

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ «ЧЕРНІГІВСЬКА ПОЛІТЕХНІКА»

**Методи аналізу сировини та продукції
харчових виробництв**

ЛАБОРАТОРНИЙ ПРАКТИКУМ
для здобувачів першого (бакалаврського) рівня вищої освіти
спеціальності 181– Харчові технології
Освітня програма «Харчові технології та інженерія»
(Частина 2)

ЗАТВЕРДЖЕНО
на засіданні кафедри
харчових технологій
протокол №1
від 07.09.2020

Чернігів НУ «Чернігівська політехніка» 2020

Методи аналізу сировини та продукції харчових виробництв. (Частина 2).
Лабораторний практикум для здобувачів першого (бакалаврського) рівня
вищої освіти спеціальності 181– Харчові технології. Освітня програма
«Харчові технології та інженерія» // Укл.: В.М. Челябієва. – Чернігів: НУ
«Чернігівська політехніка», 2020. – 50 с.

Укладач: ЧЕЛЯБІЄВА ВІКТОРІЯ МИКОЛАЇВНА, кандидат технічних наук,
доцент

Відповідальний за випуск: ХРЕБТАНЬ ОЛЕНА БОРИСІВНА,
завідувач кафедри харчових технологій
кандидат технічних наук, доцент

Рецензент: БУЯЛЬСЬКА НАТАЛІЯ ПАВЛІВНА, кандидат технічних наук,
доцент, доцент кафедри харчових технологій НУ «Чернігівська
політехніка»

Вступ	4
Лабораторна робота № 1. Гравіметрія. Вагове визначення сульфатів у вигляді барій сульфату	5
Лабораторна робота № 2. Визначення загальної твердості води.....	14
Лабораторна робота № 3. Стандартизація розчину HCl. Визначення вмісту натрій гідрогенкарбонату в питній соді.....	16
Лабораторна робота № 4. Перманганатометрія. Визначення вмісту нітритів.....	21
Лабораторна робота № 5. Йодометрія. Визначення вмісту Купруму (II) у розчині.....	25
Лабораторна робота № 6. Фотометричний аналіз. Визначення вмісту Купрум (II) у сировині.....	28
Лабораторна робота № 7. Застосування потенціометричного та колориметричного методів аналізу для визначення показників якості готових виробів	34
Лабораторна робота № 8 Рефрактометричний метод аналізу.....	43
Рекомендована література	50

Вступ

Вивчення дисципліни «Методи аналізу сировини та продукції харчових виробництв» спрямоване на формування у майбутніх бакалаврів харчових технологій знань у галузі контролю якості сировини та продукції харчових виробництв та умінь застосовувати сучасні хімічні та фізико-хімічні методи аналізу.

Основні завдання навчальної дисципліни «Методи аналізу сировини та продукції харчових виробництв» полягають в оволодінні теоретичними і практичними навичками у використанні сучасних хімічних та фізико-хімічних методів і засобів оцінювання якості сировини та готової продукції харчових виробництв.

У сучасних лабораторіях все ширше застосовують фізичні та фізико-хімічні методи аналізу, які характеризуються достатньою точністю, чутливістю, відтворюваністю та швидкістю отримання результатів. Вибираючи метод кількісного визначення, враховують необхідну точність результатів, швидкість виконання аналізу, а в разі масових визначень – доступність і вартість застосовуваних реактивів. Тому у практиці лабораторій ще широко використовують класичні хімічні методи аналізу.

Лабораторна робота № 1

Гравіметрія. Вагове визначення сульфатів у вигляді барій сульфату

1.1 Мета: отримати навички проведення гравіметричного методу аналізу-методу осадження. Визначити вміст сульфату у натрій сульфаті.

1.2 Короткі теоретичні відомості

Гравіметричним аналізом називають метод кількісного аналізу, який ґрунтується на обчисленні результатів зважування продукту реакції.

Гравіметричні методи аналізу:

✓ методи відгонки – цими методами визначають тільки леткі сполуки або такі, що перетворюються на леткі в процесі аналізу. Для цього наважку речовини зважують, висушують за певної температури і знову зважують. Вміст леткого компонента визначають за втратою ваги. Так можна визначити вологість продовольчих товарів (наприклад, макаронних виробів, хліба тощо).

✓ методи осадження – має найбільше значення, відомий з давніх часів. ґрунтуються на переведенні речовини, що визначають, в малорозчинну сполуку, яку потім відокремлюють, зважують і за її масою обчислюють вміст компонента (елемента, речовини). Схема методу осадження така: наважку досліджуваної речовини переводять у розчин і на йон, який визначають, діють осаджувачем для отримання малорозчинної сполуки (*осаджуваної форми*), осад відокремлюють фільтруванням, очищають промиванням і висушують або прожарюють для отримання хімічностійкої речовини сталого складу, так званої *гравіметричної форми*.

Речовину, у вигляді якої визначуваний компонент виділяється в осад, називають *осаджуваною формою*. Сполуку, за масою якої оцінюють кількість визначуваного компонента, називають *гравіметричною формою*.

Різниця між осаджуваною і гравіметричною формою полягає у наступному – наприклад, при визначенні катіону Al^{3+} осаджуваною формою буде $Al(OH)_3$. Під час прожарювання цей гідроксид втрачає воду і перетворюється на оксид Al_2O_3 , який і зважують. Тобто гравіметричною формою буде Al_2O_3 , а не осаджена в процесі реакції сполука $Al(OH)_3$.

В окремих випадках осаджуваною і гравіметричною формою буває одна й та сама речовина. Наприклад, йони Ba^{2+} осаджують із розчину сульфатною кислотою у формі $BaSO_4$. Під час прожарювання склад осаду залишається незмінним, тому і зважують Ba^{2+} у такій самій формі, як і осаджують.

Осаджувана форма має відповідати таким вимогам:

- ☞ осад має бути практично нерозчинним. Це означає, що в розчині після осадження визначуваного йона повинно залишатися менше, ніж можна зважити на аналітичних терезах (менше 10^{-4} г). М.О. Тананаєв,

визначив величину розчинності, нижче, якої осад вважається практично нерозчинним. Розчинність осаду повинна бути не більшою за 10^{-6} моль/л. Якщо при гравіметричному визначенні утворюється осад, розчинність якого дорівнює 10^{-6} (або менше), то надлишок осаджувача не потрібний, і такий осад можна промивати водою. Якщо розчинність більша за 10^{-6} , для практично повного осадження треба добавляти надлишок осаджувача, який визначають за формулою визначення добутку розчинності;

☞ розмір зерна осаду повинен бути більшим ніж пори фільтра (для відокремлення осаду від розчину фільтруванням). У результаті осадження мають утворюватися грубозернисті кристали, оскільки вони не забивають пори фільтра, слабо адсорбують з розчину сторонні речовини і легко відмиваються від різних забруднень. Дрібнозернисті осади можуть проходити крізь пори фільтра, що в гравіметричному аналізі неприпустимо. Аморфні осади, особливо драглисті, наприклад $\text{Al}(\text{OH})_3$, схильні до вбирання з розчину сторонніх речовин, їх важко відмити від домішок;

☞ легко й повністю перетворюватись на гравіметричну форму.

Гравіметрична форма має відповідати таким вимогам:

☞ склад осаду після висушування або прожарювання повинен відповідати певній хімічній формулі;

☞ бути хімічно стійкою, не бути гігроскопічною, не поглинати карбон (IV) оксид з повітря, не окиснюватись і не відновлюватись під час прожарювання;

☞ відносна молекулярна маса гравіметричної форми осаду має бути якомога більшою, щоб похибка визначення якнайменше впливала на результати.

Гравіметричний аналіз застосовують:

✓ у харчовій промисловості, наприклад для визначення вмісту вологи у м'ясних продуктах, молоці, сирі, крупі та хлібобулочних виробках або золи в борошні тощо;

✓ у санітарно-гігієнічних дослідженнях, наприклад, визначення ступеня запилення повітря у спортивних залах, виробничих, навчальних і житлових приміщеннях;

✓ для оцінки якості питної води, а саме визначення вмісту у ній нерозчинних завислих речовин.

Перевагою гравіметричного аналізу є висока точність результатів, а одним із основних недоліків – значна витрата часу на його виконання.

Для гравіметричного аналізу використовують наступний хімічний посуд і обладнання (рис. 1.1):

☞ *хімічні склянки*. У гравіметричному аналізі використовують тонкостінні склянки (з носиком) з термічно стійкого скла місткістю 100, 200 або

400 см³ для розчинення взятих для аналізу речовин і для осадження (рис. 1.1 в);

- ☞ *бюкси* – маленькі склянки з пришліфованою скляною кришкою, призначені для зважування твердих і рідких гігроскопічних речовин, висушування речовин у сушильній шафі;
- ☞ *фарфорові тиглі* – використовують для прожарювання осадів на полум'ї газового пальника або у муфельній печі;
- ☞ *фарфорові чашки* – використовуються для випарювання розчинів (рис. 1.1 а);
- ☞ *тигельні щипці*. Тиглі переносяться спеціальними щипцями, що мають плоскі, загнуті догори кінці. Перед користуванням слід очистити кінці щипців прожарюванням їх у полум'ї пальника. Тигель беруть щипцями за край;
- ☞ *фарфорові трикутники*. Фарфорові тиглі для нагрівання на газовому пальнику закріплюють у трикутнику, виготовленому з фарфорових трубочок, насаджених на плетену дротинку;
- ☞ *ексикатор* – товстостінна скляна посудина, яка закривається пришліфованою кришкою. Шліфовані краї ексикатора змащують тонким шаром вазеліну. В нижню частину ексикатора вміщують гігроскопічну речовину (водопоглинач) – найчастіше це прожарений кальцій хлорид, рідше концентрована сульфатна кислота, найкраще користуватися кальцій оксидом. Між верхньою й нижньою частинами ексикатора вміщують фарфорову пластинку з отворами для розміщення тиглів, бюксів тощо. Тиглі й бюкси витримують в ексикаторі після прожарювання або висушування для охолодження до кімнатної температури перед зважуванням на аналітичних терезах, щоб тиглі в процесі охолодження не збільшили свою вагу за рахунок вологи, поглинутої з атмосфери. Охолодження фарфорових тиглів триває 35-40 хв. В ексикаторах також зберігають осадів й речовини, що вбирають вологу з атмосфери. Ексикатор з вміщеним в нього гарячим тиглем або чашкою спочатку закривають на повністю і залишають так на 2-3 хв, поки тиск в ексикаторі не зрівняється з тиском зовнішнього повітря.
- ☞ *електричні сушильні шафи* призначені для висушування посуду, осадів і зразків досліджуваної речовини. Температура в них змінюється від 20 до 300 °С.
- ☞ *електричні муфельні печі* призначені для прожарювання осадів у тиглях. Температура в муфельних печах може досягати 800-1200 °С;
- ☞ *аналітичні терези* – чутливий вимірювальний прилад для визначення маси речовин з точністю до 0,0001—0,0002 г. Така точність є необхідною умовою для проведення кількісного аналізу. Аналітичні спеціальних

дошках, закріплених у капітальну стіну. Вони завжди мають знаходитись у скляному футлярі з боковими дверцятами, які під час зважування і в неробочому стані мають бути закритими. Різні системи аналітичних терезів різняться деякими деталями, але принцип будови і правила роботи з ними однакові і наводяться в технічному паспорті, який додається до приладу.



а



б



в



г



д



е



ж



з



и

Рисунок 1.1 – Хімічний посуд та обладнання, яке використовується в гравіметричному аналізі.

а – тиглі; б – бюкс; в, г – тигельні щипці; д – фарфоровий трикутник;
е – ексикатор; ж – сушильна шафа; з – муфельна піч; и – аналітичні терези системи ТЛР-200

1.3 Експериментальна частина

Обладнання: хімічні стакани на 200 см³ 10 шт, колби плоскодонні на 50 см³ 5 штук, мірні циліндри, терези аналітичні, електричні плитки, сушильна шафа, фільтр синя стрічка, муфельні піч, бюкси 5 шт, прожарені тиглі на 50 см³ 6 шт, ексікатор.

Реактиви: сіль ВаСl₂, дистильована вода, сіль натрій сульфату, розчин метилового оранжевого, концентрована хлоридна (соляна) кислота.

Виконання роботи:

1. Приготувати розчин осаджувача. На технічних терезах зважити 2 г ВаСl₂ і розчинити його в 50 см³ води.

2. Сульфат-іони осаджують у вигляді кристалічного осаду. Для аналізу беруть наважку, що становить 0,01 еквівалентної маси сульфату. На аналітичних терезах зважують натрій сульфат з точністю до 0,0001г і розчиняють у 100 см³ води (якщо в утвореному розчині є каламуті механічних домішок, його фільтрують).

3. До розчину добавляють 2-3 краплі розчину метилового оранжевого і краплями концентровану хлоридну (соляну) кислоту, поки забарвлення індикатору не зміниться на червоне. Після цього ще добавляють 1 см³ кислоти.

4. Розчини сульфату, що досліджують, і барій дихлориду нагрівають до кипіння і повільно, краплями добавляють до розчину сульфату розчин барій дихлориду, аж поки не добавлять 2/3 осаджувача, решту осаджувача доливають відразу. Стакан з осадом закривають папером і залишають відстоюватися 2-2,5 год.

5. Перевіряють повноту осадження, для цього в окремій пробірці до прозорого розчину над осадом добавляють кілька крапель ВаСl₂. Якщо повноти осадження не досягнуто, то розчин з осадом нагрівають, добавляють 1 г барій дихлориду, розчиненого в 20 см³ води, і вміст стакана знову відстоюють.

6. Осад після відстоювання відфільтровують крізь щільний фільтр із синьою смужкою і промивають його на фільтрі 2-3 рази малими порціями холодної води. У промивних водах перевіряють на наявність Сl⁻ іонів, щоб упевнитися у повноті промивання.

7. Осад разом з фільтром висушують у сушильній шафі, переносять у зважений тигель, фільтр спалюють і осад прожарюють за температури 750-800°С протягом 30 хвилин. Потім тигель охолоджують в ексікаторі і зважують на аналітичних терезах.

8. За знайденою масою барій сульфату обчислюють масову частку сульфату.

$$\omega \text{ SO}_4^{2-} = \frac{Mr(\text{SO}_4^{2-}) \cdot B}{Mr(\text{BaSO}_4) \cdot q} \cdot 100\%$$

де $M_r(SO_4^{2-})$ і $M_r(BaSO_4)$ – відповідно відносні молекулярні маси сульфат-іона і барій сульфату; B – маса осаду вагової форми в грамах; q – маса наважки в грамах.

Методами математичної обробки встановлюють *грубі помилки* – *промахи* – результати вимірів, які значно відхиляються від інших. **Промахи визначають, використовуючи Q-критерій** (таблиця 1.1).

Завдання

1. Встановити промахи серед експериментальних даних усіх бригад, що працювали на лабораторній роботі.

Для обробки за Q-критерієм результати вимірювань розташовують у зростаючий ряд і визначають $Q_{\text{експ.}}$ за формулою:

$$Q_{\text{експ.}} = \frac{X_{\text{пр}} - X_{\alpha}}{X_{\text{мак.}} - X_{\text{мін.}}}$$

де – $X_{\text{пр.}}$ – результат, який можна вважати промахом;

X_{α} – результат, найближчий до промаху;

$X_{\text{мак.}}$ та $X_{\text{мін.}}$ – максимальне та мінімальне значення в ряду.

Отримане значення $Q_{\text{експ.}}$ порівнюють з табличним (таблиця 1.2) при даному числі дослідів n . Якщо $Q_{\text{експ.}} > Q_{\text{табл.}}$, то має місце промах. Промахи звичайно відкидають.

Таблиця 1.1 – Значення Q-критерію

	n	3	4	5	6	7	8	9	10
Q-критерій	$Q_{0,95}$	0,94	0,77	0,64	0,56	0,51	0,48	0,44	0,42
	$Q_{0,99}$	0,99	0,89	0,86	0,70	0,64	0,58	0,54	0,53

Крім Q-критерію для визначення промахів використовують також $3S$ -критерій, за яким відхилення одиничного вимірювання від \bar{x} на повинно перевищувати $3S$, інакше має місце промах.

Приклад розрахунку Q-критерію:

При аналізі зразку було отримано п'ять результатів: 10,2; 10,3; 10,1; 10,9; 10,3%. За припущенням 10,9% – промах. Розташовуємо результати у порядку зростання: 10,1; 10,2; 10,3; 10,3; 10,9. За формулою 6.6 розраховуємо $Q_{\text{експ.}}$:

$$Q_{\text{експ.}} = \frac{10,9 - 10,3}{10,9 - 10,1} = 0,65$$

Отримане значення $Q_{\text{експ.}}$ порівнюють з $Q_{\text{табл.}}$ $Q_{\text{табл.}}$ при $n=5$ та ймовірності 0,95 дорівнює 0,64. Оскільки $0,65 > 0,64$ і $Q_{\text{експ.}} > Q_{\text{табл.}}$, то має місце промах.

Часто виникає необхідність за 2-3 результатами визначити кількість паралельних аналізів для досягнення необхідної точності.

2. *Розрахувати величину випадкової похибки (для цього беруть дані усіх бригад студентів, які проводили аналіз, це 4-5 експериментальних даних, залежно від кількості студентів у підгрупі, відкидаючи промахи):*

Обчислюють:

✓ середнє арифметичне $\bar{x} = \frac{1}{n} \sum x_i$;

де n – число вимірювань, x_i – результат окремого вимірювання;

✓ стандартне відхилення:

$$S = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

Приклад розрахунку стандартного відхилення:

Номер вимірювання	x_i	\bar{x}	$(x_i - \bar{x})^2$
1	98,10		0,0025
2	98,15		0,0000
3	98,22		0,0049
4	98,08		0,0049
5	98,10		0,0025
6	98,24		0,0081
Число вимірювань $n = 6$	$\sum x_i = 588,89$	98,15	$\sum (x_i - \bar{x})^2 = 0,0229$

$$S = \sqrt{\frac{0,0229}{5}} = 0,676$$

✓ визначають стандартне відхилення середнього арифметичного:

$$S_{\bar{x}} = S / \sqrt{n} ;$$

Наприклад, $S_{\bar{x}} = 0,676 / \sqrt{6} = 0,276$.

✓ визначають ймовірну випадкову похибку:

$$E = S_{\bar{x}} t$$

де t-критерій Стьюдента або ймовірність того, що відхилення окремого вимірювання не перевищує деякої заданої величини, t знаходять за таблицею 1.2.

Таблиця 1.2 – Значення t-критерію при різних значеннях надійності α і числа визначень n

f = n – 1	α					
	0,5	0,7	0,9	0,95	0,99	0,999
1	1,00	1,96	6,31	12,71	63,66	636,62
2	0,82	1,34	2,92	4,30	9,92	31,60
3	0,76	1,25	2,35	3,18	5,84	12,94
4	0,74	1,19	2,13	2,78	4,60	8,61
5	0,73	1,16	2,01	2,57	4,03	6,86
6	0,72	1,13	1,94	2,45	3,71	5,60
7	0,71	1,12	1,89	2,36	3,50	5,40
8	0,71	1,11	1,86	2,31	3,35	5,04
9	0,70	1,10	1,83	2,26	3,25	4,78
10	0,69	1,09	1,81	2,23	3,17	4,59

Ймовірна випадкова похибка визначає надійний інтервал, на якому перебуває величина, яку слід визначити, $x = \bar{x} \pm E$. Користуючись даними таблиці 1.1, знаходимо, що в наведеному вище прикладі при вірогідності 0,95 істинне значення вимірюваної величини знаходиться у межах:

$$98,15 \pm (0,0276 \cdot 2,57) = 98,15 \pm 0,071.$$

3. Визначення необхідну кількість паралельних вимірів.

Приклад визначення необхідної кількості паралельних вимірів:

При аналізі речовини отримані результати 15,6 та 15,0%. Необхідно розрахувати кількість паралельних аналізів для отримання похибки не більше 5%, що забезпечує необхідну точність аналізу. Визначаємо величину випадкової похибки результату аналізу для двох значень ($n=2$; $f = 2 - 1 = 1$):

$$\bar{x} = \frac{1}{2}(15,6 + 15,0) = 15,3.$$

Відхилення дорівнюють $15,6 - 15,3 = 0,3$ та $15,0 - 15,3 = -0,3$;

$$S = \sqrt{\frac{(15,6 - 15,3)^2 + (15,0 - 15,3)^2}{2 - 1}} = 0,42;$$

$$S_{\bar{x}} = 0,42\sqrt{2} = 0,298.$$

Визначаємо ймовірну випадкову похибку (при $\alpha=0,95$; $f=1$):

$$E = S_{\bar{x}}t = 0,298 \cdot 12,7 = 3,78.$$

E можна представити у відсотках: $E, \% = E \cdot 100\% / x = 3,78 \cdot 100\% / 15,3 = 24,7\%$.

Для досягнення інтервалу довіри у 5% необхідно змінити t -критерій, який задається числом ступенів свободи f . Оскільки отриманий результат 24,7% приблизно у 5 разів перевищує необхідні 5%, то потрібна величина t -критерію повинна дорівнювати або бути менша наступного табличного значення: $t_{\text{табл.}} = 12,7/5 = 2,54$. За таблицею 6.1 визначаємо, що найближчий t -критерій має значення $t_{0,95} = 2,45$ при $f=6$. Значить, необхідне число паралельних аналізів можна знайти з $f = n-1$, звідки $n = f+1 = 6+1 = 7$. У цьому випадку:

$$E = S_{\bar{x}}t = 0,298 \cdot 2,45 = 0,73$$

або у відсотках:

$$E, \% = E \cdot 100\% / x = 0,73 \cdot 100\% / 15,3 = 4,77\%.$$

1.4 Висновок: вказати отримане значення вмісту сульфату у натрій сульфаті із зазначенням надійного інтервалу.

1.5 Контрольні питання.

1. Який метод аналізу називають гравіметричним?
2. Які види гравіметричного аналізу ви знаєте?
3. Що таке осаджувана форма? Яким вимогам вона має відповідати?
4. Що таке гравіметрична форма? Яким вимогам вона має відповідати?
5. У чому переваги й недоліки гравіметричного аналізу?
6. Які посуд і обладнання використовують у гравіметричному аналізі?
7. Опишіть найважливіші операції гравіметричного аналізу.
8. Що означає вислів "довести тигель (бюкс) до сталої маси"?
9. Опишіть методику визначення вологості речовин методом гравіметрії.
10. Які типи похибок можуть виникати при проведенні аналізу?

Лабораторна робота № 2

Визначення загальної твердості води

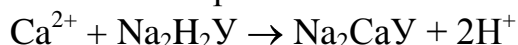
2.1 Мета: оволодіти технікою виконання комплексометричного методу аналізу. Визначити загальну твердість водопровідної води.

2.2 Короткі теоретичні відомості

Методом комплексометрії визначають вміст катіонів багатьох металів: Zn^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Cu^{2+} , Al^{3+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Co^{2+} та ін. у воді і продуктах харчування.

Визначення твердості води має велике практичне значення в техніці та харчовому виробництві. Оцінюючи питну воду, доводиться визначати тимчасову і постійну твердість. Комплексометричне визначення загальної твердості води полягає в титруванні відміряного об'єму води розчином трилону Б з $C_H = 0,1$ за наявності металіндикатору еріохром чорного Т.

Реакція відбувається за таким рівнянням:



Реакція відбувається у слабколужному середовищі, для створення якого перед титруванням додають буферний розчин (суміш NH_4Cl і NH_3). Трилон Б відповідає вимогам, які ставляться до вихідних речовин. Робочий розчин трилону Б з $C_H = 0,1$ готується безпосередньо з наважки (відносна молекулярна маса препарату $M_r = 372$). З рівняння взаємодії трилону Б із солями кальцію (магнію), видно, що еквівалентна маса трилону Б дорівнює $\frac{1}{2}$ молярної маси. Для виготовлення розчину з $C_H = 0,1$ на аналітичних терезах зважують з точністю до $0,0001$ г $18,6$ г трилону Б, переносять у мірну колбу на 1 л, розчиняють у дистильованій воді, доводячи об'єм розчину до риски.

Індикатору еріохром чорний Т порошок.

2.3 Експериментальна частина

Обладнання: колби конічні на 200 см³ 10 штук, мірні циліндри, терези аналітичні, установки для титрування 5 шт., піпетки на $5-10$ см³ 5 шт., мірні колби на 100 см³ 5 шт, на 250 см³ – 1 шт., на 1000 см³ – 1 шт., бюкси $2-3$ шт.

Реактиви: еріохром чорний Т, сіль NH_4Cl , 25 %-ний розчин NH_3 дистильована вода, порошок, або фіксанал Трилону Б.

Виконання роботи:

1. Приготувати аміачний буферний розчин 250 см³: 5 г солі NH_4Cl розчинити у невеликій кількості дистильованої води, перенести у мірну колбу на 250 см³ додати 25 мл 25 %-ного NH_3 , довести об'єм до мітки).
2. Приготувати розчин Трилону Б. Для виготовлення розчину з $C_H = 0,1$ на аналітичних терезах зважують з точністю до $0,0001$ г $18,6$ г трилону Б,

- переносять у мірну колбу на 1 л, розчиняють у дистильованій воді, доводячи об'єм розчину до риски.
- Для визначення загальної твердості води відбирають 5 см³ води (загальний вміст солей кальцію і магнію повинен не перевищувати 0,5 ммоль·екв, а на титрування повинно витратитись не більше 5 см³ розчину трилону Б з С_н = 0,1).
 - Відібрану пробу досліджуваної води переносять у мірну колбу на 100 см³ розводять дистильованою водою до мітки, отриманий розчин переносять у конічну колбу, доливають буферний розчин об'ємом 5 см³ і додають декілька кристалів індикатору до утворення винно-червоного забарвлення. Титрують робочим розчином трилону Б до переходу червоного кольору в синій.
 - Титрування проводять мінімум 2 рази, беруть середнє арифметичне значення.

Твердість води в моль/м³ обчислюють за формулою:

$$T = \frac{C_{HT} \cdot V_T \cdot 1000}{V_{H_2O}},$$

де С_{н (т.)} і V_(т.) – молярна концентрація еквіваленту, моль/л, і об'єм робочого розчину трилону Б, витраченого на титрування, в см³; V_{H₂O} – об'єм проби води, взятої для аналізу, см³.

☞ Вода вважається дуже м'якою, якщо загальна твердість становить 1,5 моль/м³; м'якою, якщо загальна твердість 3,0 моль/м³; помірно твердою при загальній твердості 6,0 моль/м³; твердою, якщо загальна твердість 8,5 моль/м³ і дуже твердою, якщо загальна твердість 11 моль/м³ і більше.

2.4 Висновок: зазначають визначену твердість води, роблять висновок про її якість.

2.5 Контрольні питання.

- На чому заснований метод комплексонометричного титрування?
- Якими способами можна встановити точку еквівалентності при комплексонометричному титруванні?
- Які сполуки називаються комплексонами? Наведіть приклад.
- Як готується робочий розчин трилону Б?
- Складіть схеми йонних рівнянь взаємодії дво-, три- і чотиривалентних катіонів з трилоном Б.
- Дайте визначення поняття «металіндикатор».
- В чому полягає специфіка застосування металіндикаторів?

8. Де застосовується метод комплексонометрії?
9. Наявність йонів яких металів зумовлюють твердість води?
10. В яких межах може коливатися твердість питної води?

Лабораторна робота № 3

Стандартизація розчину HCl. Визначення вмісту натрій гідрогенкарбонату в питній соді

3.1 Мета: навчитись робити розрахунок та готувати робочі розчини речовин, встановлювати точну концентрацію робочого розчину за розчином вихідної речовини на прикладі встановлення концентрації розчину хлоридної кислоти за допомогою бури. Навчитись виконувати титриметричний метод аналізу – метод нейтралізації.

3.2 Короткі теоретичні відомості

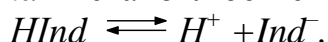
Робочими розчинами методу нейтралізації є розчини кислот і лугів. Найчастіше це хлоридна, сульфатна або нітратна кислоти, а також розчини натрій або калій гідроксиду.

Виготовити титровані робочі розчини кислот і лугів шляхом розчинення точної наважки відповідної чистої речовини в певному об'ємі води не можна, бо точна концентрація кислот звичайно невідома. Наприклад, хлоридна кислота легко втрачає хлороводень у вигляді газу, сульфатна кислота вбирає вологу з повітря, луги вбирають з повітря вуглекислий газ, і таким чином концентрації цих речовин змінюються, тому ***приготувати титровані розчини кислот чи лугів, виходячи з їх точної наважки, не можна.***

Отже в методі нейтралізації робочі розчини готують приблизної концентрації, а потім встановлюють точну концентрації цих розчинів за допомогою вихідних речовин. Для встановлення концентрації розчинів сильних кислот найчастіше використовують *буру*, а для встановлення концентрації лугів – *оксалатну (щавлеву) кислоту*.

У методі нейтралізації розчин кислоти титрують розчином лугу або навпаки. Для встановлення кінця титрування (досягнення точки еквівалентності) використовують індикатори.

Найчастіше в кислотно-основному титруванні застосовують оборотні індикатори зі слабкокислотними властивостями, у розчинах яких між молекулами $HInd$ та йонами Ind^- встановлюється рівновага:



Якщо до розчину, що містить індикатор, додати кислоту, то, згідно з принципом Ле Шательє, рівновага зміститься ліворуч і забарвлення розчину буде зумовлене кольором недисоційованих молекул індикатора. У лужному

середовищі йони H^+ зв'язуються йонами OH^- луку, і рівновага зміщується праворуч, отже, колір розчину зумовлений забарвленням йонної форми індикатора, зокрема фенолфталеїну – малиновим; метилоранжу – жовтим.

Кожен індикатор характеризується певним *інтервалом переходу*, тобто проміжком рН, у межах якого змінюється його забарвлення. Наприклад, інтервал переходу метилового оранжевого знаходиться в межах рН = 3,0-4,4. Це означає, що при всіх значеннях рН < 3,0 його забарвлення буде рожевим, а при рН > 4,4 – жовтим, а при рН між 3,0 і 4,4 – оранжевим.

У межах інтервалу переходу індикатору є значення рН, при якому спостерігається найбільш помітна зміна кольору індикатора. Це значення називають *показником титрування індикатора* і позначають рТ.

Умовою правильного визначення точки еквівалентності є те, щоб різниця значень рТ індикатора і рН розчину в точці еквівалентності була якнайменша. Показник титрування індикатора знаходять з довідника, а рН розчину в точці еквівалентності обчислюють за рівнянням реакції.

3.3 Експериментальна частина

Обладнання: колби конічні на 200 см³ 10 штук, мірні циліндри на 15-20 та 50 см³ 5 шт., терези аналітичні, установки для титрування 5 шт., піпетки на 5-10 см³ 5 шт., мірні колби на 250 см³ 10 шт., набір ареометрів, піпетки на 25 см³

Реактиви: концентрована хлоридна кислота 15 см³, порошок бури (перекристалізований) або бура у фіксаналах, сода питна кристалічна, індикатор метиловий червоний, метиловий оранжевий.

Виконання роботи:

1. Приготувати 250 см³ 0,1н розчину хлоридної кислоти. Робочий розчин хлоридної кислоти необхідної концентрації можна приготувати з концентрованою розчину кислоти, а потім встановити точну його концентрацію за допомогою бури.

Для приготування 1 л 0,1н. розчину хлоридної кислоти необхідно взяти такий її об'єм, в якому міститься 3,65 г HCl. Якщо для приготування кислоти використовують 37,2% розчин HCl (концентрація, в якій випускається хлоридна кислота промисловістю), то такий розчин має густину 1,19 г/см³ (якщо концентрація хлоридної кислоти, яка використовується для приготування 0,1н. розчину невідома, вимірюють ареометром її густину, а потім за густиною визначають за довідниками її концентрацію і проводять розрахунок необхідного об'єму кислоти для приготування 0,1 н. розчину за наведеним прикладом).

Знаходимо скільки грамів такої кислоти необхідно взяти, щоб вміст HCl складав 3,65 г:

$$100 \text{ г} - 37,2 \text{ г}$$

$$x \text{ г} - 3,65 \text{ г.}$$

$$\text{Звідки } x = (100\text{г} \cdot 3,65\text{г}) / 37,2\text{г} = 9,81 \text{ г.}$$

$$\text{Обчислюємо об'єм: } V = 9,81\text{г} / 1,19\text{г/см}^3 = 8,25\text{см}^3.$$

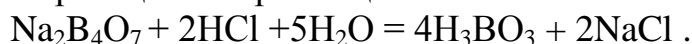
Таким чином, щоб приготувати 1 л 0,1н. розчину HCl, необхідно відміряти циліндром 8,25 см³ 37,2%-го розчину HCl, розвести його водою до 1 л і перемішати. Перерахуйте отриманий об'єм 37,2%-го розчину HCl на приготування 250 см³ розчину.

Усі виконані розрахунки навести у звіті.

2. Точну концентрацію приготованого розчину хлоридної кислоти встановлюють за бурою. Приготування розчину бури:

Для встановлення концентрації розчинів сильних кислот найчастіше використовують *бурю*, а для встановлення концентрації лугів – *оксалатну (щавлеву) кислоту*.

Бура (Na₂B₄O₇ · 10H₂O, M=381,42 г/моль). Під час взаємодії бури з кислотою відбувається реакція нейтралізації:



Відповідно до рівняння еквівалентна маса бури становить:

$$m_e \text{ бури} = \frac{M_{\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}}}{2} = 190,71 \text{ г/моль.}$$

Щоб приготувати 250 см³ 0,1н. розчину бури необхідно на аналітичних терезах зважити 4,7678 г бури, перенести у стакан, розчинити в гарячій воді, а потім розчин перенести у мірну колбу на 250 см³. Стакан необхідно добре промити водою і цю воду також злити у колбу. Розчин у мірній колбі розводять, охолоджують до кімнатної температури, доводять до риски водою і перемішують. Приготований розчин бури використовують для встановлення концентрації робочого розчину кислот, які застосовуються для методу нейтралізації.

Якщо розчин бури готують із фіксаналу, то вміст фіксаналу перенести у мірну колбу на 1 дм³ додати дистильованої води, перемішати, а потім довести до риски дистильованою водою.

Усі виконані розрахунки навести у звіті.

3. Вибір індикатор для титрування 0,1н. розчину бури 0,1н. розчином хлоридної кислоти.



pH у точці еквівалентності визначається константою дисоціації борної кислоти. Наприкінці титрування концентрація розчину борної кислоти буде дорівнювати початковій концентрації бури і складе 0,1н., так як з одного боку

відбувається розведення розчину під час титрування у 2 рази, а з іншого число еквівалентів борної кислоти після реакції вдвічі більше від числа еквівалентів бури, що вступила в реакцію. За формулою для обчислення рН розчину слабкої кислоти $pH = 1/2 pK_a - 1/2 \lg C_a$ знаходимо значення рН у точці еквівалентності: $pH = 1/2 \cdot 9,2 - 1/2 \lg 0,1 = 5,1$.

Таким чином, за таблицею 3.1 визначаємо, що для титрування бури хлоридною кислотою найбільше підходить метиловий червоний з $pT=5,0$.

Таблиця 3.1– Характеристика кислотно-основних індикаторів

Назва індикатору	Кд	Інтервал переходу (ІП)	Забарвлення при різних значеннях рН середовища			pT
			pH<ІП	pH=ІП	pH>ІП	
Метиловий оранжевий	$1,8 \cdot 10^{-4}$	3,0 – 4,4	рожево-червоне	оранжеве	жовте	4,0
Метиловий червоний	10^{-5}	4,2 – 6,2	червоне	жовте	оранжеве	5,0
Лакмус	10^{-7}	5,0 – 8,0	червоне	фіолетове	синє	7,0
Фенолфталеїн	10^{-9}	8,2 – 10,0	безбарвне	малинове	рожеве	9,0
Тимолфталеїн	10^{-10}	9,4 – 10,6	безбарвне	синє	блакитне	10,0

Усі виконані розрахунки навести у звіті.

4. Визначення концентрації хлоридної кислоти за допомогою бури.

Для встановлення молярної концентрації еквіваленту хлоридної кислоти, беруть три конічні колби на $150-200 \text{ см}^3$ і в кожен з них піпеткою вводять по 25 см^3 приготованого розчину бури і по 1-2 краплі індикатора – метилового червоного.

Розчин титрують приготвленим робочим розчином хлоридної кислоти. З трьох результатів беруть середній, якщо ці результати різняться між собою не більше ніж на $0,1 \text{ см}^3$. Інакше титрування повторюють.

Молярну концентрацію еквіваленту хлоридної кислоти знаходять за формулою: $V_{\text{бури}} C_{\text{н.бури}} = V_{\text{HCl}} C_{\text{н.HCl}}$.

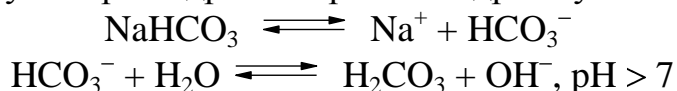
Усі виконані розрахунки навести у звіті.

5. Розрахувати відносну похибку визначення. Розрахувати K – коефіцієнт поправки до розчину хлоридної кислоти для перерахунку на точний $0,1 \text{ моль/л}$ розчин (його розраховують діленням нормальності визначеної на точно задану нормальність).

Усі виконані розрахунки навести у звіті.

6. Визначення вмісту натрій гідрогенкарбонату в питній соді:

Питна сода (NaHCO_3) може містити різні домішки (NaCl , Na_2SO_4), тому при встановленні якості питної соди визначають вміст натрій гідрогенкарбонату. Натрій гідрогенкарбонат гідролізується у водному розчині:



При титруванні такого розчину робочим розчином хлоридної кислоти в точці еквівалентності утворюється карбонатна кислота, і середовище буде кислим, тому у цьому випадку використовують індикатор метиловий оранжевий: $\text{NaHCO}_3 + \text{HCl} \rightarrow \text{NaCl} + \text{CO}_2\uparrow + \text{H}_2\text{O}$

Для аналізу беруть питну соду, що є у продажу, обчислюють, яка наважка необхідна для приготування 250 см^3 розчину з $C_H = 0,1$.

Усі виконані розрахунки навести у звіті.

7. Визначення вмісту натрій гідрогенкарбонату в питній соді.

Спочатку зважують на технічних терезах $2,1 \text{ г}$ соди, а потім на аналітичних терезах з точністю до $0,0001 \text{ г}$. Наважку переносять у мірну колбу на 250 см^3 і розчиняють у дистильованій воді, доводячи до риски рівень рідини у колбі. Відбирають піпеткою у конічну колбу ємністю $150\text{-}200 \text{ см}^3$ 25 см^3 виготовленого розчину NaHCO_3 , додають 1-2 краплі розчину метилового оранжевого і титрують приготованим раніше робочим розчином хлоридної кислоти. З трьох титрувань беруть середній результат і роблять обчислення:

- обчислюють молярну концентрацію еквіваленту приготованого розчину соди: $C_H(\text{NaHCO}_3) = V(\text{HCl}) \cdot C_H(\text{HCl}) / V(\text{NaHCO}_3)$;
- обчислюють титр розчину соди, тобто масу соди в грамах у розчині об'ємом 1 см^3 : $T(\text{NaHCO}_3) = C_H(\text{NaHCO}_3) \cdot m_e / 1000$, г/см^3 , де m_e – еквівалентна маса NaHCO_3 ;
- обчислюють масу соди в грамах у 250 см^3 приготованого розчину:
 $m_{\text{соди}} = T(\text{NaHCO}_3) \cdot 250$
- обчислюють масову частку NaHCO_3 у питній соді, виходячи з маси наважки: $\omega(\text{NaHCO}_3) = m_{\text{соди}} / m \cdot 100\%$, де m – маса наважки соди, яку взяли для аналізу, г .

Усі виконані розрахунки навести у звіті.

3.4 Висновок: наводять отримані результати, похибку вимірювань.

3.5 Контрольні питання

1. На чому заснований метод кислотно-основного титрування?

2. Які види методу кислотно-основного титрування існують?
3. Які робочі розчини використовують у методі нейтралізації? За якими речовинами встановлюють концентрацію цих розчинів?
4. З якою метою застосовують індикатори у методі кислотно-основного титрування?
5. У присутності яких індикаторів можна здійснювати титрування сильних основ сильними кислотами і навпаки?
6. У присутності яких індикаторів титрують слабкі основи (кислоти) сильними кислотами (основами)?
7. Як правильно вибрати індикатор для кислотно-основного титрування?
8. Поясніть, що таке стрибок титрування.
9. Які кислоти неможливо відтитрувати слабкою основою і чому?
10. Де застосовують метод кислотно-основного титрування?

Лабораторна робота № 4

Перманганатометрія. Визначення вмісту нітритів.

4.1 Мета: отримати навички проведення аналізу методом окисно-відновного титрування – перманганатометрією, Визначити вміст нітритів у запропонованому для аналізу зразку води.

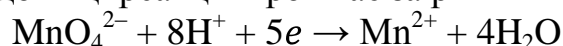
4.2 Короткі теоретичні відомості

Метод об'ємного аналізу, який ґрунтується на визначенні невідомої речовини шляхом титрування калій перманганатом, називається *перманганатометрією*.

Перманганатометрію застосовують для визначення таких відновників, як Ферум (II) і Станум (II), нітритів, речовин органічного походження, наприклад, спиртів, оксикислоти, альдегідів, ненасичених кислот і т. д.

Титрування за допомогою калій перманганату проводять переважно у кислому середовищі. Аналіз в слабкокислому або лужному розчині застосовують тільки для визначення мангану (II) і в деяких інших спеціальних випадках, тому що осад манган (IV) оксиду, який при цьому утворюється утруднює спостереження точки еквівалентності і робить визначення не досить зручним.

У кислому середовищі реакція протікає за рівнянням:



Калій перманганат – сильним окисник. Тому при титруванні у ряді випадків виникають певні труднощі. Так, при титруванні розчинів хлоридної кислоти треба вживати заходів, щоб уникнути побічної реакції – окиснення хлоридної кислоти перманганатом з виділенням вільного хлору.

Калій перманганат не має властивостей вихідної речовини, тому що препарат завжди має більшу або меншу кількість домішок манган (IV) оксиду, яких важко позбутися. Крім того, концентрація розчину калій перманганату

змінюється з часом внаслідок відновлення під впливом світла, невеликих кількостей органічних речовин, які попадають у розчин у вигляді пилу тощо. З цих причин розчини перманганату калію точно відомої концентрації не можна приготувати безпосередньо з наважки, взятої на аналітичних терезах. Тому точну концентрацію розчину встановлюють за іншими вихідними речовинами.

Для кількісних визначень звичайно користуються 0,1н. розчином калій перманганату. При титруванні розчином перманганату звичайно не застосовують ніяких спеціальних індикаторів. Точку еквівалентності встановлюють за рожевим забарвленням, яке виникає від невеликого надлишку добавленого розчину KMnO_4 ; отже, індикатором є сам робочий розчин.

4.3 Експериментальна частина.

Обладнання: колби конічні на 200 см^3 10 штук, мірні циліндри на 15-20 та 50 см^3 5 шт., терези аналітичні, установки для титрування 5 шт., піпетки на $5-10 \text{ см}^3$ 5 шт., мірні колби на 250 см^3 10 шт., піпетки на 25 см^3 , електрична плітка, термометр.

Реактиви: KMnO_4 кристалічний 10 г, натрій оксалат кристалічний, розчин сульфатної кислоти (1:4) (одна частина концентрованої сульфатної кислоти, змішана з чотирма частинами води), приготовані для аналізу зразки води із вмістом натрій нітриту.

Виконання роботи

1. Приготувати 250 см^3 0,1 н розчину KMnO_4 . Зробити відповідні розрахунки, враховуючи, що відбувається окисно-відновна реакція і маса еквівалентна KMnO_4 , буде залежати від кількості відданих або приєднаних електронів. Зважити на терезах розраховану наважку. Наважку переносять у мірну колбу і заливають приблизно наполовину дистильованою водою, після чого старанно перемішують до повного розчинення кристалів KMnO_4 .

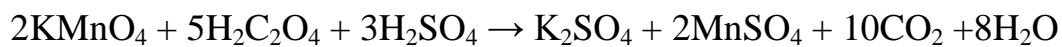
2. В якості вихідних речовин перманганометрії використовують оксалатну кислоту або натрій оксалат. Оксалатна кислота окиснюється розчином калій перманганату за рівнянням: $\text{C}_2\text{O}_4^{2-} \rightleftharpoons 2\text{e} + 2\text{CO}_2$.

Приготувати 250 см^3 0,1 н розчин оксалату натрію. Для цього зробити відповідні розрахунки. Відважити на аналітичних терезах натрій оксалат, перенести наважку у мірну колбу на 250 см^3 , розчинити її в дистильованій воді і довести водою до риски, після чого розчин у колбі старанно перемішати.

Перевага при використанні в якості вихідної речовини натрій оксалату у тому, що він кристалізується безводним. Тому натрій оксалат у сухому стані не зазнає ніяких змін і може зберігатись будь-який час.

3. Встановити молярну концентрацію еквіваленту (C_H) розчину перманганату.

Реакція між перманганатом калію і щавлевою кислотою відбувається за рівнянням:



Відбирають піпеткою 25 см^3 $0,1\text{н}$. розчину оксалатної кислоти і перенести у конічну колбу місткістю 200 см^3 . Додати до нього $15-20 \text{ см}^3$ розчину сульфатної кислоти (1:4) і нагрівають на електричній плитці до температури $80-90^\circ\text{C}$. При цьому треба стежити, щоб стінки колби вище рівня рідини надто не перегрівались: це може призвести до утворення на стінках сухої кірочки оксалатної кислоти і до її розкладання під впливом високої температури.

Замість нагрівання на плитці чи пальнику можна до розчину оксалатної кислоти додати певну кількість киплячої води з таким розрахунком, щоб температура суміші в колбі після цього дорівнювала приблизно $70-80^\circ$.

До гарячого розчину оксалатної кислоти додають з бюретки кілька краплин розчину перманганату і чекають, поки зникне рожеве забарвлення. Після цього додають наступні порції перманганату, щоразу чекаючи знебарвлення розчину. Після додавання $2-3 \text{ см}^3$ розчину перманганату титрування відбувається швидше і робочий розчин можна добавляти більшими порціями. Наприкінці титрування розчин забарвлюється в рожевий колір, який не зникає довгий час. Це є ознакою кінця титрування. Визначення треба повторити з новими кількостями розчину оксалатної кислоти ще два-три рази, причому розходження між окремими паралельними пробами не повинно перевищувати $0,02-0,03 \text{ см}^3$. Відлічувати об'єм робочого розчину, витраченого на титрування, зручно за верхнім меніском рідини в бюретці. Обчислюють C_H розчину перманганату:

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

де C_H – молярна концентрація еквіваленту розчинів калій перманганату калію і оксалатної кислоти, моль/л; V – об'єми розчинів калій перманганату, витраченого на титрування, та оксалатної кислоти, взятого для аналізу, см^3 .

4. Визначити вміст натрій нітриту у запропонованих зразках води.

Реакція окиснення нітритів калій перманганатом лежить в основі методу кількісного визначення цих солей. Взаємодія відбувається за таким рівнянням:



У конічну колбу на $200-250 \text{ см}^3$ вливають 50 см^3 $0,1\text{н}$ розчину калій перманганату, доливають $15-20 \text{ см}^3$ розведеного розчину сульфатної кислоти (1:4), нагрівають суміш до $35-40^\circ\text{C}$ і додають 25 см^3 аналізованого розчину,

після чого суміш витримують при зазначеній температурі 15-20 хв., час від часу збовтуючи її в колбі. Потім розчин нагрівають до 70-80°C і додають 25 або 30 см³ 0,1н розчину оксалатної кислоти або натрій оксалату; червонувато-фіолетовий колір перманганату повинен при цьому зникнути. Якщо розчин залишається забарвленим, додають ще піпеткою оксалатної кислоти або натрій оксалату (який об'єм оксалату було додано потрібно зафіксувати, він знадобиться для розрахунків). Безбарвний розчин титрують 0,1 н розчином перманганату до появи рожевого забарвлення.

Титруванні повторити два-три рази. Отримані значення не повинні розбігатися більше ніж на 0,2 см

Визначають вміст нітриту за формулою:

$$m_{\text{NaNO}_2} = \frac{(C_{\text{H}_{\text{KMnO}_4}} \cdot V_{\text{KMnO}_4} - C_{\text{H}_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4}} \cdot V_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4}) \cdot m_e_{\text{NaNO}_2}}{1000}, \text{ г}$$

де $C_{\text{H}_{\text{KMnO}_4}}$ і V_{KMnO_4} – молярна концентрація еквіваленту, моль/л і об'єм, см³ розчину KMnO_4 , витраченого для аналізу; $C_{\text{H}_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4}}$ і $V_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4}$ – молярна концентрація еквіваленту, моль/л і об'єм, см³ розчину $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ (або $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$), витраченого для аналізу; $m_e(\text{NaNO}_2)$ – маса еквівалентна NaNO_2 , г/моль.

Визначення за цим способом є прикладом застосування методу залишків.

У звіті навести усі розрахунки, які виконувались.

4.4 Висновок: вказати скільки натрій нітриту було Вами визначено у запропонованому зразку, який вміст у зразку був насправді (інформацію надає викладач). Вказати похибку визначення.

4.5 Контрольні питання

1. На чому ґрунтуються методи оксидиметрії та як їх класифікують?
2. Які типи індикаторів застосовують в оксидиметрії?
3. Який робочий розчин та індикатор застосовують у перманганатометрії?
4. Які речовини і навіщо застосовують як вихідні у перманганаометрії?
5. Для яких аналізів застосовують метод перманганатометрії?

Лабораторна робота № 5

Йодометрія. Визначення вмісту Купруму (II) у сировині.

5.1 Мета: отримати навички проведення аналізу методом окисно-відновного титрування – йодометричним методом.

5.2 Короткі теоретичні відомості

Йодометрія – метод об'ємного аналізу, в основі якого лежить вимірювання кількості йоду, що витрачається на окиснення відновників або виділяється при взаємодії окисників з розчином калій йодиду.

Йодометричний метод широко застосовується при визначенні вмісту вітаміну С у продуктах харчування, існують добре розроблені і точні методи йодометричного визначення важких металів та токсичних елементів, наприклад, Купруму(II), Арсену(III) та багатьох інших.

Важливою особливістю йодометрії є висока точність установлення точки еквівалентності, що зв'язано з наявністю чутливого специфічного індикатора. Індикатором у методі йодометрії є розчин крохмалю, який утворює з найменшими кількостями йоду забарвлену в інтенсивно-синій колір адсорбційну сполуку. Реакція відзначається високою чутливістю, так 0,00001н. розчини йоду утворюють з крохмалем помітно синє забарвлення. Точку еквівалентності можна також установити за жовтим забарвленням вільного йоду. В цьому випадку для збільшення чутливості визначень іноді застосовують екстрагування йоду хлороформом, чотири хлористим вуглецем або іншими органічними розчинниками. Екстрагуванням можна перевести найменші кількості йоду з великого об'єму водного розчину в невеликий об'єм органічного розчинника і значно збільшити інтенсивність жовтого забарвлення.

Щоб зменшити помилки через леткість йоду, усі роботи треба, по можливості, виконувати в закритих склянках або колбах. Через леткість йоду і малу розчинність його у воді для титрування використовують розчини йоду в концентрованому розчині калій йодиду.

При визначенні окисників у розчині створюють великий надлишок калій йодиду, щоб перевести твердий йод, який виділяється при реакції, у розчин і зменшити його леткість.

Не слід також залишати на довгий час на повітрі підкислені розчини калій йодиду, які передбачено використовувати для йодометричних визначень, щоб уникнути окиснення розчинів калій йодиду киснем повітря. Швидкість окислення зростає також під впливом прямих сонячних променів.

5.3 Експериментальна частина

Обладнання: колби конічні на 200 см³ 10 штук, мірні циліндри на 15-20 та 50 см³ 5 шт., терези аналітичні, установки для титрування 5 шт., піпетки на 5-10 см³ 5 шт., мірні колби на 250см³ 10 шт., піпетки на 25 см³, електрична плитка, термометр, годинникові скельця.

Реактиви: 0,2% розчин крохмалю (*готують розчин так:* півлітра дистильованої води нагрівають до кипіння; потім збовтують у пробірці 1 г розчинного крохмалю з 10 см³ холодної води і виливають утворену суспензію в киплячу воду. Кип'ятіння продовжують ще 1-2 хв, після чого

розчин крохмалю охолоджують і закривають колбу ватним тампоном. Правильно приготований розчин крохмалю повинен бути прозорим і не містити окремих грудочок твердого крохмалю); користуватись 0,05 н. робочими розчинами йоду (готують розчин йоду або з фіксаналу, або з кристалічного йоду (для приготування 250 см³ 0,05н. розчину йоду необхідно зважити 1,5860 г йоду. Для приготування розчину йоду можна брати неочищений йод. Потрібну кількість йоду відважують на технічних терезах і розчиняють у концентрованому розчині калій йодиду (4,5-5 г калій йодиду розчиняють у 10-15 см³ дистильованої води і отримують концентрований розчин KI, цього розчину достатньо для приготування 250 см³ розчину йоду), отриманий розчин розводять водою у вимірювальній колбі на 250 см³ до риски. Приготований таким чином розчин йоду має приблизну концентрацію); 0,05 н. розчин натрій тіосульфату (готують з фіксаналу); приготовані для аналізу 5 зразків води із вмістом Купрум (II) сульфату; калій йодид кристалічний; 2н розчину сульфатної кислоти.

Виконання роботи

1. Встановити C_H розчину йоду за допомогою титрування розчином тіосульфату. З колби відбирають піпеткою 25 см³ розчину йоду, переносять його в конічну колбу на 250 см³ і титрують 0,05 н. розчином натрій тіосульфату. Коли жовте забарвлення йоду в колбі помітно зменшиться, доливають 2-3 см³ розчину крохмалю і продовжують титрування доти, поки синє забарвлення розчину зникне. C_H розчину йоду обчислюють за рівнянням:

$$C_{HI_2} = \frac{C_{HNa_2S_2O_3} \cdot V_{Na_2S_2O_3}}{V_{I_2}},$$

де $C_{HNa_2S_2O_3}$ і C_{HI_2} – молярна концентрація еквіваленту розчинів тіосульфату і йоду, а $V_{Na_2S_2O_3}$ і V_{I_2} – об'єм розчину тіосульфату, витрачений на титруванні, і об'єм йоду, який взяли для аналізу, см³.

2. Провести аналіз запропонованого зразка сировини на вміст елементу Купрум(II). Йодометричне визначення міді дуже точне.

Визначення йонів Cu^{2+} у досліджуваному розчині засновано на реакції:
 $2Cu^{2+} + 4I^- \rightarrow 2CuI \downarrow + I_2$.

- приготувати 50 см³ 20% розчину калій йодиду;
- 25 см³ досліджуваного розчину, який містить йони Купруму, переносять піпеткою в конічну колбу місткістю 200 см³ і доливають туди з мірного циліндра 15 см³ 20% розчину калій йодиду і 2 см³ 2н розчину сульфатної кислоти, старанно перемішують. Колбу накрива-

ють годинниковим склом і залишають на 5 хв в темному місці. Потім знімають скло і титрують виділений йод 0,05 н розчином натрій тіосульфату. Робочий розчин доливають доти, поки буре забарвлення йоду зникне і суміш у колбі набуде світло-жовтого кольору. Після цього добавляють 5 см³ розчину крохмалю, внаслідок чого вміст колби набуває синього кольору. Титрування продовжують доти, поки сине забарвлення зникне і розчин набуде забарвлення слонов'ячої кістки. Визначення повторюють ще 2–3 рази з новими порціями досліджуваного розчину.

– вміст Купруму в розчині обчислюють за формулою:

$$m_{\text{Cu}} = \frac{C_{\text{HNa}_2\text{S}_2\text{O}_3} \cdot V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \cdot m_{\text{eCu}}}{V_{\text{дос.}}}, \text{ г/л}$$

де $C_{\text{HNa}_2\text{S}_2\text{O}_3}$ і $V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$ – відповідно молярна концентрація еквіваленту, моль/л, і об'єм (см³) розчину натрій тіосульфату, витраченого на титрування; m_{eCu} – маса еквівалентна Купруму(II), моль/л; $V_{\text{дос.}}$ – об'єм досліджуваного розчину, який взяли для визначення, см³.

– розрахувати, якому вмісту CuSO_4 (г/л) у розчині відповідає отримана маса Купруму.

5.4 Висновок: вказати скільки купрум сульфату було Вами визначено у запропонованому зразку, який вміст у зразку був насправді (інформацію надає викладач). Вказати похибку визначення.

5.5 Контрольні питання

1. Сутність йодометрії. Які індикатори застосовують в йодометрії та в чому їх особливість?
2. Який розчин використовують як робочий у йодометрії?
3. Які речовини є вихідними у йодометрії?
4. Для яких аналізів застосовують йодометричний метод?
5. Як обчислюють масову частку речовини (у %) у сировині за результатами титрування?

Лабораторна робота № 6

Фотометричний аналіз. Визначення вмісту Купрум (II) у сировині

6.1 Мета: визначити вміст Купруму (II) фотоелектроколориметричним методом у запропонованому для дослідженні розчині.

6.2 Короткі теоретичні відомості

Оптичні методи аналізу засновані на використанні явища випромінювання електромагнітних хвиль атомами або молекулами досліджуваної речовини, або взаємодії електромагнітного випромінювання з речовиною. Так як природа випромінювання залежить від якісного та кількісного складу речовини, то це дозволяє проводити аналіз речовин.

За характером взаємодії випромінювання з досліджуваною речовиною (за поглинанням випромінювання) і способом його вимірювання розрізняють: абсорбційну спектроскопію; нефелометрію; турбидиметрію; люмінесцентний аналіз.

У фотометричному аналізі використовують поглинання електромагнітного випромінювання в УФ, видимій та ІЧ-областях спектру. Найбільшого поширення набули фотометричні методи аналізу, засновані на поглинанні випромінювання у видимій області спектру, тобто в інтервалі довжин хвиль 400-780 нм. Це пояснюється можливістю отримання безлічі інтенсивно забарвлених органічних і неорганічних сполук, придатних для їх фотометричного визначення у видимій області спектру за допомогою досить нескладних і відносно недорогих приладів.

Хімічні реакції, які використовуються у фотометричному аналізі, незважаючи на відмінності в їх хімізмі, повинні обов'язково супроводжуватися виникненням або ослабленням світлопоглинання розчину. Кольорова реакція, яка використовується в кількісному аналізі, повинна протікати вибірково, швидко, повністю і відтворюватися. Крім того, забарвлення аналітичної форми, що утворюється, повинно бути стійким в часі і до дії світла, а поглинання розчину, яке несе інформацію про концентрацію поглинаючої речовини, повинно підкорятися фізичним законам, що зв'язує поглинання і концентрацію, конкретно закону Бугера - Ламберта - Бера.

При проходженні потоку випромінювання через частково поглинаюче середовище інтенсивність потоку I , який пройшов, згідно закону Бугера - Ламберта - Бера дорівнює:

$$I = I_0 \cdot 10^{-\varepsilon_\lambda l c}$$

де I_0 – інтенсивність падаючого потоку; ε_λ – молярний коефіцієнт поглинання при даній довжині хвилі; l – товщина поглинаючого шару; c – концентрація поглинаючої речовини, моль/дм³.

Або в логарифмічній формі: $\lg I = \lg I_0 - \varepsilon_\lambda l c$; $\lg(I_0/I) = A = \varepsilon_\lambda l c$.

Величину $\lg(I_0/I)$, що характеризує поглинаючу здатність речовини в розчині, називають оптичною щільністю. В аналітичній практиці, прагнучі підкреслити сутність процесу, що лежить в основі фотометричного визначення, а саме поглинання квантів електромагнітного випромінювання оптичного діапазону аналітичною формою, цю величину називають *поглинанням* або *світлопоглинанням* і позначають буквою A . Для розчину поглинаючої речовини

при постійних концентраціях і товщині поглинаючого шару A залежить від довжини хвилі. Серію аналітичних визначень виконують при постійній товщині поглинаючого шару. Значення поглинання A може бути знято безпосередньо зі шкали приладу. Однак деякі прилади мають тільки шкалу пропускання T (%):

$$T = (I / I_0) \cdot 100\%$$

Тому показання таких приладів при виконанні фотометричних визначень необхідно перераховувати на поглинання за формулою: $A = \lg(1/T) \cdot 100 = 2 - \lg T$.

На практиці залежність A від концентрації визначуваної речовини при постійній l і конкретних умовах аналітичного визначення зображують у вигляді градуовального графіка (рисунок 6.1).

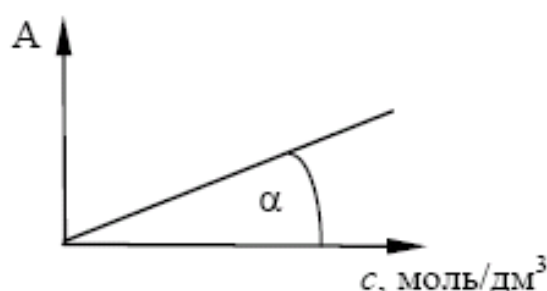


Рисунок 6.1 – Градуовальний графік

Опис фотоелектроколориметрів і підготовка їх до роботи

Колориметри фотоелектричні концентраційні КФК-2МП і КФК-3 призначені для вимірювання коефіцієнтів пропускання і оптичної щільності прозорих рідких розчинів і твердих зразків, а також для визначення концентрації речовин в розчинах після попереднього градування приладів споживачем.

Спектральний діапазон роботи КФК-2МП від 315 до 980 нм, а КФК-3 від 315 до 990 нм (рисунок 6.2). Джерело випромінювання – галогенні лампи; приймач випромінювання – фотодіоди ФД-24 К і ФД-288 Б.

Принцип дії колориметрів цього типу заснований на порівнянні світлового потоку, що пройшов через розчинник або контрольний розчин, стосовно якого проводиться вимір, і світлового потоку, що пройшов через досліджуване середовище.

Світлові потоки фотоприймачами перетворюються в електричні сигнали, які обробляються мікро-ЕОМ колориметра і представляються на цифровому табло у вигляді коефіцієнта пропускання, оптичної щільності, концентрації.

Вимірювання концентрації досліджуваного розчину можливо при дотриманні основного закону світлопоглинання, тобто при лінійній залежності оптичної щільності від концентрації.

При роботі на фотоелектроколориметрі слід дотримуватися вказівки щодо їх експлуатації.

Забороняється приступити до роботи на колориметрі без попереднього ознайомлення з його роботою, конструкцією і призначенням усіх органів управління.

Вимірювання на колориметрі слід проводити при температурі навколишнього повітря від 10 до 35 °С, при вологості повітря 50 - 80%.

Поблизу колориметра не повинні перебувати потужні джерела електричних, магнітних полів, потужні джерела світла і нагрівальні пристрої.

Не допускається попадання прямих сонячних променів на колориметр.



а



б

а – фотоелектроколориметр КФК-2;

б – фотоелектроколориметр КФК-3

Рисунок 6.2 – Фотоелектроколориметри

Установку довжин хвиль необхідно виконувати підведенням з боку коротких хвиль до більш довгих.

Робочі поверхні кювет повинні перед кожним вимірюванням ретельно протиратися спиртоєфірною сумішшю.

При установці кювет в кюветотримач не можна торкатися пальцями робочих ділянок поверхні. Рідина наливається у кювети до мітки на бічній стінці кювети. При установці в кюветотримач не нахилити кювету з рідиною. Закривати кювети кришкою. Після зміни світлофільтру, а також після знаходження колориметра при відкритій кришці кюветного відділення більше 5 хв, вимірювання починають після 5-хвилинної витримки фотоприймача при закритій кришці кюветного відділення.

Після закінчення роботи прилад обов'язково вимкнути.

Вибір світлофільтра

Наявність в колориметрі вузла світлофільтрів і набір кювет дозволяє підібрати таке їхнє сполучення, при якому похибка у визначенні концентрації буде найменшою.

Вибір світлофільтра проводять наступним чином:

- налити розчин у кювету і визначити оптичну щільність для всіх світлофільтрів колориметра;
- за отриманими даними побудувати криву, відкладаючи по горизонтальній вісі довжини хвиль, що відповідають максимуму коефіцієнта пропускання світлофільтрів, а по вертикальній вісі – відповідні значення оптичної щільності розчину;
- відзначити ту ділянку кривої, для якої виконуються наступні умови: оптична щільність має максимальну величину; хід кривої приблизно паралельний горизонтальній вісі, тобто оптична щільність мало залежить від довжини хвилі.

Світлофільтр для роботи вибрати так, щоб довжина хвилі, що відповідає максимуму коефіцієнта пропускання світлофільтра, приходилася на ділянку спектральної кривої досліджуваного розчину, для якої виконуються зазначені вище умови.

Вибір кювети

Попередній вибір кювет проводиться візуально, відповідно інтенсивності забарвлення розчину. Якщо розчин інтенсивно забарвлений (темний), слід користуватися кюветами з малою робочою довжиною (1-3 мм). У разі слабозабарвлених розчинів рекомендується працювати з кюветами з більшою робочою довжиною (30-100 мм).

У попередньо підібрану кювету налити розчин і виміряти його оптичну щільність, ввівши в хід променів відповідний для даного розчину світлофільтр.

При вимірюванні ряду розчинів кювету заповнити розчином середньої концентрації. Якщо отримане значення оптичної щільності складає приблизно 0,3-0,5, вибрати дану кювету для роботи з цим розчином. У тому випадку, коли ця умова не виконується, слід випробувати іншу кювету. Якщо величина виміряної оптичної щільності більше 0,5-0,6, беруть кювету меншої робочої довжини, якщо величина оптичної щільності менше 0,3-0,2, слід вибрати кювету з більшою робочою довжиною.

Вимірювання концентрації речовини в розчині

Для цього слід виконати наступні операції: вибрати довжину хвилі; вибрати кювету; побудувати градувальний графік для даної речовини; виміряти концентрацію речовини в розчині.

Для побудови градувального графіка необхідно приготувати ряд стандартних розчинів даної речовини з відомими концентраціями, що

охоплюють область можливих змін концентрацій цієї речовини в досліджуваному розчині.

Виміряти оптичну щільність всіх розчинів і побудувати градувальний графік, відкладаючи по горизонтальній осі відомі концентрації, а по вертикальній – відповідні їм значення оптичної щільності.

Слід переконатися в тому, що залежність концентрації від оптичної щільності – лінійна, тобто виражається на графіку прямою лінією.

Досліджуваний розчин налити в кювети тієї ж робочої довжини, з якою проводилася градування, встановити відповідну довжину хвилі λ і виміряти оптичну щільність розчину.

Визначення вмісту міді

Метод заснований на утворенні аміачного комплексу Купруму(II), який має інтенсивно синьо-фіолетове забарвлення. Визначенню Купруму(II) заважають Кобальт і Нікель, що утворюють пофарбовані аміакати, а також Ферум, Алюміній і Свинець, які утворюють малорозчинні гідроксиди. Для усунення йонів, що заважають визначенню, застосовують маскуючі комплексоутворювачі.

Вибір світлофільтру. Розчин, що має найбільш інтенсивне забарвлення, фотометрують відносно розчину порівняння (води), з усіма світлофільтрами по черзі, записуючи результати цих вимірів у вигляді таблиці. Для подальшої роботи вибирають світлофільтр, що відповідає найбільшому значенню поглинання досліджуваного розчину

6.3 Експериментальна частина

Обладнання: фотоколориметр КФК-2; колби мірні місткістю 50 дм³; піпетки місткістю 5,0; 10,0; 25,0 см³.

Реактиви: робочий розчин солі міді, який містить 1 мг Купруму (II) в 1 см³: для його приготування 3,9310 г CuSO₄ · 5H₂O (х.ч.) розчиняють в 25 см³ 2 н. розчину H₂SO₄ і доводять об'єм розчину до 1 дм³ дистильованою водою; розчин аміаку ($\omega = 5\%$): приготовані для аналізу 5 зразків води із вмістом Купрум (II) сульфату.

Виконання роботи

1. Готують шість стандартних розчинів, що містять 2,5; 5,0; 7,5; 10; 12,5 і 15 міліграм Купруму (II) в 50 см³. Для цього в мірні колби місткістю 50 см³ переносять робочий розчин солі міді, що містить 2,5; 5,0; 7,5; 10; 12,5 і 15 міліграм Купруму (II) додають в кожен колбу 10 см³ 5%-ного розчину аміаку і доводять об'єм кожного розчину до 50 см³ дистильованою водою. Через 10 хвилин починають виміри.

2. З вибраним світлофільтром по черзі фотометрують стандартні розчини

відносно розчину порівняння, що містить 5 міліграм Купруму (II). Якщо вміст Купруму (II) у розчині, який фотометрують менший, ніж в розчині порівняння, застосовують зворотний порядок вимірів: розчин, який фотометрують, умовно приймають за "нульовий" розчин порівняння, встановлюють по ньому оптичний нуль приладу і по відношенню до нього вимірюють світлопоглинання досліджуваного розчину. Знайдене значення поглинання беруть із знаком "мінус". Поєднання прямого ($c_0 > c_x$) і зворотного ($c_0 < c_x$) порядків вимірів в диференціальному методі називають двостороннім диференціюванням. Будується графік залежності $A = f(C)$;

3. До 5 см^3 Вашого аналізованого розчину, що містить сіль Купруму (II), приливають 10 см^3 5%-ного розчину аміаку і доводять об'єм розчину до 50 см^3 дистильованою водою. Приготований розчин через 10 хв. фотометрують з вибраним світлофільтром відносно розчину порівняння, що містить 5,0 міліграм Купруму (II), використовуючи при необхідності прийоми двостороннього диференціювання. Виміри повторюють п'ять разів, і, користуючись градувальним графіком, знаходять вміст Купруму(II) в аналізованому розчині. Знаходять довірчий інтервал результату і стандартне відхилення.

6.4 Висновок: вказати вміст Купрум (II) у зразку води, який Ви аналізували, та довірчий інтервал результату.

6.5 Контрольні питання

1. Що називається коефіцієнтом пропускання і оптичною щільністю?
2. Яким рівнянням виражається основний закон світлопоглинання Бугера - Ламберта - Бера?
3. Які фактори можуть привести до порушення лінійної залежності оптичної щільності від концентрації розчину?
4. Які фактори необхідно враховувати при виборі товщини шару світлопоглинача (кювети)?
5. В чому сутність методу градувального графіка і які його особливості?
6. Дайте коротку характеристику основним прийомам фотометричних визначень методом градувального графіка, методом добавок, методом порівняння.
7. Як вибрати довжину хвилі випромінювання (світлофільтр) для фотометричних визначень?
8. У чому полягають переваги та недоліки фотометрії за методом порівняння?

Лабораторна робота № 7

Застосування потенціометричного та колориметричного методів аналізу для визначення показників якості готових виробів

7.1 Мета: навчитись застосовувати хімічні та фізико-хімічні методи аналізу для оцінки показників якості готової продукції. Визначити кислотність пива потенціометричним методом, визначити колір пива на колориметрі-нефелометрі фотоелектричному ФЕК-56 М.

7.2 Короткі теоретичні відомості

Пиво – це складна система, в якій більшість екстрактивних речовин присутні у вигляді колоїдних розчинів. Тільки невелика частина речовин пива утворює справжні (молекулярні) розчини. Під впливом старіння колоїдів, денатурації білків та утворення адсорбційних сполук колоїдна рівновага повільно, проте постійно зміщується. Колоїдні частки при цьому поступово збільшуються, доки не утвориться видима опалесценція, а потім помутніння й осад. Крім того, рівновага порушується за високої температури, окислення і в присутності слідів важких металів. Від цього погіршується смак, знижується пінистість пива. Важливою характеристикою пива є його кислотність, яка визначається як титрована кислотність. Кислотність також впливає на смакові якості та стійкість колоїдної системи пива.

Стандартом встановлена максимальна кислотність пива, що дозволяє швидко визначати, чи не перекисле пиво внаслідок інфікування, наприклад, лактобактеріями. Для якості пива показник кислотність є визначальним. Висока природна кислотність сприяє належному перебігу усього процесу виробництва пива.

Нормальний рН пива коливається від 3,8 до 4,8 для всіх сортів пива.

Колір пива є основною ознакою головних видів пива. *Колір* та *смак* пива є показниками, яким у даний час надається особливе значення. Це пов'язано з тим, що за прозорістю сучасні споживачі часто оцінюють загальну якість пива, а за кольором судять про його концентрацію. Важливо, щоб зорове уявлення від пива відповідало вимогам споживачів. *Колір* пива є відмінним показником окремих типів пива (світлого та темного). Окрім того, кожен сорт пива залежно від типу має свій відтінок. Різницю в кольорі кожного типу пива визначає склад солодової засипки. Однак виробляючи *світле* пиво одного типу, навіть з використанням солоду одного кольору неможливо отримати напій однакової кольорової інтенсивності та однакового відтінку. Найбільше впливає на колір та відтінок пива пивоварна вода, суміш, яка використовується для бродіння у виготовленні пива, варіння з хмелем. Ці процеси підвищують колір суслу порівняно з лабораторним суслем. Навпаки, під час бродіння кольорове насичення завжди знижується; зазначимо, що це зниження не завжди однакове і залежить від використаної культури пивних дріжджів. Отже, на результативний колір пива впливає увесь технологічний процес. Окислювальні процеси багато

в чому визначають показник кольоровості. Важливо, щоб колір одного сорту пива не дуже відрізнявся. Значні відхилення від стандартного кольору та нечисті кольорові відтінки зустрічаються, головним чином, у світлого пива.

7.3 Експериментальна частина.

Обладнання: мікrobюретки, піпетки, склянки на 50 см³, магнітна мішалка, рН-метр, колби на 200 см³, установка для титрування – 4 шт., колориметр-нефелометричний ФК-56М, паперові фільтри.

Реактиви: розчин NaOH з концентрацією 0,1 моль/дм³, фенолфталеїн.

Виконання роботи

Визначення титрованої кислотності пива потенціометричним методом

1. Бюретку заповнюють титрованим розчином NaOH з концентрацією 0,1 моль/дм³. Відміряють піпеткою 20 см³ пива, вносять у склянку місткістю 50 см³. Склянку встановлюють на магнітну мішалку і в пиво занурюють вимірювальний та допоміжний електроди рН-метра. Пиво титрують з бюретки, встановленої на штативі магнітної мішалки, розчином гідроокису натрію з постійним перемішуванням до величини рН 8,3–8,5. Спочатку виконують орієнтовне титрування. За результатами будують інтегральну криву $pH = f(V_t)$, потім виконують точне титрування і будують диференційну криву $\Delta pH/\Delta V = f(V_t)$. За диференційною кривою знаходять об'єм титранта, використаного для титрування.

Кислотність пива (К, моль/дм³) розраховують за формулою:

$$K = [C_n(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH}) \cdot 100] / V_p$$

де $C_n(\text{NaOH})$ – нормальність титранта, моль'екв/дм³;

$V(\text{NaOH})$ – об'єм титранта, витрачений на титрування, см³;

V_p – об'єм проби пива, см³;

100 – коефіцієнт перерахунку на 100 см³ пива.

Визначення титрованої кислотності пива прямим титруванням проби з фенолфталеїном

2. Бюретку заповнюють титрованим розчином NaOH з концентрацією 0,1 моль/дм³. У колбу для титрування піпеткою відбирають 20 см³ підготовленого та охолодженого до 20°C пива та декілька крапель розчину фенолфталеїну, титрують розчином NaOH. Фіксують появу рожевого забарвлення, яке не зникає впродовж 30 с. Точне титрування виконують не менше трьох разів, приливаючи титрант близько до точки еквівалентності по краплях. Вимірюють об'єм титранту в бюретці з точністю до 0,05 см³.

Кислотність пива (К моль/дм³) розраховують за формулою, наведеною вище.

Отримане значення кислотності порівняйте з нормативними показниками для даного сорту пива за ДСТУ 3888-99. Пиво. Загальні технічні умови. Оцініть якість готового виробу за кислотністю.

Визначення кольору пива колориметричним методом

Метод ґрунтується на вимірюванні оптичної густини шару пива певної товщини та обчисленні показника поглинання, що характеризує колір пива.

Колориметр-нефелометр фотоелектричний ФЕК-56 М – прилад широкого призначення. Він може бути використаний для визначення концентрації забарвлених розчинів, а також для вимірювання коефіцієнта пропускання або оптичної щільності речовини (розчину, емульсії). Прилад має корпус зі скошеною передньою панеллю. Загальний вигляд приладу і розташування основних органів управління представлені на рис. 7.1.

Порядок роботи з приладом

(УВАГА! Прилад микають тільки на час проведення вимірювань. Не допускати перегріву оптичних вузлів приладу!)

1. В камеру, яку закриває кришка 2, в спеціальні кюветотримачі встановлюють кювету з досліджуваним розчином, поруч з нею кювету з розчинником і кювету з дистильованою водою.

2. До включення приладу в мережу встановити рукоятками 5 і 7 показання 100 по чорній шкалі. Ручкою 4 перекрыти світлові пучки в приладі, надавши їй праве положення.

3. Включити мережевий шнур блоку живлення, включити тумблер на корпусі блоку живлення. Дати приладу прогрітися протягом 2-3 хвилин.

4. Встановити електричний нуль приладу, для чого рукояткою 9 встановити стрілку мікроамперметра на «нуль».

5. Після цієї операції прилад готовий до роботи. Перевести ручку 4 в ліве положення, при якому світлові потоки відкриті. Відкривши кришку 2, переконайтеся, що в світловому пучку правого оптичного каналу знаходиться саме кювету з розчином, а не з розчинником. Якщо ж в світловому пучку

правого каналу виявилася кювета з розчинником, то, обертаючи на себе рукоятку 6 механізму кюветотримача, змініть розташування кювет.

ПРИМІТКА: в лівому оптичному каналі розташована кювета з дистильованою водою, щоб оберегти вузли каналу від перегріву. При проведенні вимірювань кришка 2 повинна бути закрита!

6. Внаслідок поглинання і розсіяння світла розчином на правий фотоелемент буде падати менший світловий пучок, і стрілка мікроамперметра після проведення операції 5 не стоятиме на «нулі». Обертаючи барабан лівої розсувної діафрагми (рукоятка 7), зрівняти інтенсивності обох світлових потоків, при цьому стрілка мікроамперметра встановлюється на «нуль».

7. Повернути від себе рукоятку 6 кюветотримача. Механізм кюветотримача замінить в правому оптичному каналі кювету з розчином на кювету з розчинником. Рівновага світлових потоків порушиться, і тоді, обертаючи рукоятку 5 правого барабана, відновити рівновагу потоків (повернути стрілку мікроамперметра на «нуль»).

8. За чорною шкалою правого барабана зняти відлік. Цей відлік дає коефіцієнт прозорості досліджуваного розчину у відсотках – η_v . Запишіть показник в таблицю у вигляді десяткового дробу (коефіцієнт прозорості показує, яка частка світлового потоку пройшла через розчин).

9. Зняти показання по червоній шкалі правого барабана. Воно визначає оптичну щільність розчину: $D = -\lg \eta$. Занести це значення в таблицю результатів вимірювань.

10. Для проведення операції 5-9 встановлюють потрібний світлофільтр № 5, 6, 7, 8, 9. Переключення світлофільтрів здійснюють рукояткою 8. Цифри на шкалі рукоятки показують, які світлофільтри включені. Характеристики світлофільтрів наведені в таблиці 7.1.

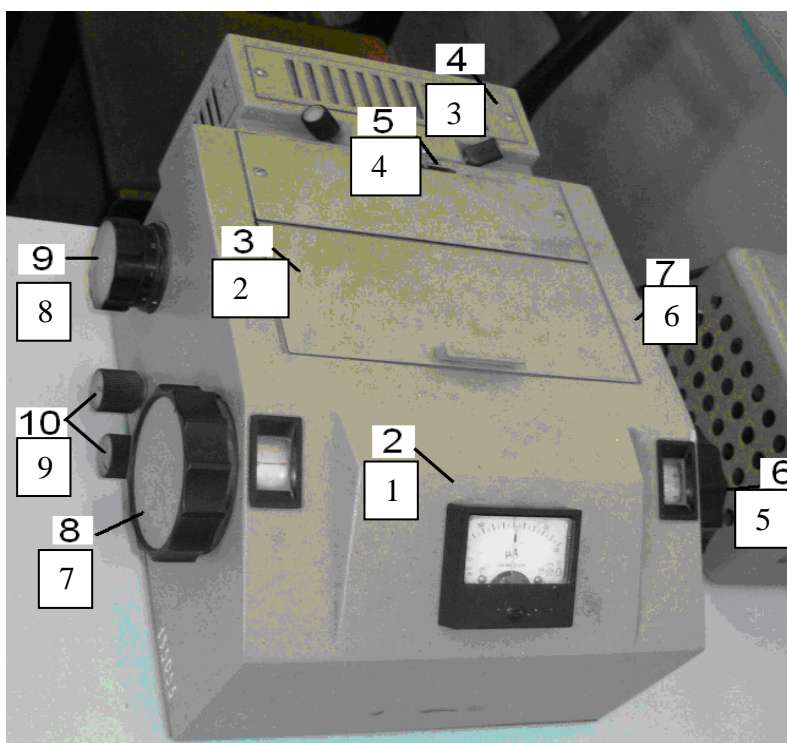


Рисунок 7.1 – Колориметр-нефелометр фотоелектричний ФЕК-56 М:
 1 – вимірювальний блок; 2 – кришка; 3 – освітлювальний вузол; 4 - ручка для
 перекриття світлових потоків; 5 – рукоятка правої вимірювальної діафрагми; 6
 – рукоятка для кріплення кювети; 7 – рукоятка лівої вимірювальної діафрагми;
 8 – рукоятка перемикача світлофільтрів; 9 – рукоятка налаштування нуля.

Таблиця 7.1 – Характеристика світлофільтрів

№ п/п	Маркування світлофільтру	Довжина хвилі пропускання світлофільтру, (нм)
1	4	440
2	5	490
3	6	540
4	7	582
5	8	600
6	9	630

Одна кольорова одиниця (к. од.): одиниця кольору пива, відповідна кольору розчину з 100 см³ води і 1 см³ розчину йоду концентрацією 0,1 моль / дм³.

1. Звільняють пива (пивний напій) від СО₂ струшуванням;
2. непрозоре пиво (пивний напій) фільтрують через паперовий фільтр;
3. темне пиво (пивний напій) перед випробуванням розбавляють дистильованою водою у співвідношенні 1:3;
4. пиво наливають у вимірювальну кювету, попередньо не менш двох разів ополоснувши її тим же пивом, та вимірюють його оптичну густину у смузі спектра $\lambda_{\max} = (440 \pm 10)$ нм відносно дистильованої води.

Оброблення результатів

Показник поглинання (K) розраховують за формулою:

$$K = D \cdot K_1 / l,$$

де D – оптична густина у смузі спектра $\lambda_{\max} = (440 \pm 10)$ нм;

l – дійсна товщина шару рідини в кюветі;

K_1 – коефіцієнт розведення: для темного пива $K_1 = 4$, для світлого пива $K_1 = 1$.

Колір пива (пивного напою) визначають переводом величини показника поглинання в см³ розчину йоду концентрацією 0,1 моль / дм³ на 100 см³ води по табл.7.1.

Таблиця 7.1 – Колір пива в см³ розчину йоду концентрацією 0,1 моль/дм³ на 100 см³ води

К	Колір, в см ³ розчину йоду концентрацією 0,1 моль / дм ³ на 100 см ³ води
1	2
10,0	0,17
11,0	0,20
12,0	0,22
13,0	0,25
14,0	0,27
15,0	0,30
16,0	0,32
17,0	0,35
18,0	0,37
19,0	0,40
20,0	0,43
21,0	0,45
22,0	0,48
23,0	0,51
24,0	0,53
25,0	0,56
26,0	0,59
27,0	0,62
28,0	0,65
29,0	0,68
30,0	0,70
31,0	0,73
32,0	0,76
33,0	0,79
34,0	0,82
35,0	0,85
36,0	0,88
37,0	0,91
38,0	0,94
39,0	0,98
40,0	1,01
41,0	1,04
42,0	1,07
43,0	1,10
Продовження таблиці 7.1	

44,0	1,13
45,0	1,17
46,0	1,20
47,0	1,23
48,0	1,27
49,0	1,30
50,0	1,33
51,0	1,37
52,0	1,40
53,0	1,44
54,0	1,47
55,0	1,51
56,0	1,54
57,0	1,58
58,0	1,61
59,0	1,65
60,0	1,69
61,0	1,72
62,0	1,76
63,0	1,80
64,0	1,83
65,0	1,87
66,0	1,91
67,0	1,95
68,0	1,99
69,0	2,02
70,0	2,06
71,0	2,10
72,0	2,14
73,0	2,18
74,0	2,22
75,0	2,26
76,0	2,30
77,0	2,34
78,0	2,38
79,0	2,42
80,0	2,46
81,0	2,51
82,0	2,55
Продовження таблиці 7.1	
83,0	2,59

84,0	2,63
85,0	2,67
86,0	2,72
87,0	2,76
88,0	2,80
89,0	2,85
90,0	2,89
91,0	2,93
92,0	2,98
93,0	3,02
94,0	3,07
95,0	3,11
96,0	3,16
97,0	3,20
98,0	3,25
99,0	3,29
100,0	3,34

Отримане значення кольору порівняйте з нормативними показниками для даного сорту пива за ДСТУ 3888-99. Пиво. Загальні технічні умови. Оцініть якість готового виробу за кольором.

7.4 Висновок: Вкажіть отримані значення визначуваних показників, зробіть оцінку якості виробу за цими показниками.

7.5 Контрольні питання

1. Які методи контролю були використані для визначення якості готового виробу у лабораторній роботі?
2. На чому ґрунтується потенціометричний метод визначення кислотності пива?
3. Які графічні залежності будуються при використанні потенціометричного методу, та які показники дозволяють визначити побудовані залежності?
4. Які показники дозволяє виміряти прилад калориметр нефелометричний ФЕК-56М?
5. З якою метою оцінюють колір пива?

Лабораторна робота № 8

Рефрактометричний метод аналізу

8.1 Мета: навчитись застосовувати рефрактометричний метод аналіз для оцінки показників якості готової продукції. Визначити вміст цукрози у запропонованому для дослідження розчині на рефрактометрі УРЛ-1. Визначити рефрактометричним методом вміст сухих речовин у фруктових соках.

8.2 Короткі теоретичні відомості

Рефрактометричний аналіз ґрунтується на визначенні показників заломлення речовин, за якими судять про характер речовин, їхню чистоту або вміст в розчинах. Рефрактометричний метод знайшов широке застосування при дослідженні таких харчових продуктів, як жири, томатні продукти, варення, джем і ін.

Показник заломлення залежить від температури, тому рефрактометричні вимірювання прийнято виконувати при температурі 20 °С. При відхиленні температури від 20 °С вводяться відповідні температурні поправки. Тиск також впливає на результат рефрактометричних вимірів. З підвищенням тиску показники заломлення збільшуються. При роботі з розчином варто враховувати, що між показником заломлення й відсотковим вмістом речовини у розчині не завжди існує пряма залежність. Тому судити про концентрації речовини в розчині за показником заломлення можна тільки при наявності кривих залежності між цими двома величинами.

У деяких випадках визначити вміст речовини в розчині за показником заломлення неможливо, тому що навіть при значних коливаннях концентрації речовини показник заломлення змінюється дуже мало (наприклад, для розчинів метилового спирту). При наявності в розчині двох речовин тільки за показником заломлення не можна судити про склад системи.

Рефрактометри (рис. 8.1) називають прилади, що слугують для визначення коефіцієнтів рефракції рідких речовин і розчинів. Більшість рефрактометрів обладнані так, що досліджувана речовина міститься між двома призми (двома половинами призми).

Світло, пропущене через призму, заломлюючись або відбиваючись від межі поділу середовищ (призма - речовина), висвітлює тільки частину шкали, утворюючи досить різку межу світла й тіні. Положення цієї межі на шкалі залежить від кута повного внутрішнього відбиття досліджуваної речовини. На шкалі зазначені показники заломлення, що відповідають різній величині кутів.

Як джерело світла використовують монохроматичне світло натрієвого пальника або звичайне біле світло, що направляють за допомогою спеціального дзеркала. Оскільки біле світло складається із променів різної довжини хвиль, при проходженні його через призму має місце явище світлорозсіювання (дисперсії), внаслідок чого на межі світла й тіні утворюється райдужна смужка, що ускладнює відлік за шкалою рефрактометра. Тому всі сучасні конструкції рефрактометрів оснащені особливими пристроями, що дозволяють усунути дисперсію світла так званими компенсаторами. Компенсатори - оптичні системи, що представляють сукупність двох або трьох призм або лінз, зроблених з різних сортів скла. Скло встановлене таким чином, що різні кольори спектра накладаються один на один, і межа світла й тіні стає виразною.

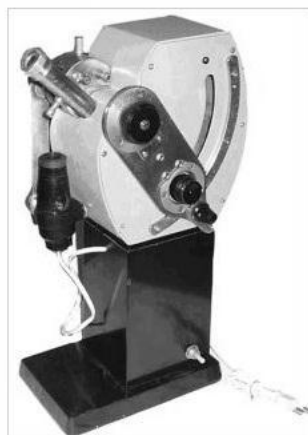


Рисунок 8.1 – Лабораторний рефрактометр УРЛ-1.

Оскільки світлові промені виходять із всіх точок поверхні призми й у різних напрямках, на шляху між призмою й шкалою ставиться лінза, що збирає всі паралельні промені у фокус. Таким чином, кожному пучку світлових променів після проходження їх через лінзу буде відповідати світлова точка.

Температура призм і досліджуваної речовини контролюється за допомогою термометрів, вмонтованих в оправу призм. Для регулювання й підтримання сталої температури в порожні металеві оправу призм за допомогою спеціальних пристроїв подається вода потрібної температури. При відсутності обігрівальних пристроїв користуються таблицями температурних виправлень.

Правильність показів рефрактометрів перевіряють за допомогою нормальної рідини, що іде у комплекті з приладом, або котирувальної пластинки, на якій зазначений коефіцієнт заломлення. При накладенні пластинки на призму рефрактометра показання шкали повинно збігатися з показником, зазначеним на пластинці. Перевірка може бути зроблена також за допомогою дистильованої води, показник заломлення якої при температурі 20

$^{\circ}\text{C}$ дорівнює 1,333. Межа вимірювань приладу за шкалою показників заломлення складає від 1,2 до 1,7 nD (похибка вимірювань $1 \cdot 10^{-4}$ nD); за шкалою сухих речовин по сахарозі – від 0 до 95% (похибка вимірювань + 0,1%).

8.3 Експериментальна частина.

Обладнання: рефрактометр УРЛ-1, скляні палички, мірні колби на 100 см³ – 10 шт., шпателі.

Реактиви: дистильована вода, кристалічна цукроза, розчини цукрози невідомої концентрації для дослідження (5 шт.), яблучний сок, яблуко.

Виконання роботи

1. Підготовка рефрактометра.

Перед визначенням перевіряють правильність показань рефрактометра за дистильованою водою. Для цього піднімають верхню кришку камери і наносять на нижню призму скляною паличкою 2-3 краплі дистильованої води. Потім закривають верхню кришку камери і, пересуваючи окуляр вгору, досягають співпадіння точки перехрестя ліній з межею темного і світлого полів. У разі правильного установа приладу на нуль лінія поділу світла й тіні при температурі 20 $^{\circ}\text{C}$ повинна відповідати нульовій поділці шкали відсотків сухих речовин і значенню коефіцієнта заломлення, що дорівнює 1,333.

Якщо є відхилення межі світла й тіні при суміщенні з нею перехрестя ліній, нульову точку приладу встановлюють спеціальним торцевим ключем.

2. Приготування розчинів цукрози та визначення їх коефіцієнта заломлення.

Для встановлення концентрації цукрози у запропонованому Вам досліджуваному розчині, попередньо потрібно побудувати калібрувальний графік.

Для цього готують 10 розчинів цукрози, з концентрацією 2; 6; 10; 14; 18; 22; 26; 30; 34; 38 %, користуючись мірними колбами на 100 см³.

Після перевірки приладу на суху поверхню вимірювальної призми скляною паличкою наносять 1-2 краплі кожного приготованого розчину відомої концентрації, не дотикаючись до призми, закривають верхню кришку камери. Результат визначають на шкалі показань відсотків сухих речовин за положенням лінії поділу. Після кожного вимірювання поверхню призми рефрактометра протирають обережно фільтрувальним папером, промивають дистильованою водою, для чого на поверхню призми наносять декілька крапель води і промокають її фільтрувальним папером.

Будують градувальний графік залежності показника заломлення сиропу від вмісту в ньому сахарози.

3. *Визначення концентрації сахарози у досліджуваному розчині за градувальним графіком.*

На суху поверхню виміральної призми скляною паличкою наносять 1-2 краплі запропонованого Вам для дослідження розчину, не дотикаючись до призми, закривають верхню кришку камери. Результат визначають на шкалі показань відсотків сухих речовин за положенням лінії поділу.

За побудованим градувальним графіком залежності показника заломлення сиропу від вмісту в ньому сахарози визначають концентрацію сахарози у досліджуваному розчині.

4. *Визначення концентрації сахарози у досліджуваному розчині за таблицею.*

Припустимо, що значення показника заломлення складає 1,3439, тобто концентрація сахарози знаходиться в межах 6 - 8% (табл. 8.1). Зміна концентрації сахарози на 2% відповідала б зміні n на $1,3448 - 1,3417 = 0,0031$. В даному випадку показник заломлення змінився тільки на $1,3439 - 1,3417 = 0,0022$.

Отже, різниця в значенні показника заломлення в 0,0031 відповідає 2% сахарози, а різниця в 0,0022 – Q ,%. Звідки знаходимо $Q=1,42\%$. Тобто в аналізованому сиропі міститься $6,0 + 1,42 = 7,42\%$ сахарози.

В загальному вигляді невідому концентрацію сахарози Q знаходять за рівнянням:

$$Q = \frac{(C_2 - C_1) \times (n_x - n_1)}{n_2 - n_1}, \text{ де:}$$

C_1 – концентрація менш концентрованого стандартного розчину, г/100 см³; C_2 – концентрація більш концентрованого розчину, г/100 см³;

n_x – показник заломлення аналізованого розчину;

n_1 – показник заломлення розчину з концентрацією C_1 ;

n_2 – показник заломлення розчину з концентрацією C_2 .

Якщо термостатування проби неможливо, враховують фактор температури (згідно табл. 8.2).

Порівняти значення отримані за градувальним графіком, та визначені за таблицею Зробити висновок про розбіжність результатів, отриманих різними способами.

Таблиця 8.1 – Показники заломлення водних розчинів сахарози при 20°C.

Сахароза, мас. %	n_D^{20}	Сахароза, мас. %	n_D^{20}	Сахароза, мас. %	n_D^{20}
0	1,3330	30	1,3811	60	1,4418
2	1,3359	32	1,3847	62	1,4464
4	1,3388	34	1,3883	64	1,4509
6	1,3417	36	1,3920	66	1,4555
8	1,3448	38	1,3958	68	1,4608
10	1,3478	40	1,3997	70	1,4651
12	1,3509	42	1,4036	72	1,4700
14	1,3541	44	1,4076	74	1,4749
16	1,3573	46	1,4117	76	1,4799
18	1,3605	48	1,4151	78	1,4850
20	1,3638	50	1,4200	80	1,4901
22	1,3672	52	1,4242	82	1,4954
24	1,3706	54	1,4285	84	1,5007
26	1,3740	56	1,4329		
28	1,3775	58	1,4373		

Таблиця 8.2 – Поправка на температуру при визначенні сахарози в продуктах цукрового виробництва.

t, °C	Відсотковий вміст сахарози в аналізованому продукті вище											
	0	5	10	15	20	25	30	35	40	50	60	70
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
Від знайденого значення вмісту сахарози слід відняти												
15	0,27	0,29	0,31	0,33	0,34	0,34	0,35	0,36	0,37	0,38	0,39	0,40
16	0,22	0,24	0,25	0,26	0,27	0,28	0,28	0,29	0,30	0,30	0,31	0,32
17	0,17	0,17	0,18	0,19	0,20	0,21	0,21	0,21	0,22	0,23	0,23	0,24
18	0,12	0,13	0,14	0,14	0,14	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,16	0,16
19	0,06	0,06	0,06	0,07	0,07	0,07	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08
До знайденого значення вмісту сахарози слід додати												
21	0,06	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08
22	0,13	0,13	0,14	0,14	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,16	0,16	0,16
23	0,19	0,20	0,21	0,22	0,22	0,23	0,23	0,23	0,23	0,24	0,24	0,24
24	0,26	0,27	0,28	0,29	0,30	0,30	0,31	0,31	0,31	0,32	0,32	0,32
25	0,33	0,35	0,36	0,37	0,38	0,38	0,39	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40
26	0,40	0,42	0,43	0,44	0,45	0,46	0,46	0,47	0,48	0,48	0,48	0,48
26	0,48	0,50	0,52	0,53	0,54	0,55	0,55	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56
27	0,56	0,57	0,60	0,61	0,62	0,63	0,63	0,64	0,64	0,64	0,64	0,64

5. *Визначення вмісту сухих речовин у фруктовому соку.*

Масову частку розчинних сухих речовин в соках визначають при температурі навколишнього середовища ($20 \pm 0,5$) ° С. Якщо рефрактометр забезпечений засобом регулювання температури, то вимірювання допускається проводити при температурі від 10 ° С до 30 ° С, дотримуючись інструкції по експлуатації приладу. Якщо рефрактометр не споряджений засобом регулювання температури, то вимірювання допускається проводити при температурі від 15 ° С до 25 ° С. В отримане значення вносять температурну поправку, значення якої вказано в табл. 8.2.

➤ Невелику порцію проби продукту (яблучного або іншого наявного соку, але не цитрусового, тому що там потрібно застосовувати додаткові поправки при визначенні сухих речовин) поміщають на нижню призму рефрактометра. Стежать за тим, щоб досліджуваний продукт рівномірно покрив скляну поверхню, після чого накривають нижню призму верхньої призмою. Чекають, поки не буде досягнуто температурну рівновагу (приблизно 30 с), і потім проводять вимірювання відповідно до інструкції по експлуатації приладу. Важливо, щоб температура зберігалася незмінною протягом усього процесу вимірювань.

Визначають за шкалою приладу масову частку сахарози у відсотках до першого десяткового знаку. Проводять два паралельних визначення.

➤ Невелику порцію проби соку (вичавленого з яблука або іншого наявного фрукту) поміщають на нижню призму рефрактометра.

Якщо досліджуваний продукт являє собою масу, що включає в собі тверді частинки, то кладуть невелику кількість цього продукту у складену вдвоє марлю. Повільним натискуванням на марлю вичавлюють з неї сок. Перші дві краплі відкидають, а третю і четверту наносять на грань призми і проводять вимірювання.

Розчинні сухі речовини, вимірювані на рефрактометрі, виражаються в грамах сахарози на 100 г розчину або у відсотках.

Отримані результати порівняти з довідниковими даними, табл. 8.3, зробити висновки.

Таблиця 8.3 – Фрукти і овочі, які використовуються для виробництва сокової продукції. Вимоги до вмісту розчинних сухих речовин у відновлених соках і пюре. Частка соку (пюре) в нектарах

Назва	Мінімальний вміст розчинних сухих речовин для відновлених соків і пюре (% при 20° С)	Мінімальний вміст розчинних речовин в соках (пюре) прямого віджиму (% при 20° С)	Мінімальна частка соку і / або пюре у фруктових нектарах (% об / об)
Абрикос	11,2	10,2	40,0
Виноград	15,9	13,5	50,0
Вишня	13,5	12,4	25,0
Морква	8,0	–	25,0
Томат (помідор)	5,0	4,2	50,0
Яблуко	11,2	10,0	50,0

Забороняється розведення соку прямого віджиму і пюре водою з метою зниження вмісту розчинних сухих речовин.

8.4 Висновок: Вкажіть отримані значення визначуваних показників, зробіть оцінку якості виробу за цими показниками.

8.5 Контрольні питання

1. На чому ґрунтується рефрактометричний метод аналізу?
2. Як улаштований рефрактометр УРЛ-1?
3. Які графічні залежності будуються при використанні рефрактометричного методу, які показники дозволяють визначити побудовані залежності?
4. У чому виражаються сухі речовини у соку, виміряні на рефрактометрі?

РЕКОМЕНДОВАНА ЛІТЕРАТУРА

Базова

1. Челябієва В. М. Аналітична хімія : навчальний посібник / В. М. Челябієва, О. І. Сиза, О. Л. Гуменюк. – Чернігів, 2015. – 199 с.
2. Циганок Л.П. Аналітична хімія. Хімічні методи аналізу: навчальний посібник / Л.П.Циганок, Т.О.Бубель, А.Б.Вишнікін, О.Ю.Вашкевич; За ред. проф. Л.П.Циганок - Дніпропетровськ: ДНУ ім. О.Гончара, 2014.- 252 с.
3. Основы аналитической химии. В 2 кн. Кн. 2. Методы химического анализа: Учебн. для вузов/ Ю.А. Золотов, Е.Н. Дорохова и др. Под ред. Ю.А. Золотова.– М.: Высш. шк., 2000. – 494 с.

Допоміжна

1. Гороновский И.Т., Назаренко Ю.П., Некряч К.Ф. Краткий справочник по химии. – К.: Наукова думка, 1977
2. Краткий справочник физико-химических величин / Под редакцией К.П. Мищенко, А.А. Равделя. Л.: Химия, 1984.
3. Чарыков А.К. Математическая обработка результатов качественного анализа. – Л.: Химия, 1989. – 168 с
4. анализа.

Інформаційні ресурси

1. Режим доступу:
http://medkoledj.ucoz.ru/load/posibniki/kolorova_tablicja_quot_jakisni_reakcii_kationiv_quot_skachat/2-1-0-21.
2. Режим доступу:
http://labposuda.narod.ru/pipetka_tipa_sali.htm.
3. Режим доступу:
https://www.youtube.com/results?search_query=Качественные+химические+реакции.
4. Режим доступу:
<https://eln.stu.cn.ua/course/view.php?id=293>
5. Навчально-інформаційний портал НУ «Чернігівська політехніка»
<https://eln.stu.cn.ua>
6. Наукова бібліотека <http://library2.stu.cn.ua/>
7. Гугл академія <https://scholar.google.com.ua/>