

## IMPROVEMENT OF EXPERT RESEARCH OF PRECURSORS BY USING GRAVIMETRIC AND TITRIMETRIC METHODS OF ANALYSIS

**Korotkov I.**

*Kirovohrad Scientific Research Forensic Center, MIA of Ukraine,  
Kropyvnytskyi, Ukraine*

*The purpose of the article is to develop a technique for determining mass fraction as a necessary and important stage of a reliable forensic assessment of research results based on theoretical generalizations and the practice of complex application of gravimetric and titrimetric methods of analysis using the example of a three-component sulfuric and hydrochloric acids mixture in an aqueous solution. The reliability of the obtained results and conclusions is ensured by the use of general scientific and special research methods. In particular, theoretical methods (analysis, synthesis, comparison, generalization) systematized the materials that constitute the theoretical basis of the study, empirical (observation, measurement, comparison, experiment) experimental studies were conducted to clarify the feasibility of using gravimetric and titrimetric methods of analysis when determining mass particles of inorganic acids. With the help of special statistical and mathematical research methods, both the mass fraction of the constituents of the studied mixtures and the research error were calculated. In general, the application of a complex of methods made it possible to reach a conclusion about the suitability of gravimetric and titrimetric methods of analysis for determining the content of inorganic acids in three-component mixtures. Scientific novelty. The possibility of the complex application of gravimetric and titrimetric methods of analysis to determine the mass fraction of two strong acids (sulfatic and hydrochloric) in an aqueous solution in a three-component mixture is substantiated as a necessary and important stage of a reliable forensic evaluation of research results. Conclusions. Complex application within the experiment of gravimetric and titrimetric methods of analysis to determine the mass fraction in a three-component mixture of two strong acids (sulfate and chloride) in an aqueous solution confirmed the possibility of their use for solving expert tasks. The main advantages of the gravimetric and titrimetric methods of analysis proposed for use are the availability of equipment, simplicity, manufacturability, sufficiently high accuracy, which prove the feasibility of their use for determining individual concentrations of inorganic acids in order to solve the issue of taking measures to control their circulation. The basic principles of the methodology*

---

*Correspondence address:* Korotkov Igor, Head of Physicochemical Researches Sector, Materials, Substances and Products Research Department, Kirovohrad Scientific Research Forensic Center, MIA of Ukraine, Kropyvnytskyi, Ukraine, ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6382-7780>

for determining the content of sulfuric and hydrochloric acids in a three-component mixture are outlined, which will serve as a basis for the further development of methodological recommendations in this direction. In addition, the selection of the main parameters of the reagents was carried out and a method was proposed for the quantitative analysis of individual components (inorganic acids) of mixtures (solutions) - sulfuric and hydrochloric acids in a three-component mixture, which is based on their sequential separation and allows obtaining the value of their mass fraction with relative errors 2.4% for sulfate and 4.6% for chloride, which is within the permissible measurement error ( $\Delta_{x_{max}} \leq 3\sigma$ ).

**Keywords:** forensic examination; precursors; sulfuric acid; hydrochloric acid; gravimetric method of analysis; titrimetric method of analysis; the mass fraction.

### Introduction

For research in the field of materials, substances and products examination, substances are sent to expert institutions, to which, depending on their concentration, control measures can be taken. These are practically irreplaceable both in industrial and economic activities (metallurgy, food production, medicine, etc.) and in everyday life, inorganic acids, such as sulfuric and chloride, which are also used as precursors at various stages of the production of almost all narcotic drugs and psychotropic substances, including heroin, cocaine, amphetamine, methamphetamine, phencyclidine, fentanyl, etc.

Inorganic acids are received (such objects are investigated by experts whose expert specialty index is 8.6 "Research of narcotic drugs, psychotropic substances, their analogues and precursors") mainly in the form of individual aqueous two-component mixtures. But some of them contain a strong and a weak acid or two strong acids, which complicates the process of determining the concentration of each component. That is why the creation of an accurate, reproducible, express and simple method of determining the mass fraction, in particular of sulfuric and chloride acids, is a necessary and important stage of a reliable forensic evaluation of research results.

V. P. Bakhin, V. G. Goncharenko, A. V. Ishchenko, N. I. Klymenko, V. O. Konovalova, E. D. Lukyanchikov, M. V. Saltevsykyi, M. Ya. Segai, other leading scientists highlighted the conceptual principles of using special knowledge in criminal proceedings in their works.

Individual aspects in this direction were studied by scientists and practitioners, such as: the concept and legal regulation of the use of special knowledge, skills and abilities in criminal proceedings [1]; the concept and correlation of special and forensic knowledge in the investigation of criminal offenses [2]; principles of application of special knowledge in criminal proceedings [3]; compliance of Ukrainian legislation on criminal liability in the field of illegal drug trafficking with international legal acts [4]; precursors and chemicals often used in the

illicit manufacture of narcotic drugs and psychotropic substances [5]; updating the international paradigm of drug use regulation [6].

Ukrainian scientists are fruitfully working on issues of qualitative [7; 8; 9], as well as quantitative [10] chemical analysis of inorganic acids.

A significant contribution to the formation and development of the scientific foundations of inorganic chemistry was made by foreign colleagues [11; 12; 13; 14; 15; 16; 17; 18; 19; 20; 21).

At the same time, the issue of the complex application of gravimetric and titrimetric methods of analysis during the study of precursors within the framework of forensic examination was not covered, and therefore requires a thorough study, determining the relevance of the chosen topic.

### **The purpose and tasks of the research**

The purpose of the article is to develop a technique for determining their mass fraction as a necessary and important stage of a reliable forensic assessment of research results based on theoretical generalizations and the practice of complex application of gravimetric and titrimetric methods of analysis using the example of a three-component mixture of sulfuric and hydrochloric acids in an aqueous solution.

To achieve this goal, the following tasks must be solved:

to evaluate the possibility of complex application of gravimetric and titrimetric methods of analysis during the study of precursors within the framework of forensic examination;

to outline the advantages of the complex application of gravimetric and titrimetric methods of analysis when determining the quantitative composition of individual components (inorganic acids) simultaneously present in multicomponent mixtures, and prove the feasibility of their use;

to single out the main principles and principles of the methodology for determining the content of sulfuric and hydrochloric acids in a three-component mixture.

### **Presenting main material**

Precursors of narcotic drugs and psychotropic substances in accordance with the legislation of Ukraine are substances used for the production and manufacture of narcotic drugs and psychotropic substances, which are included in the List of narcotic drugs, psychotropic substances and precursors [22].

Accordingly, inorganic sulfuric and hydrochloric acids belong to the precursors [23], for which control measures are taken when their mass fraction in the composition of the mixture (solution) is at least 45% for sulfuric acid and 15% for hydrochloric acid [24]. Therefore, the accuracy of determining the concentration (mass fraction) of these acids in the composition of

the mixture (solution) and the presence of a clear methodology for its measurement acquires importance.

The process of researching aqueous solutions of acids, in particular chloride and sulfate, and evaluating its results will be demonstrated on the example of determining the content of the components of the test mixture - an aqueous solution of 10% chloride and 40% sulfate acids, which serves as the basis for further expert research of objects in the form of an aqueous solution of these acids.

To determine the content of sulfuric acid in the solution, a gravimetric method of analysis was used, which is based on the precipitation of sulfate ions by a solution of barium nitrate in the form of barium sulfate (chloric acid does not react with the reagent, remaining in the solution):



Barium sulfate fully meets the requirements for sediments: its solubility product is  $1,1 \cdot 10^{-10}$ ; the precipitate practically does not dissolve in acids [25], has a well-defined composition that corresponds to the molecular formula  $\text{BaSO}_4$ , and therefore does not change during calcination. Accordingly, this compound is a gravimetric form, that is, in this definition, the gravimetric form coincides with the precipitation form [26]. In addition, it should be taken into account that  $\text{BaSO}_4$  crystals are very small and can pass through the pores of the filter during filtration, and are also easily contaminated by extraneous ions from the solution. That is why the slow addition of a precipitant is an important condition for the consolidation of crystals and their purity [27]. The method of gravimetric determination of the content of sulfuric acid involves six stages of research: preparation of the crucible; sample preparation for analysis; sedimentation; filtering and washing sediment; drying and roasting; evaluation of analysis results (Table 1).

Table 1

#### Methodology for gravimetric determination of sulfuric acid content

Research stage	Research methodology	Equipment and reagents
Preparation of the crucible	Wash and dry the crucible, place in a muffle furnace for 20–25 min at $t = 500$ °C, cool in a desiccator, weigh on an analytical balance	Muffle furnace, analytical balance, crucible, tongs, desiccator
Sample preparation for analysis	Place about 0.5 g of the tested test solution in the beaker, weigh it. Quantitatively transfer the weighing to a 100 cm <sup>3</sup> chemical beaker, rinse the beaker three times with distilled	Analytical scales, buks, chemical glass, glass stick, research object

	water, transfer the rinses to a beaker and dilute the solution to 50 cm <sup>3</sup> with distilled water	(test solution), distilled water
Sedimentation	Heat the resulting solution without bringing it to a boil. Take 10 cm <sup>3</sup> of Ba(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> (0,5 M), solution in a chemical beaker with a measuring cylinder, heat it and very slowly, drop by drop, continuously stirring, pour this hot Ba(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> solution into the test solution removed from the tile. Allow the sediment to settle and check the completeness of the sedimentation by adding a few drops of Ba(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> to the wall of the beaker with the sediment and see if turbidity appears. If it appears, add another 5 cm <sup>3</sup> of Ba(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> and check again for complete precipitation. Centrifuge the resulting mixture	Chemical beaker - 2 pcs., glass rod, measuring cylinder - 2 pcs., electric tile, solution Ba(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> (0,5 M), the studied mixture
Filtration and washing of sediment	Filtration should be carried out through a dense ashless "blue ribbon" filter. After pouring the entire solution from the beaker onto the filter, wash the sediment in the beaker by decantation. To do this, pour 10–20 cm <sup>3</sup> of distilled water into a glass, add 3–4 drops of HNO <sub>3</sub> (0.1 M). Stir the sediment with a glass stick, let it settle. Pour the clear solution onto the filter. Repeat the washing two or three times, then quantitatively transfer the sediment to the filter. Wash the sediment on the filter with 10 ml of water to remove NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> ions	Beaker, glass rod, measuring cylinder, pipette, watering can, conical flask, blue ribbon filter, solution HNO <sub>3</sub> (0,1 M), distilled water
Drying and calcination	Place the filter with sediment in the prepared crucible, put it in a muffle furnace at $t = 500$ °C, for 20 min, then in a desiccator. Weigh the cooled crucible on an analytical balance, record its mass and place it again in the muffle furnace for 10 minutes, cool and weigh. If the difference between weighings does not exceed	Analytical balances, crucible, sediment BaSO <sub>4</sub> , muffle furnace, desiccator

	0.0002 g, it can be assumed that the sediment has been brought to a constant mass. Otherwise, the roasting operation is repeated until a constant mass is reached	
Assessment results analysis	Calculate the content of sulfuric acid in percent, calculate the error	

The mass fraction of sulfuric acid is calculated according to the formula (1):

$$W = \frac{m \cdot F \cdot 100 \%}{g}, \quad (1) \text{ where:}$$

$m$  – sediment mass, g;

$F$  – conversion factor;

$g$  – weight, g.

The arithmetic average of the results of five parallel determinations was taken as the result of determining the content of sulfuric acid - 39.05% (Table 2).

Table 2

#### Mass fraction of sulfuric acid in solution

Mass of the obtained sediment, g	The mass fraction H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , %
0,4712	39,58
0,4549	38,21
0,4775	40,11
0,4641	38,98
0,4568	38,37

We carried out statistical processing of the analysis results (Derffel, 1994) using the capabilities of Microsoft Excel (Table 3).

Table 3

#### Statistical analysis of research results

Parameter	Indicator
Average value, %	39,05
Absolute measurement error, %	0,95
Relative measurement error, %	2,4
Dispersion	0,64
Standard deviation, %	0,8
Relative standard deviation, %	2,1
Confidence interval, %	39,05 0,99

According to the results of the study, the obtained value of the content of sulfuric acid in the mixture is close to the true one and does not exceed the maximum measurement error, and therefore is permissible, and the determination of the mass fraction of sulfuric acid by the gravimetric method is appropriate.

The mass fraction of hydrochloric acid was measured in the filtrate obtained at the previous stage of the study by the Folgard method: an accurately measured excess of 0.1 M silver nitrate solution  $\text{AgNO}_3$  was added to the filtrate. The titration was performed without separation of the  $\text{AgCl}$  precipitate, therefore, 5–10 ml of nitrobenzene was added to the resulting mixture. The mixture was shaken well for 30–40 s (while the  $\text{AgCl}$  precipitate acquired a flaky structure and was absorbed by nitrobenzene). 2 ml of a saturated solution of ferric ammonium alums was added to the solution and titrated with a 0.1 M solution of ammonium thiocyanate with gentle stirring until a weak red-brown color appeared [28].

The mass fraction of hydrochloric acid was calculated according to formula (2):

$$X = \frac{(V_{\text{AgNO}_3} k - V_{\text{NH}_4\text{CNS}} k) T}{m_{\text{наважки}}} 100 \%, \quad (2) \text{ де:}$$

$V_{\text{AgNO}_3}$  – volume of  $\text{AgNO}_3$ , spent for titration,  $\text{cm}^3$ ;

$V_{\text{NH}_4\text{CNS}}$  – volume of  $\text{NH}_4\text{CNS}$ , spent for titration,  $\text{cm}^3$ ;

$k$  – correction factors;

$T$  – titer titrant, for  $\text{NH}_4\text{CNS}$ ,  $\text{g}/\text{cm}^3$ ;

$m_{\text{weight}}$  – the weight of the substance to be determined.

The result of determining the content of hydrochloric acid was taken as the arithmetic average of the results of five parallel determinations, which is 9.56% (Table 4).

**Mass fraction of hydrochloric acid in solution**

Table 4

Mass fraction of HCl, %
10,05
9,33
9,45
9,17
9,78

Statistical processing of the analysis results was carried out [29] (Table 5).

**Statistical analysis of research results**

Table 5

Parameter	Indicator
Average value, %	9,56
Absolute measurement error, %	0,44
Relative measurement error, %	4,6
Dispersion	0,13

Standard deviation, %	0,36
Relative standard deviation, %	3,8
Confidence interval (Student's t-distribution), %	9,56 0,45

As with the calculation of the content of sulfuric acid, the obtained value of the content of hydrochloric acid in the mixture is close to the true one and does not exceed the maximum measurement error. Accordingly, the use of the Folgard method for calculation (provided that hydrochloric acid is previously separated from the test three-component mixture) allows obtaining a satisfactory result.

### Scientific novelty

The possibility of the complex application of gravimetric and titrimetric methods of analysis to determine the mass fraction of two strong acids (sulfatic and hydrochloric) in an aqueous solution in a three-component mixture is substantiated as a necessary and important stage of a reliable forensic evaluation of research results.

### Conclusions

1. Complex application within the experiment of gravimetric and titrimetric methods of analysis to determine the mass fraction in a three-component mixture of two strong acids (sulfate and chloride) in an aqueous solution confirmed the possibility of their use for solving expert tasks.

2. The main advantages of the gravimetric and titrimetric methods of analysis proposed for use are the availability of equipment, simplicity, manufacturability, sufficiently high accuracy, which prove the feasibility of their use for determining individual concentrations of inorganic acids in order to solve the issue of taking measures to control their circulation.

3. The basic principles and principles of the methodology for determining the content of sulfuric and hydrochloric acids in a three-component mixture are outlined, which will serve as a basis for the further development of methodological recommendations in this direction. In addition, the selection of the main parameters of the reagents was carried out and a method was proposed for the quantitative analysis of individual components (inorganic acids) of mixtures (solutions) - sulfuric and hydrochloric acids in a three-component mixture, which is based on their sequential separation and allows obtaining the value of their mass fraction with relative errors 2.4% for sulfate and 4.6% for chloride, which is within the permissible measurement error ( $\Delta_{x_{max}} \leq 3\sigma$ ).

### References

1. Hribov, M. (2019). Poniattia ta pravove rehuliuвання vykorystannia spetsialnykh znan, umin i navychok u kryminalnomu provadzhenni. Naukovyi visnyk Natsionalnoi akademii



- vnutrishnikh sprav, 110 (1), 13–21. [in Ukrainian]. DOI: <https://doi.org/10.33270/01191101.13>.
2. Korchahina, A. M. (2020). Poniattia ta spivvidnoshennia spetsialnykh ta kryminalistychnykh znan pry rozsliduvanni kryminalnykh pravoporushen. *Tekhnolohii, instrumenty ta stratehii realizatsii naukovykh doslidzhen: materialy konferentsii*. Kherson: MTsND. 154–156. [in Ukrainian]. DOI: <https://doi.org/10.36074/20.03.2020.16>.
  3. Marushev, A. D. (2020). Pryntsypy zastosuvannia spetsialnykh znan u kryminalnomu provadzhenni. *Aktualni problemy derzhavy i prava*, 86, 139–144 [in Ukrainian]. DOI: <https://doi.org/10.32837/apdp.v0i86.2424>.
  4. Danylevskiy, A. O., & Danylevska, Yu. O. (2020). Shchodo vidpovidnosti zakonodavstva Ukrainy pro kryminalnu vidpovidalnist u sferi nezakonnoho obihu narkotyktiv mizhnarodnym normatyvno-pravovym aktam. *Pravovyi chasopys Donbasu*, 4 (73), 95–102 [in Ukrainian]. DOI: <https://doi.org/10.32366/2523-4269-2020-73-4-95-102>.
  5. International Narcotics Control Board. (2020). *Precursors and chemicals frequently used in the illicit manufacture of narcotic drugs and psychotropic substances 2019*. DOI: <https://doi.org/10.18356/3c7f75e8-fr>.
  6. Turiansky, Y. (2020). Updating the international paradigm of regulation of using drug: towards the problem. *Academic Journals and Conferences* (Vol. 7, 1 (25), p. 83–88). Retrieved from <http://science.lpnu.ua/law/all-volumes-and-issues/volume-7-number-25-2020/updating-international-paradigm-regulation-using>.
  7. Hyrlia, L. M., & Kelina, S. Yu. (2012). *Analitichna khimiia: navch. posib*. Mykolaiv: MDAU. 247 s. [in Ukrainian].
  8. Tsyhanok, L. P., Bubel, T. O., Vyshnikin, A. B., & Vashkevych, O. Yu. (2014). *Analitichna khimiia. Khimichni metody analizu: navch. posib*. Dnipropetrovsk: DNU im. O. Honchara. 252 s. [in Ukrainian].
  9. Chebotarov, O. M., Shcherbakova, T. M., & Huzenko, O. M. (2015). *Analitichna khimiia. Yakisnyi ta kilkisnyi analiz: metodychni vkazivky do laboratornykh robot dlia studentiv I–II kursiv zaочноho viddilennia khimichnoho ta biolohichnoho fakultetiv*. Odesa: Odeskyi nats. un-t imeni I. I. Mechnykova. 84 s. [in Ukrainian].
  10. Alemasova, A. S., Zaitsev, V. M., Yenalieva, L. Ya., Shchepina, N. D., & Hozhdzinskyi, S. M. (2010). *Analitichna khimiia: pidruch. dlia vyshchykh navch. zakladiv*. Donetsk: Noulidzh. 141 s. [in Ukrainian].
  11. Woodridge, J. E. (1958). Theoretical aspects of sulfonation and sulfation. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 35 (10), 528–531. DOI: <https://doi.org/10.1007/BF02637955>.
  12. Deno, N. C. (1964). Equilibria in Concentrated Mineral Acid Solutions. *Survey of Progress in Chemistry*, 2, 155–187. DOI: <https://doi.org/10.1016/B978-1-4832-0004-0.50009-1>.

13. Charlot, G., & Trémillon, B. (1969). Acid-base reactions in polar solvents. *Chemical Reactions in Solvents and Melts*. P. 45–85. DOI: <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-012678-4.50006-3>.
14. Christian, G. D., & Rosenthal, D. (1975). The Effects of Salts on Titrations. *C R C Critical Reviews in Analytical Chemistry*, 5 (2), 119–163. DOI: <https://doi.org/10.1080/10408347508542682>.
15. Brastad, S. M., & Nathanson, G. M. (2011). Molecular beam studies of HCl dissolution and dissociation in cold salty water. *Physical Chemistry Chemical Physics*, 13 (18), 8284–8295. DOI: <https://doi.org/10.1039/c0cp02540b>.
16. Fraenkel, D. (2012). Electrolytic Nature of Aqueous Sulfuric Acid. 1. Activity. *The Journal of Physical Chemistry*, 116 (38), 11662–11677. DOI: <https://doi.org/10.1021/jp3060334>.
17. Fraenkel, D. (2015). Structure and ionization of sulfuric acid in water. *New Journal of Chemistry*, 39 (7), 5124–5136. DOI: <https://doi.org/10.1039/C5NJ00167F>.
18. Mella, M. (2013, Jan.). Exploring unvisited regions to investigate solution properties: The backyard of  $\text{H}_3\text{O}^+$  and its aggregates. *Chemical Physics Letters*, 555, 51–56. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cplett.2012.10.078>.
19. Najafzadeh-Sari, Sh., Baghdasht, M. S. B., Ramezani, A., & Khoshmohabat, H. (2018, March). Awareness of Toxicity Induced by Chlorine. *Trauma Monthly*, 23 (2), 1–2. DOI: <https://doi.org/10.5812/traumamon.62862>.
20. Manalastas, W., Kumar, S., Verma, V., Zhang, L., Yuan, D., & Srinivasan, M. (2019). Water in Rechargeable Multivalent-Ion Batteries: An Electrochemical Pandora's Box. *ChemSusChem*, 12 (2), 379–396. DOI: <https://doi.org/10.1002/cssc.201801523>.
21. Li, Ch., & Swanson, J. M. J. (2020). Understanding and Tracking the Excess Proton in Ab Initio Simulations; Insights from IR Spectra. *The Journal of Physical Chemistry*, 124 (27), 5696–5708. DOI: <https://doi.org/10.1021/acs.jpcc.0c03615>.
22. Pro narkotychni zasoby, psykhotropni rehovyny i prekursori: Zakon Ukrainy № 60/95-VR. (1995). Uzato z zakon.rada.gov.ua/laws/show/60/95-vr. [in Ukrainian].
23. Konventsiia Orhanizatsii Obiednanykh Natsii pro borotbu proty nezakonnoho obihu narkotychnykh zasobiv i psykhotropnykh rehovyn. (1988). Uzato z [https://zakon.rada.gov.ua/laws/show/995\\_096#Text](https://zakon.rada.gov.ua/laws/show/995_096#Text).
24. Perelik narkotychnykh zasobiv, psykhotropnykh rehovyn i prekursoriv: zatv. postanovoiu Kabinetu Ministriv Ukrainy № 770. (2000). Uzato z <https://zakon.rada.gov.ua/laws/show/770-2000-p#top> [in Ukrainian].
25. Lure, Iu. Iu. (1989). *Spravochnik po analiticheskoi khimii*. M.: Khimiia. 448 s. [in Russian].
26. Aleksandrova, E. A., & Gaidukova, N. G. (2019). *Analiticheskaia khimiia: v 2-kh kn. Kn. 1. Khimicheskie metody analiza: ucheb. i praktikum dlia priklad. bakalavriata. (3-e izd., ispr. i dop.)*. M.: Iurait. 537 s. [in Russian].

27. Vasilev, V. P. (2009). *Analiticheskaia khimiia*: v 2-kh kn. Kn. 1. Titrimetricheskie i gravimetricheskie metody analiza: ucheb. dlia stud. vuzov, obuchaiushchikhsia po khimiko-tekhnol. spets. (7-e izd., stereotip.). M.: Drofa. 308 s. [in Russian].
28. Kharitonov, Iu. Ia. (2014). *Analiticheskaia khimiia. Analitika 2. Kniga 2. Kolichestvennyi analiz. Fiziko-khimicheskie (instrumentalnye) metody analiza*. M.: GEOTAR-Media. 656 s. [in Russian].
29. Derffel, K. (1994). *Statistika v analiticheskoi khimii*. M.: Mir. 268 s. [in Russian].

## **ՊՐԵԿՈՒՐՍՈՐՆԵՐԻ ՓՈՐՁԱՔՆՆՈՒԹՅԱՆ ԿԱՏԱՐԵԼԱԳՈՐԾՈՒՄԸ ՎԵՐԼՈՒԾՈՒԹՅԱՆ ԳՐԱՎԻՄԵՏՐԻԿԱԿԱՆ ԵՎ ՏԻՏՐԻՄԵՏՐԻԿԱԿԱՆ ՄԵԹՈԴՆԵՐԻ ՕԳՏԱԳՈՐԾՄԱՄԲ**

**Կորոպկով Ի.Ն.**

Հոդվածի նպատակն է ջրային լուծույթում ծծմբաթթվի և աղաթթվի եռաբաղադրիչ խառնուրդի օրինակով մշակել զանգվածային մասնաբաժնի՝ որպես անհրաժեշտ և կարևոր փուլի դատափորձագիտական գնահատարման արդյունքների հուսալի հետազոտության ընթացակարգ՝ հիմնված տեսական ընդհանրացումների և վերլուծության գրավիմետրիկական և տիտրիմետրիկական մեթոդների գործնականում համալիր կիրառման վրա:

Հիմնավորվում է այն միտքը, որ ստացված արդյունքների և եզրակացությունների հավաստիությունն ապահովվում է ընդհանուր գիտական և հատուկ հետազոտական մեթոդների կիրառմամբ: Մասնավորապես, տեսական մեթոդներով (վերլուծություն, սինթեզ, համեմատություն, ընդհանրացում) համակարգվել են հետազոտության տեսական հիմքը կազմող նյութերը, կատարվել էմպիրիկ (դիտարկում, չափում, համեմատություն, գիտափորձ) փորձարարական հետազոտություններ՝ պարզաբանելու վերլուծության գրավիմետրիկական և տիտրիմետրիկական մեթոդների կիրառման նպատակահարմարությունը՝ անօրգանական թթուների զանգվածային մասնաբաժինը որոշելու դեպքում: Վիճակագրական և մաթեմատիկական հետազոտության հատուկ մեթոդների օգնությամբ հաշվարկվել են ինչպես ուսումնասիրված խառնուրդների բաղադրիչների զանգվածային մասնաբաժինները, այնպես էլ հետազոտության սխալանքը: Հեղինակը գալիս է այն եզրահանգման, որ մեթոդների համալիրի օգտագործումը հնարավորություն է տալիս եզրակացնել վերլուծության գրավիմետրիկական և տիտրիմետրիկական մեթոդների արդյունավետության մասին՝ եռաբաղադրիչ խառնուրդներում անօրգանական թթուների պարունակությունը որոշելու համար: Հոդվածում հիմնավորվում է ջրային լուծույթում երկու ուժեղ թթուների (սուլֆատային և հիդրոքլորային) զանգվածային մասնաբաժինները եռաբաղադրիչ խառնուրդի մեջ

որոշելու նպատակով վերլուծության գրավիմետրիկական և փիտրիմետրիկական մեթոդների համալիր կիրառման հնարավորությունը՝ որպես դատական փորձաքննությունների կատարման ընթացքում ստացված հետազոտության արդյունքների հուսալիության անհրաժեշտ և կարևոր փուլ, և նաև կատարված հետազոտությունների հիման վրա հաստատվում է այդ հնարավորությունը՝ փորձագիտական խնդիրների լուծման նպատակով:

Նշվում է, որ կիրառման համար առաջարկվող վերլուծության գրավիմետրիկական և փիտրիմետրիկական մեթոդների հիմնական առավելություններն են՝ սարքավորումների առկայությունը, պարզությունը, արտադրելիությունը, ճշգրտությունը, դրանց կիրառման նպատակայնությունն հիմնավորելը՝ անօրգանական թթուների առանձին կոնցենտրացիաների որոշման և վերջիններիս շրջանառության վերահսկման խնդիրների լուծման նպատակով:

Ուրվագծվել են եռաբաղադրիչ խառնուրդում ծծմբային թվի և աղաթթվի պարունակության որոշման մեթոդի հիմնական սկզբունքները, որոնք հետագայում հիմք կհանդիսանան մեթոդական մոտեցումների առաջարկությունների մշակման համար: Զգալի ուշադրություն է դարձվել ռեակտիվների հիմնական պարամետրերի ընտրությանը և առաջարկվել է խառնուրդների (լուծույթների) առանձին բաղադրիչների (անօրգանական թթուների)՝ ծծմբային թթվի և աղաթթվի եռաբաղադրիչ խառնուրդում քանակական վերլուծության մեթոդ, որը հիմնված լինելով դրանց հետևողական տարանջատման վրա, հնարավորություն է տալիս ստանալ դրանց զանգվածային մասնաբաժնի արժեքը՝ 2,4% սուլֆատի և 4,6% քլորիդի համար, ինչը և գտնվում է թույլատրելի սխալանքի չափման սահմաններում ( $\Delta x_{max} \leq 3\sigma$ ):

**Բանալի բառեր.** դատական փորձաքննություն, պրեկուրսորներ, ծծմբական թթու, աղաթթու, վերլուծության գրավիմետրիկական մեթոդ, վերլուծության փիտրիմետրիկական մեթոդ, զանգվածային մասնաբաժին.

## СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ ЭКСПЕРТИЗЫ ПРЕКУРСОРОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ГРАВИМЕТРИЧЕСКИХ И ТИТРИМЕТРИЧЕСКИХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА

*Коротков И.Н.*

*Целью статьи является разработка, на примере трехкомпонентной смеси серной и соляной кислот в водном растворе, методики определения массовой доли, как необходимого и важного этапа достоверной судебно-экспертной оценки результатов исследований на основе теоретических обобщений и практики комплексного применения гравиметрических и титриметрических методов анализа. Обосновывается идея о том, что достоверность полученных результатов и выводов обеспечивается применением общенаучных и специальных методов исследований. В частности, теоретическими методами (анализ, синтез, сравнение, обобщение) систематизированы материалы, составляющие теоретическую основу исследования, эмпирическими методами (наблюдение, измерение, сравнение, эксперимент) проведены экспериментальные исследования по уточнению целесообразности использования гравиметрических и титриметрических методов анализа при определении массовой доли неорганических кислот. С помощью специальных статистических и математических методов исследования рассчитаны как массовые доли составляющих исследуемых смесей, так и погрешность исследования. Автор приходит к выводу, что применение комплекса методов позволило сформулировать вывод о пригодности гравиметрических и титриметрических методов анализа для определения содержания неорганических кислот в трехкомпонентных смесях. В статье обосновывается возможность комплексного применения гравиметрического и титриметрического методов анализа для определения массовой доли двух сильных кислот (сульфатной и соляной) в водном растворе в трехкомпонентной смеси как необходимый и важный этап достоверности результатов исследований, полученных в ходе выполненных судебных экспертиз. На основании выполненных исследований подтверждена возможность использования при решении экспертных задач комплексного применения гравиметрического и титриметрического методов анализа по определению массовой доли трехкомпонентной смеси двух сильных кислот в водном растворе. Отмечено, что основными преимуществами предлагаемых к применению гравиметрического и титриметрического методов анализа являются доступность оборудования, простота, технологичность точность при определении индивидуальных концентраций неорганических кислот при решении проблем по контролю за оборотом последних. Изложены основные принципы метода определения содержания серной и соляной кислот*

*в трехкомпонентной смеси, которые в дальнейшем послужат основой разработки методических рекомендаций. Значительное внимание уделено, проведению подбора основных параметров реактивов и предложен метод количественного анализа индивидуальных компонентов (неорганических кислот) смесей (растворов) - серной и соляной кислот в трехкомпонентной смеси, который на основе их последовательного разделения позволяет получать значение их массовой доли с относительными погрешностями 2,4% для сульфата и 4,6% для хлорида, что находится в пределах допускаемой погрешности измерения ( $\Delta x_{\text{max}} \leq 3\sigma$ ).*

**Ключевые слова:** *судебная экспертиза, прекурсоры, серная кислота, соляная кислота, гравиметрический метод анализа, титриметрический метод анализа, массовая доля.*

The article was submitted: 06.09.2022

The article was accepted: 22.11.2022