

# ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 1

## Тема «Визначення кислотності ґрунту»

### **Реактиви:**

- вода дистильована підготована (з води видаляють  $\text{CO}_2$  кип'ятінням);
- розчин КСІ з молярною концентрацією 1 моль/л (74,5 г КСІ розчиняють у 1 л підготованої дистильованої води);
- розчин NaF з масовою часткою 3% (3 г NaF розчиняють у 100 мл підготованої дистильованої води);
- стандартні буферні розчини з різним значенням рН:

рН = 1.68, розчин калію тетраоксалату з концентрацією 0.05 моль/л;

рН = 4.01, розчин калію гідрофталату з концентрацією 0.05 моль/л;

рН = 6.86, розчин калію дигідрофосфату з концентрацією 0.025 моль/л, та натрію гідрофосфату, з концентрацією 0.025 моль/л;

рН = 9.18, розчин натрію тетраборату, з концентрацією 0.01 моль/л.

### **Посуд та обладнання:**

- скляна ячейка місткістю 50 мл;
- колби конічні з притертими кришками;
- піпетки;
- магнітні мішалки;
- папір фільтрувальний беззольний;
- іономір;
- електрод хлорсрібний ЕДЛ-1МЗ та електрод скляний ЕСЛ-63-07 або комбінований скляний електрод.

### **Хід роботи**

#### **1.1. Підготування приладу до вимірювань та порядок виконання вимірювань рН**

Вмикають прилад в електромережу та залишають прилад для прогрівання на 30-40 хв. Закріплюють в штативі комбінований скляний електрод та під'єднують його штекер в гніздо «изм.», що знаходиться на задній панелі іономіра. Слід слідкувати, щоб металева частина штекера повністю увійшла в гніздо.

Перед кожним вимірюванням промивають робочу частину електроду дистильованою водою. Фільтрувальним папером знімають краплі води, що залишились на електродах. Занурюють електрод в комірку таким чином, що робоча частина електроду не торкалась стінок і дна комірки.

Після занурення електроду в буферні розчини та у розчин, що взято для аналізу, очікують стабільних показань приладу: значення не повинно змінюватись протягом 1-2 хвилин, записують показання приладу в мВ.

#### **1.2. Градування рН-метричної комірки.**

Для градування вимірювальної комірки використовують два та більш

буферних розчини. Починають вимірювання з буферного розчину з більшим значенням рН. Перед кожним вимірюванням комірку та електроди промивають відповідним буферним розчином.

В скляну комірку наливають 50-70 мл першого буферного розчину, занурюють комбінований скляний електрод (слідкують, щоб електрод не торкався стінок комірки). Вимірюють е.р.с., результати заносять у таблицю.

Таким же чином вимірюють е.р.с. в наступних буферних розчинах.

рН буферного розчину $pH_{si}$	9,18	6,86	4,01	1,68
$E_i$				

Параметри  $E^\ominus$  і  $\theta$  розраховують за методом найменших квадратів. Вимірюючи лише за двома стандартними буферними розчинами, параметри розраховують за формулами:

$$\theta = \frac{E_2 - E_1}{pH_{s1} - pH_{s2}}, \quad E^\ominus = E_1 + \theta pH_{s1}.$$

Щоб визначити рН в розчині, вимірюють е.р.с. ( $E_i$ ) у відповідності з вищевказаними вимогами. рН в розчині розраховують за рівнянням:

$$pH_x = \frac{E^\ominus - E_x}{\theta}.$$

**2.1.** Для визначення загальної обмінної кислотності ( $H^+$ ,  $Al^{3+}$ ) на технічних вагах зважують 10 г ґрунту (висушеного та просіяного через сито з діаметром пор 1-2 мм) та переносять в стакан місткістю 50 мл. До стакану вносять 25 мл розчину КСІ з молярною концентрацією 1 моль/л, перемішують та струшують протягом 1 години. Після відстоювання вимірюють рН сольової витяжки.

**2.2.** Для визначення обмінної кислотності без впливу іонів алюмінію до порції розчину, що залишилась<sup>2</sup> після визначення рН сольової витяжки, додають 3 мл 3,5%-ного розчину натрію фториду для зв'язування обмінного алюмінію в комплексний іон  $AlF_6^{3-}$ . Після енергійного струшування та 3-хвилинного відстоювання визначають рН даної витяжки.

**2.3.** Визначення рН водної витяжки. Для приготування суспензії беруть підготовану дистильовану воду, що позбавлена  $CO_2$ . Суспензію готують при співвідношенні ґрунт : вода 1:2,5 (в торф'яних горизонтах 1:25). Для потенціометричного визначення рН на рН-метре беруть 8-10 г ґрунту та відповідно 20-25 мл води. Вміст стакану перемішують енергійними круговими рухами протягом 5

хвилин та одразу, щоб виключити обмінні реакції між ґрунтовим комплексом катіонами, що перейшли до витяжки, вимірюють рН.

### **3. Висновки.**

На основі отриманих даних рН витяжок зробити висновок щодо вмісту обмінних протонів та алюмінію у ґрунті.

Чи відрізняється рН водної та сольової витяжок ґрунту? Якщо так, то за рахунок яких процесів спостерігається ця різниця?

Чи відрізняються значення рН витяжок, що отримані з використанням  $\text{CH}_3\text{COONa}$  та  $\text{KCl}$ ? Якщо так, то чому?

## **ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 2**

### **Тема: «Визначення обмінного алюмінію в пробах ґрунту»**

#### ***Реактиви:***

- вода дистильована підготована (з води видаляють  $\text{CO}_2$  кип'ятінням);
- ацетатний буферний розчин з рН 5,5 (в стакан вносять по 50 мл розчинів  $\text{HAc}$  і  $\text{NaOH}$  з концентраціями 1.0 моль/л і додають 400 мл дистильованої води. рН буферного розчину контролюють потенціометрично, зануривши у розчин скляний електрод і напівелемент порівняння. Потрібне значення рН доводять добавками декількох крапель  $\text{HAc}$  або  $\text{NaOH}$ );
- розчин еріохромціаніну R з молярною концентрацією  $1,5 \cdot 10^{-3}$  моль/л (0.35 г сухого еріохромціаніну R розчиняють в 1 мл концентрованої нітратної кислоти, додають 30 мл води і 0.15 г карбаміду. Отриманий розчин залишають на добу. Потім його переносять в мірну колбу місткістю 500 мл і доводять до мітки дистильованою водою);
- розчин алюмінію з масовою концентрацією 1 г/л;
- розчин  $\text{KCl}$  з молярною концентрацією 1 моль/л (74,5 г  $\text{KCl}$  розчиняють у 1 л підготованої дистильованої води);
- розчин поверхнево-активної речовини ЦПХ з молярною концентрацією  $2 \cdot 10^{-3}$  моль/л.

#### ***Посуд та обладнання:***

- піпетки, мірні колби;
- папір фільтрувальний;
- фотоелектроколориметр КФК-3;

#### ***Хід роботи***

##### ***Підготовка проби***

Для визначення **обмінного алюмінію** на технічних вагах зважують 20 г ґрунту (висушеного та просіяного через сито з діаметром пор 1-2 мм) та переносять в стакан місткістю 100 мл. До стакану вносять 50 мл розчину КСІ з молярною концентрацією 1 моль/л, перемішують та струшують протягом 1 години.

Суспензію фільтрують через беззолний фільтр, у такий спосіб, щоб усю наважку ґрунту одразу перенести на фільтр; перші 10 мл фільтрату обов'язково відкидають, тому що фільтри помітно підкислюють розчин (в основному за рахунок сорбції газів).

Методика дозволяє визначати вміст алюмінію від  $0,5 \cdot 10^{-6}$  до  $6 \cdot 10^{-6}$  моль/л (0,015 - 0,2 мг/л). Більш концентровані розчини попередньо необхідно розвести.

Негативний вплив Феруму та Мангану усувають додаванням аскорбінової кислоти (з розрахунку 0,01 г  $H_2Asc$  на 5 мл проби).

### Варіант 1

Градувальні розчини, які містять  $Al^{3+}$ , еріохромціанін R, КСІ готують у мірних колбах місткістю 25 мл за схемою, вказаній в табл., розчини доводять до мітки буферним розчином з рН 5,5.

Щоб виключити похибку за рахунок нестабільності розчину порівняння, холостий розчин і розчини, які вміщують алюміній, вимірюють через 30 хвилин після приготування відносно води при 535 нм. Поглинання реагенту в холостому розчині віднімають із поглинання градувальних розчинів.

Таблиця. Схема приготування градувальних розчинів алюмінію (III) ( $V_{розч.} = 25,0$  мл).

№ розчину	1	2	3	4	5
$c(Al^{3+})$ , моль/л	$0,5 \cdot 10^{-6}$	$1,0 \cdot 10^{-6}$	$2,0 \cdot 10^{-6}$	$4,0 \cdot 10^{-6}$	$6,0 \cdot 10^{-6}$
$c(Al^{3+})_o$ , моль/л	$2,5 \cdot 10^{-5}$	$2,5 \cdot 10^{-5}$	$2,5 \cdot 10^{-5}$	$2,5 \cdot 10^{-5}$	$2,5 \cdot 10^{-5}$
$V(Al^{3+})_o$ , мл	0,50	1,00	2,00	4,00	6,00
$c(EХЦ)$ , моль/л	$6,0 \cdot 10^{-5}$	$6,0 \cdot 10^{-5}$	$6,0 \cdot 10^{-5}$	$6,0 \cdot 10^{-5}$	$6,0 \cdot 10^{-5}$
$c(EХЦ)_o$ , моль/л	$1,5 \cdot 10^{-3}$	$1,5 \cdot 10^{-3}$	$1,5 \cdot 10^{-3}$	$1,5 \cdot 10^{-3}$	$1,5 \cdot 10^{-3}$
$V(EХЦ)_o$ , мл	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
$c(KCl)$ , моль/л	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
$c(KCl)_o$ , моль/л	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
$V(KCl)_o$ , мл	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0

Аліквоту сольової витяжки об'ємом 5 мл переносять у мірну колбу місткістю 25 мл, додають 1 мл реагенту та доводять до мітки буферним розчином з рН 5,5. Через 30 хвилин вимірюють світлопоглинання у цьому розчині, віднімають значення поглинання реагенту в холостому розчині і за градуовальною залежністю визначають концентрацію алюмінію(III) у пробі.

### Варіант 2

До кожного градуовального розчину та розчину, що аналізують, додають 1,25 мл розчину поверхнево-активної речовини – ЦПХ з молярною концентрацією  $2 \cdot 10^{-3}$  моль/л.

№ розчину	1	2	3	4	5
$c(\text{ЦПХ})$ , моль/л	$1,0 \cdot 10^{-4}$	$1,0 \cdot 10^{-4}$	$1,0 \cdot 10^{-4}$	$1,0 \cdot 10^{-4}$	$1,0 \cdot 10^{-4}$
$c(\text{ЦПХ})_0$ , моль/л	$2 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-3}$
$V(\text{ЦПХ})_0$ , мл	1,25	1,25	1,25	1,25	1,25

Холостий розчин і розчини, які вміщують алюміній, вимірюють через 30 хвилин після приготування відносно води при 595 нм.