

**FAKULTATĪVĀS NODARBĪBAS
FIZIKĀ,
ĶIMIJĀ UN MATEMĀTIKĀ**

I. TREPŠS.

*Latvijas PSR Izglītības ministrijas
Pedagoģijas zinātniskās pētniecības institūta
vecākais zinātniskais līdzstrādnieks*

FAKULTATĪVĀS NODARBĪBAS KĪMIJĀ

Kvantitatīvā analīze

Kvantitatīvās analīzes mācīšanai fakultatīvajās nodarbībās 10. klasē paredzētas 26 stundas¹, no tām 22 stundas praktiskajiem darbiem. Minētā kursa mācīšanai skolotāji var izmantot šādu literatūru: A. Karlsons. Analītiskā ķīmija. R., 1962, 168 lpp., M. И. Воскресенский, А. М. Неймарк. Основы химического анализа. М., 1971, 192 с.

Skolēnu patstāvīgajam darbam, referātiem un semināriem ieteicami šādi temati:

- 1) kvantitatīvās analīzes metodes;
- 2) svara analīzes jeb gravimetrijas īpatnības;
- 3) svara un tilpuma analīzes atšķirības;
- 4) neutralizācijas metodes trīs gadījumi;
- 5) oksidimetrijas metodes pamatojums;
- 6) kolorimetrijas metodes būtība.

Svara analīze jeb gravimetrija

Kīmijas fakultatīvajās nodarbībās 10. klasē skolēniem praktiski jāveic svara analīze jeb gravimetrija: jānosaka bārija daudzums bārija hlorīda šķīdumā, dzelzs daudzums tā (III) oksīdā, kā arī mitruma procents augsnē, graudos, raugā, aktīvajā oglē u. c.

Bārija noteikšana bārija hlorīda šķīdumā. I. Bārija

¹ Sk. «Fakultatīvās nodarbības politehniskā cikla priekšmetos». R., 1973, 156 lpp.

jons bārija hlorīda ūdens šķīdumā ar sulfāta jonu veido mazšķistošas nogulsnes — bārija sulfātu:



Bārija sulfātu nogulsnē stipri atšķaidītā šķīdumā vai sālsskābes klātbūtnē. Tad rodas rupjkrustāliskas nogulsnes. Pēc tam nogulsnes filtrē caur bezpelnu filtru (zilā lenta) dekanējot; nogulsnes uz filtra mazgā ar destilētu ūdeni.

2. Mazgātās nogulsnes kopā ar filtru žāvē apmēram stundu 105—110°C temperatūrā, pēc tam ievieto tīgeli un mušejkrāsnī karsē tā, lai filtrs vispirms pāroglošos, pēc tam karsē tā, lai ogles daļīnas pilnīgi izzustu.

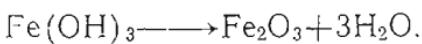
3. Pēc masas starpības (t. i., tīgela masa ar nogulsnēm un tukša tīgela masa) aprēķina bārija daudzumu nogulsnēs un pārrēķina uz bārija hlorīdu.

Lai aprēķins būtu, cik iespējams, precīzāks, jāievēro t. s. analītiskie reizinātāji jeb analīzes faktori. Tie doti A. Karlsona Analītiskās ķīmijas 5. pielikumā.

Dzelzs noteikšana dzelzs (III) hlorīda šķīdumā. Dzelzs (III) jonu nogulsnē ar amonija hidroksīdu:



legūtās dzelzs (III) hidroksīda nogulsnes kvēlina un pārvērš dzelzs (III) oksīdā:



Analīzes darba gaita

1. Vārglāzē ieļej analizējamo šķīdumu un ar destilētu ūdeni atšķaida līdz 100 ml tilpumam. Pēc tam analizējamo šķīdumu karsē ūdens vannā. Karsto šķīdumu maisot, pakāpeniski tam pielej 10% amonija hidroksīda šķīdumu, ļauj nogulsnēm nostāties un tad pārliecinās, vai nogulsnēšanās notikusi pilnīgi.

2. Nogulsnes filtrē caur bezpelnu filtru (baltā vai sarkanā lenta) un mazgā ar 2% amonija hlorīda šķīdumu. Dzelzs (III) hidroksīda nogulsnes ir amorfas. Mazgātās nogulsnes ievieto porcelāna tīgelī, lēnām apžāvē un pēc tam mušejkrāsnī karsē, lai filtrs vispirms lēnām pāroglošos un pēc tam sadegtu bez liesmas. Tad nogulsnes kvēlina, līdz iegūst pastāvīgu masu. Karsē

gaisa pārākumā, lai ogļe nereducētu dzelzi no dzelzs oksīda. Nogulsnes pēc kvēlināšanas ir brūnā krāsā. Pēc tam kad nogulsnes atdzesētas eksikatorā, tās nosver un izdara aprēķinus. Aprēķinos jāievēro analītiskais reizinātājs.

Mitruma noteikšana augsnē. Minētajās analītiskās ķīmijas grāmatās nav aprakstīts, kā noteikt augsnes mitrumu. Šī analīze ir ļoti vienkārša, un to var viegli veikt.

Lai varētu noteikt augsnes mitrumu, paņem augsnes paraugu visā aramkārtas dziļumā (apmēram 0,5 kg) un ievieto noslēgtā traukā.

Analīzei nosver 25 g augsnes, ievieto tīgelī un žāvē 100—105 °C temperatūrā apmēram 6 stundas. Tad analīzējamo augsni atdzesē eksikatorā un atkal nosver. Svara starpība norāda augsnes mitrumu, un to izsaka procentos. Augsnes mitrums parasti svārstās no 50% līdz 65%. Pēc mitruma saturu var noteikt, kādus agrotehniskos pasākumus lietderīgi pielietot.

Mitruma noteikšana labības graudos, aktīvajā oglē un maizes raugā. Tīgelī iesver 5 g graudu un žāvējamā skapī žāvē 130 °C temperatūrā apmēram 40 minūtes. Graudus atdzesē eksikatorā un atkal nosver; ja nepieciešams, žāvē, līdz iegūst pastāvīgu masu. Masas starpību izsaka procentos, tie norāda graudu mitruma saturu, ko nepieciešams zināt, graudus uzglabājot. Normāls mitruma daudzums kviešu graudiem ir 9,3—13,5%, rudziem — 9,3—15%, auzām — 10—14%.

Mitruma procentus maizes raugam nosaka tāpat kā labības graudiem, tikai iesvaru nēm apmēram 1 g un žāvē 105 °C temperatūrā, līdz iegūst pastāvīgu masu. Pēc masas starpības aprēķina mitruma procentu.

Lai aktīvajai oglēi noteiktu mitruma procentu, nēm 1 g šīs vielas un karsē žāvējamā skapī 110 °C temperatūrā apmēram 30—45 minūtes, līdz iegūsti pastāvīgu masu. Pēc masas starpības aprēķina mitruma procentu. No mitruma daudzuma ir atkarīgas aktīvās ogles adsorbējošās īpašības.

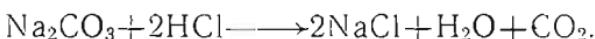
Tilpuma analīze jeb volumetrija

Ķīmijas fakultatīvo nodarbību programmā 10. klasē paredzēts aplūkot tilpuma analīzes neutralizācijas, oksidimetrijas un kolorimetrijas metodes.

Neutralizācijas metode

Sālsskābes normalitātes noteikšana. Pagatavo 0,1 n sālsskābes šķīdumu. Šim nolūkam izmanto kīmiski tīru koncentrētu sālsskābi. Pēc sālsskābes blīvuma aprēķina, cik mililitru koncentrētas sālsskābes jāņem 0,1 n šķīduma pagatavošanai. Pagatavotā sālsskābes šķīduma koncentrācija ir tikai aptuvena, tilpuma analīzei nepieciešama precīzas koncentrācijas skābe. Sālsskābes precīzo koncentrāciju nosaka ar nātrijs karbonāta šķīduma titrēšanu.

Sālsskābes normalitātes un titra noteikšana ar nātrijs karbonātu. Pagatavo aptuveni 0,1 n nātrijs karbonāta šķīdumu. Neutralizācijas reakcija notiek šādā veidā:



Nātrijs karbonāta gramekvivalenti ir

$$gE_{\text{Na}_2\text{CO}_3} = \frac{106}{2} = 53,00 \text{ (g)}.$$

Tā kā jāpagatavo 0,1 n nātrijs karbonāta šķīduma, tad 1 litrā šķīduma jābūt 5,3 g nātrijs karbonāta. Ja grib pagatavot 250 ml 0,1 n nātrijs karbonāta šķīduma, tad jāņem

$$\frac{5,3 \cdot 250}{1000} = 1,325 \text{ (g) nātrijs karbonāta.}$$

Uz tehniskajiem svariem nosver 1,32 g bezūdens nātrijs karbonāta. Pēc tam to precīzi nosver uz analitis-kajiem svariem. Pieņemsim, ka iesvara precīzā masa ir 1,3383 grami. Iesvaru pārvieto mērkolbā un iegūst 250 ml šķīduma. Aprēķina nātrijs karbonāta precīzo koncentrāciju:

$$\frac{1,3383 \cdot 1000}{250 \cdot 53} = 0,1010 \text{ (gramekvivalents/l).}$$

Iegūto nātrijs karbonāta šķīdumu izmanto, lai noteiktu sālsskābes precīzu koncentrāciju.

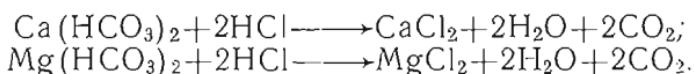
Sālsskābes precīzas koncentrācijas noteikšanai koniskajā kolbā ar pipeti precīzi iemēra 25 ml pagatavotā nātrijs karbonāta šķīduma, tam piepilina 2 vai 3 pilienus metiloranža un titrē ar aptuveni 0,1 n sālsskābi, kamēr

no pēdējā piliena šķīdumam rodas vāji sārts krāsojums. Pirmais titrējums ir orientējošais; no trim nākamajiem titrējumiem aprēķina vidējo, no tā savukārt precīzo sālsskābes koncentrāciju. Ja 25 ml nātrijs karbonāta titrēšanai izlietoti pirmajā titrējumā 24,95 ml, otrajā — 24,93 ml un trešajā — 24,95 ml sālsskābes, tad par vidējo var pieņemt 24,95 ml sālsskābes. Sālsskābes precīzo koncentrāciju šajā gadījumā aprēķina šādi:

$$\frac{0,1010 \cdot 25}{24,95} = 0,1013 \text{ (gE/l).}$$

Tātad sālsskābes precīzā koncentrācija ir 0,1013 gE/litrā vai 0,1013 n.

Ūdens karbonātu cietības noteikšana. Mērkolbā līdz zīmei ielej 100 ml cietā ūdens. To pārlej koniskajā kolbā, ūdenim piepilina 1 vai 2 pilienus metiloranža, pēc tam titrē ar precīzo sālsskābes šķīdumu, kamēr kolbas saturs klūst vāji sārts. Ar sālsskābi reagē kalcijs un magnija hidrogēnkarbonāti:



Ūdens pārejošo jeb karbonātu cietību aprēķina pēc titrēšanai izlietoto skābes gramekvivalentu skaita, tos pareizinot ar 10, t. i., lai gramekvivalentu skaitu pārrēkinātu uz 1 litra tilpumu. Ja, piemēram, 100 ml cietā ūdens titrēšanai izlietoti 2,8 ml 0,0976 n sālsskābes šķīduma, tad ūdens karbonātu jeb pārejošā cietība ir

$$0,0976 \cdot 2,8 \cdot 10 = 2,73 \text{ (gE/l).}$$

Maizes skābuma noteikšana. Maizes skābumu izsaka grādos. 1 grāds maizes skābuma atbilst 1 ml 1 n nātrijs hidroksīda, ko izlieto 100 gramu maizes skābuma neutralizēšanai. Ja, piemēram, 100 gramu maizes skābuma neutralizēšanai izlietoti 6 ml 1 n nātrijs hidroksīda šķīduma, tad maizes skābums ir 6°. No maizes skābuma atkarīgas tās garšas īpašības un līdz ar tām arī maizes kvalitāte. Maizes skābumu rada pienskābes un etiķskābes klātbūtne. Šīs skābes nelielā daudzumā rodas mīklas rūgšanas procesā. Optimālais rudzu maizes skābums ir 12°, kviešu maizes — 6°.

Maizes skābuma noteikšanai ņem 50 gramu maizes mīkstuma, ko pārlej ar 200 ml silta destilēta ūdens un

rūpīgi sajauc. Pēc tam masai vēl pielej 50 ml deslilēta ūdens. Analīzi saskalina pēc katrām desmit minūlēm, pēc tam apmēram 1 stundu nostādina. Tad no analīzes virsējā slāņa ar pipeti paņem 50 ml dzidrā šķīduma, piepilina tam dažus pilienus fenolftaleīna šķīduma un titrē ar 0,1 n nātrijs hidroksīda šķīdumu līdz vāji sārtai krāsai, kas neizzūd 1 minūti. Analīzes rezultātus pārrēķina uz 100 gramiem maizes skābuma grādos.

Ja, piemēram, 50 ml maizes izvilkuma šķīduma neutralizēšanai izlietoti 7,2 ml 0,1 n nātrijs hidroksīda šķīduma, tad 250 ml šķīduma neutralizēšanai vajadzētu

$$7,2 \cdot 5 = 36 \text{ (ml } 0,1 \text{ n nātrijs hidroksīda šķīduma).}$$

Analīzei tika ņemti 50 grami maizes, un tās skābuma neutralizēšanai izlietoti 36 ml 0,1 n nātrijs hidroksīda šķīduma. Lai neutralizētu 100 gramus maizes, būtu jāizlieto

$$36 \cdot 2 = 72 \text{ (ml } 0,1 \text{ n nātrijs hidroksīda šķīduma),}$$

bet 1 n nātrijs hidroksīda šķīduma vajadzēs 10 reižu mazāk, t. i.,

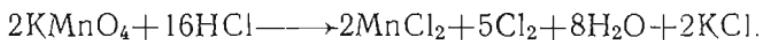
$$72 : 10 = 7,2 \text{ (ml } 1 \text{ n nātrijs hidroksīda šķīduma).}$$

Tātad maizes skābums ir 7,2°. Ja analīzei būtu izmantota kviešu maize, tad šajā gadījumā tās skābums būtu par augstu, bet rudzu maizei — par zemu. Kā pirmajā, tā otrajā gadījumā maize neatbilst valsts standartam.

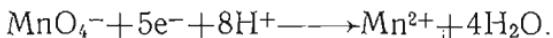
Oksidimetrijas metodes

Oksidimetrija ir tilpumanalīzes metode, un tās pamatā ir oksidēšanās—reducēšanās reakcijas. Praksē visbiežāk izmanto manganometrijas un jodometrijas metodi. Manganometrijā par oksidētāju lieto kālija permanganātu. Permangānskābes jonā mangāna oksidācijas pakāpe ir +7, tāpēc šis jons skābā vidē ir spēcīgs oksidētājs, kas reducējas līdz mangāna jonam ar oksidācijas pakāpi +2. Kālija permanganātu kā oksidētāju parasti izmanto skābā vidē, neitrālā vidē tas ir vājāks oksidētājs, kas reducējas par mangānu ar oksidācijas pakāpi +4 un veido brūnas mangāna dioksīda

nogulsnes. Vides paskābināšanai parasti lieto sērskābi. Šim nolūkam nav ieteicams lietot sālsskābi, jo kālija permanganāts to var oksidēt par brīvu hloru:



Šādos gadījumos nevar iegūt pareizus analīzes rezultātus. Skābā vidē permanganjons pievieno 5 elektro-nus:



Tāpēc, aprēķinot kālija permanganāta gramekvivalentu, molekulmasa jādala ar 5:

$$gE_{\text{KMnO}_4} = \frac{158,03}{5} = 31,6 \text{ (g)}.$$

Šis apstāklis jāievēro, gatavojot kālija permanganāta dažādas koncentrācijas normālos šķidumus.

Kālija permanganāta šķidums ir violetā krāsā, bet mangāna sulfāta šķidums, kas rodas reducēšanas procesā, stiprā atšķaidījumā ir bezkrāsains. Tāpēc kālija permanganāta šķidums analīzes gaitā vienlaikus ir darba šķidums un indikators.

Kālija permanganāta darba šķiduma pagatavošana. Kālija permanganāta gramekvivalenti ir 31,6 g, un de-cinormāla šķiduma pagatavošanai jāņem 3,16 grami šīs vielas. Tomēr parasti ļem nedaudz vairāk kālija permanganāta, piemēram, 3,3 gramus, jo tas ūdenī oksidē piemaisījumus, līdz ar to tā koncentrācija samazinās. Iesvaru izšķidina karstā destilētā ūdenī, to atdzesē, pārlej 1 litra mērkolbā un papildina ar destilētu ūdeni līdz norāditajai zīmei.

Ja titru nosaka ar skābeņskābi, tad koniskajā kolbā ar pipeti ievada 15 ml 0,1 n skābeņskābes šķiduma, to atšķaida ar 50 ml destilēta ūdens, paskābina ar 20 procentīgu sērskābi un uzsilda līdz 60 °C. Stiprāk karsēt nedrīkst, jo kālija permanganāts var sadalīties, tā veidojot mangāna dioksīdu. Siltu skābeņskābes šķidumu titrē ar kālija permanganāta šķidumu. Titrēšanu turpina, kamēr pēdējais kālija permanganāta šķiduma piliens pēc vienas minūtes neatkrāsojas. Pēc iegūtajiem datiem aprēķina kālija permanganāta šķiduma normativitāti un titru.

Ja, piemēram, 15 ml 0,1 n skābeņskābes šķiduma lit-

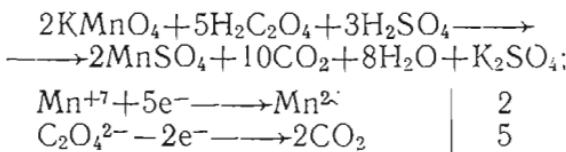
rēšanai izlietoti 15,5 ml kālija permanganāta šķīduma, tad šī šķīduma normālo koncentrāciju aprēķina šādi:

$$\frac{0,1 \cdot 15}{15,5} = 0,0986 \text{ n.}$$

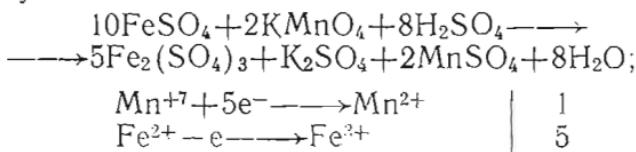
Tālāk aprēķina titru:

$$\frac{31,6 \cdot 0,0986}{1000} = 0,00306 \text{ (g/ml).}$$

Titrēšanas rezultātā norisinās šāda reakcija:



Dzelzs noteikšana dzelzs (II) sulfāta šķīdumā. Dzelzs noteikšanā ar manganometrijas metodi norisinās šāda reakcija:



ANALĪZES DARBA GAITA

1. Pagatavo dzelzs (II) sulfāta šķīdumu. Šim nolūkam ieteicams nēmt 2 gramus dzelzs (II) sulfāta kristālhidrāta iesvaru, to izšķīdināt aukstā destilētā ūdenī 100 ml tilpuma mērkolbā, paskābināt ar 2 n sērskābi, uzpildīt ar destilētu ūdeni līdz norādītajai zīmei un šķīdumu labi samaisīt.

2. Analīzei ar pipeti nēm 25 ml pagatavotā dzelzs (II) sulfāta šķīduma, to iepilda vārglāzē, vēl paskābina ar 5–10 ml 2 n sērskābes un pēc tam titrē ar precīzas normalitātes kālija permanganāta šķīdumu. Pēc titrēšanas rezultātiem aprēķina dzelzs daudzumu analīzē.

3. Dzelzs daudzuma aprēķina piemērs:

- a) 25 ml analīzes šķīduma titrēšanai izlieto 18,5 ml 0,0968 n kālija permanganāta šķīduma, kas šajā gadījumā ir arī indikators;

b) aprēķina dzelzs jona titru:

$$T = \frac{55,85 \cdot 0,0968}{1000} = 0,0054 \text{ (g/ml)};$$

c) aprēķina dzelzs daudzumu 25 ml šķīduma:

$$0,0054 \cdot 18,5 = 0,0999 \text{ (g);}$$

d) nosaka dzelzs daudzumu 100 ml šķīduma:

$$0,0999 \cdot 4 = 0,3996 \text{ (g);}$$

e) aprēķina dzelzs procentu dzelzs (II) sulfātā, ja analīzei ņemti 2 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$:

$$\frac{0,3996 \cdot 100}{2} = 19,98 \text{ (%).}$$

Ūdens oksidējamības noteikšana ar manganometrijas metodi. Ar šo metodi nosaka organisko vielu un dažu neorganisko reducētāju (H_2S , HNO_2 , Fe^{2+} jonu u. c.) saturu dzeramajā ūdenī. Kālija permanganāts oksidē organiskas vielas un citus piemaisījumus, tāpēc šķīdums atkrāsojas. Ūdens oksidējamību raksturo kālija permanganāta daudzums miligramos, kas nepieciešams piemaisījumu oksidēšanai 1 litrā ūdens.

ANALĪZES DARBA GAITA

1. 250 ml tilpuma koniskajā kolbā vai vārglāzē ieļ 100 ml analizējamā ūdens un to paskābina ar 5 ml atšķaidītas sērskābes, pielej 10 ml 0,01 n kālija permanganāta šķīduma un vāra 10 minūtes.

2. Analīzi nedaudz atdzesē, tai pielej 10 ml 0,01 n skābeņskābes šķīduma un bezkrāsaino šķīdumu titrē ar 0,01 n kālija permanganāta šķīdumu līdz vāji sārlai krāsai, kas neizzūd apmēram 1 minūti. Pēc titrēšanas rezultātiem aprēķina ūdens oksidējamību.

3. Aprēķina piemērs:

a) skābeņskābes atlirkuma titrēšanai izlietoti 5,336 ml 0,01 n kālija permanganāta šķīduma. Kopējais kālija permanganāta šķīduma izlietotais daudzums ir $10 + 5,336 = 15,336$ ml. No kopējā kālija permanganāta šķīduma daudzuma 10 ml nepieciešami skābeņskābes oksidēšanai un 5,336 ml piemaisījumu oksidēšanai 100 ml ūdens;

- b) piemaisījumu oksidēšanai 1 litrā ūdens vajadzētu $5,336 \cdot 10 = 53,36$ ml 0,01 n kālija permanganāta šķīduma;
- c) pēc iepriekš minētajiem datiem aprēķinām ūdens oksidējamību: nosaka kālija permanganāta daudzumu miligramos, kas nepieciešams piemaisījumu oksidēšanai 1 litrā ūdens;
 $1000 \text{ ml (1 l)} 0,01 \text{ n šķīduma ir } 0,316 \text{ g vai } 316 \text{ mg}$
 kālija permanganāta, bet $53,36 \text{ ml būs } \frac{316 \cdot 53,36}{1000} = 16,86 \text{ (mg KMnO}_4\text{).}$

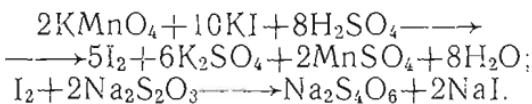
Tātad ūdens oksidējamība šajā gadījumā ir 16,86 mg/litrā. Tas rāda, ka ūdens nav tīrs, tas satur visai daudz piemaisījumu.

Jodometrija

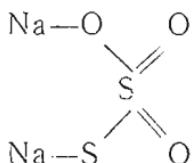
Tilpumanalīzē viena no precīzākajām oksidimetrijas metodēm ir jodometrija. Tā pamatojas uz jodīda jona oksidēšanu par brīvu jodu: $2I^- - 2e^- \rightarrow I_2$ un brīvā joda reducēšanu par jodīda jonu $I_2 + 2e^- \rightarrow 2I^-$.

Jodometrijā titrēšanas procesā jodīda jons ir reducētājs, bet brīvais jods — oksidētājs.

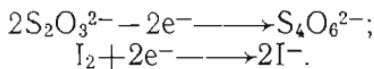
Oksidētāja jodometriskajā analīzē pamatā ir reakcijā izdalītā joda daudzums, kas ir ekvivalenti oksidētāja (šajā piemērā kālija permanganāta) daudzumam, kas reagē ar kālija jodīdu, un nātrijs tiosulfāta daudzumam, kas tiek izlietots izdalītā joda reducēšanai. Procesu raksturo šādi reakciju vienādojumi:



Lai skolēni izprastu jodometriskās analīzes būtību, nepieciešams viņiem izskaidrot nātrijs tiosulfāta molekulas uzbūvi. To var attēlot ar šādu struktūrformulu:

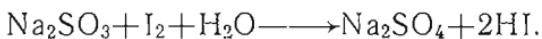


Nātrijs tiosulfāta molekulā viena sēra atoma oksidācijas pakāpe ir +6, bet otra -2. Sēra atoms ar oksidācijas pakāpi -2 nosaka nātrijs tiosulfāta reducētājas išpašības:



Divi tiosulfāta joni oksidējoties, t. i., zaudējot 2 elektronus, veido tetratrationātu jonu, bet brīvie elektroni reducē joda molekulu par jodīdu joniem.

Reducētāji jodomētriskajā analīzē oksidējas ar joda šķīdumu. Piemērs:



Tāpēc jodomētrijā oksidētāju analīzei izmanto nātrijs tiosulfāta šķīdumu, bet reducētāju analīzei — joda šķīdumu. Jodomētriskajā analīzē par indikatoru lieto cietes šķīdumu, tas joda klātbūtnē nokrāsojas zilā krāsā.

Kolorimetrija

Tilpumanalīzes kolorimetriskā metode pieder pie fiziķiskajām kvantitatīvās analīzes metodēm. Salīdzinājumā ar citām metodēm kolorimetrija ir mazāk precīza, tomēr tai ir daudz priekšrocību, it sevišķi nelielu vielu daudzumu analīzē, piemēram, nosakot nitrātu, nitrītu, amonjaku ūdenī, nosakot dzelzs, vara, svina, dzīvsudraba saturu gaisā u. c. Ar kolorimetrijas metodi nosaka hemoglobīna daudzumu asinīs.

Kolorimetriskās metodes pamatā ir dažādas koncentrācijas šķīdumu krāsas intensitātes salīdzināšana.

Strādājot ķīmijas laboratorijā, skolēniem nepieciešams pašiem praktiski pārliecināties, ka šķīdumu krāsas intensitāte ir atkarīga no šķīdumu koncentrācijas. Daudzas vielas šķīstot veido krāsainus šķīdumus. Ar vielām, kuru šķīdumi ir bezkrāsaini, veic ķīmiskās reakcijas, kuru rezultātā rodas krāsaini savienojumi. Lai noteiktu analizējamās vielas koncentrāciju, izdara analogiskas reakcijas ar šīs vielas standartšķīdumu, kura koncentrācija ir zināma. Salīdzinot krāsu intensitāti, spriež par analizējamās vielas koncentrāciju un izdara aprēķinu.

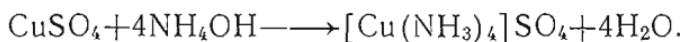
Izdarot kolorimetriskās analīzes, skolēniem nepiecie-

šams ievērot, lai standartšķīdumu un analizējamo šķīdumu temperatūras būtu vienādas. Arī trauku izmēriem un ārējam apgaismojumam jābūt vienādiem, jo tikai tādos apstākļos var labi salīdzināt krāsas intensitāti. Šķīdumu koncentrācijai jābūt nelielai, maz atšķirīgai citai no citas. Visas analīzes operācijas ar standartšķīdumiem un analizējamiem šķīdumiem veic vienlaikus, jo, šķīdumus uzglabājot, to krāsa var mainīties.

Krāsu salīdzināšanai kolorimetrijā lieto standartšķīdumu jeb paraugšķīdumu sērijas, kolorimetriskās titrēšanas, atšķaidīšanas un balansēšanas metodes. Vienkāršākā metode ir standartšķīdumu jeb paraugšķīdumu sērijas metode. Izmantojot šo metodi, nav vajadzīgas speciālas ierīces (kolorimetri, speciāli mērcilindri u.c.).

Vara noteikšana vara (II) sulfāta šķīdumā. Vara noteikšanai var izmantot divas vara jona Cu^{2+} krāsainās reakcijas.

1. Vara (II) sulfāta reakcijas ar amonija hidroksīda pārākumu:



Rodas komplekss savienojums intensīvi zilā krāsā.

2. Vara (II) sulfāta reakcija ar kālija feroheksacianīdu jeb dzelteno asinssāli:



Koncentrētos šķīdumos rodas vara feroheksacianīda sarkanbrūnas nogulsnes, bet atšķaidītos šķīdumos krāsa mainās atkarībā no vara (II) sulfāta koncentrācijas — no dzeltenbrūnas līdz dzeltenai.

Vara (II) sulfāta standartšķīduma pagatavošana. Nosver 0,980 g ķīmiski tīra vara (II) sulfāta kristālhitrāta $CuSO_4 \cdot 5H_2O$; to izšķīdina nelielā destilēta ūdens daudzumā mērkolbā, kuras tilpums ir 250 ml. Lai novērstu hidrolīzi, šķīdumu paskābina ar 25 ml 2 n sērskābes, pēc tam pielej destilētu ūdeni līdz mērkolbas atzīmei. Pagatavotā šķīduma 1 ml satur 1 mg vara.

Krāsu skalas pagatavošana. Sagatavo 11 pilnīgi vienādas mēgenes, uz kurām ir atzīme, kas atbilst 10 ml tilpumam. Mēģeņu kalibrēšanai noder ūdens: tajās no biretes ieļej 10 ml ūdens un uz mēgenes malas ar vaska zīmuli atzīmē tā līmeni.

Desmit mēgenēs pēc kārtas no biretes precīzi iepilda standartšķiduma tilpumus, kas uzrādīti dotajā tabulā.

Mēgenes nr	1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.	10.
Šķiduma tilpums (ml)	0,4	0,8	1,2	1,6	2,0	2,4	2,8	3,2	3,6	4,0

Tad visās mēgenēs pēc kārtas iepilina 2 n amonija hidroksīda šķiduma, un tā pievienošanu turpina, kamēr radušās duļķes izšķist. Pēc tam visās mēgenēs līdz atzīmei pielej destilētu ūdeni, tās noslēdz ar aizbāžņiem. Mēgenes ar standartšķidumiem ievieļo slatīvā uz balta papīra lapas vai pienstikla plates.

ANALIZES DARBA GAITA

Vienpadsmitajā mēgenē ar bireti vai mērpipeti ievada 4 ml analizējamā vara sulfāta šķiduma, tam piepilina 2 n amonija hidroksīda šķidumu (pārākumā), kamēr radušās duļķes izšķist, tad līdz atzīmei pielej destilētu ūdeni. Pēc tam, skatoties no augšas, salīdzina analizējamā šķiduma un standartšķidumu krāsas un izdara aprēķinus.

Aprēķina piemērs.

1. Analizējamā šķiduma krāsa sakrīt ar skalas 5. mēgenes krāsu.

2. Tādā gadījumā vara daudzums 100 ml analizējamā šķiduma ir

$$\frac{2 \cdot 0 \cdot 100}{4} = 50 \text{ (mg) vai } 0,05 \text{ g.}$$

3. Vara daudzums vienā litrā šķiduma būs 10 reizes lielāks, t. i.,

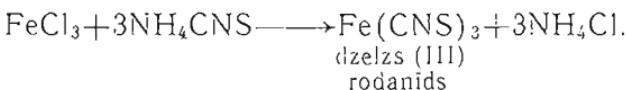
$$50 \cdot 10 = 500 \text{ (mg) vai } 0,5 \text{ g.}$$

Bieži analizējamā šķiduma krāsas intensitāle nesašanās ar kādu no krāsu standartiem. Tā, piemēram, analizējamā šķiduma krāsas intensitāte var būt vidēja

starp šķīduma krāsu 5. un 6. mēgenē. Tādā gadījumā arī vara daudzums analizējamā šķīdumā jāpieņem par vidēju, t. i., $(2,0+2,4) : 2 = 2,2$ (mg). Ja analizējamā šķīduma krāsa ir intensīvāka par standartšķīdumu krāsu skalas 10. mēgenē, tad analīze jāatkārto, analīzējamo šķīdumu atšķaidot vai analīzei nemit mazāku šķīduma daudzumu.

Lai pagatavotu krāsu skalas, var nemt arī lielākas mēgenes vai cilindrus, uz kuriem ir atzīme, kas atbilst 100 ml tilpumam. Tādā gadījumā pirmajā mēgenē iepilda 1 ml standartšķīduma, otrajā — 2 ml, trešajā — 3 ml utt., desmitajā — 10 ml. Visās mēgenēs pielej pārākumā 2 n amonija hidroksīda šķīdumu un pēc tam piepilda ar destilētu ūdeni līdz atzīmei.

Dzelzs noteikšana. Dzelzs sāli ar amonija rodanīdu vai kālija rodanīdu veido šķīstošu savienojumu sarkanā krāsā — dzelzs (III) rodanīdu:



Standartšķīduma pagatavošanai parasti izmanto dzelzs amonija sulfātu jeb t. s. dzelzs amonija alaunu $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$. Nosver 0,864 g dzelzs amonija alauna, to izšķīdina nelielā ūdens daudzumā mērkolbā, kurās tilpums ir 1 litrs. Šķīdumu paskābina ar 4 ml koncentrētas sērskābes (blīvums 1,84), pēc tam pielej destilētu ūdeni līdz mērkolbas atzīmei. Šāda šķīduma 1 ml satur 0,1 mg dzelzs Fe^{3+} .

Lai pagatavotu krāsu skalu, nem 10 ml šķīduma un to atšķaida līdz 100 ml tilpumam. Šāda šķīduma 1 ml satur 0,001 mg Fe^{3+} . Šķīdums derīgs lietošanai likai tajā dienā, kad tas pagatavots.

Amonija rodanīda šķīdumu pagatavo, 1 litrā ūdens izšķīdinot 350—400 g amonija rodanīda.

Krāsas salīdzināt ieteicams tūlīt pēc šķīdumu pagatavošanas. Ja analizējamais šķīdums satur dzelzs Fe^{2+} jonus, tad tos ar bromūdeni vai ūdeņraža peroksīdu oksidē par dzelzs Fe^{3+} joniem.

A. Karlsona un P. Voskresenska, A. Neimarka analītiskās ķīmijas grāmatās katras tematas noslēgumā doti jautājumi, uzdevumi un vingrinājumi. Skolēniem tos ieteicams veikt mājās.

Skolēni kvantitatīvās analīzes kursa mācīšanās procesā iepazīstas ar analīzes teorētiskajiem pamatiem, laboratorijā praktiski mācās gatavot darba šķidumu, patstāvīgi izdara analīzes. Ķīmijas skolotājs vērtē audzēkņu prasmes un iemaņas kvantitatīvajā analīzē, praktisko darbu protokolu sastādīšanā.

Kvantitatīvās analīzes kursa mācīšanas noslēgumā ieteicams organizēt ieskaiti (kolokviju) prasmju un iemaņu pārbaudei kvantitatīvajā analīzē.