯЛЫҚ ЖҰМЫС

Иодометрия әдісі. Жұмысшы ерітінділерін дайындау. Пероксид мөлшерін анықтау

А. Натрий тиосульфатының титрленген ерітіндісін дайындау

$Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ алғашқы стандарт бола алмайды: оның ерітіндісі қышқыл ортада тұрақсыз, CO_2 әсерінен ыдырайды, с.қ. ауадағы оттегімен тотығады:



Натрий тиосульфаты микроорганизмдер (тиобактериялар) мен жарықтың әсерінен де ыдырауға ұшырайды. Сондықтан ыдырау жүрмес үшін антисептик ретінде 1 л ерітіндісіне 10 мг HgJ_2 қосып, тиобактериялар көбеймес үшін жарық өтпейтін қара-қоңыр ыдыста қараңғы жерде сақтайды.

Ерітіндінің дәл концентрациясы дайындалғаннан 10 күн өткенде калий дихроматының стандартты ерітіндісімен анықталады.

Қажетті реактивтер: $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, х.т. , J_2 кристалы, крахмал ерітіндісі индикатор ретінде , H_2SO_4 ерітіндісі, КJ 20 % ерітіндісі

титрлеу қондырғылары: штативке бекітілген бюретка, пипетка, өлшеуіш колба (100 мл, 250мл); титрлеу колбалары: 250мл немесе 300мл (3 дана); стакандар (2 дана).

Жұмыстың негізгі этаптары

7.1 Натрий тиосульфаты ерітіндісін дайындау

7.2 Йод ерітіндісін дайындау

7.3 Калий дихроматы ерітіндісін дайындау

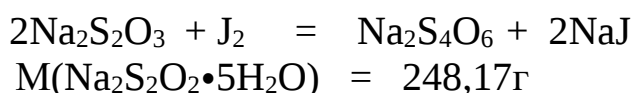
7.4 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ жұмысшы ерітіндісінің титрін анықтау

7.5 Есептеулер

7. 1. Натрий тиосульфаты ерітіндісін дайындау

Натрий тиосульфаты $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ кристалды зат.

Бастапқы заттарға қойылатын талаптарға жауап бермейтіндіктен, ерітіндісі жуық шамамен алынған тұзынан дайындалады. Натрий тиосульфатының иодпен реакцияласуы мына теңдікпен өрнектеледі:



яғни $f_{\text{экв}}=1$.

Тұздың ерітінді дайындауға қажетті массасын есептеу:

$$m(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O})$$
$$= C(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot M(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) / 1000 =$$
$$0.02 \cdot 1000 \cdot 248,2 / 1000 = 4,964 \text{ г}$$

Техникалық таразыда 5г тұз алынып, қайнатылып, суытылған дистильденген суда ерітіледі, үстінен 0,2г Na_2CO_3 қосылып, 1 л-ге дейін сұйытылады. Ерітінді қараңғы жерде сақталады.

7.2. Йод ерітіндісін дайындау

Йодтың стандартты ерітіндісін дайындау. Кристалды иодтың қажетті концентрациясы (0,02моль/л) мен көлеміне (500 мл)

байланысты есептелген массасы аналитикалық таразыда КJ құйылған бюксте өлшенеді.

Иод калий иодиді ерітіндісінде ерітіліп, өлшеуіш колбаның белгісіне дейін дистилденген сумен толтырылады. Дайындалған ерітіндінің концентрациясы мен титрі есептеледі. Кей жағдайда иод ерітіндісі жуық шамамен дайындалып, дәл концентрациясы натрий тиосульфатымен анықталады.

Химиялық лабораторияларда иодтың стандартты ерітіндісі фиксаналдан да дайындалады.

7.3 $K_2Cr_2O_7$ стандартты ерітіндісін дайындау

КJ-мен әрекеттесуінде $K_2Cr_2O_7$ 6 электрон қосып алатындықтан эквивалентінің молярлы массасы $M(1/6 K_2Cr_2O_7)=M/6=49,03$ г/моль

Концентрациясы $C(1/6 K_2Cr_2O_7)=0,02$ моль/г ерітіндісінен 200 мл дайындау үшін

$$m(K_2Cr_2O_7) = 0,02 \cdot 200 \cdot 49,03 / 1000 = 0,196 \text{ г}$$

тең массасының дәл өлшенген бөлігі аналитикалық таразыда өлшеніп алынады. 200 мл-лік өлшеуіш колбада ерітіліп, концентрациясы есептеледі.

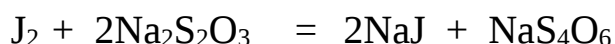
7.4. $Na_2S_2O_3$ жұмысшы ерітіндісінің титрін анықтау

Жуық шамамен дайындалған $Na_2S_2O_3$ ерітіндісінің дәл концентрациясы (титрі) иодтың немесе калий дихроматының стандартты ерітіндісімен анықталады. Тәжірибе жүзінде көбіне $K_2Cr_2O_7$ ерітіндісі пайдаланады.

Натрий тиосульфатымен тотықтырғыштарды тура титрлеу қосымша реакциялардың кедергі жасауынан және эквивалент нүктесін анықтау қиын болғандықтан жүргізілмейді. $K_2Cr_2O_7$ көмегімен ерітіндінің титрін анықтау орынбасу тәсілімен жүргізіледі.



Реакция нәтижесінде $K_2Cr_2O_7$ мөлшеріне эквивалентті бөлінген иод тиосульфат ерітіндісімен титрленеді.



Иодпен реакцияға жұмсалған $Na_2S_2O_3$ мөлшері $K_2Cr_2O_7$ мөлшеріне эквивалентті.

7.4.1 Титрлеу

Бюреткаға $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ерітіндісі құйылып, 0-белгісіне келтіріледі.

Титрлеу колбасына 5-7 мл 20%-ті КJ ерітіндісі алынады, 10-15 мл 2н H_2SO_4 ерітіндісі қосылады. Алынған қоспа үстіне $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ аликвотты мөлшері (10,00 немесе 25,00) пипеткамен құйылады. Колба беті шынымен жабылып, қараңғы жерге 5 мин қойылады. Уақыт өткеннен соң шынының беті колбаның үстіне шайылып, 200 мл дистилденген су қосылады. Индикаторсыз тиосульфат ерітіндісімен титрлеу колбадағы ерітіндінің түсі ақшыл сары болғанша жүргізіледі. 5 мл крахмал ерітіндісі қосылып, титрлеу ерітіндінің көк түсі $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ –тың, бір тамшысынан ашық жасыл болғанша (Cr^{3+}) жалғастырылады. Соңғы тамшыларды ақырындап, ерітіндіні жақсы араластырып отырып қосады. Бюреткадан титрлеуге кеткен ерітінді көлемін белгілеп, жазып алып, титрлеу колбасына 1 тамшы $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ қосып, титрлеу дәлдігін анықтайды, егер жұмысша ерітіндісі артық қосылмаса, қою көк түс пайда болады. Осындай титрлеуді бірнеше рет (2-3 рет) қайталайды. Титрлеуге жұмсалған көлем мәндерінен (айырмасы 0,02 мл жоғары болмауы қажет) орта мәнін есептейді.

7.5 Есептеу

$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ және $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ титрлеу барысында бір-бірімен тура әрекеттеспесе де, мөлшері бір-біріне эквивалентті.

Дихроматтың эквивалентінің молярлы концентрациясы, көлемі және титрлеуге жұмсалған тиосульфаттың көлемі арқылы анықтауға керекті тиосульфаттың дәл концентрациясын есептейді:

$$C(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = C(1/6 \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) \cdot V(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) / (V_{\text{орта}}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3))$$

Кесте толтырылады

Кесте N7.4

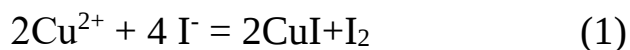
Натрий тиосульфаты ерітіндісін стандарттау

N	$V(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)$, см ³	$C(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)$, моль/дм ³	$V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$, см ³	$C(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$, моль/дм ³	$T(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$, г/см ³	$T_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3/\text{си}}$ г/см ³
1						
2						
3						
орт а						

Б. Мыс купоросы ерітіндісіндегі мыс мөлшерін анықтау

Иодометрия әдісі көмегімен балқыма, рудалар және т.б. құрамынан мыс мөлшерін анықтайды .

Бұл анықтау мына реакцияға негізделген:



Мыс иодидпен тотықсызданып азеритін мыс (1) иодиді $K_s(\text{CuI}) = 10^{-12}$ түзіледі. Мыс 1 электрон қосып алатындықтан бұл анықтауды CuSO_4

эквивалентінің молярлы массасы $M(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 249,7$ г/моль, мыстың эквивалентінің молярлық массасы $M(\text{Cu}) = 63,54$ г/моль .

$\text{Cu}^{2+}/\text{Cu}^+$ (+0,15 В) және $\text{I}_2/2\text{I}^-$ (0.54 В) жұбының стандартты потенциалдарының мәндеріне байланысты реакция кері бағытта жүру керек. Бірақ реакция ерігіштігі төмен CuI түзілуіне байланысты оң бағытта жүреді. Реакцияға H^+ - иондары қатыспағанмен $\text{Cu}(\text{II})$ тұздарының гидролизін төмендетіп, $\text{Cu}^{2+}/\text{CuI}$ жұбының потенциалын азайтатын әрі реакция жылдамдығын төмендететіндігі үшін әлсіз қышқыл орта жасайды.

Анализ жүргізу әдістемесі

Титрлеу колбасына өлшеуіш цилиндр көмегімен 20%-тік KI -тың ерітіндісінен 15 мл , 2 мл 2н H_2SO_4 алынады. Үстінен мыс иондары бар зерттеу ерітіндісінің аликвотты бөлігін 25,00 мл қосады. Колбаның бетін шынымен жауып, қоспаны реакция толық жүруі үшін 5 мин қараңғы жерге қалдырады.

Қою қызыл түсті (I_2 түзілуінен) зерттеу ерітіндісін $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ жұмысшы ерітіндісімен титрлейді, титрлеудің соңында түсі ашық сары болғанда ерітіндіге крахмал (5 мл жаңа дайындалған) қосады. Пайда болған қою көк түс $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -тің ерітіндінің бір тамшысынан түссізденгенде титрлеуді тоқтатады. Титрлеуді 2-3 рет қайталап, мәндері жақын нәтижелерден орта мәні есептеледі. Кесте толтырылады.

Кесте №7.5

N Титр	V, мл CuSO_4	V, мл $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	C($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$), моль/л	T, г/мл $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3/\text{Cu}$	m, г Cu^{2+}
1					
2					
3					
орта					

Есептеу

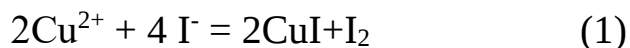
Тиосульфаттың эквивалентінің молярлы концентрациясы мен әрекеттескен заттардың көлемдерін біле отырып, зерттеу ерітіндісіндегі мыс массасын есептейді:

$$m(\text{Cu}) = C(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot M(\text{Cu}) \cdot V_{\text{ө.к.}} / V_{\text{титр}} \cdot 1000$$

В. ПЕРОКСИД МӨЛШЕРІН АНЫҚТАУ.

Иодометрия әдісі көмегімен балқыма, рудалар және т.б. құрамынан мыс мөлшерін анықтайды.

Бұл анықтау мына реакцияға негізделген:



Мыс иодидпен тотықсызданып азиритін мыс (1) иодиді $K_s(\text{CuI}) = 10^{-12}$ түзіледі. Мыс 1 электрон қосып алатындықтан бұл анықтауды CuSO_4

эквивалентінің молярлы массасы $M(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 249,7$ г/моль, мыстың эквивалентінің молярлық массасы $M(\text{Cu}) = 63,54$ г/моль.

$\text{Cu}^{2+}/\text{Cu}^+$ (+0,15 В) және $\text{I}_2/2\text{I}^-$ (0,54 В) жұбының стандартты потенциалдарының мәндеріне байланысты реакция кері бағытта жүру керек. Бірақ реакция ерігіштігі төмен CuI түзілуіне байланысты оң бағытта жүреді. Реакцияға H^+ - иондары қатыспағанмен $\text{Cu}(\text{II})$ тұздарының гидролизін төмендетіп, $\text{Cu}^{2+}/\text{CuI}$ жұбының потенциалын азайтатын әрі реакция жылдамдығын төмендететіндігі үшін әлсіз қышқыл орта жасайды.

Анализ жүргізу әдістемесі

Титрлеу колбасына өлшеуіш цилиндр көмегімен 20%-тік KI -тың ерітіндісінен 15 мл, 2 мл 2н H_2SO_4 алынады. Үстінен мыс иондары бар зерттеу ерітіндісінің аликвотты бөлігін 25,00 мл қосады. Колбаның бетін шынымен жауып, қоспаны реакция толық жүруі үшін 5 мин қараңғы жерге қалдырады.

Қою қызыл түсті (I_2 түзілуінен) зерттеу ерітіндісін $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ жұмысшы ерітіндісімен титрлейді, титрлеудің соңында түсі ашық сары болғанда ерітіндіге крахмал (5 мл жаңа дайындалған) қосады. Пайда болған қою көк түс $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -тің ерітіндінің бір тамшысынан түссізденгенде титрлеуді тоқтатады. Титрлеуді 2-3 рет қайталап,

мәндері жақын нәтижелерден орта мәні есептеледі. Кесте толтырылады.

Кесте №7.5

N Титр	V, мл CuSO ₄	V, мл Na ₂ S ₂ O ₃	C(Na ₂ S ₂ O ₃), моль/л	T, г/мл Na ₂ S ₂ O ₃ /Cu	m, г Cu ²⁺
1					
2					
3					
орта					

Есептеу

Тиосульфаттың эквивалентінің молярлы концентрациясы мен әрекеттескен заттардың көлемдерін біле отырып, зерттеу ерітіндісіндегі мыс массасын есептейді:

$$m(\text{Cu}) = C(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot M(\text{Cu}) \cdot V_{\text{ө.к.}} / V_{\text{титр}} \cdot 1000$$

Бақылау сұрақтары

1. Натрий тиосульфаты мен иод ерітінділерінің титрі сақтау кезінде қандай процесстерге байланысты өзгереді?
2. Иодометриялық титрлеу қандай жағдайда (температура, ерітіндінің қышқылдығы, ұзақтығы және т.б.) жүргізіледі ?
3. Сульфиттерді иодометриялық анықтауды оң және кері титрлеу тәсілімен жүргізуге болады.
Тәжірибе жүзінде анықтау кері тәсілмен жүргізіледі . Неге ?
4. KI әсерімен Fe³⁺-ті Fe²⁺ дейін тотықсыздандыру
 - а) H₂SO₄ қатысында
 - б) H₃PO₄ қатысында жүргізіле ме ?
5. C(Na₂S₂O₃)= 0,02 моль/дм³ ерітіндісін қалай дайындайды ?
6. Иод ерітіндісін дайындау.
7. KI-тың қышқылды ерітіндісіне перманганаттың 20 мл C(1/5KMnO₄)=0,1133 моль/дм³ қосылған, түзілген иодты титрлеуге 25,90 мл Na₂S₂O₃ жұмсалды. Тиосульфаттың ерітіндісінің эквивалентінің молярлы концентрациясы неге тең ? (жауабы 0,60749 моль/дм³).

8. Титрі $T(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3/\text{I}_2) = 0,006432 \text{ г/см}^3$ ерітіндісінен 200 мл дайындау үшін $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ тұзының қандай массасы қажет?
9. 0,1008 г As_2O_3 титрлеуге 20,00 мл жұмсалған I_2 ерітіндісінің эквивалентінің молярлы концентрациясы неге тең? (Жауабы 0,1019 моль/дм³)
10. Құрамында 0,3 % күкірті бар заттан дайындалған H_2S титрлеуге 10,00 мл 0,0500 н иод ерітіндісі жұмсалған. Заттың массасы қандай? (жауабы 2,6717 г).

ДИХРОМАТОМЕТРИЯ

Әдістің жалпы сипаттамасы

Дихроматометрия негізіне дихромат-ионымен тотықтыру реакциясы жатады. $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ионының құрамындағы хромның +6 тотығу дәрежесінен +3-ке дейін тотықсыздануы оған тотықтырғыш қасиет береді:



Бұл теңдеуден $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ эквиваленттік факторы 1/6 тең екені көрінеді, ал, эквивалентінің молярлы массасы $294,2 : 6 = 49,03 \text{ г}$. $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ионының Cr^{3+} дейін тотықсыздануы H^+ иондарының қатысында болғандықтан дихроматометриялық титрлеу қышқыл ортада жүргізіледі. $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} / 2\text{Cr}^{3+}$ жұбының стандартты тотықсыздану потенциалы +1,33 В тең болғандықтан, тұз қышқылы ортасында жүргізіле береді, себебі Cl^- иондары тотықпайды, өйткені $\text{Cl}_2 / 2\text{Cl}^-$ стандарттық потенциалы 1,36В тең, демек $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} / 2\text{Cr}^{3+}$ потенциалына теңдес келеді. Бірақ HCl концентрациясы 2 н көп болса және қайнатса, дихромат хлор иондарын Cl_2 -ға дейін тотықтырады.

Калий дихроматының перманганатпен салыстырғанда төмендегідей қасиеттері бар:

1. Сулы ерітіндіден қайта кристалдап және 200° С кептіру арқылы химиялық таза, формуласына $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ дәл сәйкес келетін препарат алуға болады. Сондықтан дихроматтың стандартты ерітіндісін дәл өлшенген химиялық таза тұздың бөлігін ерітіп, ары қарай керекті көлемге дейін сұйылта отырып дайындауға болады.

2. Жабық ыдыста сақтауда $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ерітіндісі өте тұрақты. Оны қышқылданған ерітіндіде қайнатса да ыдырамайды. Сондықтан сақтау кезінде оның титрі өзгермейді. Ерітіндіні қыздыруды қажет еткен жағдайларда да қолдануға болады.

Дихроматия әдістерінде индикатор ретінде дифениламин қолданады. Соңғы уақытта оның орнына дифениламинсульфон

қышқылын (натрий немесе барий тұзы түрінде) қолдану ұсынылады. Бұл индикатор суда дифениламинге карағанда жақсы ериді, әрі түсінің өзгеруі айқын байқалады (түссізден-жасыл арқылы-қызылқұлгін). Сонымен қатар, фенил-антранил қышқылын қолдануға болады.

Дихроматометрияны кендегі, шлактар, балқыма және соларға ұқсас заттардағы темірді анықтауда қолданады.

№ 8 ЛАБОРАТОРИЯЛЫҚ ЖҰМЫС

8-жұмыс. Дихроматометрия. Рудадағы темір мөлшерін анықтау.

№ 8А ЛАБОРАТОРИЯЛЫҚ ЖҰМЫС

Мор тұзы құрамындағы темір мөлшерін анықтау

8.1 $K_2Cr_2O_7$ стандартты ерітіндісін дайындау.

8.2 Мор тұзындағы темірді анықтау.

Қажетті реактивтер: $K_2Cr_2O_7$, х.т. ,

H_2SO_4 –тегі 1 % дифениламин индикаторы ,

2 н H_3PO_4 ; H_2SO_4 ерітінділері, металдық цинк ,

титрлеу қондырғылары: штативке бекітілген бюретка, пипетка, өлшеуіш колба (100 мл, 250мл); титрлеу колбалары: 250мл немесе 300мл (3 дана); стакандар (2 дана).

8.1 $K_2Cr_2O_7$ стандартты ерітіндісін дайындау.

$K_2Cr_2O_7$ ерітіндісінің 1мл 0,0025г Fe лайық келетін ерітіндісін дайындау көрсетілген. Эквивалентінің молярлық массасы 49,03 г тең, ал темір эквивалентінің массасы 55,85 г тең, дайындалған ерітіндінің 1л $0,0025 \cdot 1000 = 2,5$ г темірге тең келу керек , ал 250мл - 0,6250 г Fe. Пропорция құрамыз:

$$\begin{array}{ccc} 55,85 \text{ г Fe} & \text{эквивалентті} & 49,03 \text{ г } K_2Cr_2O_7 \\ 0,6250 \text{ г Fe} & \text{---} & m \text{ г } K_2Cr_2O_7 \end{array}$$

осыдан:

$$m (K_2Cr_2O_7) = 0,6250 \cdot 49,03 / 55,85 = 0,5488 \text{ г.}$$

Аналитикалық таразыда екі рет қайтакристалданған және 200°C кептірілген тұздың 0,5488 г дәл өлшеп алып, 250 мл өлшеуіш колбада

ерітеміз. Бұл ерітіндінің титрі темір бойынша: $T_{K_2Cr_2O_7/Fe} = 0,002500$ г/мл тең.

Нәтижесі кестеге енгізіледі.

Кесте 9.1

Калий дихроматының стандартты ерітіндісін дайындау

m, г д.ө.б. + бюкс	m, г бюкс	m, г д.ө.б.	V, мл өлшеуіш колба	$T_{K_2Cr_2O_7/Fe}$

8.2 Мор тұзындағы темірді анықтау.

Мор тұзының 0,2-0,3 г массасын алдымен техникалық, сосын аналитикалық таразыда өлшеп, д.ө.б. алады. Оны абайлап құрғақ құйғыш (воронка) арқылы 250 мл өлшеуіш колбаға салып, құйғышты (воронка) және бюксті сумен шаяды. Үстінен 25-30 мл 2 н H_2SO_4 қосып ерітеді де, дистилденген сумен белгіге дейін жеткізеді. Түзілген Fe^{3+} иондарын Fe^{2+} дейін металдық цинкпен тотықсыздандырады.

Fe^{2+} титрлеуін H_3PO_4 қатысында өткізу керек, өйткені ол титрлеу нәтижесінде түзілетін Fe^{3+} -ті $[Fe(PO_4)_2]^{3-}$ комплекске байланыстырады және сонымен қатар осы редокс жұптың тотықтыру-тотықсыздандыру потенциалын төмендетеді (индикатор – дифениламин). Осы шарт сақталған жағдайда ғана индикатор түсінің өзгеруі титрлеу қисығындағы секірме аймағында болады. Сондықтан зерттелетін ерітіндіге 25 мл қышқылдар қоспасын қосады ($H_3PO_4 + H_2SO_4$), сосын 1-2 тамшы 1%-тік күкірт қышқылындағы (тығыздығы 1,84 г/мл) дифениламин ерітіндісін қосып дайындалған $K_2Cr_2O_7$ ерітіндісімен тұрақты сиякөк - күлгін түс пайда болғанша титрлейді.

Есептеу

Титрлеуге жұмсалған $K_2Cr_2O_7$ ерітіндісінің көлемін (мл) оның темір бойынша титріне көбейтіп, д.ө.б.-тегі темір мөлшерін табамыз. Сосын кендегі темірдің проценттік құрамын есептейді.

Жұмыс хаттамасы кесте түрінде толтырылады.

Кесте 9.2

Кендегі темірді анықтау

N	$C(1/6K_2Cr_2O_7)$	$T(K_2Cr_2O_7/Fe)$	$V(K_2Cr_2O_7),$ см ³	m(Fe), г	W(Fe), %
1					

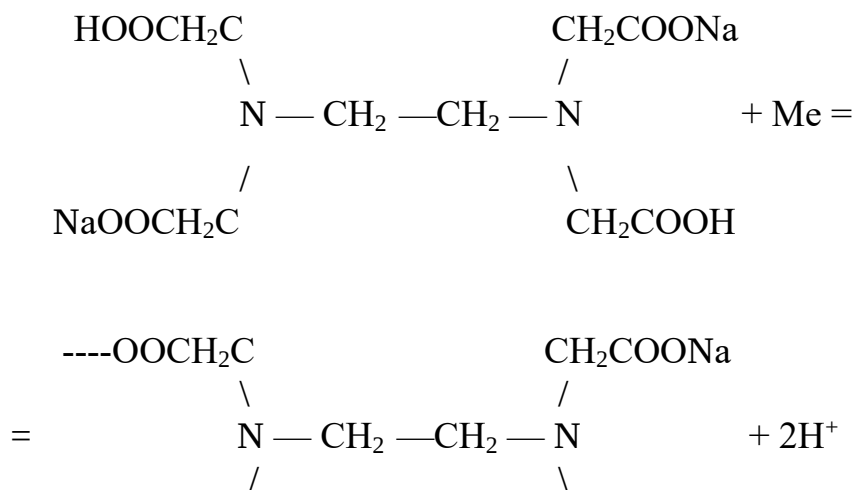
2					
3					

Дихроматометрияның сұрақтары мен есептері

1. Дихроматометрия әдісінің негізіне қандай реакция жатады?
2. Дихроматометрияның жұмысшы ерітіндісін атаңыз.
3. Дихроматометрия және перманганометрияның айырмашылығы.
Дихроматометриялық титрлеудің артықшылығын көрсетіңіз.
4. Индикатор ретінде қандай заттар қолданады?
5. Титрлеуді мөлшері аз Cl^- иондарының қатысында өткізу мүмкін бе?
6. Fe^{2+} дифениламинмен анықтауын қандай комплекстүзгіш қатысында жүргізу керек?
7. 0,5 М $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ерітіндісінің титрін есептеңіз.
8. Fe^{2+} анықтау қай ортада жүргізіледі?
9. Редокс-потенциалды есептеңіз $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} / \text{Cr}^{3+}$, егер $[\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}] = [\text{Cr}^{3+}] = 1 \text{ моль/дм}^3$, $\text{pH} = 2$.
10. 500 см³ 0,05 н ерітіндіні дайындауға қажетті $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ дәл өлшенген бөлігін есептеңіз.

Комплексонометрия

Комплексонометриялық титрлеу металл иондарының аминополикарибон қышқылдарымен немесе олардың тұздарымен комплекс түзуіне негізделген. Түзілген комплексті қосылыстар комплексонаттар деп аталады. Қазіргі уақытта белгілі комплексондардан көп қолданыс тапқандары динатрий этилендиаминтетрасірке қышқылы (ЭДТА), оны комплексон-III, трилон Б, Хелатон-III деп те атайды. Металл иондарымен ЭДТА 1:1 қатынасында комплексті қосылыстар түзеді:





Бұл реакция қайтымды. Тепе-теңдік оңға ығысу үшін, реакция нәтижесінде түзілген сутек иондарын байланыстыру қажет. Ерітіндінің керекті рН жасау үшін аммонийлі буфер қоспасын қосады. Индикаторлар: Эквивалент нүктесін анықтауға органикалық бояғыштарға жататын металл-индикаторлар қолданады. Көк түсті Эрихром кара Т және қышқылды хром қою көгі. Негіздік ортада кальций, магний иондарымен қою қызыл түсті комплексті қосылыстар түзеді. Эквивалент нүктесінде анықталатын иондар мен индикатордың комплексті қосылыстары бұзылып, индикатор бос күйінде бөлініп шығады да ерітіндінің түсі бірден көк түске енеді. Мурексид кара-қызыл түсті. Судағы ерітіндісі ерітіндінің рН байланысты өзгертін қызыл-күлгін түсті.

№9 ЛАБОРАТОРИЯЛЫҚ ЖҰМЫС

Комплексонометрия әдісі. Трилон Б ерітіндісін дайындау, стандарттау.
Комплексонометрия әдісімен кальций және магний мөлшерін анықтау.

№9А ЛАБОРАТОРИЯЛЫҚ ЖҰМЫС

Судың жалпы кермектілігін анықтау

Қажетті реактивтер мен ыдыстар: х.т. комплексон-III ,

х.т. MgSO_4 фиксанал,

Индикатор - кара эриохром Т ,

мурексид;

титрлеу қондырғылары: штативке бекітілген бюретка, пипетка, өлшеуіш колба (100 мл, 250мл); титрлеу колбалары: 250мл немесе 300мл (3 дана); стакандар (2 дана).

Жұмыстың негізгі этаптары

9А.1 Комплексон-III ерітіндісін дайындау

Комплексон-III ерітіндісін заттың техникалық таразыда алынған өлшендісінен дайындайды. Оның химиялық формуласы $\text{Na}_2\text{H}_2\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_7\text{N}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, молярлық массасы 372.3 г/моль. Эквиваленттік саны 2 тең (металдар катиондарының тотығу дәрежесіне байланысты емес, реакция нәтижесінде түзілген сутек иондарының санына байланысты). Эквиваленттік факторы $f_{\text{экв}} = 1/2$.

Сондықтан эквивалентінің молярлы массасы $372,2 : 2 = 186,1$ г. Түздың массасын мына формуламен есептеуге болады:

$$m = C(1/2 \text{ Na}_2\text{H}_2\text{Y}) \cdot V(\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}) \cdot M(1/2\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}) / 1000$$

Есептелген өлшенді массасы техникалық таразыда (аналитикалық таразыда дәл өлшеп стандартты ерітіндісін де дайындауға болады) өлшеніп, 1000 мл өлшеуіш колбаға салынады да шыныдағы қалдықтарды және сонда шайып құйылады. Колбаның ішіндегісі д.ө.б.-тің толық еруіне дейін шайқап араластырылады да, белгіге дейін дистилденген су құйылады. Дайындалған ерітіндінің титрін магний сульфатының стандартты ерітіндісімен титрлеу арқылы тұрғызады.

9А.2 Комплексон-III ерітіндісін стандарттау

Фиксиналдан дайындалған магний сульфат ерітіндісінің белгілі көлемі(10.00-25.00мл) пипеткамен алып, 250 мл титрлеу колбасына құйылады, үстінен 10мл аммоний буферінің қоспасын қосып, 5-7 тамшы индикатордың спирттік ерітіндісін қосады(қышқылды хром кара-көк немесе эриохром кара Т).

Индикатор магний катионымен комплексті қосылыс түзіп, ерітінді қоюқызыл түске боялады. Колбадағы ерітіндіні дайындалған Комплексон-III ерітіндісімен түсі қоюқызылдан-көк-күлгінге ауысқаға дейін титрлейді. Көк түстің пайда болуы титрлеудің соңын және магний катиондарының тұрақты ішаралық комплексті қосылыс $\text{Na}_2[\text{MgY}]$ түзгенін білдіреді. Титрлеуді 3 рет қайталап, Комплексон-III ерітіндісінің орташа көлемін табады. Комплексон-III эквиваленттерінің молярлық концентрациясын мына формуламен есептейді:

$$C(1/2 \text{ Na}_2\text{H}_2\text{Y}) = C(1/2\text{MgSO}_4) \cdot V_{\text{пип}}(\text{MgSO}_4) / V_{\text{орт}}(\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y})$$

Нәтижелерін алдыңғы жұмыстардағыдай кестеге енгізеді.

9А.3 Судың жалпы кермектілігін анықтау

250 мл-лік титрлеу колбаларына зерттелетін судан 100 мл алынады да, үстінен 5,00мл аммоний буферінің қоспасы қосылады. Сосын 5-7 тамшы қышқылды хром кара-көгін (немесе эриохром кара Т) спирттік ерітіндісін тамызады.

Комплексон-III ерітіндісімен тамшылатып отырып титрлейді. Әр тамшыдан кейін колбадағы қоспаны жақсылап араластырады. Титрлеуді ерітіндінің түсі қою қызыл түстен күлгін түске ауысқанға

дейін жүргізеді (немесе эрихром қара Т болғанда түсі көк түске өзгереді). Осылай кальций және магнийдің жалпы құрамын анықтайды.

Әр элементтің жеке мөлшерін анықтау үшін ерітіндінің бір бөлігін жоғарыда көрсетілгендей титрлейді, ал екінші бөлігінен тек кальций ионын индикатор ретінде мурексидті қолдану арқылы титрлеп анықтайды. Ерітіндінің түсі қызғылттан күлгін түске ауысады. Кальций және магний иондарын эриохром қара Т-индикаторымен титрлеуге жұмсалған ерітіндінің көлемінен кальций ионын титрлеуіне жұмсалған ерітіндінің көлемін алып тастап, комплексон-III ерітіндісінің магний ионына жұмсалған көлемін табады. Нәтижесін кестеге енгізеді.

Бақылау сұрақтары

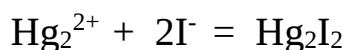
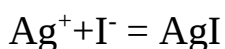
1. Комплексон дегеніміз не? Олардың маңызы.
2. Комплексонометрияда қолданатын металл-индикаторлардың химиялық қасиеттері.
3. Концентрациясы $C(1/2 \text{ Na}_2\text{H}_2\text{Y})=0,05$ моль/л 250мл ерітіндісін дайындау үшін, трилон-Б-ның дәл өлшенген бөлігін есептеңіздер.
4. Комплексон-III пен металлдардың катионы қандай мөлшерде әрекеттеседі?
5. Комплексонометрияда эквиваленттік нүктені қандай әдістермен анықтауға болады?
6. Судың кермектілігі қандай катиондармен сипатталады?
7. Комплексон-III -пен әрекеттескен алюминий катионының эквивалентінің молярлы массасы неге тең? Реакция теңдеуін жазыңыздар.

ТҰНДЫРУ ТИТРЛЕУ ӘДІСТЕРІ

Әдістің негіздері

Тұндыру титрлеу әдісінде азеритін күміс (аргентометриялық титрлеу), сынап (I) (меркурометриялық титрлеу) галогенидтерінің және роданидтердің (роданометриялық титрлеу) түзілу реакциялары қолданады. Эквиваленттік нүктені анықтау коллоидты жүйе түзуге (изоэлектрлік нүктенің байқалуы) бейім, бөлінетін тұнбаның адсорбциялық қасиеттерін (адсорбциялық индикаторлар) пайдалану арқылы немесе титранттың артық мөлшерімен химиялық

әрекеттесетін индикаторлар көмегімен (калий хроматы – аргентометрия, теміраммоний ашутасы- роданометрия әдісінде) жүргізіледі. Барлық титрлеулер әлсізқышқыл ортада жүргізіледі, себебі сілтілік ортада титранттар күміс немесе сынап (I) оксидін түзіп ыдырайды, ал күшті қышқылдық ортада индикаторлар тұнба түзбейді. Тұндыру титрлеу әдісінің көмегімен галогенидтер, роданидтер, күміс және сынап (I) мөлшерін анықтауға болады:



Аргентометриялық титрлеу

Әдістің жалпы сипаттамасы

Көлемдік анализдің аргентометриялық әдісі тұндырғыш ретінде күміс нитратының титрленген ерітіндісін қолдануға негізделген.

Аргентометриялық титрлеу галогенсутек қышқылдарының тұздарын – хлоридтерді, бромидтерді, иодидтерді анализдеуге қолданады. Кері титрлеу тәсілдерін пайдаланып, қоспадан күміс иондарының мөлшерін анықтауға болады, мұнда жұмысшы ерітіндісі ретінде натрий хлоридінің стандартты ерітіндісі қолданады.

Аргентометриялық әдісте бір-бірінен қолданатын индикаторлардың типіне байланысты бөлінетін титрлеудің екі вариантын қолдануға болады: Мор әдісі – индикатор ретінде калий хроматы, Фаянс әдісі- адсорбциялық индикаторлар - флюоресцеин немесе эозин қолданады. Титрлеуді бейтарап немесе әлсізсілтілі ортада ($6.5 < \text{pH} < 10.5$) жүргізеді.

№10 ЛАБОРАТОРИЯЛЫҚ ЖҰМЫС

Аргентометрия. Күміс (I) нитраты ерітіндісін дайындау, титрін анықтау, техникалық ас тұзы құрамындағы натрий хлориді мөлшерін анықтау.

А. Күміс нитратының титрленген ерітіндісін дайындау

Қажетті реактивтер мен ыдыстар: AgNO_3 , х.т.

NaCl, х.т., KCl, х.т., K₂Cr₂O₄ ,
титрлеу қондырғылары: штативке бекітілген
бюретка, пипетка, өлшеуіш колба (100 мл,
250мл); титрлеу колбалары: 250мл немесе
300мл (3 дана); стакандар (2 дана).

Жұмыс жүргізу әдістемесі

10.1 Күміс нитратының ерітіндісін дайындау

Күміс нитратының ерітіндісін дайындау үшін AgNO₃ химиялық таза, кристалды тұзы алынады. Қажетті концентрациясы мен көлеміне сәйкес есептелген тұздың массасы дистилденген суда ерітіледі. Күміс нитратының ерітіндісі кей жағдайда таза күмісті х.т. азот қышқылында еріту арқылы дайындалады.

Құрамында бөтен қоспа болуы мүмкін күміс нитратының ерітіндісінің концентрациясы натрий хлоридінің стандартты ерітіндісімен анықталады. Ұзақ сақталу барысында AgNO₃ ерітіндісінің концентрациясы өзгереді. Жарықтың әсерінен ыдырауы жылдамдайды, сондықтан AgNO₃ ерітіндісі қара-қоңыр ыдыста сақталады.

Күміс нитратының эквиваленттік факторы 1-ге тең болғандықтан күміс нитратының эквивалентінің молярлы массасы 169,875 г. 1000 см³ 0,02 моль/л ерітіндісін дайындауға қажетті массасы:

$$m(\text{AgNO}_3) = C(\text{AgNO}_3) \cdot V(\text{AgNO}_3) \cdot M(\text{AgNO}_3) / 1000 = \\ = 0.1 \cdot 0.5 \cdot 169,875 = 8,4937 \text{ г}$$

Алдын- ала салмағы белгілі бюкске AgNO₃ –тің жоғарыда есептелген массасы алынып, техникалық таразыда өлшенеді.

Құрғақ құйғыш көмегімен қара-қоңыр 0,5 л химиялық ыдысқа салынып, дистилденген сумен шайылады, сонсоң ерітіледі. Толық еріп болған соң , белгісіне дейін сумен сұйытылады, араластырылады. Дайын болған ерітіндіден титрлеуге қажетті күміс нитратының 0,02 моль/л 1000 мл ерітіндісі сұйылту арқылы дайындалады.

10.2 Натрий хлоридінің стандартты ерітіндісін дайындау

Натрий хлоридінің стандартты ерітіндісі күміс нитраты ерітіндісінің титрін анықтауға қолданады. Натрий хлориді ерітіндісінің концентрациясы дайындалған AgNO₃ концентрациясына сәйкес болу керек. Натрий хлоридінің эквивалентінің молярлық массасы 58,44 г тең, себебі күміс нитратымен реакцияда $f_{\text{экв}}=1,250$ мл 0,02 моль/л NaCl ерітіндісін дайындау үшін өлшейді:

$$m(\text{NaCl}) = C(\text{NaCl}) \cdot V(\text{NaCl}) \cdot M(\text{NaCl}) / 1000$$

Дәл салмағы белгілі бюкске тұздың дәл өлшенген бөлігі аналитикалық таразыда өлшеніп, алынады. Өлшемді құрғақ құйғыш көмегімен өлшеуіш колбаға ақырындап салынады, құйғыш және бюкс дистилденген сумен шайылады. Тұз ерігеннен соң, өлшеуіш колбаның белгісіне дейін сумен толтырылады, араластырылады. Дайындалған ерітіндінің титрі NaCl-ың дәл өлшенген бөлігі мен өлшеуіш колба көлемі арқылы есептеледі.

$$T(\text{NaCl}) = m(\text{NaCl})/V(\text{NaCl}), \text{ г/мл.}$$

Дайындалған NaCl стандартты ерітіндісінің эквивалентінің молярлы концентрациясы есептеліп, кестеге енгізіледі.

$$C(\text{NaCl}) = T(\text{NaCl}) \cdot 1000 / M(\text{NaCl})$$

Кесте 10.2

Натрий хлоридының стандартты ерітіндісін дайындау

м, г бос бюкс	м, г бюкс+дөб	m(NaCl), д.ө.б., г	V(NaCl), Мл	T(NaCl), г/мл	C(NaCl), моль/л

10.3 Күміс нитраты ерітіндісін стандарттау

Дайындалған күміс нитраты ерітіндісінің дәл концентрациясы Мор тәсілімен натрий хлоридінің стандартты ерітіндісінің көмегімен анықталады. Эквиваленттік нүктесінде:

$$C(\text{NaCl}) \cdot V(\text{NaCl}) = C(\text{AgNO}_3) \cdot V(\text{AgNO}_3)$$

Эквиваленттер заңы сақталады: $n(\text{NaCl}) = n(\text{AgNO}_3)$

Титрлеу үшін өлшеуіш колбадан NaCl ерітіндісінен 10,00 мл титрлеу колбасына алынады. Үстінен 1-2 мл $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_4$ ерітіндісі индикатор ретінде қосылып, AgNO_3 ерітіндісімен тоқтаусыз араластыра отырып, титрленеді. Титрлеуді ерітіндінің түсі қызғылт түске өзгергенше жүргізеді. Титрлеу 2-3 рет қайталанып, орта мәні алынады.

Кесте 10.3

Күміс нитраты ерітіндісін стандарттау

N	V(AgNO ₃), см ³	C(NaCl), моль/дм ³	V(NaCl), см ³	C(AgNO ₃), моль/дм ³	T(AgNO ₃)	T AgNO ₃ /Cl ⁻
---	---	----------------------------------	-----------------------------	--	-----------------------	--------------------------------------

1						
2						
3						
орта						

Есептеу формулалары:

$$C(\text{AgNO}_3) = C(\text{NaCl}) \cdot V(\text{NaCl}) / V_{\text{орта}}(\text{AgNO}_3)$$

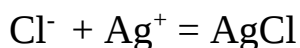
$$T(\text{AgNO}_3) = C(\text{AgNO}_3) \cdot M(\text{AgNO}_3) / 1000$$

$$T_{\text{AgNO}_3/\text{Cl}} = C(\text{AgNO}_3) \cdot M(\text{Cl}) / 1000$$

Б.

10.4 Техникалық ас тұзы құрамындағы натрий хлориді мөлшерін анықтау

Ерігіш хлоридтер құрамынан хлорид-ионын анықтау анализденетін зат ерітіндісін AgNO_3 титрленген ерітіндісімен K_2CrO_4 индикаторы қатысында тура титрлеуге негізделген:



Қажетті реактивтер: AgNO_3 – стандартталған ерітінді (алдыңғы жұмыстан), K_2CrO_4 -5% ерітінді, титрлеу қондырғылары: штативке бекітілген бюретка, пипетка, өлшеуіш колба (100 мл, 250мл); титрлеу колбалары: 250мл немесе 300мл (3 дана); стакандар (2 дана).

Зерттеуге қажет натрий хлориді өлшендісін немесе ерітіндісін өлшеуіш қолбаға орналастырады, белгісіне дейін дистилденген сумен толтырып, араластырады. 10,00 мл аликвотты мөлшері пипеткамен үш титрлеу колбасына алынады. K_2CrO_4 қатысында AgNO_3 - ның стандартталған ерітіндісіменмен титрленеді. Титрлеу мәндері кестеге енгізіледі.

Кесте 10.4

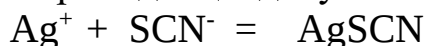
N титрлеу реті	$V_{\text{ө.к.}}(\text{NaCl}),$ см^3	$V_{\text{пип}}(\text{NaCl}),$ см^3	$V(\text{AgNO}_3),$ см^3	$m(\text{Cl}),$ г	$w(\text{Cl}),$ %
1					

2					
3					
орта					

РОДАНОМЕТРИЯЛЫҚ ТИТРЛЕУ

Әдістің негіздері

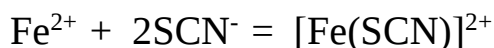
Көлемдік анализдің роданометриялық (немесе тиоцианатометриялық) әдісі (Фольгард әдісі) тұндырғыш ретінде құрамында SCN^- - иондары бар титрленген ерітінді қолдануға негізделген:



Ag^+ - иондарын анықтау үшін жұмысшы ерітінді ретінде – аммоний роданиді, галогенидтер және басқа аниондарды анықтау үшін – күміс нитраты және роданид ерітінділері қолданылады.

Эквиваленттік нүктені анықтау индикаторы ретінде қаныққан (темір-аммоний ашутасы) - $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ерітінділерін қолданады. Титрленетін ерітінді эквиваленттік нүктенің жанында NH_4SCN артық мөлшер болған жағдайда, индикатордың қатысымен қызыл түске боялады, өйткені $[\text{Fe}(\text{SCN})]^{2+}$ комплексті ионы түзіледі.

AgNO_3 -ті NH_4SCN ерітіндісімен индикатор қатысында титрлеген кезінде алдыменен AgSCN ақ тұнбасы пайда болады. Эквиваленттік нүктеде ерітінді $[\text{Fe}(\text{SCN})]^{2+}$ пайда болатындықтан қызыл түске енеді.



Титрлеу қышқыл ортада жүргізіледі.

№11 ЛАБОРАТОРИЯЛЫҚ ЖҰМЫС

Аммоний роданиді ерітіндісін дайындау, титрін анықтау.

Берілген үлгідегі бром мөлшерін анықтау.

Қажетті реактивтер мен ыдыстар: AgNO_3 , х.т.

NH_4SCN , х.т.

$\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, х.т.

титрлеу қондырғылары: штативке бекітілген бюретка, пипетка, өлшеуіш колба (100 мл, 250мл); титрлеу колбалары: 250мл немесе

300мл (3 дана); стакандар (2 дана).

Жұмыс әдістемесі

11.1 0.1М аммоний роданиді ерітіндісін дайындау

NH₄SCN жұмысшы ерітіндісін дәл өлшенген бөліктен дайындауға болмайды, өйткені NH₄SCN-гигроскопиялық зат. Сондықтан, алдымен керекті концентрациялы ерітінді жуық шамамен дайындалады, сосын титрленген AgNO₃ ерітіндісі арқылы титрін анықтайды.

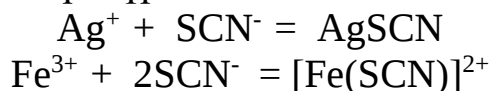
1000мл 0.1 М NH₄SCN ерітіндісін дайындау үшін д.ө.б. есептейді:
 $f_{\text{экв}}(\text{NH}_4\text{SCN})=1$ болғандықтан

$$m(\text{NH}_4\text{SCN}) = C(\text{NH}_4\text{SCN}) \cdot V(\text{NH}_4\text{SCN}) \cdot M(\text{NH}_4\text{SCN}) / 1000 = \\ = 0,1 \cdot 1000 \cdot 76,12 / 1000 = 7,612 \text{ г}$$

Техникалық таразыда өлшенген бюксте есептелген аммоний роданидын өлшеп алады. Сосын воронка арқылы 1000мл құтыға салынып, өлшеуіш цилиндрмен дистилденген судан 100 мл құйылып, ерітіледі, белгісіне дейін сумен толтырылады.

11.2 Аммоний роданиды ерітіндісін стандарттау

Аммоний роданиды ерітіндісінің титрін күміс нитраты (темір-аммоний ашутасы индикаторлары қатысында) арқылы анықтайды. Төмендегідей реакциялар жүреді:



Дайындалған NH₄SCN ерітіндісі бюреткаға құйылады. Үш титрлеу колбасына 0,1 М стандартталған AgNO₃ ерітіндісінен пипеткамен 10,00мл алады және 1мл индикатордың қаныққан ерітіндісін қосады.

Титрлеуді араластыра отырып қоңыр-қызыл түс пайда болғанға дейін жүргізеді. Титрлеудің орта мәнін шығарады.

Кесте 11.2

Аммоний роданиды ерітіндісін стандарттау

N	V(AgNO ₃), мл	C(AgNO ₃), моль/л	V(NH ₄ SCN), мл	C(NH ₄ SCN), моль/л	T(NH ₄ SCN), г/мл
1					
2					
3					
Орта					

11.3 Үлгідегі бром мөлшерін кері титрлеу әдісімен анықтау

Құрамында бром иондары бар тұздың д.ө.б.-ін аналитикалық таразыда өлшеп алып, өлшеуіш колбада ерітіп алады да, дистилденген сумен белгіге дейін толтырады. Араластырып, аликвоттық бөлігін (10,00мл) титрлеу колбасына алады, үстінен титрленген AgNO_3 ерітіндісінің артық мөлшерін (25,00мл) қосады.

Бромидпен реакцияға түспеген AgNO_3 артық бөлігін NH_4SCN жұмысшы ерітіндісімен титрлейді, индикатор ретінде темір-аммоний ашутасы қолданады.

Анықтауды 3 рет қайталап, орташа көрсеткішті алады, нәтижелерін кестеге енгізеді. Бром мөлшерін мына формуламен есептейді:

$$W(\text{Br}) = [C(\text{AgNO}_3) \cdot V(\text{AgNO}_3) - C(\text{NH}_4\text{SCN}) \cdot V(\text{NH}_4\text{SCN})] \cdot M(\text{Br}) \cdot V_{\text{ө.к.}} \cdot 100\% \cdot 1000 \cdot m_{\text{тұз}} \cdot V_{\text{пип}}$$

Кесте №11.3

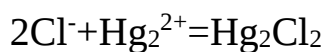
Үлгідегі бром мөлшерін анықтау

N	$m_{\text{тұз}}$, г	$V_{\text{ө.к.}}$, мл	$V(\text{AgNO}_3)$, мл	$C(\text{AgNO}_3)$, моль/л	$V(\text{NH}_4\text{SCN})$, мл	$m(\text{Br})$, г	$W(\text{Br})$, %
1							
2							
3							
орта							

МЕРКУРОМЕТРИЯЛЫҚ ТИТРЛЕУ

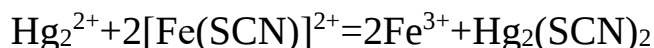
Әдістің негізі

Тұндыру титрлеудің меркурометриялық әдісі хлоридтер мен иодидтер ерітінділерін сынап (I) нитратының титрленген ерітіндісімен титрлеуге негізделген :



Әдістің индикаторлары - темір тиоцинат (III) ерітіндісі мен дифенилкарбозон ерітіндісі. Темір тиоцианатын титрленетін

галогенидтер ерітіндісіне 1мл 0,05 М NH₄SCN және 2 мл концентрлі Fe(NO₃)₃ ерітіндісін қосып алады. Түзілген [Fe(SCN)]²⁺ комплексті ионы ерітіндіге қызыл түс береді. Қызыл түс ерітіндіде галогенидтердің артық мөлшері болғандықтан титрлеу барысында жойылмайды. Эквиваленттік нүктеде олар сынаппен толық байланысып бітеді де, ерітіндіде Hg₂(NO₂)₃ титрантының артық мөлшері пайда болады. Ерітінді түссізденуі SCN⁻ иондарының тұнбаға тұрақты қосылыстар түрінде (Hg₂(SCN)₂) түсуіне байланысты:



Титрлеу кезінде бақылау тәжірибесін жүргізеді де, титрлеуге кеткен көлемнен индикатормен әрекеттесуге жұмсалған титранттың көлемін алып тастайды.

№ 12 ЛАБОРАТОРИЯЛЫҚ ЖҰМЫС

Сынап (I) нитраты ерітіндісін дайындау, стандарттау.

Қажетті реактивтер мен ыдыстар: х.т. Hg₂(NO₂)₃•2H₂O, х.т. NaCl, NH₄SCN 0,05М ерітіндісі, Fe(NO₃)₂, х.т., дифенилкарбозон; титрлеу қондырғылары: штативке бекітілген бюретка, пипетка, өлшеуіш колба (100 мл, 250мл); титрлеу колбалары: 250мл немесе 300мл (3 дана); стакандар (2 дана).

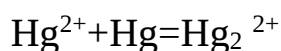
Жұмыс жасау әдістемесі

12.1 Сынап нитратының ерітіндісін дайындау

Меркурометриялық әдісте жұмысшы ерітінді болып 0,1М Hg₂(NO₂)₃ ерітіндісі алынады. Ерітінді дайындауға қажетті массасы мына формуламен есептеледі:

$$m_{\text{Hg}_2(\text{NO}_2)_3} = C(1/2 \text{ Hg}_2(\text{NO}_2)_3) \cdot M(\text{Hg}_2(\text{NO}_2)_3) \cdot M(1/2 \text{ Hg}_2(\text{NO}_2)_3) / 1000$$

Есептелген өлшендіні техникалық таразыда алып, 0,2н HNO₃-те ерітеді де, 2г металдық сынап қосады (сынап (II)-ты тотықсыздандыру үшін) , сосын белгілі көлемге дейін дистилденген су құйылады. Араластырып 1 тәулікке қойып қояды. Мына реакция жүреді:



12.2 Сынап нитраты ерітіндісінің титрін тұрғызу

Сынап нитраты (I) ерітіндісінің дәл концентрациясын анықтау үшін натрий хлоридінің стандартты ерітіндісін қолданады. Сынап нитратының стандарттауын күміс нитратын стандарттау әдісімен жүргізеді (N11 лаб. жұм. қараңыз). Нәтижесін кестеге енгізеді.

№ 13 ЛАБОРАТОРИЯЛЫҚ ЖҰМЫС

Меркурометрия әдісімен бромид мөлшерін анықтау.

Хлоридтер және бромидтер құрамын анықтау

Құрамында хлоридтер (немесе бромидтер) бар заттың белгісіз мөлшерін өлшеуіш колбаға орналастырады да белгіге дейін дистилденген сумен толтырады. Сосын аликвотты бөлігін алып темір немесе дифенилкарбозон индикаторлары қатысында титрлейді. Есептеуді алдыңғы жұмыстағыдай жасайды да, кесте толтырылады.

Бақылау сұрақтары

1. Аргентометриялық титрлеудің маңызы.
2. Аргентометриялық әдісті қолданатын индикаторларға байланысты жіктеу.
3. Титрлеу қисықтарын есептеп, тұрғызу.
4. Индикаторлар.
5. Мор әдісі.
6. Фаянс әдісі.
7. Фольгард әдісі.
8. Роданометриялық титрлеу ерекшеліктері.
9. Кері титрлеу әдісі.
10. Меркурометрияда қолданатын индикаторлар.

II -Бөлім

Гравиметрия

Гравиметриялық анализдің тұндыру әдісінде анықталатын элемент қиынерігіш қосылыс түрінде (тұндыру формасы) бөліп алынады. Ол фильтрлеуден, жуудан, кептіру және қыздырудан соң (салмақтық форма) өлшенеді.

Анализдің дұрыстығы мен дәлдігі тұндырылатын форманың, тұндырғыштың, салмақтық форманың және тұндыру шарттарының

(ерітінділер концентрациясы, қышқылдығы, температурасы, жүйенің иондық құрамына және т.б.) рациональды таңдалуына байланысты. Гравиметриялық анализ өте жоғары дәлдігімен (0,2%-дейін) және жақсы қайталанғыштығымен ерекшеленеді. Реакцияға түскен заттың сандық мөлшерін тұнба массасы арқылы есептеуге болады.

№14 ЛАБОРАТОРИЯЛЫҚ ЖҰМЫС

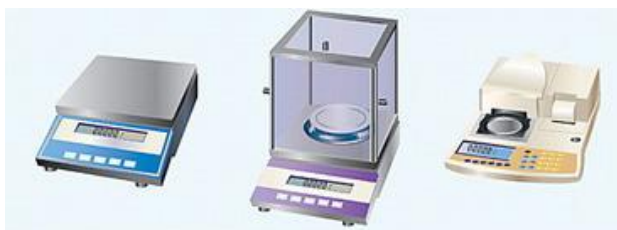
Барий хлориді кристаллогидраты құрамындағы кристалданған судың мөлшерін анықтау

Кристаллогидраттар қыздыру кезінде су бөліп ыдырайды. Барий хлориді кристаллогидраты құрамындағы кристалданған судың мөлшерін айдау әдісімен анықтау осыған негізделген.

Анықтау үшін қайта кристалданған химиялық таза тұз алынады.

$\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ -ті бюкске салып, заттың салмағы өзгермейтін деңгейге жеткенше тұрақты салмаққа дейін қыздыру 120-125°C-та кептіргіш шкапта жүргізіледі.

Керекті реактивтер, ыдыстар, құралдар: $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$,
бюкс, техникалық таразы,
аналитикалық таразы,
кептіргіш шкап, фарфор
тигельдер, стакандар.
электронды таразылар



1-сурет

Анықтау әдісі

14.1 Дәл өлшенген бөлікті алу

Жуылған бюксті кептіргіш шкапта кептіреді, сосын қақпағын жаппай 20 минут таразының жанындағы эксикаторға қойып суытады. Әрі қарай ережелерді сақтай отырып, бюксті техникалық, сосын аналитикалық таразыда өлшейді.

Одан кейін бюкске 1,5 г. Техникалық таразыда өлшенген, жаңадан қайта кристалданған $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ тұзы салынып, қақпағын жапқан соң және аналитикалық таразыда өлшенеді. Тұз салынған бюкстің аналитикалық таразыда өлшенген массасынан бос бюкстің аналитикалық таразыдағы массасын алып тастап, дәл өлшенген бөліктің массасын есептейді.

14.2. Кептіру

Кептіргіш шкаптың сөресіне қақпағы ашылып, көлдеңінен орналастырған бюксты қояды. Бюкстің астына студенттер өздерінің тегі жазылған қағаз қояды. Бюксты шкаптың ішінде 125°C температурада 2 сағаттай ұстайды. Сосын тигель қысқышымен бюксты қақпағымен эксикаторға ауыстырады. 20 минуттан соң эксикаторды аналитикалық таразының қасына қойып, бюкстың қақпағын жауып салмағын өлшейді. Одан кейін бюксты кептіргіш шкапта және 1 сағат ұстап, эксикаторда суытады да, таразыда өлшейді.

Соңғы мен алдыңғы өлшеудің айырмашылығы 0,0002 г жеткенге дейін кептіруді қайталай береді. Өлшеудің нәтижелерін таблицқа енгізіледі.

Кесте 18.2.

Аналитикалық таразыда өлшеудің нәтижелері

m_1 - бюкстағы заттың кептіруге дейінгі массасы, г	M_6 - бюкстың массасы, г	$m_{\text{д.г.б.}}$ -дәл өлшенге н бөлік массасы, г	m_2 -заттың кептіруден кейінгі массасы, г.		
			өлшеу		
			m_2' - бірінші i	m_2'' - екінші	m_2''' - үшінші
9.5895	8.1317	1.4578	9.3748	9.3750	9.3749

14.3 Есептеу

Мысалы :

Лабораториялық журналға төмендегідей көрсеткіштер жазылады:

Бюкстағы заттың массасы 9,5895 гр

Бюкс массасы 8,1317 гр

$\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ -тің дәл өлшенген бөлшегі 1,4578 гр.

Бюкстағы заттың кептіруден кейінгі массасы:

1-өлшеу	9,3758гр.
2-өлшеу	9,3752 гр.
3-өлшеу	9,3749 гр.

$$m = 9,5895 - 8,1317 = 1,4578 \text{ (г)}$$

Дәл өлшенген бөліктегі кристалданған судың сандық мөлшерін білу үшін 1-ші мен 2-ші өлшеудің көрсеткішін есептемей, соңғы 3-ші өлшеудің нәтижесін алады. Судың массасы (1) формуламен есептеледі.

$$m_{H_2O} = m_1 - m_2 \quad (1)$$

$$m_{H_2O} = 9,5895 - 9,3749 = 0,2146 \text{ г}$$

Кристалданған судың проценттік мөлшерін пропорция арқылы немесе (2) формуламен есептейді:

$$\begin{array}{ccc} 1,4578\text{г} & \text{зерттелетін затта} & 0,2146\text{г су бар} \\ 100\text{г} & \text{-----} & \text{х г су бар} \end{array}$$

$$W_{100}(\%) = m(H_2O) / m(\text{зат}) \cdot 100\% = 0,2146 / 1,4578 \cdot 100\% = 14,72\% \quad (2)$$

Анықтаудың дәлдігін тексеру

$BaCl_2 \cdot 2H_2O$ тұзы құрамындағы судың есептелген теориялық проценттік мөлшері табылған мөлшермен салыстырылады.

Теориялық мөлшер:

$$\begin{array}{ccc} 1 \text{ моль } (244,3 \text{ г}) BaCl_2 \cdot 2H_2O & \text{-- де} & 2 \text{ моль } (36,03 \text{ г}) \text{ су бар} \\ 100 \text{ г} & & \text{-- } X \text{ г} \end{array}$$

сонда H_2O теориялық мөлшері:

$$W(H_2O)_{\text{теор.}} = 36,03 / 244,3 \cdot 100\% = 14,75\%$$

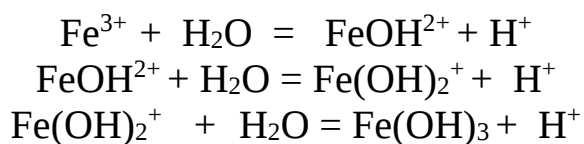
$$\text{Абсолюттік қателігі:} \quad /14,72\% - 14,75\% / = 0,03\%$$

$$\text{Салыстырмалы қателігі:} \quad \% = 0,03 / 14,75 \cdot 100\% = 0,2\%$$

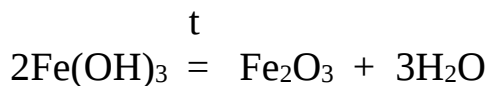
№ 15 ЛАБОРАТОРИЯЛЫҚ ЖҰМЫС

Мор тұзы құрамындағы темір мөлшерін анықтау

Гравиметриялық анықтау кезінде алдымен темірді (II) ерітіндіден Fe^{3+} ионына дейін тотықтырады, сосын темір тұзының гидролизін аяғына дейін NH_4OH қосу арқылы жеткізеді:



Қыздыру барысында $\text{Fe}(\text{OH})_3$ (дәлірек $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$) суды жоғалтып, сусыз тотыққа айналады:



Жуатын сұйық ретінде 1%-тік NH_4Cl ерітіндісін пайдаланады. Темір тотығы Fe_3O_4 дейін көміртегімен тотықсызданып кетпес үшін, жоғары температурада қыздыру аз уақытта, жылдам жүргізіледі.

Қажетті реактивтер ыдыстар, құралдар:



2-сурет

Мор тұзы,
10%-тік NH_4Cl ерітіндісі;
10%-тік NH_4OH ерітіндісі;
 HNO_3 ($d = 1,40 \text{ г/см}^3$);
 HCl ($d = 1,19 \text{ г/см}^3$);
 AgNO_3 (1%-тік) ерітіндісі;
бюкс; колбалар мен стакандар.
фильтр (күлсіз, каракөк лента),
таразылар, кептіргіш шкаф,
муфель пеші, тигельдер,
эксикатор.

Анықтау әдістемесі

15.1 Дәл өлшенген бөлік

Анализге қажетті Мор тұзының дәл өлшенген бөлігін алады. Ол үшін тұздың 0,1-0,2 г техникалық таразыда өлшеп, қағазға салады. Таза бюкс массасы алдымен техникалық, сосын аналитикалық таразыда 0,0002 г дәлдікпен өлшенеді. Бюкске қағаздағы тұз салынып, таразыға тартылады. Тұз салынған бюкстің аналитикалық таразыда өлшенген массасынан бос бюкстің аналитикалық таразыдағы массасын алып тастап, дәл өлшенген бөліктің массасын есептейді.

15.2 Еріту

Тұзды көлемі 250-300 мл стаканға салады, 10 мл H_2O мен 3 г х.т. NH_4Cl қосып ерітіндіні қайнауға дейін жеткізеді (бірақ қайнатпайды). Араластыра отырып тамшылатып 1-2 мл концентрлі HNO_3 қосып қыздыруды және 3-5 мин. жүргізеді. Содан соң 100-150 мл ыстық су қосады, үстінен араластыра отырып ерітіндіден аммиактың анық иісі шыққанша NH_4OH (1:1) қосады. Ерітіндіні тұнбасымен 5 мин қалдырады да фильтрлеуге кіріседі.

15.3 Фильтрлеу

Фильтрлеу тығыздығы орта, күлсіз фильтр (ақ ленталы) көмегімен жүргізіледі. Фильтрден алдымен тұнбадағы ерітіндіні өткізіп, бірнеше рет тұнбаны декантациялау әдісімен ыстық сумен жуады. Осыдан кейін тұнбаны фильтрге ауыстырады, стакан мен таяқшадағы қалдықтарды (фильтр көмегімен) түсіреді. Фильтрдегі тұнбаны шаюды Cl^- ионынан толық тазарғанға дейін жалғастырады.



15.4 Кептіру және қыздыру

Жуылған тұнбаны кептіріп, фильтрді сәл дымқыл күйінде бүктеп, тұрақты массаға дейін қыздырылған тигельге орналастырады.



Содан кейін абайлап фильтрді муфель пешінде жандырып алмай , көмірлендіреді. Сосын күлдендіреді де, тигельді пеш ішіне ақырындап енгізіп, тұрақты массаға дейін қыздырады. Анализдеудің қорытындысын 1.2. кестесіне ұқсас кестеге енгізеді.

20.5 Есептеу

Тұнбаның массасын (салмақтық форма) өлшеп тауып, Мор тұзындағы темір мөлшерін есептейді:

$$W(\text{Fe}),\% = F \cdot m(\text{тұн}) \cdot 100 / m(\text{д.ө.б.}) ;$$

Мұндағы, $m(\text{тұн})$ - тұнба(салмақтық форма) массасы , г;

$m(\text{д.ө.б.})$ -дәл өлшенген бөлік;

F -қайта есептеу факторы, $F = 2A(\text{Fe}) / M(\text{Fe}_2\text{O}_3)$

Бақылау сұрақтары:

1. Сандық анализ әдістері.
2. Сандық анализ міндеттері .
3. Гравиметриялық анализ маңызы.
4. Гравиметриялық анализдің операциялары.
5. Аналитикалық таразыда жұмыс істеу ережелері.
6. Кристалдық тұнба түзілу шарттары.
7. Аморфтық тұнба түзілу шарттары.
8. Қайта тұндыру(соосаждение), окклюзия, адсорбция.
9. Сүзудің декантация ттәсілі.
10. Тұндыру формасы. Тұндыру формасына қойылатын талаптар
Гравиметриялық форма. Гравиметриялық формаға қойылатын талаптар.
11. Дәл өлшенген бөлік.
12. Орташа сынақ алу.
13. 0,4888 г барий кристаллогидратының құрамында барийдің массалық үлесі неге тең , егер салмақтық форманың массасы 0,4665 г болса?
14. Концентрациясы $C(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1$ моль/л күкірт қышқылы ерітіндісінен қанша алу қажет, егер ерітіндіде барий хлориді дигидратының 0,5324 г болса?
15. Қоспадан магний мөлшерін гравиметриялық әдіспен анықтау.
Қоспадан кальций мөлшерін гравиметриялық әдіспен анықтау.
16. Тас көмірдің күлділігін анықтау.

Қосымша 1

Судың тығыздығының температураға байланыстылығы

Су темп, С ⁰	тығыздығы, г/см ³	Су темп, С ⁰	тығыздығы, г/см ³	Су темп, С ⁰	тығыздығы, г/см ³
16	0,99897	21	0,99802	26	0,99681
17	0,99880	22	0,99780	27	0,99654
18	0,99862	23	0,99756	28	0,99626
19	0,99843	24	0,99732	29	0,99597
20	0,99823	25	0,99707	30	0,99567

Қосымша 2

Қышқыл ерітінділерінің тығыздығы мен концентрациясы

тығыздық	HCl		HNO ₃		H ₂ SO ₄	
	массалық үлес (%)	норм. концентрация	массалық үлес (%)	нормальді концентрация	массалық үлес (%)	норм. концентрация
1,02	4,13	1,16	3,70	0,6	-	-
1,04	8,16	2,3	7,25	1,2	-	-
1,05	10,2	2,9	9,0	1,5	7,4	1,6
1,06	12,2	3,5	10,7	1,8	8,8	1,9
1,08	16,2	4,8	13,9	2,4	11,6	2,6
1,10	20,0	6,0	17,1	3,0	14,4	3,2
1,12	23,8	7,3	12,2	3,6	17,0	3,9

1,14	27,7	8,7	23,3	4,2	19,9	4,6
1,16	29,6	9,3	24,8	4,5	20,9	4,9
1,19	37,2	12,2	30,9	5,8	26,0	6,3
1,20	-	-	32,3	6,2	27,3	6,7
1,25	-	-	39,8	7,9	33,4	8,5
1,30	-	-	47,5	9,8	39,2	10,4
1,35	-	-	55,8	12,0	44,8	12,3
1,40	-	-	65,3	14,5	50,1	14,3
1,42	-	-	69,8	16,7	52,2	16,1
1,45	-	-	-	-	55,0	16,3
1,50	-	-	-	-	59,8	18,3
1,55	-	-	-	-	64,3	20,3
1,60	-	-	-	-	68,7	22,4
1,65	-	-	-	-	73,0	24,6
1,70	-	-	-	-	77,2	26,8
1,84	-	-	-	-	95,6	35,9

Қосымша 3

Комплексті иондардың тұрақсыздық константалары

Комплекс диссоциациясы	Тұрақсыздық константасы
$[\text{Ag}(\text{HN}_3)_2]^+ \leftrightarrow \text{Ag}^+ + 2\text{HN}_3$	$7,2 \cdot 10^{-8}$
$[\text{Ag}(\text{S}_2\text{O}_3)]^+ \leftrightarrow \text{Ag}^+ + \text{S}_2\text{O}_3^{2-}$	$1,0 \cdot 10^{-13}$
$[\text{Ag}(\text{CN})_2]^- \leftrightarrow \text{Ag}^+ + 2\text{CN}^-$	$1,0 \cdot 10^{-21}$
$[\text{Cu}(\text{HN}_3)_4]^{2+} \leftrightarrow \text{Cu}^{2+} + 4\text{HN}_3$	$2,10 \cdot 10^{-13}$
$[\text{Cu}(\text{CN})_4]^{2-} \leftrightarrow \text{Cu}^{2+} + 2\text{CN}^-$	$5 \cdot 10^{-28}$
$[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+} \leftrightarrow \text{Zn}^{2+} + 4\text{NH}_3$	$3,5 \cdot 10^{-10}$

$[\text{Zn}(\text{CN})_4]^{2-} \leftrightarrow \text{Zn}^{2+} + 4\text{CN}^-$	$2 \cdot 10^{-17}$
$[\text{Cd}(\text{HN}_3)_4]^{2+} \leftrightarrow \text{Cd}^{2+} + 4\text{NH}_3$	$1 \cdot 10^{-7}$
$[\text{Cd}(\text{CN})_4]^{2-} \leftrightarrow \text{Cd}^{2+} + 4\text{CN}^-$	$1,4 \cdot 10^{-17}$
$[\text{HgI}_4]^{2-} \leftrightarrow \text{Hg}^{2+} + 4\text{I}^-$	$5 \cdot 10^{-31}$
$[\text{Hg}(\text{HN}_3)_4]^{2+} \leftrightarrow \text{Hg}^{2+} + 4\text{NH}_3$	$5,2 \cdot 10^{-20}$
$[\text{Hg}(\text{CN})_4]^{2-} \leftrightarrow \text{Hg}^{2+} + 4\text{CN}^-$	$4 \cdot 10^{-42}$
$[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-} \leftrightarrow \text{Fe}^{2+} + 6\text{CN}^-$	$1 \cdot 10^{-37}$
$[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-} \leftrightarrow \text{Fe}^{3+} + 6\text{CN}^-$	$1 \cdot 10^{-44}$
$[\text{Co}(\text{HN}_3)_6]^{3+} \leftrightarrow \text{Co}^{3+} + 6\text{NH}_3$	$6,2 \cdot 10^{-36}$
$[\text{Ni}(\text{HN}_3)_6]^{2+} \leftrightarrow \text{Ni}^{2+} + 6\text{NH}_3$	$1,8 \cdot 10^{-9}$
$[\text{Ni}(\text{CN})_4]^{2-} \leftrightarrow \text{Ni}^{2+} + 4\text{CN}^-$	$3 \cdot 10^{-16}$

Қосымша 4

0 ден 100 °C температура аралығында судың иондық көбейтіндісі
 $\sqrt{K_{\text{H}_2\text{O}}} = a_{\text{H}^+} = a_{\text{OH}^-}$

t °C	$K_{\text{H}_2\text{O}}$	$\sqrt{K_{\text{H}_2\text{O}}}$	t °C	$K_{\text{H}_2\text{O}}$	$\sqrt{K_{\text{H}_2\text{O}}}$
0	$0,11 \cdot 10^{-14}$	$0,33 \cdot 10^{-7}$	40	$2,95 \cdot 10^{-14}$	$1,7 \cdot 10^{-7}$
5	$0,17 \cdot 10^{-14}$	$0,42 \cdot 10^{-7}$	50	$5,50 \cdot 10^{-14}$	$2,34 \cdot 10^{-7}$
10	$0,30 \cdot 10^{-14}$	$0,54 \cdot 10^{-7}$	60	$9,55 \cdot 10^{-14}$	$3,09 \cdot 10^{-7}$
16	$0,46 \cdot 10^{-14}$	$0,68 \cdot 10^{-7}$	70	$16,80 \cdot 10^{-14}$	$3,98 \cdot 10^{-7}$

18	$0,60 \cdot 10^{-14}$	$0,77 \cdot 10^{-7}$	80	$25,1 \cdot 10^{-14}$	$5,01 \cdot 10^{-7}$
20	$0,69 \cdot 10^{-14}$	$0,83 \cdot 10^{-7}$	90	$38,0 \cdot 10^{-14}$	$6,17 \cdot 10^{-7}$
22	$0,81 \cdot 10^{-14}$	$0,89 \cdot 10^{-7}$	100	$55,0 \cdot 10^{-14}$	$7,41 \cdot 10^{-7}$
25	$01,00 \cdot 10^{-14}$	$1,00 \cdot 10^{-7}$	-	-	-
30	$1,48 \cdot 10^{-14}$	$1,22 \cdot 10^{-7}$	-	-	-
35	$2,09 \cdot 10^{-14}$	$1,45 \cdot 10^{-7}$	-	-	-

Глоссарий

Агрегат – 1.Бірнеше молекулалардан немесе иондардан тұратын бөлшек.2.Бірнеше құрылымдық немесе технологиялық бөліктері бар аппарат.

Активтілік – процестің немесе құбылыстың интенсивтілігін және қабілетін сипаттаушы ұғым.

Катализдік А.- катализатордың химиялық реакцияның жылдамдығын арттыру қабілеті.

Беттік А.- адсорбция кезінде заттардың фазалар бөліну шекарасындағы беттік керілісін төмендету қабілеті.

Ерітінді А-гі- ерітіндінің термодинамикалық активтігі.

Аликвота – дәл өлшеніп алынған ерітіндінің бөлігі.

Амфотерлілік- әрекеттесуші заттардың табиғатына қарай кейбір химиялық қосылыстардың қышқылдық және негіздік қасиет көрсету қабілеті.

Анализ – тұтастай бір заттың немесе оның қандай да бір ингредиентінің кез-келген сипаттамасын - құрамын, құрылысын, күйін анықтауды мақсат еткен зерттеу әдістері мен процестері.

Аргентометриялық А. – титрант ретінде күміс нитратының ерітіндісі қолданылатын, кейбір иондарды анықтайтын титриметриялық анализ.

Бөлшектік А.- бөлшектік реакциялардың қолданылуына негізделген сапалық анализ.

Жүйелік А. – зерттелетін ерітіндідегі иондарды бөлудің және одан кейін анықтаудың белгілі реті сақталатын сапалық анализ.

Колориметриялық А. – зерттелетін затты түсті қосылысқа айналдырып, оның концентрациясын ерітіндідегі бояуының интенсивтілігіне сай анықтауға негізделген көрнекі анализ.

Көлемдік А. – берілген үлгімен реакцияласуға қажетті реагент ерітіндісінің көлемі өлшенетін сандық анализ.

Кулонометриялық А. – зерттеу мен анализдің электрохимиялық әдісі, ол электрохимиялық реакция барысында ерітінді арқылы өтетін электр мөлшерін өлшеуге негізделеді.

Нефелометриялық А. – зерттелетін заттың жүзгіндерінен шашырап таралған жарық интенсивтілігін өлшеуге негізделген сандық анализ.

Потенциометриялық А. – электрохимиялық реакцияға қатысатын компоненттердің активтігімен электродтық потенциал арасындағы тәуелділігін анықтауға негізделген сандық анализ.

Сапалық А.- үлгінің құрамында әртүрлі химиялық элементтердің не атомдар топтамасының бар екендігін анықтайтын анализ.

Сандық А. – үлгідегі химиялық элементтердің , атомдар топтамасының немесе құрылымдарының мөлшерін анықтайтын анализ.

Тамшылық А. – аналитикалық реакцияны ерітіндінің бір тамшысында жүргізетін микрохимиялық анализ.

Титриметриялық А. – зерттелетін компоненттің мөлшерін онымен әрекеттесуге жұмсалатын титрант көмегіне сай есептейтін сандық анализ әдістерінің жиынтығы.

Элементтік А. – зерттелетін заттағы химиялық элементтерді сапалық тұрғыдан ашып, сандық тұрғыдан мөлшерін анықтауға бағытталған анализ.

Анализдің дәлдігі – сандық анализ кезіндегі өлшеудің қателігінің шамасы. Оның екі түрі бар: абсолюттік және салыстырмалы дәлдіктер.

Анион – теріс зарядты ион.

Аниониттер – аниондармен алмасу қабілеті бар иониттер.

Анион-радикалдар – радикалдар болып келетін аниондар.

Атом -1.химиялық элементтің ең кіші электр бейтарап бөлшегі.

2. молекуланың, ионның, радикалдың моноклидті құрылымдық элементі.

Орталық А. – комплексті қосылыстардағы лигандтардың электрон жұптарының акцепторы болып келетін атом.

Бөлшек . активті бөлшек – потенциалдық кедергі өтіп, активті комплекс түзуге жеткілікті энергиясы бар реакцияласқыш бөлшек.(молекула, атом, радикал)

Бромометрия – 1.Титрант ретінде калий бромидінің сулы ерітіндісінде еріген бром алынатын титриметрлі анализ. 2. Ерітіндіден бром мөлшерін анықтайтын титриметрлі анализ.

Бюкс – заттың аз мөлшерін өлшеуге және сақтауға арналған қақпағы тығыз жабылатын кішкене шыны ыдыс.

Бюретка – көлемдік анализде реакцияға қатысқан сұйықтардың көлемін дәл өлшеуге (1мл-дің жүздік бөлігіне дейін) арналған шүмегі бар шыны түтік.

Гидролиз – еріткіші су болатын, сольволиз нәтижесінде әлсіз электролит түзеді.

Дистиллят - айдау ыдысынан немесе ректификациялау мұнарасының жоғары бөлігінен шығатын көбігіне жеңіл ұшатын алынатын айдаудың немесе ректификациялаудың ақырғы өнімі.

Дистиллятор – 1.айдау аппараты. 2.дистелденген су алатын аппарат.

Күн Д-ы. – күн радиациясының энергиясын пайдаланып суды тұщылайтын дистиллятор.

Ерітінді – екі не одан да көп тәуелсіз компоненттері бар ауыспалы құрамды гомогенді жүйелер.

Аса қаныққан Е. –еріген заттың концентрациясы берілген температурада қаныққан ерітінділердің концентрациясынан көп метастабильді гомогенді жүйелер.

Буфер Е-і. – құрам немесе концентрация өзгергенде рН мәндері , тотығу-тотықсыздану потенциалдары және басқа сипаттамаларды қолдану қабілеті бар ерітінділер.

Сулы Е. – еріткіш ретінде су қолданылған ерітінділер.

Қаныққан Е. – еріген заттың өзіндік фазасының артық мөлшерімен теп-теңдікте болатын ерітінділер.

Қанықпаған Е. – берілген жағдайда еріген заттың концентрациясы қаныққан ерітінділердікінен аз болатын ерітінділер.

Сұйытылған Е. – еріткіштің концентрациясы еріген заттың концентрациясынан әлдеқайда көп болатын ерітінділер.

Стандартты Е. – дәл белгілі концентрациялы ерітінділер.

Электролит Е. – иондарға диссоциацияланатын заттардың ерітінділері.

Индикаторлар – 1. Реакция кезінде түсін, люминесценциясын өзгертетін немесе бір компоненттің реакция зонасында концентрациясының өзгеруімен сай жүзгін түзетін реактивтер.

2. Жүйеге енгізгенде тікелей байқалмайтын процестер туралы мәлімет алуға болатын агенттер. 3. Өлшенетін шаманың ең кіші шекті мәнін анықтауға арналған құралдар.

Адсорбциялық И. – титрлегенде түзілетін қатты фазаның бетінде адсорбцияланатын индикаторлар.

Аралас И. – рН мәнінің аз ғана аралығында өзінің түсін айқын өзгертетін, екі компоненттің қоспасынан тұратын қышқылдық негіздік индикаторлар.

Комплексонометриялық И.- комплексонометрияда қолданылатын индикаторлар.

Қайтымсыз И. – зерттелетін ортаның әсерінен қайтымсыз химиялық өзгеріске ұшырайтын индикаторлар.

Қайтымды И. – реакция кезінде зерттелетін ортаның әсерінен қайтымды болатын индикаторлар.

Қышқыл негіздік И. – ацидиметрияда және алкалиметрияда қолданылатын индикаторлар.

Люминесцентті И. – люминесценция интенсивтілігі мен түсін өзгертетін индикаторлар.

Тотығу-тотықсыздану И-ы. – зерттелетін ортаның әсері белгілі бір тотығу- тотықсыздану потенциалында әсер ететін индикаторлар.

Турбидиметриялық И. – турбидиметрияда қолданылатын адсорбциялық индикаторлар.

Түсті И. – бояуын өзгертетін индикаторлар.

Универсальді И. – рН мәнін кең аралығында (1-14 дейін) бірнеше рет түсін өзгертетін қышқылдық-негіздік индикаторлар.

Иондану – атомдардың және молекулалардың иондарға ыдырауы; электр-магниттік сәулеленуді сіңіргенде , газды қыздырғанда, электр өрісінің әсерінде бөлшектердің электрондар мен қозған бөлшектермен соғылысқанда пайда болады.

Иондық күш (ерітіндінің) - электролит ерітіндісінде иондар туғызатын электр өрісін сипаттаушы шама, ол иондардың концентрациясы және олардың валенттіліктерімен анықталады. Электролиттің кейбір қасиеттерін есептеу үшін қолданылады.

Иондық көбейтіндісі (судың) – судың сутек және гидроксид иондарының концентрацияларын көбейткеннен шығатын тұрақты шама.

Иондық тепе-теңдік – иондар арасында болатын алмасу реакцияларының тепе-теңдігі.

Ион алмасу – қайтымды химиялық реакция , қатты зат (ионит) және электролит ерітіндісінің арасында өтетін иондар алмасуы, суды тұзсыздандыруда , гидрометаллургияда, хроматографияда пайдаланылады.

Иондар – атомдар, радикалдар, молекулалар электрондарын жоғалтып немесе сырттан электрондар қосып алғанда туатын электрлік зарядты бөлшектер.

Комплекс – 1. Бірнеше құрамдық бөліктерден тұратын объект. 2. химиялық процестерде аралық өнім болып келетін күрделі бөлшектер.

Активтелген К. – химиялық реакцияның қарапайым актіндегі ауыспалы күйін көрсететін реакцияласатын атомдардың немесе молекулалардың конфигурациясы; бастапқы бөлшектермен салыстырғанда потенциал энергиясының қоры жоғарылығы және өмірлірінің қысқылығымен сипатталады.

Мультиплетті К. – катализатордың беттік атомдарының және реакцияласатын молекулалардың аздаған тобы, олардың өзара байланыстары гетерогенді – катализдік реакцияның қарапайым акті кезінде пайда болады және жойылады.

Комплексометрия - титриметриялық анализ түрі; титрант ретінде белгілі компоненттің үлгісімен тұрақты ерімтал комплексті қосылыс түзетін қосылыс ерітіндісі алынады.

Комплексонометрия – титриметриялық анализ, титранттар ретінде қолданылатын комплексондармен металдарды тұрақты қосылыстар түзуіне негізделген.

Комплексондар – лигандтар, құрамында HOOCCH_2 атомдар топтасуы кіреді және ол металл атомдарымен ішкі комплексті қосылыстар түзеді.

Комплекс түзуші - комплексті қосылыстардағы лигандтардың электрон жұптарының акцепторы болып келетін атом.

Константа .

Диссоциация К-сы - диссоциациялану константасы.

Комплекстің тұрақсыздық К-сы - комплекстің диссоциациялану процесінің теп-теңдік константасы.

Реакцияның жылдамдық константасы - реакцияласқыш заттардың концентрациясы бірге тең болғанда реакция жылдамдығына тең болатын дифференциалдық кинетикалық теңдеудегі пропорционалдық коэффициенті.

Тепе-теңдік K -сы - стехиометриялық коэффициенттерінің дәрежесімен алынған бір реакцияның тепе-теңдік активтіктерінің көбейтіндісінің осы реакцияның бастапқы заттарының сондай көбейтіндісіне қатынасы.

Тұрақтылық K -сы – комплекстің тұрақсыздық константасына кері шама.

Концентрация – жүйенің құрамын көрсету түрі, сандық мәні заттың саны мен (молекула саны, берілген компоненттің масса немесе моль саны) жүйенің барлық көлемінің өлшемдік қатынасына тең.

Жұмысшы K . – уақыттың кез келген сәтіндегі масса алмастырғыш аппараттағы кез келген нүктеде алынған әрекеттесуші фазалардағы компоненттердің концентрациясы.

Шекті K . - ерітіндідегі ерітілген заттардың максималь концентрациясы.

Коэффициент – 1.теңдеу параметрі. 2. ұғымдың сандық сипаттамасы.

Активтілік K -і. – ерітіндідегі заттың термодинамикалық активтілігінің осы заттың концентрациясына қатынасы.

Диссоциация K -і. – ерітінділердің сипаттамасы. Сан жағынан ерітіндідегі тепе-теңдік орнатылғаннан кейінгі бөлшектер санының алғаш алынған бөлшектер санына қатынасына тең.

Кювета – сұйықтықтар немесе газдарды оптикалық әдістермен зерттеуге арналған түтік.

Қоса тұндыру – негізгі компонентті тұнбаға түсіргенде қоспалардың ілесе түсуі.

Қышқылдар – химиялық қосылыстар класы, құрамдарында жылжымалы (протондарын катиондарға немесе басқа электрофильдерге алмастыру үшін бөліп шығару қабілеті) сутек атомдары кіреді.

Әлсіз қышқылдар - ерітіндіде диссоциациялану дәрежесі төмен болатын қышқылдар.

Күшті Қ. – ерітіндіде диссоциациялану дәрежесі жоғары болатын қышқылдар.

Льюис Қ. - электрон жұптарының акцепторлары болып келетін және протондардың қатысынсыз негіздермен реакцияласатын химиялық қосылыстар класы.

Лиганд – комплексті қосылыстардың қажетті құрам бөлігі, комплекстер құрылымында ол комплекс түзушімен тікелей байланысады, ал комплекс түзгенде көбіне электрон жұптарының доноры болып келеді.

Меркуриметрия – Hg^{2+} катиондарымен нашар диссоциацияланатын қосылыстар түзетін (соның ішінде комплексті) аниондардың титриметриялық анализдерінің түрі.

Меркурометрия – Hg_2^{2+} катиондарымен аз еритін қосылыстар түзетін аниондардың (негізінде галоген аниондарының) титриметриялық анализ түрі.

Негіздер – химиялық қосылыстар класы, құрамында аниондармен немесе қандай да бір нуклеофильдермен алмаса алатын бір немесе бірнеше гидроксил тобы болады.

Әлсіз Н. – ерітіндіде төменгі диссоциациялану дәрежесін көрсететін негіздер.

Льюис Н-і. – координациялық байланыс түзуші электрон жұптарының донорлары.

Күшті Н. – ерітіндіде жоғары диссоциациялану дәрежесін көрсететін негіздер.

Оксидиметрия – химиялық мөлшерлік анализ әдістерінің бірі, бұл әдіс тотығу-тотықсыздану реакцияларына негізделген.

Пипетка – 1. реагенттерді тамшылатып дозалауға арналған құрал. 2. калибрленген түтікшесі бар сұйық үлгілердің дәл мөлшерін бөліп алуға арналған шыны ыдыс.

Реагенттер – химиялық реакциялардың және басқа физика-химиялық процестердің бастапқы компоненттері болып келетін химиялық қосылыстар және заттар қоспасы.

Реактивтер – 1. құрамы мен қасиеті бойынша регламентацияланған препараттар. 2. аналитикалық химияда кейбір қосылыстар немесе қосылыстар тобына арналған арнайы реакцияларда қолданылатын құрамы мен қасиеттері бойынша регламентацияланған препараттар.

Реакция - әрекеттесу процесі.

Арнайы Р. – жүйеде реагенттердің қажетті құрамы болғанда арнайы нәтиже (газ, тұнба, бөліп шығу, түс өзгеру, және т.б.) беретін химиялық реакциялар.

Қайтымсыз Р. – тек тікелей бағытта жүретін химиялық реакциялар нәтижесінде өзара әрекеттеспейтін өнімдер түзіледі.

Тотығу-тотықсыздану Р. - реагенттердің құрамындағы химиялық элементтердің тотығу дәрежелері өзгеріп жүретін химиялық реакциялар.

Химиялық Р. – реакцияға қатысушы реагенттердің химиялық табиғатының өзгеруіне әкелетін реакциялар.

Редоксиметрия –тотығу –тотықсыздану реакцияларының қолданылуына негізделген титриметриялық анализ әдістерінің тобы.

Редокс потенциал – тотығу – тотықсыздану электродының электрлік потенциалы.

Редуктометрия –титрант ретінде тотықсыздандырғыш ерітінділері қолданылатын титриметриялық анализ әдістері.

Сутектік көрсеткіш - pH . Ортаның қышқылдығын сипаттаушы ұғым, сутек иондары активтігінің теріс ондық логорифміне тең , бейтарап ортада $pH=7$, қышқылдық ортада $pH<7$, негіздік ортада $pH>7$.

Стабилизатор – иондары коллоид бөлшектерінде адсорбцияланып, оларды зарядтандырғандықтан коллоид ерітіндісін тұрақты етіп тұрақты сипат беретін зат.

Сүзу – сүзгіш тоспалар көмегімен суспензияларды және аэрозольдарды дисперсті орта немесе дисперсті фазаға бөлу процесі.

Таразы – эталондарымен немесе осы массаға әсер ететін гравитациялық күштерімен салыстыра отырып, берілген дененің массасын анықтауға арналған аспап.

Аналитикалық Т. – жүктің массасы 200г дейін жететін 0,001г дәлдікпен анықтайтын лабораториялық таразылар.

Техникалық Т. – 50кг жоғары салмақты өлшейтін таразылар .

Электронды Т. –таразының бұрылу бұрышының сай келетін электрлік сигналды электронды құрал арқылы көрсететін аналитикалық таразылар.

Тепе- теңдік – жүйе параметрлерінің уақыттан тәуелсіз кездегі күйі.

Химиялық Т-т. – тұрақты температурада тура және кері жүретін химиялық реакциялардың жылдамдығының бірдейлігі сақталатын жүйедегі термодинамикалық тепе-теңдік.

Тигель – түбінен аузы кеңдеу келетін жалпақ түпті дөңгелек отқа төзімді ыдыс, жоғары температурада материалдардың аз ғана мөлшерін балқытуға, қыздыруға, қайнатуға т.б. операцияларға арналған.

Титр – ерітіндінің 1 мл –де еріген заттың грамм саны

Титрант –титриметриялық анализде қолданылатын реагент ерітіндісі немесе сол қосылған концентрациясы дәл белгілі газдық қоспа.

Титрлеу –титрлеудің ақырғы нүктесіне жеткенше ерітіндіге титранттың белгілі мөлшерін біртіндеп қосу арқылы ерітіндінің концентрациясын анықтайтын әдіс және процесс.

Тотығу – 1)оттекпен әрекеттесу процесі; 2) тотығу-тотықсыздану реакцияларының барысында, тотықсыздандырғыштардың электрон беру процесі.

Тотықтырғыш – тотығу-тотықсыздану реакциясындағы электрон қабылдаушы реагент.

Тотықсыздандырғыш – тотығу-тотықсыздану реакциясы кезінде өзінен электрон бөліп, тотығу дәрежесін өзгертетін бөлшек.

Тотықсыздану – реакция кезінде атомның, ионның немесе молекуланың электрон қосып алу процесі ; тотықсызданғанда бөлшектің тотығу дәрежесі кемиді.

Түрбидиметрия – сандық анализ әдісі, сұйық фазадағы анықталатын заттың бөлшектерінен түзілген суспензия арқылы өтетін жарықтың интенсивтілігін өлшеуге негізделген.

Тұздар – негіздік қасиеті бар реагенттермен қышқылдық қасиеті бар реагенттердің әрекеттесуінің нәтижесіндегі өнімдерді қамтитын химиялық қосылыстар.

Комплексті Т. - өз құрамында комплексті катиондар не аниондар болатын тұздар.

Тұндырғыш – тұнба түсу үшін ерітіндіге қосатын реагент.

Тұнба – тұнбаға түсіргенде алынатын қатты зат.

Тұнбаға түсіру – тозаңданған газдардан, суспензиядан және эмульсиядан инерциялық және электростатикалық күштердің әсерінен дисперсті фазаны бөліп алу.

Фильтр –сүзгіш .Сүзуге арналған аппарат.

Фильтрат –сүзінді. Сүзгіш тоспа арқылы өткен құрамында ұзақ қатты бөлшектері бар сұйық фаза.

Фильтрация - екуек орта немесе түйіршікті қабат арқылы сұйықтың немем газдың өтуі.

Центрифуга – центрифуга роторының айналуынан туатын центрден тепкіш күштердің әсерімен суспензияларды сүзу немесе суспензия мен эмульсияларды тұнбаға түсіруге арналған машиналар.

Центрифугалау – центрифугаларда суспензия және эмульсияларды дисперсті фазаға және дисперсиялық ортаға бөлу процесі.

Цериметрия – Ce(IV) тұздарының ерітінділерін титрант – тотықтырғыш ретінде қолдануға негізделген тотықсыздандырғыштардың титриметриялық анализі.

Электролиттер – сұйық немесе қатты күйде иондық өткізгіштік қабілеті бар жүйелер.

Әлсіз Э-р. – ерітіндідегі электролиттік диссоциациялану дәрежесі бірден әлдеқайда аз және ерітіндінің концентрациясы өзгергенде бірге қатты өзгертін электролиттер.

Күшті Э-р. – ерітінділердегі электролиттік диссоциациялану дәрежесі бірге тең немесе соған жақын болатын электролиттер.

ПАЙДАЛАНЫЛҒАН ӘДЕБИЕТТЕР ТІЗІМІ

1. В.Н.Алексеев. Количественный анализ.Москва, 1973, “Химия”, 585 с.
2. Крешков А.П. Основы аналитической химия. 2 том. 1976, “Химия”, 472 с.
3. Құлажанов Қ.С. Аналитикалық химия. Алматы, 1994, “Білім”, 272 б.
4. Сағадиева К.Ж., Бадавамова Г.Л. Аналитикалық химияның теориялық негіздері. Алматы:1994, 213б.(оқу құралы).
5. Васильев В.П. Аналитическая химия т.2М.:ВШ.1989г.
6. Пилипенко А.Т., Пятницкий И.В. Аналитическая химия. М: Химия, 1990г.2кн.
7. Янсон Э.Ю. Теоретические основы аналитической химии.М.:Высшая школа,1987.
8. Посыпайко В.И и другие. Химические методы анализа. М.:ВШ.1989г.
9. Воскресенский А.Г. и др. Сб.задач и упражнений по аналитической химии. –М.:Просвещение,1985.
10. Логинов Н.Я. и др. Аналитическая химия. М.: Химия,1983г.

11. Барсукова З.А. Аналитическая химия. М.: В.Ш.,1990г.
12. Пономарев В.Д. Аналитическая химия. 1,2 т:“Высшая школа”,1982 г.
13. Основы аналитической химии (под редакцией Ю.А.Золотова) в 2х кн. М. “Высшая школа”, 1996 г.
14. Золотов Ю.А. Аналитическая химия: проблемы и достижения. М.: “Наука”,1992 г.
15. Москвин Л..Н., Царицына Л.Г. Методы разделения и концентрирования в аналитической химии. Л.:“Химия”, 1991 г.
16. Сағадиева К.Ж., Мендалиева Д.К. Потенциометрия және потенциометриялық титрлеу.Әдістемелік нұсқау. Алматы:1988, 28б.
17. Чарыков А.К. Математическая обработка результатов химического анализа. Методы обнаружения и оценок ошибок. Л.: “Химия”,1984г.
18. Ярославцев А.А. Сб.задач и упражнений по аналитической химии. -М.:Высшая школа,1979.
19. Воскресенский А.Г. и др. Сб.задач и упражнений по аналитической химии. – М.:Просвещение, 1985 г.
20. Фритц Дж., Шенк Г. Количественный анализ.М.:ВШ,1978 г.
21. Захарова Э.А. Обработка результатов химического анализа. Томск.: Из-во Томск.университета, 1984 г.
22. Бархер Ф.Дж.Компьютеры в аналитической химии. М.:Мир.1987г.

Мазмұны

1. Кіріспе.....	5
2. Титриметриялық (көлемдік) анализ.....	6
3. № 1 лабораториялық жұмыс. Өлшеуіш ыдыстар сыйымдылығын тексеру	7
4. Қышқыл-негіздік титрлеу.....	8
5. Ацидиметрия. №2 лабораториялық жұмыс. Хлорсутек қышқылының жұмысшы ерітіндісін дайындау.....	9
6. № 3 лабораториялық жұмыс. Концентрациясы белгісіз ерітіндіден сілтінің массасын анықтау.....	13
7. № 4 лабораториялық жұмыс. Қоспада NaOH және Na ₂ CO ₃ бірге жүрген мөлшерін анықтау.....	14
8. Алкалиметрия. № 5 лабораториялық жұмыс. Натрий гидроксидінің жұмысшы ерітіндісін дайындау.....	17
9. № 6 лабораториялық жұмыс. Концентрациясы белгісіз ерітіндідегі қышқылдың мөлшерін анықтау.....	20
10. Тотығу –тотықсыздану титрлеу әдістері.....	22
11. № 7 лабораториялық жұмыс. Мор тұзы құрамындағы темір (II) мөлшерін перманганатометрия әдісімен анықтау.....	23
12. № 8 лабораториялық жұмыс. Перманганатометриялық әдіспен H ₂ O ₂ мөлшерін анықтау.	27
13. Дихроматометрия.....	29
14. № 9 лабораториялық жұмыс. Мор тұзындағы темір мөлшерін анықтау.....	30
15. Иодометрия.....	32
16. № 10 лабораториялық жұмыс. Натрий тиосульфатының титрленген ерітіндісін дайындау.....	33
17. № 11 лабораториялық жұмыс. Мыс купоросы ерітіндісіндегі мыс мөлшерін анықтау.....	36
18. Тұндыру титрлеу әдістері... ..	38
19. Аргентометрия. № 12 лабораториялық жұмыс. Күміс нитратының титрленген ерітіндісін дайындау.....	39
20. № 13 лабораториялық жұмыс. Хлоридтер мөлшерін анықтау....	42
21. Роданометрия.....	42
22. № 14 лабораториялық жұмыс. Роданометрия ерітінділерін дайындау және стандарттау.....	43
23. № 15 лабораториялық жұмыс. Үлгідегі бром мөлшерін кері титрлеу әдісімен анықтау.....	44
24. Меркурометрия. № 16 лабораториялық жұмыс. Меркурометрия әдісімен хлоридтер мөлшерін анықтау.....	45

25. Комплексонометрия.....	47
26. № 17 лабораториялық жұмыс. Судың жалпы кермектілігін анықтау.....	48
22. Гравиметрия.....	50
23. № 18 лабораториялық жұмыс. Барий хлориді кристаллогидраты құрамындағы кристалданған судың мөлшерін анықтау.....	50
24. № 19 лабораториялық жұмыс. Барий хлориді кристаллогидраты құрамындағы барийдің мөлшерін анықтау.....	53
25. № 20 лабораториялық жұмыс. Мор тұзы құрамындағы темір мөлшерін анықтау.....	56
26. Қосымша 1. Судың тығыздығының температураға байланыстылығы.....	59
27. Қосымша 2. Қышқыл ерітінділерінің тығыздығы мен концентрациясы.....	60
28. Қосымша 3. Комплексті иондардың тұрақсыздық константалары.....	61
29. Қосымша 4. 0 ден 100 °С температура аралығында судың иондық көбейтіндісі.....	62
30. Глоссарий.....	63
31. Пайдаланылған әдебиеттер тізімі.....	73

Мәдібекова Ғалия Мүтәліқызы

АНАЛИТИКАЛЫҚ ХИМИЯ
(сандық анализ
лабораториялық практикумы)

Аналитикалық химия пәнінің
сандық анализ курсынан
лабораториялық жұмыстарға арналған

ӘДІСТЕМЕЛІК НҰСҚАУ

© Мәдібекова Ғ.М.

Ө. Жәнібеков атындағы Оңтүстік Қазақстан педагогикалық
университетінің шағын баспаханасында басылды. 2026 ж.
Шымкент қ., Байтұрсынов көш., 13 үй.