

Документ подписан электронной подписью
Информация о владельце
ФИО: Солоненко Анна Николаевна
Должность: Директор
Дата подписания: 27.09.2019 16:39:16
Уникальный идентификатор документа: d9ba9a2cd160ab4a042b4478ab037f8b3050e51



Дмитровский рыбохозяйственный технологический институт (филиал)
федерального государственного бюджетного образовательного учреждения
высшего образования «Астраханский государственный
технический университет»
(ДРТИ ФГБОУ ВО «АГТУ»)

Система менеджмента качества в области образования, воспитания, науки и инноваций сертифицирована DQS по международному стандарту ISO 9001:2015

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
К ВЫПОЛНЕНИЮ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ
по дисциплине
«Основы аналитической химии»
для специальности
19.02.06 «Технология консервов и пищевых концентратов»

п. Рыбное, Дмитровский р-н, Московская обл.

2019

Авторы:

преподаватель высшей квалификационной категории Гуськова Л. М.,

преподаватель Антонова О. Н.

Рецензент:

ст. преподаватель кафедры ТППиХТ, преподаватель первой категории Лукина Т. М.

Основы аналитической химии. Методические указания к выполнению лабораторных работ для студентов очной формы обучения специальности 19.02.06 «Технология консервов и пищевых концентратов» (базовая подготовка) [Электронный ресурс]. – Рыбное, 2019. – 59 с. - Режим доступа: <http://portal-drti.ru>

Утверждены на заседании цикловой комиссии общепрофессиональных технологических дисциплин и профессиональных модулей, протокол № 1 от 30.08.2019 г.

© Дмитровский рыбохозяйственный технологический институт (филиал) ФГБОУ ВО «Астраханский государственный технический университет»

Общие рекомендации к выполнению лабораторных работ по дисциплине «Основы аналитической химии»

Методические указания к выполнению лабораторных работ предназначены для реализации государственных требований к минимуму содержания и уровню подготовки выпускников по специальности 35.02.09 Ихтиология и рыбоводство очной и заочной формы обучения в условиях действия государственного образовательного стандарта среднего профессионального образования.

Лабораторное занятие - это форма организации учебного процесса, предполагающая выполнение студентами по заданию и под руководством преподавателя одной или нескольких лабораторных работ. Дидактическая цель выполнения лабораторных работ заключается в формировании у обучающихся профессиональных умений практической направленности, необходимых как для изучения последующих учебных дисциплин (модулей), так и для выполнения различных видов профессиональной деятельности.

Лабораторный практикум направлен на стимулирование познавательного интереса студентов и четко ориентирован на будущую профессиональную деятельность. Выполнение практикума важно для будущих специалистов пищевых предприятий, поскольку позволит приобрести навыки подготовки проб и понять специфику анализа пищевых продуктов,

Перед каждым лабораторным занятием преподаватель должен провести инструктаж по технике безопасности, раскрыть значение и содержание занятия, последовательность и технические приемы его выполнения.

В результате изучения дисциплины у студентов должны быть сформированы знания, умения и практические навыки. Студент должен:

знать:

- теоретические основы аналитической химии;
- о функциональной зависимости между свойствами и составом веществ и их систем, возможностях ее использования в химическом анализе;
- специфические особенности, возможности и ограничения, взаимосвязь различных методов анализа;
- практическое применение наиболее распространенных методов анализа;
- аналитическую классификацию катионов и анионов;
- правила проведения химического анализа;
- методы обнаружения и разделения элементов, условия их применения;
- гравиметрические, титриметрические, оптические, электрохимические методы анализа.

уметь:

- обоснованно выбирать методы анализа; пользоваться аппаратурой и приборами;
- проводить необходимые расчеты;
- выполнять качественные реакции на катионы и анионы различных аналитических групп;
- определять состав бинарных соединений;
- проводить качественный анализ веществ неизвестного состава;
- проводить количественный анализ веществ.

тодические указания:

1. Обратитесь к методическим указаниям по проведению лабораторных работ и оформите работу, указав название, цель и краткий порядок проведения работы.
2. Повторите основные теоретические положения по теме лабораторной работы, исполь-

зую конспект лекций и методические указания.

3. Закончите выполнение расчетной части. Сформулируйте выводы по результатам работы, выполненной на учебном занятии.

4. Подготовьтесь к защите выполненной работы: повторите основные теоретические положения и ответьте на контрольные вопросы, представленные в методических указаниях по проведению лабораторных работ.

Показатели оценки результатов

- оформление лабораторных работ в соответствии с требованиями, описанными в методических указаниях;
- качественное выполнение всех этапов работы;
- необходимый и достаточный уровень понимания цели и порядка выполнения работы;
- правильное оформление выводов работы;
- обоснованность и четкость изложения ответа на контрольные вопросы к работе.

ВВЕДЕНИЕ В АНАЛИТИЧЕСКУЮ ХИМИЮ

Лабораторная работа №1. Правила и порядок работы в химической лаборатории. Знакомство с аппаратурой и посудой для анализа.

Цель работы: ознакомиться с правилами и порядком работы в химической лаборатории, с аппаратурой и посудой для анализа.

Во время работы в лаборатории студенты обязаны соблюдать следующие правила:

1. Для выполнения лабораторных работ студенту отводится постоянное место, которое он должен содержать в чистоте и порядке, а после окончания работы тщательно убирать. Все работы, за небольшим исключением, выполняются студентом индивидуально.
2. Студент должен следовать указаниям преподавателей и лаборантов.
3. Реактивы необходимые для выполнения работы находятся на полках лабораторных столов. Концентрированные кислоты и пахучие вещества хранятся в вытяжном шкафу.
4. Сухие реактивы необходимо брать чистым шпателем или специальной ложечкой. При налипании растворов из склянок нужно их держать этикеткой вверх во избежание ее загрязнения. Проводить опыты в чистой посуде.
5. Все реакции необходимо проводить с такими количествами веществ, которые указаны в описании опыта. Если в руководстве не указано, какое количество необходимо взять, следует брать сухие вещества в небольших количествах - на кончике шпателя или ложечки, а растворы - объемом 1-1,5 мл.
6. Нельзя выливать обратно в склянки неизрасходованные реактивы.
7. Остатки дорогостоящих и ядовитых реактивов необходимо сливать в специальные склянки, находящиеся в вытяжном шкафу.

Меры предосторожности при работе в лаборатории.

1. Все опыты с ядовитыми, неприятно пахнущими веществами и концентрированными растворами проводить только в вытяжном шкафу.
2. Опыты с легковоспламеняющимися веществами необходимо проводить вдали от огня.
3. Не наклоняться над нагреваемой жидкостью или сплавляемыми веществами во избежание попадания брызг на лицо. Не пробовать реактивы на вкус.
4. Вдыхать пахучие вещества и выделяющиеся газы нужно осторожно, направляя струю газа от отверстия сосуда к себе легким движением руки.
5. При работе с твердыми щелочами и металлическим натрием обязательно надеть защитные очки.
6. При разбавлении концентрированных кислот (особенно серной) нельзя наливать воду в кислоту, можно осторожно при перемешивании наливать кислоту в воду.
7. При нагревании веществ в пробирке, закрепленной в пробиркодержателе, следует держать ее таким образом, чтобы отверстие было направлено в сторону от студента и его соседей по рабочему столу.
8. Необходимо следить за правильной работой газовых горелок и закрывать все газовые краны после окончания работы.

Аппаратура и посуда, используемая в аналитической химии

1. для качественного анализа:
 - вытяжной шкаф, микроскоп, держатель для пробирок, электроплитки лабораторные, центрифуга лабораторная, пробирки центрифужные, подставка керамическая для фарфоровых

чашек, стеклянные палочки, стекла предметные, чашки фарфоровые штатив для реактивов, штатив с пробирками, промывалка для дистиллированной воды.

2. для количественного анализа:

-весы аналитические; весы технические; сушильный шкаф; эксикатор; фарфоровые чашки; шпатель; колбы мерные; колбы конические; пипетки гранулированные; бюретки; химические стаканы; воронки; бюксы стеклянные; мерные стаканы; штативы; электроплитка.

3. аппараты для физико-химических методов анализа:

- хроматограф; ФЭК; рН- метр; рефрактометр.

Контрольные вопросы

1. Перечислите правила, которые необходимо соблюдать в химической лаборатории.

2. Меры предосторожности при работе в лаборатории.

3. Какая химическая посуда используется для количественного анализа?

4. Какие аппараты используются для физико-химических методов исследования?

5. Какая химическая посуда используется для качественного анализа?

РАЗДЕЛ 1. КАЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ

Лабораторная работа №2.

Частные реакции катионов I аналитической группы.

Цель работы: закрепить навыки в работе с реактивами, изучить свойства катионов первой аналитической группы.

1. Реакции катионов аммония (NH_4^+)

1) Реакции со щелочами. При нагревании аммонийных солей с NaOH и KOH выделяется аммиак, который легко узнать по запаху или по посинению влажной красной лакмусовой бумажки. К 2–3 каплям раствора или крупинке сухой соли аммония в пробирке прибавляют 3–4 капли щелочи и, держа влажную красную или фиолетовую лакмусовую бумажку у отверстия пробирки, нагревают ее на водяной бане. Наблюдают изменение цвета лакмусовой бумажки.

2) Реакция с реактивом Несслера. Реактив Несслера (смесь $K_2[HgI_4]$ с KOH) дает с ионами NH_4^+ красно-бурый осадок иодида оксодимеркураммония:



К 1–2 каплям раствора соли аммония приливают 5–6 капель воды и 1–2 капли реактива Несслера. Наблюдают образование оранжево-коричневого осадка.

2. Реакции катионов калия (K^+)

1) **Реакция окрашивания пламени.** Платиновую или нихромовую проволочку, впаянную в стеклянную палочку, сначала очищают неоднократным смачиванием в концентрированной соляной кислоте и прокаливанием в пламени горелки до тех пор, пока пламя не перестанет окрашиваться (можно воспользоваться очищенным графитовым стержнем простого карандаша). Очищенную проволочку опускают в раствор KCl или, смочив в концентрированной HCl, прикасаются к какой-либо другой твердой соли калия и вносят сначала в основание пламени горелки, а затем переводят в часть пламени с наивысшей температурой. Наблюдают окрашивание пламени горелки в фиолетовый цвет через синее стекло, поглощающее желтый цвет пламени, окрашенного следами натрия.

2) Действие гидротартрата натрия $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$

В пробирку налить 3-4 капли соли хлорида натрия и столько же реактива. Для ускорения образования осадка необходимо потереть стеклянной палочкой внутренние стенки пробирки и охладить под струей холодной воды.

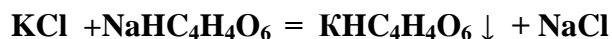
Полученный осадок $\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ разлейте в 4 пробирки и испытайте на растворимость.

В первую пробирку прилейте несколько капель дистиллированной воды. В холодной воде осадок не растворяется. Нагрейте пробирку. Наблюдайте растворение осадка.

Во вторую пробирку прилейте несколько капель избытка реактива.

В третью пробирку – несколько капель щелочи (NaOH или KOH).

В четвертую пробирку – несколько капель кислоты (HCl или H_2SO_4). Наблюдайте растворение осадка в горячей воде, кислотах и щелочах.



3) Действие кобальтинитрата натрия $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$

К 3-4 каплям раствора соли хлорида калия приливают столько же реактива и наблюдают выпадение осадка. Для улучшения осаждения приливают 1-2 капли уксусной кислоты и протирают стеклянной палочкой о внутренние стенки пробирки. Раствор оставляют на непродолжительное время для отстаивания. Полученный осадок желтого цвета разливают в три пробирки и испытывают на растворимость: **первую** в дистиллированной воде, **вторую** – в щелочи, **третью** – в кислоте. Реакция среды должна быть близкой к нейтральной или слабощелочной (уксусный раствор). В щелочной среде выпадают осадки $\text{Co}(\text{OH})_2$ и $\text{Co}(\text{OH})_3$, а в кислой среде образуется кислота $\text{H}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$, нестойкая и легко разлагается. Реактив применяется **только свежеприготовленный**.

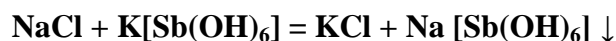


3. Реакции катионов натрия (Na^+)

1) Реакция окрашивания пламени. Соли натрия окрашивают бесцветное пламя горелки в желтый цвет. Реакция выполняется так же, как и для калия.

2) Действие гексагидроксостибиата калия $\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$

К 4-5 каплям раствора соли хлорида натрия приливают столько же реактива и протирают стеклянной палочкой о внутренние стенки пробирки, охлаждая под краном с холодной водой и наблюдают выпадение кристаллического белого осадка.



Контрольные вопросы

1. Какие катионы относятся к первой аналитической группе?
2. Почему первая аналитическая группа катионов не имеет группового реагента?
3. Напишите качественные реакции на ионы аммония, калия, натрия в молекулярном и ионном видах.
4. В какой цвет соли натрия окрашивают бесцветное пламя горелки?
5. Как определить катион аммония (NH_4^+) в реакциях со щелочами?

Лабораторная работа №3. Анализ смеси катионов первой группы

Цель работы: изучить приемы и методы обнаружения катионов первой группы в анализируемой смеси.

Катион NH_4^+ мешает определению катиона K^+ , поэтому он предварительно должен быть удален. Обнаружение катионов NH_4^+ , K^+ , Na^+ выполняется в следующей последовательности:

1. **Открытие NH_4^+** выполняется действием щелочи при нагревании.

В пробирку наливают 3-5 капель анализируемого раствора, приливают 3-4 капли раствора щелочи NaOH и нагревают до кипения. Обнаружение ощущают по запаху аммиака и по изменению цвета влажной лакмусовой бумаги, которую держат в парах над отверстием пробирки. При выделении аммиака лакмусовая бумага синеет.

Удаление катиона NH_4^+ . Катион NH_4^+ мешает обнаружению K^+ и Na^+ , поэтому его необходимо удалить. Для этого в фарфоровую чашку или тигель наливают около 1 мл анализируемого раствора, выпаривают и прокалывают до полного разложения солей аммония. Прокаливание выполняют до прекращения выделения «белого дыма», а затем проверяют на полноту удаления NH_4^+ . Далее в пробирку или часовое стекло переносят стеклянной палочкой «крупинку» сухого остатка, растворяют в 4-5 каплях воды и приливают каплю реактива Несслера. Образование осадка красно-бурого цвета указывает на неполное удаление NH_4^+ . Прокаливание продолжают до полного удаления NH_4^+ .

Сухой прокаленный осадок после охлаждения растворяют в 0,5 мл дистиллированной воды и исследуют для обнаружения катионов K^+ и Na^+ .

Схема анализа катионов 1 группы

Анализируемый раствор

1. Открытие катиона NH_4^+ действием щелочи при нагревании	2. Удаление катиона NH_4^+ выпариванием раствора и прокаливанием до полного разложения солей аммония. Проверка на полноту удаления реактивом Несслера.
3. Открытие K^+ действием $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ или $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$	4. Открытие катиона Na^+ действием $\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$.

2. **Открытие катиона K^+ .** К 3-4 каплям раствора, полученного при растворении сухого прокаленного осадка приливают несколько капель $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$. Для ускорения образования осадка необходимо потереть стеклянной палочкой внутренние стенки пробирки и охладить под струей холодной воды. Выпадение белого осадка указывает на присутствие катиона K^+ . Обнаружение иона калия можно проверить и действием $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$.

3. Обнаружение катиона Na^+ . К 3-4 каплям раствора, полученного при растворении сухого прокаленного осадка приливают несколько капель $\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$. Выпадение белого осадка указывает на присутствие катиона Na^+ .

Контрольные вопросы

1. Какой ион следует определять первым: ион NH_4^+ или ион K^+ ? Ответ пояснить.
2. С помощью какого реактива обнаруживают катион Na^+ ? Написать уравнение соответствующей реакции.
3. С помощью какого реактива обнаруживают катион K^+ ? Написать уравнение соответствующей реакции.
4. По какому признаку обнаруживают ион NH_4^+ ?
5. Каким образом из смеси удаляют катион NH_4^+ ?

Лабораторная работа №4.

Качественные реакции катионов II аналитической группы (свинец, серебро, ртуть-I)

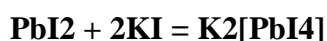
Цель работы: закрепить навыки в работе с реактивами, изучить свойства катионов второй аналитической группы.

Действие группового реагента (2n HCl) и частные реакции на катионы второй группы

1. Реакции катионов свинца (Pb^{2+})

1) Реакция с соляной кислотой. К 2–3 каплям раствора соли свинца прибавляют столько же соляной кислоты. К раствору с осадком приливают 5–6 капель дистиллированной воды и нагревают на кипящей водяной бане. Наблюдают растворение осадка и постепенное его выпадение при охлаждении раствора. HCl с ионами свинца образует белый осадок хлорида свинца, растворимый в горячей воде.

2) Реакция с иодидом калия. К 2–3 каплям раствора нитрата свинца прибавляют столько же иодида калия. В полученный раствор с осадком приливают 8–10 капель уксусной кислоты, и смесь нагревают до полного растворения осадка. После этого пробирку с раствором охлаждают под краном с водой или ставят пробирку в штатив для постепенного охлаждения. Наблюдают выпадение осадка в виде золотисто-желтых чешуек. К осадку добавляют несколько капель раствора иодида калия и наблюдают растворение осадка:



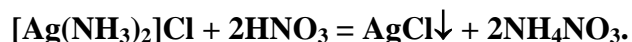
KI с ионами свинца образует желтый осадок, растворимый в горячей воде, избытке KI и уксусной кислоте.

2. Реакции катионов серебра (Ag^+)

1) Реакция с соляной кислотой. К 2–3 каплям раствора нитрата серебра прибавляют 2–3 капли раствора соляной кислоты. К раствору с осадком прибавляют 5–6 капель раствора аммиака и встряхивают смесь. Наблюдают растворение осадка. К полученному раствору приливают несколько капель азотной кислоты. Наблюдают выпадение осадка хлорида серебра. HCl с ионами серебра образует белый осадок хлорида серебра, который не растворяется в разбавленных кислотах, но растворяется в гидроксиде аммония с образованием комплексной соли:



При подкислении азотной кислотой комплексная соль разрушается, и снова выпадает осадок хлорида серебра:



2) Реакция с хроматом калия.

К 1–2 каплям раствора нитрата серебра приливают столько же раствора хромата калия. Наблюдают выпадение осадка хромата серебра. K_2CrO_4 с ионами серебра образует кирпично-красный осадок хромата серебра, который растворяется в азотной кислоте и гидроксиде аммония, но не растворяется в уксусной кислоте.

Контрольные вопросы

1. Какие катионы относятся ко второй аналитической группе?
2. О чем свидетельствует образование желтого осадка?
3. При каком условии растворяется осадок $\text{AgCl}\downarrow$?
4. С помощью какого реактива обнаруживают катион Pb^{2+} ? Написать уравнение соответствующей реакции.
5. О чем свидетельствует образование белого осадка?

Лабораторная работа №5.

Анализ смеси катионов первой и второй групп.

Цель работы: изучить приемы и методы обнаружения катионов первой и второй групп в анализируемой смеси.

I группа катионов – растворимая (Na^+ , K^+ , NH_4^+). Группового реакента нет.

II группа катионов – хлоридная (Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+}). Групповой реагент – 2н раствор HCl осаждает соответствующие хлориды.

1. Установление аналитической группы катиона.

К анализируемому раствору добавляют несколько капель соляной кислоты. Появление осадка указывает на присутствие катиона второй группы.

Отсутствие осадка с групповыми реактивами указывает на принадлежность катиона к первой группе.

2. Обнаружение катиона.

После доказательства принадлежности катиона анализируемой соли к определенной аналитической группе следует открыть этот катион с помощью характерных реакций. При этом проводить систематический анализ нет необходимости, поскольку катион один и никакого разделения проводить не надо.

В том случае, если катион относится к первой, следует соблюдать последовательность обнаружения катионов этих групп. В противном случае это приводит к неверному результату анализа. Если катион относится ко второй аналитической группе, то последовательность его обнаружения может быть любой.

Контрольные вопросы

1. Чем первая аналитическая группа отличается от второй?

2. Какие ионы осаждает 2н раствор HCl?
3. Какой аналитический эффект указывает на наличие в смеси катионов второй аналитической группы?
4. В каком случае необходимо соблюдать последовательность обнаружения катионов?
5. При каком условии происходит образование осадка?

Лабораторная работа №6.

Частные реакции катионов III аналитической группы (барий, кальций)

Цель работы: закрепить навыки в работе с реактивами, изучить свойства катионов третьей аналитической группы.

Действие группового реагента (2н H₂SO₄) и частные реакции на катионы третьей группы

1. Реакции катионов кальция (Ca²⁺)

1) Реакция с серной кислотой. К 2–3 каплям раствора соли кальция приливают столько же серной кислоты. Ион SO₄²⁻ с ионами кальция дает осадок только в концентрированных растворах солей кальция, так как CaSO₄ заметно растворим в воде и в кислотах.

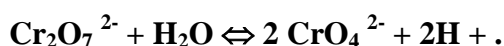
2) Реакция с оксалатом аммония. К 1–2 каплям раствора соли кальция прибавляют такое же количество раствора оксалата аммония. Наблюдают выпадение осадка оксалата кальция. (NH₄)₂C₂O₄ с ионами кальция образует белый мелкокристаллический осадок оксалата кальция (CaC₂O₄), который растворим в сильных кислотах и нерастворим в уксусной кислоте. Этой реакцией открывают ион кальция только после удаления иона бария, так как последний дает аналогичный осадок.

3) Реакция окрашивания пламени. Летучие соли кальция окрашивают бесцветное пламя горелки в кирпично-красный цвет.

2. Реакции катионов бария (Ba²⁺)

1) Реакция с серной кислотой. К 2–3 каплям раствора соли бария приливают столько же серной кислоты. Серная кислота образует с ионами бария нерастворимый в кислотах и щелочах белый осадок BaSO₄.

2) Реакция с бихроматом калия. К 2–3 каплям раствора соли бария приливают 1–2 капли ацетата натрия и 2–3 капли раствора бихромата калия. K₂Cr₂O₇ с ионами бария образует желтый осадок хромата бария BaCrO₄. Это объясняется тем, что в растворе K₂Cr₂O₇ всегда присутствуют ионы CrO₄²⁻, образующиеся из бихромат-ионов Cr₂O₇²⁻ по реакции:



При введении ионов бария образуется осадок BaCrO₄ как менее растворимой соли по сравнению с BaCr₂O₇. Другие катионы третьей группы осадка с бихроматом калия не образуют.

3) Реакция окрашивания пламени. Летучие соли бария, например, BaCl₂, Ba(NO₃)₂, окрашивают бесцветное пламя горелки в зеленый цвет.

Контрольные вопросы

1. Какие катионы относятся к третьей аналитической группе?
2. Каково условие выпадения осадка сульфата кальция при действии группового реагента?

3.С помощью какого реактива обнаруживают катион Ba^{2+} ? Написать уравнение соответствующей реакции.

4. В какой цвет летучие соли кальция окрашивают бесцветное пламя горелки?

5. Какой катион образует осадок с бихроматом калия?

Лабораторная работа №7.

Анализ смеси катионов III аналитической группы

Цель работы: изучить приемы и методы обнаружения катионов третьей группы в анализируемой смеси.

III группа катионов – сульфатная (Ca^{2+} , Ba^{2+}). Групповой реагент – $2n H_2SO_4$ осаждает соответствующие сульфаты.

1. Поместить в пробирку 2-3 капли раствора соли и прибавить к нему 2-3 капли раствора H_2SO_4 и 5-7 капель этанола. Образование осадка или помутнение раствора свидетельствует о присутствии катионов III группы.

2. Поместить в пробирку 1-2 мл раствора соли, добавить к нему 3-4 капли раствора CH_3COONa и 4-5 капель раствора $K_2Cr_2O_7$. Если в растворе присутствуют ионы Ba^{2+} , выпадает желтый осадок $BaCrO_4$.

Контрольные вопросы

1. Какой ион следует определять первым: ион Ca^{2+} или ион Ba^{2+} ? Ответ пояснить.

2. Какой аналитический эффект указывает на наличие в смеси катионов третьей аналитической группы?

3. Какой реагент используется для обнаружения в смеси катионов третьей аналитической группы?

4. О чем свидетельствует выпадение желтого осадка в растворе?

5. Напишите уравнения реакций, характерных для катионов кальция и бария.

Лабораторная работа №8.

Качественные реакции катионов IV аналитической группы (алюминий, хром, цинк).

Цель работы: закрепить навыки в работе с реактивами, изучить свойства катионов четвертой аналитической группы.

Действие группового реагента (2n NaOH) и частные реакции на катионы четвертой группы

1. Реакции катионов алюминия (Al^{3+})

1) Реакция с гидроксидом натрия. К 5–6 каплям раствора соли алюминия прибавляют 1–2 капли раствора щелочи. Наблюдают образование осадка гидроксида алюминия. Содержимое пробирки взбалтывают и делят на две части. Испытывают растворимость осадка в соляной кислоте и избытке щелочи. NaOH с ионами алюминия дает белый аморфный осадок $Al(OH)_3$, который растворяется и в кислотах и в щелочах, вследствие амфотерности гидроксида алюминия:



2) Реакция с гидроксидом аммония. К 2 каплям раствора соли алюминия приливают 3–4 капли раствора гидроксида аммония и нагревают. NH_4OH осаждает ионы алюминия в виде $\text{Al}(\text{OH})_3$.

3) Капельная реакция с ализарином. Наносят каплю раствора соли алюминия на полоску фильтровальной бумаги и держат ее над концентрированным раствором гидроксида аммония 1–2 минуты для образования $\text{Al}(\text{OH})_3$. Добавляют каплю спиртового раствора ализарина ($\text{C}_{14}\text{H}_8\text{O}_4$) и снова держат в парах аммиака. Розово-красное пятно на фиолетовом фоне – признак присутствия ионов алюминия. Если фильтровальную бумагу осторожно подсушить, аммиак улетучивается и фиолетовый фон заменяется желтым, на котором ярче выступает красное окрашивание. Ализарин в щелочном растворе с ионами алюминия дает соединение красного цвета – алюминиевый лак.

2. Реакции катионов хрома (Cr^{3+})

1) Реакция с гидроксидом натрия. К 5–6 каплям раствора соли хрома прибавляют 1–2 капли раствора щелочи. Полученный осадок делят на две части; к одной части приливают еще 3–4 капли щелочи, к другой – кислоты. Наблюдают растворение осадка в обоих случаях. NaOH с ионами хрома образует осадок гидроксида хрома $\text{Cr}(\text{OH})_3$ серо-зеленого цвета, который, как и $\text{Al}(\text{OH})_3$, обладает амфотерными свойствами и растворяется в кислотах и щелочах:



2) Реакция с гидроксидом аммония. К 1–2 каплям раствора соли хрома приливают 1–2 капли гидроксида аммония. NH_4OH с ионами хрома образует осадок гидроксида хрома, который частично растворяется в избытке NH_4OH с образованием комплексного соединения:



3. Реакции катионов цинка (Zn^{2+})

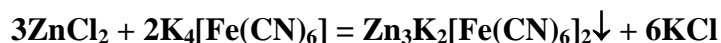
1) Реакция с гидроксидом натрия. К 2–3 каплям раствора соли цинка прибавляют сначала 1 каплю раствора щелочи, а затем его избыток. NaOH из растворов солей цинка осаждает студенистый осадок гидроксида цинка $\text{Zn}(\text{OH})_2$, который обладает амфотерными свойствами и поэтому растворяется как в кислотах, так и в щелочах:



2) Реакция с гидроксидом аммония. К 2–3 каплям раствора соли цинка прибавляют сначала 1 каплю раствора гидроксида аммония, а затем его избыток. NH_4OH с ионами цинка дает осадок гидроксида цинка, который растворяется в избытке реактива и в солях аммония. В присутствии солей аммония NH_4OH совсем не осаждает ионов цинка.



3) Реакция с ферроцианидом калия. К 3–4 каплям раствора соли цинка прибавляют столько же реактива и смесь нагревают до кипения. $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ – ферроцианид калия или гексациано(II)феррат калия – с ионами цинка образует белый осадок ферроцианида калия и цинка:





Осадок не растворим в кислотах, но растворяется в щелочах. Ионы алюминия и хрома не мешают этой реакции.

Контрольные вопросы

1. Какие катионы относятся к четвертой аналитической группе?
2. Что понимают под амфотерностью гидроксидов?
3. Какой гидроксид четвертой аналитической группы растворяется и в кислотах и в щелочах?
4. Какой осадок не растворим в кислотах, но растворим в щелочах?
5. Напишите реакцию обнаружения катионов Cr^{3+} .

Лабораторная работа №9.

Анализ смеси катионов IV аналитической группы

Цель работы: изучить приемы и методы обнаружения катионов четвертой группы в анализируемой смеси.

IV группа катионов – амфотерная (Al^{3+} , Cr^{3+} , Zn^{2+}). Групповой реагент – 2н NaOH образует растворимые в избытке реагента гидроксиды.

1. Обратить внимание на окраску раствора. Отсутствие окраски дает возможность предположить, что в растворе нет катионов Cr^{3+} . Ионы: Cr^{3+} - окрашивают раствор в фиолетовый цвет.

Групповым реагентом этой группы являются 2М растворы NaOH или KOH. При анализе смеси катионов IV аналитической группы, содержащей последовательно выполняют следующие операции:

- получение гидроксидов катионов IV аналитической группы, их растворение в избытке щелочи и окисление. К исходному раствору прибавляют при нагревании смесь NaOH и H_2O_2 . При этом в раствор переходят ионы $[\text{Al}(\text{OH})_4]$, CrO_4^{2-} , $[\text{Zn}(\text{OH})_4]^{2-}$;
- осаждение гидроксидов алюминия. Для этого раствор нагревают с NH_4Cl . Образуется осадок $\text{Al}(\text{OH})_3$, а в растворе остаются $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$, CrO_4^{2-} ;
- растворение осадка $\text{Al}(\text{OH})_3$ и обнаружение ионов алюминия. После отделения осадка центрифугированием его растворяют действием HCl и в полученном растворе обнаруживают ионы алюминия характеристическими реакциями;
- цинк осаждают из раствора $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$, CrO_4^{2-} проводят действием Na_2CO_3 при нагревании. Образующийся осадок основной соли цинка $[\text{Zn}(\text{OH})_2]\text{CO}_3$ отделяют центрифугированием, растворяют в HCl, а затем определяют с помощью его характеристических реакций.

Контрольные вопросы

1. Какой реактив является групповым для обнаружения катионов четвертой аналитической группы?
2. Напишите реакцию обнаружения катионов Al^{3+} .
3. Напишите реакцию обнаружения катионов Cr^{3+} .
4. Напишите реакцию обнаружения катионов Zn^{2+} .
5. Напишите уравнения реакций взаимодействия гидроксидов $\text{Zn}(\text{OH})_2$, $\text{Al}(\text{OH})_3$, $\text{Cr}(\text{OH})_3$ с избытком раствора едкого натра.

Лабораторная работа №10.

Частные реакции катионов V и VI аналитических групп, их характеристика

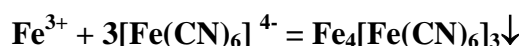
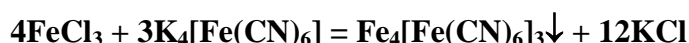
Цель работы: закрепить навыки в работе с реактивами, изучить свойства катионов пятой и шестой аналитических групп.

Действие группового реагента (2н NaOH) и частные реакции на катионы пятой группы

1. Реакции катионов трехвалентного железа (Fe³⁺)

1) Реакция с гидроксидом натрия. К 2–3 каплям раствора соли железа (III) прибавляют столько же раствора щелочи. Наблюдают образование осадка гидроксида железа красно-бурого цвета, растворимого в кислотах, но не растворимого в избытке щелочей и гидроксида аммония.

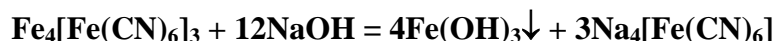
2) Реакция с ферроцианидом калия. К 1–2 каплям раствора соли железа (III) прибавляют столько же HCl и 2–3 капли раствора ферроцианида калия. K₄[Fe(CN)₆] с ионами трехвалентного железа образует темно-синий осадок «берлинской лазури»:



Это характерная реакция на ион Fe³⁺. При действии избытком реагента получается растворимая форма «берлинской лазури»:



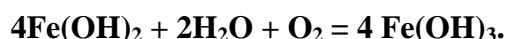
Осадок не растворим в кислотах, но разлагается щелочами с образованием Fe(OH)₃:



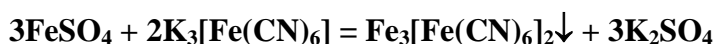
3) Реакция с роданидом калия или аммония. К 2–3 каплям раствора железа (III) прибавляют 1–2 капли раствора роданида калия или аммония. KCNS и NH₄CNS с ионами железа (III) образуют роданид железа Fe(CNS)₃ кроваво-красного цвета, хорошо растворимый в воде.

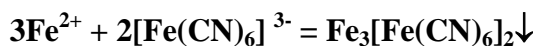
2. Реакции катионов двухвалентного железа (Fe²⁺)

1) Реакция с гидроксидом натрия. К 2–3 каплям раствора железа (II) прибавляют столько же раствора щелочи. NaOH с ионами двухвалентного железа образуют осадок гидроксида железа (II) серо-зеленоватого цвета Fe(OH)₂, который растворим в кислотах и в солях аммония, легко окисляется кислородом воздуха в гидроксид железа (III) бурого цвета:



2) Реакция с феррицианидом калия. К 2–3 каплям раствора соли двухвалентного железа прибавляют 1–2 капли раствора соляной кислоты и 2–3 капли реагента. K₃[Fe(CN)₆] – феррицианид калия или гексациано(III)феррат калия – с ионами двухвалентного железа образует темно-синий осадок турнбулевой сини:

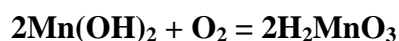




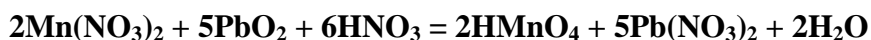
3. Реакции катионов марганца (Mn^{2+})

1) Реакция с гидроксидами натрия и аммония.

К 2–3 каплям раствора соли двухвалентного марганца прибавляют столько же реактива. Наблюдают изменение окраски осадка при стоянии. NaOH и NH_4OH с ионами Mn^{2+} образуют белый осадок гидроксида $\text{Mn}(\text{OH})_2$, растворимого в кислотах, но не растворимого в щелочах и гидроксиде аммония. Осадок на воздухе быстро буреет вследствие окисления кислородом воздуха до марганцоватистой кислоты:



2) Реакция окисления Mn^{2+} до MnO_4^- - диоксидом свинца в присутствии азотной кислоты при нагревании. В пробирку помещают 2–3 крупинки PbO_2 , прибавляют 4–5 капель концентрированной азотной кислоты и смесь нагревают на водяной бане. К окислительной смеси прибавляют 1 каплю раствора MnSO_4 или $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2$ (но не MnCl_2 , т.к. ионы хлора мешают реакции), перемешивают стеклянной палочкой и снова нагревают.

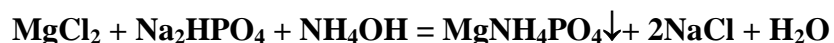


В присутствии большого количества марганца реакция не удастся, так как образовавшаяся вначале HMnO_4 восстанавливается ионами Mn^{2+} до H_2MnO_3 , и вместо фиолетово-розовой окраски появляется бурый осадок H_2MnO_3 .

4. Реакции катионов магния (Mg^{2+})

1) Реакция с гидроксидом натрия. К 2–3 каплям раствора соли магния приливают столько же раствора щелочи. NaOH образует с ионами Mg^{2+} белый аморфный осадок гидроксида, растворимый в кислотах и аммонийных солях, вследствие чего гидроксид аммония не полностью осаждает гидроксид магния.

2) Реакция с гидрофосфатом натрия. К 2–3 каплям раствора соли магния приливают столько же раствора NH_4OH , выпавший осадок растворяют в растворе NH_4Cl и к раствору при помешивании прибавляют по каплям Na_2HPO_4 . Na_2HPO_4 в присутствии NH_4OH и NH_4Cl дает с солями магния белый кристаллический осадок двойной соли фосфата магния-аммония MgNH_4PO_4 , растворимый в минеральных кислотах и уксусной кислоте:



Действие группового реагента (2н NH_4OH) и частные реакции на катионы шестой группы

1. Реакции катионов меди (Cu^{2+})

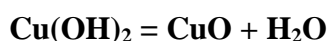
1) Реакция с гидроксидом аммония. К 2–3 каплям раствора соли меди прибавляют 1–2 капли NH_4OH , наблюдают образование осадка основной соли. Приливают избыток реактива до полного растворения осадка. NH_4OH с ионами меди образует зеленоватый осадок основной соли:



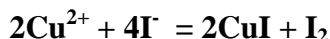
Осадок растворяется в избытке реактива с образованием комплексной соли – сульфата тетрааминомеди (II) темно- синего цвета:



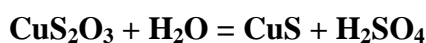
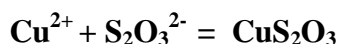
2) Реакция с едкими щелочами. К 4–5 каплям раствора соли меди (II) прибавляют 8–10 капель раствора щелочи и наблюдают образование осадка. Полученный осадок взбалтывают и делят на две части: одну часть растворяют в NH_4OH , а другую нагревают. NaOH и KOH осаждают из раствора солей меди (II) голубой осадок гидроксида меди, который разлагается при нагревании на оксид меди и воду, растворяется в гидроксиде аммония с образованием соединения темно-синего цвета:



3) Реакция с иодидом калия KI образует белый осадок иодида меди (I):



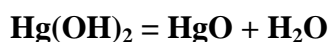
4) Реакция с тиосульфатом натрия $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. При добавлении к подкисленному раствору соли меди (II) эквивалентного количества тиосульфата натрия образуется осадок CuS черного цвета.



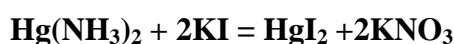
5) Окрашивание пламени. Бесцветное пламя газовой горелки соли меди (II) окрашивают в зеленый цвет.

2. Реакции катионов ртути (Hg^{2+})

1) Реакция со щелочами. К 2–3 каплям раствора соли ртути (II) прибавляют 4–6 капель щелочи, наблюдают выпадение желтого осадка. Образующийся вначале гидроксид ртути $\text{Hg}(\text{OH})_2$ неустойчив и сразу разлагается.

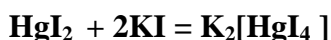


2) Иодид калия KI с солями ртути (II) образует красный осадок иодида ртути (II)

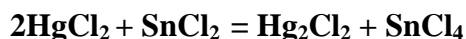




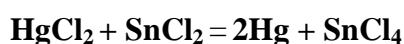
Осадок растворяется в избытке реактива, образуя бесцветную комплексную соль:



3) Хлорид олова (II) SnCl_2 . При обработке солей ртути (II) раствором хлорида олова (II) сначала образуется белый осадок каломели Hg_2Cl_2



При приливании избытка раствора хлорида олова (II) белый осадок становится серым из-за восстановления хлорида ртути (I) до металлической ртути



Контрольные вопросы

1. Какие катионы относятся к пятой аналитической группе?
2. Приведите частные реакции на ионы: Fe^{2+} , Fe^{3+} , Укажите названия всех веществ и аналитический эффект реакций.
3. Каким реактивом можно открыть Mn^{2+} ? Эффект реакции?
4. Какие катионы относятся к шестой аналитической группе?
5. Назовите групповой реактив катионов VI группы. Приведите уравнения реакций.

Лабораторная работа №11.

Частные реакции анионов I—III аналитических групп

Цель работы: закрепить навыки в работе с реактивами, изучить свойства анионов первой-третьей аналитических групп.

КАЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ АНИОНОВ I – III АНАЛИТИЧЕСКОЙ ГРУППЫ

Качественные реакции на анионы I аналитической группы (Cl^- , Br^- , I^-)

Групповой реактив – водный раствор нитрата серебра AgNO_3 .

Соли, содержащие анионы I аналитической группы, с нитратом серебра образуют осадок солей серебра, нерастворимый в азотной кислоте HNO_3 .

С хлоридом бария BaCl_2 они не дают осадка.

К I аналитической группе относятся анионы соляной HCl , бромоводородной HBr , иодоводородной HI кислот.

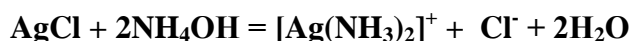
Качественные реакции на определение анионов хлора (Cl⁻):

1. Реакция с нитратом серебра AgNO₃: нитрат серебра AgNO₃ с анионами хлора образует белый творожистый осадок хлорида серебра AgCl:



Выполнение: к 5-6 каплям раствора соляной кислоты или хлоросодержащей соли прилить 1-2 капли азотной кислоты HNO₃ и 3-4 капли раствора нитрата серебра AgNO₃.

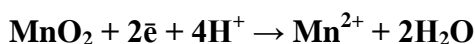
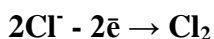
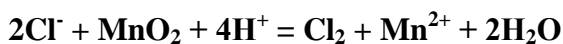
Проверка осадка на растворимость: осадок AgCl разлагается на свету с выделением металлического серебра, не растворяется в азотной кислоте, легко растворяется в гидроксиде аммония, образуя комплексное соединение аммиакат серебра [Ag(NH₃)₂]Cl:



Выполнение: к полученному осадку прибавить несколько капель гидроксида аммония и наблюдать растворение осадка.

Напишите уравнения реакций в молекулярной и ионной форме.

2. Реакция с оксидом марганца MnO₂: оксид марганца и другие окислители окисляют анионы хлора до свободного хлора:



Выполнение: поместить в пробирку немного MnO₂, 6-8 капель раствора хлористой соли (например NaCl) и столько же капель концентрированной серной кислоты. Смесь осторожно нагреть под тягой. Выделяющийся хлор можно обнаружить по цвету, запаху и по посинению йод-крахмальной бумаги, помещенной у отверстия пробирки.

Напишите уравнение реакции в молекулярной форме.

Качественные реакции на определение анионов брома (Br⁻):

1. Реакция с нитратом серебра AgNO₃: нитрат серебра AgNO₃ с анионами брома дает бледно-желтый творожистый осадок бромида серебра AgBr:



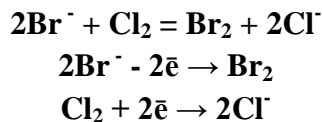
Выполнение: к 4-5 каплям раствора бромида натрия NaBr прилить 4-5 капли раствора нитрата серебра AgNO₃.

Проверка осадка на растворимость: осадок AgBr не растворяется в азотной кислоте, слабо растворяется в водном растворе аммиака.

Выполнение: полученный осадок разделить на две части. К одной – прилить несколько капель азотной кислоты, к другой – водный раствор аммиака.

Напишите уравнение реакции в молекулярной и ионной форме.

2. Реакция с хлорной водой Cl_2 (раствор хлора в воде): свободный хлор без нагревания вытесняет из растворов солей бромоводородной кислоты свободный бром:

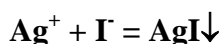


Выполнение: к 4-5 каплям раствора бромида калия прилить 4-5 капли разбавленной серной кислоты, 8-10 капель бензола или другого органического растворителя, несколько капель хлорной воды (приливать по каплям). После взбалтывания органический растворитель окрашивается выделившимся свободным бромом в характерный лимонно-желтый цвет. При дальнейшем добавлении хлорной воды органический растворитель обесцвечивается.

Напишите уравнения реакций в молекулярной и ионной форме.

Качественные реакции на определение анионов йода (I^-):

1. Реакция с нитратом серебра AgNO_3 : нитрат серебра AgNO_3 с анионами йода образует желтый творожистый осадок йодида серебра AgI :



Выполнение: к 4-5 каплям раствора йодида калия KI прилить 4-5 капли раствора нитрата серебра AgNO_3 .

Проверка осадка на растворимость: осадок AgI не растворяется в азотной кислоте. Практически не растворяется в водном растворе аммиака (в отличие от AgCl и AgBr), вследствие чего анион йода не мешает открытию анионов хлора и брома.

Выполнение: полученный осадок разделить на две части. К одной – прилить несколько капель азотной кислоты, к другой – водный раствор аммиака.

Напишите уравнение реакции в молекулярной и ионной форме.

2. Реакция с ацетатом свинца $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$: катионы свинца дают с анионами йода желтый кристаллический осадок йодида свинца PbI_2 .

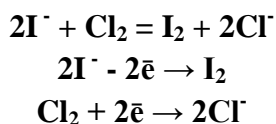
Выполнение: к 4-5 каплям ацетата свинца добавить осторожно по каплям раствор йодида калия до выпадения осадка.

Проверка осадка на растворимость: осадок растворим в горячей воде (раствор бесцветен). После охлаждения раствора снова выпадает осадок в виде золотистых кристаллов.

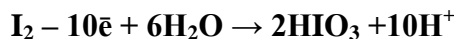
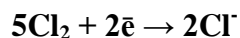
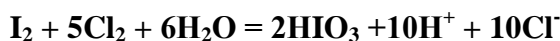
Выполнение: к полученному осадку добавить 5-6 капель воды и нагреть до полного растворения осадка. Охладить раствор под холодной водой и наблюдать выделение осадка в виде золотистых чешуек.

Напишите уравнение реакции в молекулярной и ионной форме.

3. Реакция с хлорной водой Cl_2 (раствор хлора в воде): хлорная вода окисляет ионы йода до свободного йода:



Выделяющийся йод легко обнаружить крахмалом (синее окрашивание) или взбалтыванием раствора с органическим растворителем (красно-фиолетовое окрашивание). Если прибавит избыток хлорной воды, то окраска не появится – свободный йод превращается в бесцветную йодноватую кислоту HIO_3 :



Выполнение:

а) к 1-2 каплям раствора иодида калия прилить 8-10 капель воды, 6-8 капель раствора крахмала и 1-2 капли хлорной воды. Смесь сильно встряхнуть. Жидкость посинеет, при нагревании обесцветится и снова посинеет при охлаждении.

б) в 1-2 капли раствора иодида калия влить 3-4 капли воды, 3-4 капли разбавленной серной кислоты, 6-8 капель органического растворителя и 1-2 капли хлорной воды. Смесь энергично встряхнуть. Слой органического растворителя окрасится в красно-фиолетовый цвет, при дальнейшем добавлении хлорной воды цвет исчезнет.

Напишите уравнения реакций в молекулярной и ионной форме.

Качественные реакции на анионы II аналитической группы (SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , PO_4^{3-} , CO_3^{2-} , SiO_3^{2-})

Анионы II аналитической группы образуют осадки с хлоридом бария BaCl_2 и нитратом серебра AgNO_3 , растворимые в азотной кислоте HNO_3 . Исключение составляет сульфат-ион SO_4^{2-} , который в разбавленных растворах с нитратом серебра AgNO_3 осадка не образует, а с хлоридом бария BaCl_2 дает осадок, нерастворимый в азотной кислоте HNO_3 .

Качественные реакции на определение сульфат-иона (SO_4^{2-})

1. Реакция с хлоридом бария BaCl_2 :

Выполнение: к 2-3 каплям раствора соли серной кислоты прилить 2-3 капли раствора хлорида бария.

Отношение осадка к действию кислот: осадок не растворяется в кислотах.

Напишите уравнение реакции в молекулярной и ионной форме. Отметьте цвет образовавшегося осадка.

Качественные реакции на определение сульфит-иона (SO_3^{2-})

1. Реакция с хлоридом бария BaCl_2 :

Выполнение: к 2-3 каплям раствора сульфита натрия Na_2SO_3 прилить 2-3 капли раствора хлорида бария.

Отношение осадка к действию кислот: осадок растворяется в кислотах с выделением сернистого газа SO_2 .

Выполнение: образовавшийся осадок проверить на растворимость в кислотах HNO_3 или HCl .

Напишите уравнения реакций в молекулярной и ионной форме. Отметьте цвет образовавшегося осадка.

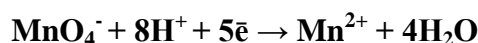
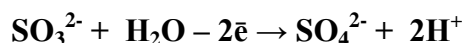
2. Реакция окисления SO_3^{2-} в SO_4^{2-} :

Выполнение:

а) к 2-3 каплям раствора сульфита натрия Na_2SO_3 прилить 3-4 капли йодной воды.



б) к 2-3 каплям раствора сульфита натрия Na_2SO_3 прилить соляной кислоты HCl и раствор перманганата калия KMnO_4 (по каплям).



Йод в водном растворе и перманганат калия в кислом растворе окисляют SO_3^{2-} в SO_4^{2-} . Растворы реагентов при этом обесцвечиваются. Так образом можно обнаружить сернистый газ SO_2 .

Напишите уравнения реакций в молекулярной и ионной форме.

Качественные реакции на определение карбонат-иона (CO_3^{2-})

1. Реакция с хлоридом бария BaCl_2 :

Выполнение: к 2-3 каплям раствора соли угольной кислоты прилить 2-3 капли раствора хлорида бария.

Отношение осадка к действию кислот: осадок растворяется в кислотах, кроме серной кислоты, с выделением углекислого газа.

Выполнение: образовавшийся осадок проверить на растворимость в кислотах HNO_3 или HCl .

Напишите уравнения реакций в молекулярной и ионной форме. Отметьте цвет образовавшегося осадка.

2. Реакция с кислотами (HCl):

Выполнение: в пробирку с газоотводной трубкой поместить несколько кристалликов Na_2CO_3 и прилить соляной кислоты. Выделяющийся газ пропустить через известковую воду. Отметьте, что наблюдаем.

Напишите уравнения реакций в молекулярной и ионной форме.

Качественные реакции на определение фосфат-иона (PO_4^{3-}):

1. Реакция с хлоридом бария BaCl_2 :

Выполнение: к 2-3 каплям раствора гидрофосфата натрия Na_2HPO_4 прилить 2-3 капли раствора хлорида бария.

Отношение осадка к действию кислот: осадок растворяется в кислотах, кроме серной кислоты.

Выполнение: образовавшийся осадок проверить на растворимость в кислотах HNO_3 или HCl .

Напишите уравнения реакций в молекулярной и ионной форме. Отметьте цвет образовавшегося осадка.

2. Реакция с нитратом серебра (AgNO_3):

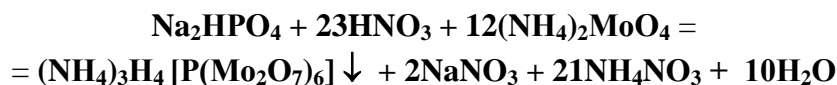
Выполнение: к 4-5 каплям раствора гидрофосфата натрия Na_2HPO_4 прилить 2-3 капли раствора нитрата серебра. Отметить цвет осадка.

Проверка осадка на растворимость: осадок Ag_3PO_4 растворяется в азотной кислоте и гидроксиде аммония NH_4OH .

Выполнение: образовавшийся осадок разделить на две части и проверить на растворимость в азотной кислоте и гидроксиде аммония.

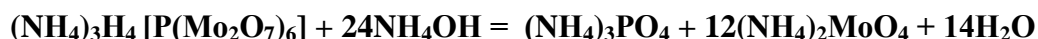
Напишите уравнения реакций в молекулярной и ионной форме.

3. Реакция с молибденовой жидкостью – раствором молибдата аммония ($(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$): раствор молибдата аммония в азотной кислоте образует с ионами PO_4^{3-} желтый кристаллический осадок комплексной соли фосфорномолибдата аммония $(\text{NH}_4)_3\text{H}_4[\text{P}(\text{Mo}_2\text{O}_7)_6]$.



Выполнение: в пробирку внести 1-2 капли раствора гидрофосфата натрия Na_2HPO_4 , прибавляют 6-7 капель концентрированной азотной кислоты и 9-10 капель концентрированного раствора молибдата аммония. Смесь нагреть до 40°C .

Проверка осадка на растворимость: осадок растворяется в щелочах и аммиаке; не растворяется в азотной кислоте.



Напишите уравнения реакций в молекулярной и ионной форме.

4. Реакция с магниезальной смесью (водным раствором соли магния, содержащим NH_4Cl и NH_4OH): водный раствор соли магния, содержащий NH_4Cl и NH_4OH осаждает фосфат-ионы из растворов в виде белого мелкокристаллического осадка магнийаммонийфосфата MgNH_4PO_4 .

Выполнение: к 2-3 каплям раствора соли магния прилить 3-4 капли 2н раствора соляной кислоты и 2-3 капли раствора гидрофосфата натрия. К смеси по каплям прибавить разбавленный раствор аммиака, все время перемешивая содержимое пробирки стеклянной палочкой. Вначале аммиак нейтрализует соляную кислоту. Затем выпадает характерный кристаллический осадок MgNH_4PO_4 . Выпадение его можно ускорить, если потереть стеклянной палочкой о стенки пробирки. Из разбавленных растворов осадок выпадает медленно, рекомендуется подождать.



Проверка осадка на растворимость: осадок растворяется в кислотах; не растворяется в растворе аммиака.

Напишите уравнение реакции в молекулярной и ионной форме.

Качественные реакции на анионы III аналитической группы (NO_3^- , NO_2^-)

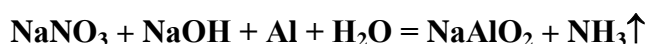
К анионам III аналитической группы относятся нитрат-ион NO_3^- и нитрит-ион NO_2^- , которые группового реактива не имеют.

Качественные реакции на определение нитрат-иона (NO_3^-)

1. Реакция восстановления нитратов до аммиака алюминием или цинком:

Выполнение: поместить в пробирку 5 капель раствора нитрата натрия NaNO_3 , прилить туда же 5-8 капель гидроксида натрия NaOH и всыпать немного алюминиевого (или цинкового) порошка. Смесь осторожно нагреть.

Выделяющийся аммиак обнаружить по запаху и окрашиванию влажной красной лакмусовой бумажки в синий цвет.



Расставьте коэффициенты в уравнении реакции.

2. Реакция с металлической медью:

Выполнение: к 2-3 каплям раствора нитрата натрия NaNO_3 прилить 2-3 капли концентрированной серной кислоты H_2SO_4 , поместить в пробирку кусочек металлической меди и **осторожно нагреть под тягой!**



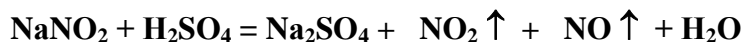
Отметьте цвет выделяющегося газа и расставьте коэффициенты в уравнении реакции.

Качественные реакции на определение нитрит-иона (NO_2^-)

ВНИМАНИЕ: Нитриты токсичны!!!

1. Реакция разложения нитритов с выделением оксидов азота:

Выполнение: к 2 каплям раствора нитрита натрия NaNO_2 прилить 2-3 капли разбавленной серной кислоты H_2SO_4 .



Отметьте цвет выделяющегося газа и расставьте коэффициенты в уравнении реакции.

2. Реакция с иодидом калия (KI)

Выполнение: к 3-4 каплям иодида калия KI прилить 3-4 капли разбавленной серной кислоты H_2SO_4 , каплю свежеприготовленного раствора крахмала и 2-3 капли раствора нитрита натрия NaNO_2 .



Расставьте коэффициенты в уравнении реакции и запишите наблюдения.

Контрольные вопросы

1. Какие анионы относятся к первой аналитической группе?
2. Напишите реакции обнаружения анионов первой аналитической группы в молекулярном и ионном виде.
3. Какие анионы относятся ко второй аналитической группе?
4. Напишите реакции обнаружения анионов второй аналитической группы в молекулярном и ионном виде.
5. Какие анионы относятся к третьей аналитической группе? Их особенности.

Лабораторная работа №12

Анализ солей

Анализ неорганического соединения (соли)

Цель работы: закрепить владение техникой выполнения качественного анализа.

Анализ соли сводится к обнаружению катиона и аниона. Для анализа дается соль, растворимая в воде и состоящая из одного катиона и одного аниона. Соль для анализа может быть дана в растворе или в сухом виде. Сухую соль растворяют в небольшом количестве воды при слабом нагревании.

По цвету раствора или внешнему виду соли можно ориентировочно установить присутствие ионов: Cr^{3+} (сине-зеленый); Fe^{2+} (бледно-зеленый); Fe^{3+} (желтоватый); Cu^{2+} (голубой); $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ (оранжевый); CrO_4^{2-} (желтый).

Установление аналитической группы катиона.

К анализируемому раствору добавляют несколько капель соляной кислоты. Появление осадка указывает на присутствие катиона второй группы.

К отдельной порции анализируемого раствора добавляют несколько капель этилового спирта и серной кислоты. Появление свидетельствует о присутствии катиона второй группы.

К анализируемому раствору добавляют по каплям раствор гидроксида натрия. При образовании осадка добавляют еще несколько капель и перемешивают стеклянной палочкой. Если осадок растворился, то катион относится к четвертой группе.

Если осадок в избытке гидроксида натрия не растворился, то к отдельной порции анализируемого раствора приливают несколько капель концентрированного раствора аммиака. Если выпавший в начале осадок сразу же растворился то катион принадлежит к шестой группе.

Если же осадок не растворился, то катион принадлежит к пятой группе.

Отсутствие осадка с групповыми реактивами указывает на принадлежность катиона к первой группе.

Обнаружение катиона.

После доказательства принадлежности катиона анализируемой соли к определенной аналитической группе следует открыть этот катион с помощью характерных реакций. При этом проводить систематический анализ нет необходимости, поскольку катион один и никакого разделения проводить не надо.

В том случае, если катион относится к первой или шестой группе, следует соблюдать последовательность обнаружения катионов этих групп. В противном случае это приводит к неверному результату анализа. Если катион относится к другим аналитическим группам, то последовательность его обнаружения может быть любой.

Установление аналитической группы аниона.

Для открытия аниона большое значение имеет принадлежность к той или иной аналитической группе обнаруженного катиона.

Если анализируемая соль содержит катион первой или третьей группы или катион Mg^{2+} , то проводить обнаружение аниона можно без предварительной обработки раствора. Для этого сначала нужно определить аналитическую группу аниона.

Если осадок не образуется ни с хлоридом бария, ни с нитратом серебра, то определяемый анион относится к третьей группе.

После определения группы аниона устанавливают с помощью характерных реакций, какой анион входит в состав определяемой соли. Для подтверждения присутствия в составе соли того или иного аниона нельзя ограничиваться одной качественной реакцией.

Если в состав соли входит катион тяжелого металла (Ag^+ , Pb^{2+} , Hg^{2+} , Hg_2^{2+}), то его надо удалить, так как он будет мешать обнаружению анионов, т.е. взаимодействовать с прибавляемыми реагентами. Удаление из раствора катиона тяжелого металла проводят с помощью насыщенного раствора карбоната натрия. Для этого к исследуемому раствору (≈ 2 мл) добавляют раствор соды для прекращения выделения осадка. Смесь нагревают на водяной бане 5-7 мин и центрифугируют. Полученный центрифугат после испытания на полноту осаждения делят на три неравные части. Осадок отбрасывают.

1. Одну часть раствора нейтрализуют азотной кислотой. После каждой прибавленной капли проверяют реакцию среды на лакмус. Раствор кипятят для удаления углекислого газа и добавляют хлорид бария для обнаружения аниона первой группы.

2. К другой части раствора прибавляют разбавленную азотную кислоту до кислой реакции по лакмусу. Добавляют раствор нитрата серебра для обнаружения аниона второй группы.

3. К третьей части раствора прибавляют разбавленную серную кислоту до нейтральной реакции среды по лакмусу и кипятят раствор для удаления углекислого газа. С помощью соответствующих реагентов обнаруживают анион третьей группы.

Все последующие пробы нужно выполнять только в том случае, если предыдущая проба дала отрицательный результат.

По окончании анализа следует еще раз проверить соответствие обнаруженных вами катиона и аниона анализируемого неорганического соединения тем внешним эффектом, которые вы наблюдали в каждой пробе.

Контрольные вопросы

1. Как анионы подразделяются на группы, и чем каждая из них характеризуется?
2. Как обнаружить анионы Cl^- , Br^- , I^- при их совместном присутствии?
3. Назовите анионы-окислители и анионы-восстановители.
4. Чем отличаются анионы третьей аналитической группы от остальных?
5. Каким образом ориентировочно можно установить присутствие ионов: Cr^{3+} ; Fe^{2+} ; Fe^{3+} ; Cu^{2+} ; $Cr_2O_7^{2-}$; CrO_4^{2-} в растворе?

РАЗДЕЛ 2. КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ

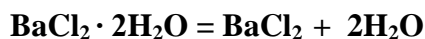
Лабораторная работа №13.

Определение кристаллизационной воды в кристаллогидрате хлорида бария.

Цель работы: ознакомление с гравиметрическим методом анализа, видами весов; техникой взвешивания, используемой посудой.

Оборудование: бюкс, сушильный шкаф, эксикатор, аналитические или электронные весы.
Реактивы: кристаллический хлорид бария ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)

Вода в твердых телах может быть гидроскопической и кристаллизационной. Вещества, содержащие кристаллизационную воду, называются кристаллогидратами. Для определения количества кристаллизационной воды в кристаллогидратах необходимо предварительно узнать по справочнику, при какой температуре данное вещество теряет кристаллизационную воду. При указанной температуре проводят удаление кристаллизационной воды. В случае кристаллического хлорида бария ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) определение кристаллизационной воды проводят при 120- 125⁰ С. При этом кристаллогидрат полностью обезвоживается.



Ход определения.

Тщательно вымытый бюкс с перевернутой на бок крышкой ставят в сушильный шкаф при температуре 120- 125⁰ С. на 30-40 минут. Охлаждают бюкс в эксикаторе и взвешивают на весах. Результаты взвешивания записывают в лабораторный журнал. После первого взвешивания бюкс 20-30 минут сушат при той же температуре, вновь охлаждают в эксикаторе и взвешивают и записывают результат. Если масса не изменяется или изменяется незначительно (не больше, чем на 0,0004 г) высушивание бюкса считается законченным.

В высушенный и взвешенный бюкс помещают около 1,5 г $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, закрывают крышкой и точно взвешивают на весах. Снимают с бюкса крышку, ставят ее на ребро и помещают бюкс с навеской и крышкой в сушильный шкаф. Следят за тем, чтобы температура в нем не превышала 125⁰С.

Через 1,5-2 часа при помощи тигельных щипцов переносят бюкс с крышкой и навеской в эксикатор для охлаждения. Через 20-25 минут бюкс с закрытой крышкой взвешивают на весах. Записывают результат взвешивания и снова помещают бюкс с крышкой и навеской в сушильный шкаф на 40-45 минут. Опять охлаждают и взвешивают. Этот процесс повторяют до тех пор, пока последний результат взвешивания не будет отличаться не более, чем на 0,0004 г. Записав в лабораторном журнале последнюю массу бюкса с навеской, приступают к вычислениям.

Содержание кристаллизационной воды в навеске рассчитывают по формуле:

$$g = \frac{(a-p) \cdot 100\%}{a}$$

где a – масса исходной навески, г;

p – масса высушенной навески, г.

Запись проводят в следующей последовательности:

1. Доведение бюкса до постоянной массы.

Масса бюкса после первого высушивания -(г)

Масса бюкса после второго высушивания -(г)

Постоянная масса бюкса- -(г)

2. Взятие навески:

(масса бюкса с навеской) – (масса пустого бюкса) = (навеска образца)

3. Взвешивание после высушивания:

1-е взвешивание (например 27,5880 г.)

2-е взвешивание 27,5868 г.

- 3-е взвешивание 27, 5868 г.
 Масса бюкса с навеской после высушивания – 27, 6868 г.
 4. Масса воды в образце:
 $M(\text{H}_2\text{O}) = 27,7237 - 27,5868 = 0,1369 \text{ г.}$
 5. Содержание воды в %:

$$\frac{0,1369 \cdot 100\%}{2,3505} = 5,9\%$$

Теоретически рассчитанное содержание кристаллизационной воды в кристаллогидрате хлорида бария равно 14,75%.

Контрольные вопросы

1. В чем сущность гравиметрического анализа?
2. Какие вещества называются кристаллогидратами?
3. Для чего в анализе используется эксикатор?
4. Каким образом рассчитывают содержание кристаллизационной воды в навеске?
5. Для анализа взято 0,2841 г хлорида бария. Масса полученного осадка 0,2482 г. Определить массовую долю бария в образце.

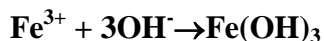
Лабораторная работа №14 Осаждение осадков

Цель работы: освоить методику проведения гравиметрического анализа. Произвести определение содержания железа в исследуемом образце.

Гравиметрическим или весовым анализом называется вид количественного анализа, в ходе которого определение содержания анализируемого вещества производится путём взвешивания. Вещество, которое подвергается взвешиванию, и, исходя из массы которого производится расчёт содержания определяемого вещества, называется гравиметрической формой.

Определение железа гравиметрическим методом

Метод основан на осаждении железа (3) в виде коричневого аморфного осадка $\text{Fe}(\text{OH})_3$ и получения гравиметрической формы (Fe_2O_3) прокаливанием:



В качестве осадителя применяется раствор аммиака.

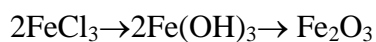
Оборудование и реактивы

Муфельная печь, аналитические весы, эксикатор, стеклянные палочки, стеклянные воронки, фарфоровые тигли, химические стаканы, фильтры беззольные «красная лента», щипцы тигельные, мерный цилиндр, аммиак 10% раствор, нитрат аммония 2% раствор, азотная кислота концентрированная.

Ход определения.

Предварительно рассчитайте навеску анализируемого вещества таким образом, чтобы масса гравиметрической формы была примерно 0,1 г (для аморфных осадков).

Например, если анализируемое вещество – FeCl_3 , а гравиметрическая форма – Fe_2O_3 , то расчет производят следующим образом:



$m(\text{FeCl}_3) - 0,1\text{г}$.

$2M(\text{FeCl}_3) - M(\text{Fe}_2\text{O}_3)$

Расчитанную и взвешенную на аналитических весах навеску образца, содержащего Fe^{3+} или аликвотную часть анализируемого раствора, перенесите в стакан на 100 мл. Добавьте 2 – 3 капли концентрированной азотной кислоты для окисления Fe^{2+} ионов, возможно находящихся в растворе, и для предотвращения гидролиза Fe^{3+} . Нагрейте раствор на водяной бане до 70 – 80°C, и к горячему раствору при постоянном перемешивании прилейте 10% раствор аммиака до появления устойчивого запаха аммиака, после чего к раствору с осадком прилейте 100 мл горячей дистиллированной воды и поставьте на кипящую водяную баню. После выпадения осадка отфильтруйте его через бумажный обеззоленный фильтр «красная лента».

Осадок на фильтре промойте 2%-ным раствором нитрата аммония. Промывание заканчивают, когда проба на полноту промывания дает отрицательную реакцию (например, при анализе хлорида железа (3) проба должна дать отрицательную реакцию на ион Cl^- .)

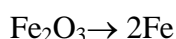
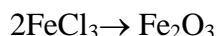
Промытый и подсушенный в сушильном шкафу осадок озоляют и прокаливают в тигле при 1000 – 1200°C. При длительном прокаливании возможно протекание побочной реакции:



Для перевода Fe_3O_4 в Fe_2O_3 к охлажденной гравиметрической форме прибавьте 1 – 2 капли концентрированной азотной кислоты и осторожно нагрейте. При этом происходит окисление Fe^{2+} в Fe^{3+} .

Расчет результатов анализа

Сколько граммов железа содержится в исходном образце FeCl_3 , если масса гравиметрической формы Fe_2O_3 равна N г?



Расчитываем массу железа в N г гравиметрической формы.

$N\text{г} - m(\text{Fe})$

$M(\text{Fe}_2\text{O}_3) - 2M(\text{Fe})$

Результат представляется в граммах либо в процентах от массы исходной навески.

Контрольные вопросы

1. Что называется гравиметрическим анализом?
2. Что понимают под гравиметрической формой?
3. Какой метод анализа используется для гравиметрического определения железа?
4. Назовите основные этапы определения железа по методу осаждения.
5. Как осуществляется перевод осадка в гравиметрическую форму?

Лабораторная работа №15.

Определение взвешенных веществ

Цель работы: освоить методику проведения гравиметрического анализа. Произвести определение содержания взвешенных веществ в воде.

Приборы и реактивы: весы лабораторные; шкаф сушильный с регулятором температуры от 80 до 105°C; стаканчики весовые алюминиевые с крышками; щипцы тигельные; эксикатор; шпатель.

Выполнение измерений взвешенных веществ с использованием бумажного фильтра. Использование бумажных фильтров допускается в случае отсутствия в лаборатории устройств для мембранного фильтрования. Взвешенный бумажный фильтр помещают в воронку, смачивают небольшим количеством дистиллированной воды для хорошего прилипания и фильтруют отмеренный объем тщательно перемешанной анализируемой воды.

По окончании фильтрования дают воде полностью стечь, затем фильтр с осадком трижды промывают охлажденной дистиллированной водой порциями не более 10 см³, осторожно вынимают пинцетом и помещают в тот же бюкс, в котором его взвешивали до фильтрования. Фильтр высушивают 2 ч при 105°C, охлаждают в эксикаторе и, закрыв бюкс крышкой, взвешивают. Повторяют процедуру сушки, пока разница между взвешиваниями будет не более 0,5 мг при массе осадка менее 50 мг и 1 мг при массе более 50 мг.

Вычисление и оформление результатов измерений

1. Массовую концентрацию взвешенных веществ в воде X , мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$X = \frac{(m_1' - m_2') \cdot 1000}{V},$$

где m_1' - масса бюкса с мембранным или бумажным фильтром с осадком взвешенных веществ, г;
 m_2' - масса бюкса с мембранным или бумажным фильтром без осадка, г;
 V - объем профильтрованной пробы воды, дм³.

2. Общее содержание примесей (суммарная концентрация растворенных и взвешенных веществ) X_1 мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$X_1 = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 1000}{V},$$

где m_1 - масса тигля, г;
 m_2 - масса тигля с высушенным остатком, г;
 V - объем пробы воды, взятый для упаривания, дм³.

3. Сухой остаток X_2 , мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$X_2 = X_1 - X,$$

где X_1 - общее содержание примесей, мг/дм³;
 X - массовая концентрация взвешенных веществ, мг/дм³.

Взвешенные вещества в питьевой воде не должны превышать 1.5 мг/л.

Контрольные вопросы:

1. Для чего необходимо определять взвешенные вещества в воде?
2. Каковы ПДК по взвешенным веществам для различных видов использования воды?
3. Как рассчитать массовую концентрацию взвешенных веществ в воде?
4. Как рассчитать общее содержание примесей?
5. Подумайте, как можно очистить природную воду от взвешенных веществ.

Лабораторная работа №16. Определение влажности почвы.

Цель работы: произвести определение влажности почвы.

Сущность метода заключается в определении потери влаги при высушивании почвы.

Приборы и реактивы: весы лабораторные; шкаф сушильный с регулятором температуры от 80 до 105°C; стаканчики весовые алюминиевые с крышками; щипцы тигельные; эксикатор; шпатель.

1. Проведение анализа

Аналитические почвенные пробы помещают в пронумерованные, высушенные и взвешенные стаканчики и закрывают их крышками.

Стаканчики и почву в стаканчиках взвешивают с погрешностью не более 0,1 г.

Стаканчики открывают и вместе с крышками помещают в нагретый сушильный шкаф.

Почву высушивают до постоянной массы при температуре (105±2)°C - все почвы, за исключением загипсованных. Время высушивания до первого взвешивания незагипсованных почв: песчаных - 3 ч, других - 5 ч. Время последующего высушивания: песчаных почв - 1 ч; других почв, в том числе загипсованных - 2 ч.

После каждого высушивания стаканчики с почвой закрывают крышками, охлаждают в эксикаторе с хлористым кальцием и взвешивают с погрешностью не более 0,1 г. Если взвешивание производят не позднее 30 мин после высушивания, можно охлаждать закрытые стаканчики на открытом воздухе без эксикатора. Высушивания и взвешивания прекращают, если разность между повторными взвешиваниями не превышает 0,2 г. Почвы с высоким содержанием органического вещества могут при повторных взвешиваниях иметь большую массу, чем при предыдущих, из-за окисления органического вещества при высушивании. В таких случаях для расчетов следует брать наименьшую массу.

2. Обработка результатов

Массовое отношение влаги в почве(%) в процентах вычисляют по формуле

$$W = \frac{m_1 - m_0}{m_0 - m} \cdot 100$$

где m_1 - масса влажной почвы со стаканчиком и крышкой, г;

m_2 - масса высушенной почвы со стаканчиком и крышкой, г;

m - масса пустого стаканчика с крышкой, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений. Вычисления проводят до второго десятичного знака с последующим округлением результата до первого десятичного знака.

Допускаемые относительные отклонения результатов параллельных определений от их среднего арифметического при доверительной вероятности 0,95 составляют:

5 % от измеряемой величины при влажности почвы до 10%;

3% от измеряемой величины при влажности почвы свыше 10%.

Контрольные вопросы

1. Что называют оптимальной влажностью почвы?

2. Для чего необходимо определять влажность почвы?
3. В чем заключается сущность метода определения влажности почвы?
4. Как рассчитывают массовое отношение влаги в почве?
5. Какой аналитический метод используется для определения влажности почвы?

Лабораторная работа №17.

Приготовление раствора заданной концентрации.

Цель работы: Освоение навыков приготовления растворов заданной концентрации и методики их количественного анализа.

Оборудование и реактивы: фарфоровая чашка; шпатель; химические стаканы; воронки; мерные колбы на 100 мл; пипетки; бюретки; колбы Эрленмейера. Растворы: серная кислота концентрированная; гидроксид натрия или калия (0,1 М); фенолфталеин.

Приготовление раствора H_2SO_4 заданной концентрации и установка его титра по NaOH.

Рассчитать объем (мл) исходной кислоты, который необходим для приготовления 100 мл 0,1 М раствора. С помощью маленького цилиндра отмерить рассчитанный объем концентрированной серной кислоты, перелить её в мерную колбу на 100 мл, долить дистиллированной водой до метки. Тщательно перемешать раствор.

Небольшим количеством раствора 0,100 М NaOH 1-2 раза ополоснуть бюретку для удаления капель воды со стенок. Заполнить через воронку бюретку рабочим раствором щелочи.

Промойте дистиллированной водой три колбы Эрленмейера. Налейте в них по 10 мл анализируемого раствора кислоты. Не забудьте предварительно пипетку промыть дистиллированной водой и ополоснуть 2-3 раза тем же раствором кислоты.

В коническую колбу внесите 2-3 капли фенолфталеина и поставьте ее на белый лист бумаги под бюретку так, чтобы носик бюретки входил внутрь колбы.

Начинайте титровать, непрерывно перемешивая содержимое колбы. Титровать следует до того момента, когда от добавления одной капли титранта раствор приобретет слабо-розовую окраску.

Повторите титрование три раза, объемы израсходованной щелочи не должны отличаться более чем на 0,2 мл.

Рассчитайте молярную концентрацию эквивалента раствора кислоты:

$$C(1/2 H_2SO_4) = \frac{V(NaOH) \cdot C(NaOH)}{V(H_2SO_4)}$$

$$T = \frac{C(\frac{1}{2}H_2SO_4) \cdot M(1/2 H_2SO_4)}{1000}$$

Результаты оформить в виде таблицы:

№ колбы	$C(NaOH)$ моль/л	$V(NaOH)$ л	$V_{ср}(NaOH)$ л	$V(H_2SO_4)$ л	$C(1/2H_2SO_4)$ моль/л	$T(H_2SO_4)$ г/мл
1						
2						
3						

Контрольные вопросы

1. На чем основаны титриметрические методы анализа?
2. Назовите способы выражения концентрации.
3. Что такое: моль, молярная масса эквивалент, фактор эквивалентности, молярная масса эквивалента?
4. Какой закон лежит в основе расчетов в титриметрическом анализе?
5. Какой вид титрования используется в данной работе?

Лабораторная работа №18

Приготовление рабочего раствора соляной кислоты путем разбавления ее концентрированного раствора.

Цель работы: Изучить способы приготовления точного раствора из навески раствора приближенной концентрацией из раствора известной плотности.

Оборудование и реактивы: фарфоровая чашка; шпатель; химические стаканы; воронки; мерные колбы на 100 мл; пипетки; бюретки; колбы Эрленмейера. Растворы: соляной кислоты (0,1 М); гидроксида натрия или калия (0,1 М); фенолфталеина.

Приготовление 100 мл 0,1 н раствора соляной кислоты.

Вычислите эквивалент соляной кислоты HCl и навеску для 100 мл 0,1н её раствора. Налейте исходную кислоту в цилиндр и ареометром измерьте ее плотность. Определив плотность, найдите по справочным таблицам процентную концентрацию HCl.

Зная процентную концентрацию, вычислите количество и объём исходной (концентрированной) соляной кислоты, необходимой для приготовления раствора.

Массу кислоты вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{100 \cdot M_2}{M_1}$$

где M_1 - количество (г) чистой кислоты HCl , содержащейся в исходном растворе, соответствует процентному содержанию (из таблицы);

M_2 – количество (г) чистой кислоты HCl, необходимой для приготовления 100 мл 0,1н раствора;

X_1 – количество (г) исходной кислоты HCl, необходимой для приготовления 100 мл 0,1н раствора.

Объём кислоты вычисляют по формуле:

$$V = M/d,$$

где M – масса исходной кислоты HCl, необходимой для приготовления 100 мл 0,1н раствора;
 d – плотность исходной кислоты HCl (из таблицы).

Объём исходной соляной кислоты, необходимой для приготовления 100 мл 0,1н раствора, отмерьте градуированной пипеткой, перенесите в мерную колбу на 100 мл и прилейте до метки дистиллированной воды.

Контрольные вопросы

1. Для чего используют ареометр?
2. Какие растворы называются титрованными, установленными?
3. Какие вещества применяют для приготовления точных растворов при определении концентрации кислот и щелочей?
4. Какой объем 94%-ной серной кислоты (плотность $1,83 \text{ г/см}^3$) требуется для приготовления 3 л 2 н раствора?
5. Определите массу соли, которую нужно добавить к 80 г. раствора с массовой долей соли 10 %, чтобы получить раствор с массовой долей этой соли 25 %.

Лабораторная работа №19.

Определение концентрации соляной кислоты (метод нейтрализации)

Цель работы: изучить способы определения концентрации кислоты по заданному веществу.

Оборудование и реактивы: фарфоровая чашка; шпатель; химические стаканы; воронки; мерные колбы на 100 мл; пипетки; бюретки; колбы Эрленмейера. Растворы: соляной кислоты (0,1 М); бура $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ крист.; метиловый оранжевый.

Установка нормальности раствора соляной кислоты по буре.

Титрование выполняется с метиловым оранжевым индикатором, приливая соляную кислоту из бюретки к раствору буры.

Бюретку вымойте, ополосните дистиллированной водой и дважды небольшими порциями приготовленного раствора соляной кислоты. Закрепите бюретку в штатив и заполните (через воронку приготовленным раствором кислоты немного выше нулевого деления. Заполните капилляр бюретки, вытеснив пузырьки воздуха и установите уровень воды так чтобы нижний край мениска был нулевым делением. Воронку снимите с бюретки. В таком виде бюретка готова для титрования. Для удобства титрования готовят «свидетель». В коническую колбу отмерьте 50 мл дистиллированной воды, прибавьте две капли индикатора (метиловый оранжевый) и одну каплю приготовленного раствора кислоты. Раствор окрашивается в бледно-розовый цвет. На основание штатива положите чистый лист белой бумаги и установите в левом углу основания штатива колбу с приготовленным «свидетелем».

В другую коническую колбу отмерьте 20 мл раствора буры (пипетку перед отбором ополосните раствором буры).

Последние капли жидкости из пипетки не выдувайте, а прикоснитесь ее концом к стене колбы и сделайте несколько вращательных движений. К раствору буры прилейте 2 капли индикатора (метиловый оранжевый), колбу с раствором буры и индикатора подставьте под бюретку и приступайте к титрованию. Кислоту прилейте из бюретки медленно, при постоянном перемешивании титруемого раствора плавным круговым движением. Титрование продолжайте до совпадения окраски раствора с окраской «свидетеля». Правильным титрование будет тогда, когда оранжевая окраска (желтая) от одной (последней) капли раствора кислоты изменит свое окрашивание.

Титрование выполните повторно 3-4 раза. Результаты титрования запишите в лабораторный журнал. По результатам титрования вычислите среднее титрование (объем HCl), нормальность и титра раствора кислоты.

Средний объем ($V_{\text{ср}}$) кислоты вычисляют по формуле:

$$V_{\text{ср}} = E_n/n,$$

где E_n – сумма всех случаев титрования;

n – число случаев повторного титрования.

Нормальность вычисляют по формуле:

$$N = \frac{V_{\text{буры}} * N_{\text{буры}}}{V_{\text{HCl}}}$$

Титр вычисляется по формуле:

$$T_{\text{HCl}} = N_{\text{HCl}} * T_{\text{инHCl}}$$

Приготовленным титрованным раствором кислоты выполните контрольное титрование по определению содержания щелочи в растворе.

Контрольные вопросы

1. Что называют нормальностью раствора?
2. Как рассчитать нормальность раствора?
3. Какая реакция лежит в основе кислотно-основного титрования?
4. Какие вещества можно определять с помощью методов кислотно-основного титрования?
5. Что такое индикаторы? Назовите и охарактеризуйте индикаторы, которые вы знаете.

Лабораторная работа №20.

Определение количества гидроксида натрия в растворе.

Цель работы: Изучить способы определения количества щелочи в растворе. Закрепить навыки и умения в работе с измерительной посудой.

Оборудование и реактивы: фарфоровая чашка; шпатель; химические стаканы; воронки; мерные колбы на 100 мл; пипетки; бюретки; колбы Эрленмейера. Растворы: соляной кислоты (0,1 М); бура; метиловый оранжевый.

Ход определения содержания щелочи (NaOH) в растворе выполняют аналогично нахождению нормальности кислоты в буре. Получите у преподавателя или у лаборанта мерную колбу с зашифрованным количеством щелочи и прилейте дистиллированную воду до метки. Раствор щелочи хорошо перемешайте. Ополосните пипетку приготовленным раствором щелочи и отберите 20 мл её в коническую колбу для титрования. Прилейте две капли индикатора (метиловый оранжевый) к раствору щелочи. Установите объём соляной кислоты в бюретке на нулевое деление и выполните титрование щелочи рабочим раствором соляной кислоты до перехода желтой окраски в бледно-розовую от прибавления одной (последней) капли кислоты.

Титрование выполните повторно 3-4 раза. По результатам титрованием выполните вычисления нормальности, титр и количество щелочи в растворе.

Нормальность вычисляется по формуле:

$$N_{\text{щел}} = \frac{N_{\text{HCl}} * V_{\text{HCl}}}{V_{\text{щел}}}$$

Титр вычисляют по формуле:

$$T_{\text{щел}} = N_{\text{щел}} \cdot T_{\text{Ищел}}$$

Количество щелочи в растворе находят по формуле:

$$q = V_{\text{колбы}} \cdot T_{\text{щел}}$$

где q – количество щелочи в растворе, г;

$V_{\text{колбы}}$ – объём колбы, в мл;

$T_{\text{щел}}$ – титр щелочи, вычисленный по результатам титрования.

Контрольные вопросы

1. Какой метод титрования используется в данной работе?
2. Какие ошибки могут возникать при титровании в методе кислотно-основного титрования?
3. Сформулируйте закон эквивалентов.
4. Что показывает титр рабочего раствора по определяемому веществу?
5. Вычислить, сколько граммов гидроксида натрия содержалось в растворе, если на титрование его израсходовано $24,35 \text{ см}^3$ $0,1020 \text{ н}$ раствора H_2SO_4 .

Лабораторная работа №21. Определение жесткости воды

Цель: Изучить способы приготовления реактивов для определения общей жесткости воды. Установить общую жесткость водопроводной воды.

Жесткость воды выражается числом миллиграмм-эквивалентов кальция и магния в 1 л воды. 1 мг-экв соответствует содержанию $20,04 \text{ мг}$ иона Ca^{2+} или $12,16 \text{ мг}$ иона Mg^{2+} .

Различают жесткость временную (устраняемую), обусловленную гидрокарбонатами кальция и магния, и постоянную, обусловленную присутствием в воде сульфатов и хлоридов тех же металлов.

Определение общей жесткости воды сводится к определению общего содержания солей кальция и магния в ней. В комплексонометрическом методе исследуемую воду подщелачивают аммонийным буферным раствором и титруют раствором трилона Б (комплексона III). В качестве индикатора применяют обычно краситель эриохром черный Т.

Если в раствор солей кальция и магния ввести эриохром черный Т, то раствор окрасится в красно-вишневый цвет (кальций и магний с эриохромом черным Т образуют комплексные соединения красного цвета.) При титровании этого раствора трилоном Б, последний образует с кальцием и магнием более прочные комплексные соединения, чем с красителем. Окраска раствора в конце титрования становится синей.

1. Приготовление $0,05 \text{ н}$ раствора трилона Б.

Молекулярный вес трилона Б составляет $372,2$, а грамм-эквивалент его - $186,1 \text{ г}$.

Расчет ведем по формуле:

$$M = (\text{Экв} \cdot N \cdot V) / 1000$$

где Экв – эквивалент трилона Б;

N – нормальность заданного раствора трилона Б;

V – объём заданного раствора трилона Б.

Следовательно для приготовления 100 мл 0,05н раствора требуется:

$$m = (186,1 \cdot 0,05 \cdot 100) / 1000 = 1,86 \text{ г.}$$

Взвесить бюкс на электронных весах. В бюкс поместить навеску трилона Б, близкую к расчетной $\pm 0,1$ г, с точностью до четвертого знака. Навеску перенести в мерную колбу емкостью 100 мл. Растворить навеску в дистиллированной воде и довести до метки. Если раствор мутный, его можно профильтровать. Титр полученного раствора можно проверить по раствору сульфата магния известной концентрации.

2. Приготовление буферного раствора.

1 г хлорида аммония растворить в дистиллированной воде, добавить 10 мл 25%-ного раствора аммиака и довести до 100 мл дистиллированной водой. Хранить в плотно закрытой склянке.

3. Приготовление индикатора.

0,1 г индикатора растворить в 5 мл буферного раствора и довести до 20 мл этиловым спиртом. Возможно использование сухого индикатора. Для его приготовления 0,25 г индикатора нужно смешать с 50 г сухого хлорида натрия, предварительно тщательно растертого в ступке.

4. Определение общей жесткости воды.

Определению общей жесткости воды мешают медь, цинк, марганец и др.

В коническую колбу внести 100мл испытуемой воды из-под крана. Затем туда же добавить 5 мл буферного раствора и 5-7 капель жидкого индикатора. Наблюдать появление красновиншневого окрашивания. В бюретку налить 100 мл раствора трилона Б. Начать титрование при сильном взбалтывании до изменения окраски на синюю.

Если на титрование пошло более 10 мл 0,05н раствора трилона Б определение следует повторить, взяв меньший объем воды.

Опыт повторить три раза, записывая объем раствора трилона Б, израсходованного на титрование. Найти среднее значение:

$$V_{\text{ср}} = (V_1 + V_2 + V_3) / 3$$

Общую жесткость воды (X) в мг·эquiv/л вычисляют по формуле:

$$X = (V_{\text{ср}} \cdot N \cdot 1000) / V_2$$

где $V_{\text{ср}}$ – количество раствора трилона Б, израсходованного на титрование;

N – нормальность раствора трилона Б;

V_2 – объем воды, взятой, для титрования.

Опыт повторить, взяв кипяченую воду.

Вода с жесткостью менее 4 мг·эquiv/л называется мягкой, от 4 до 8 мг·эquiv/л- водой средней жесткости, от 8 до 12 мг·эquiv/л- жесткой и более 12 мг·эquiv/л – очень жесткой.

Сделать выводы.

Контрольные вопросы:

1. Что такое жесткость воды? Чем она обусловлена?
2. Что такое буферный раствор?
3. В каких единицах выражается жесткость воды?
4. Какие вы знаете виды жесткости воды и способы их устранения?
5. Из чего складывается общая жесткость воды?

Лабораторная работа №22. Определение кислотности пищевых продуктов.

Цель работы: Произвести определение кислотности пищевых продуктов.

Оборудование и реактивы: весы лабораторные; бюретки вместимостью 25 см³; воронки стеклянные; колбы мерные, вместимостью 250 см³; колбы конические, вместимостью от 100 до 250 см³; пипетки вместимостью 20-25 см³; стаканы стеклянные лабораторные; фильтры; палочки стеклянные; 0,1н гидроксид калия; фенолфталеин 1%-ный спиртовой раствор; вода дистиллированная.

1. Подготовка к испытанию

Из пробы помещают в стакан навеску массой 5-10 г с погрешностью не более 0,01 г и небольшими порциями добавляют дистиллированную воду. Содержимое стакана перемешивают стеклянной палочкой до получения однородной массы, а затем количественно через воронку переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, смывая частицы продукта дистиллированной водой так, чтобы объем жидкости в мерной колбе не превышал 0,75% ее вместимости. Колбу интенсивно встряхивают и оставляют в покое на 30 мин.

Затем содержимое колбы доводят дистиллированной водой до метки, хорошо перемешивают и фильтруют через складчатый фильтр или вату в сухую колбу. Полученный фильтрат используют для определения кислотности.

2. Проведение испытания

Пипеткой отбирают 20-25 см³ полученного фильтрата в коническую колбу вместимостью 100 см³, прибавляют две-три капли 1%-ного спиртового раствора фенолфталеина и титруют 0,1 моль/дм³ раствором гидроксида натрия или гидроксида калия до получения розового окрашивания, не исчезающего в течение 30 с.

Интенсивно окрашенный фильтрат перед титрованием разбавляют два-три раза дистиллированной водой.

Конец титрования окрашенных растворов устанавливают по лакмусовой бумаге.

3. Обработка результатов

Кислотность, %, в пересчете на соответствующую кислоту, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot K \cdot V_0 \cdot 100}{m \cdot V_1},$$

где V- объем точно 0,1 моль/дм³ раствора гидроксида натрия или гидроксида калия, израсходованный на титрование, см³;

K - коэффициент пересчета на соответствующую кислоту:

для яблочной кислоты - 0,0067 г/см³;

для лимонной кислоты (с одной молекулой воды) - 0,0070 г/см³;

для молочной кислоты - 0,0090 г/см³;

для винной кислоты - 0,0075 г/см³;

V₀ - объем вытяжки, приготовленный из навески, см³;

V₁ - объем фильтрата, отобранный для титрования, см³;

m - масса навески испытуемого концентрата, г.

Кислотность в миллиэквивалентах, т.е. в см³/0,1 моль/дм³ раствора гидроксида натрия или гидроксида калия в пересчете на 100 г продукта, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot V_0 \cdot 100}{m \cdot V_1},$$

где V- объем точно 0,1 моль/дм³ раствора гидроксида натрия или гидроксида калия, израсходованный на титрование, см³;

V₀- объем вытяжки, приготовленный из навески, см³;

V₁- объем фильтрата, отобранный для титрования, см³;

m- масса навески испытуемого концентрата, г.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,05% или 0,5 миллиэквивалентов.

Вычисления проводят с погрешностью не более ±0,01% или 0,1 миллиэквивалента.

Контрольные вопросы

1. Что означает показатель pH?
2. Какую окраску имеют лакмус и фенолфталеин в кислой среде?
3. Почему определение кислотности – важная задача в пищевой промышленности?
4. Как рассчитывают кислотность пищевых продуктов?
5. Какой аналитический метод используется для определения кислотности?

Лабораторная работа №23.

Обратное титрование.

Цель работы: Определить концентрацию хлорид-ионов методом обратного титрования.

Обратное титрование (титрование по остатку) – титрование непрореагировавшего вещества, которое прибавлено в избытке к анализируемому раствору в виде стандартного раствора.

Определение хлорида натрия методом обратного титрования (по Фольгарду)

Оборудование и реактивы: весы аналитические; фарфоровая чашка; шпатель; химические стаканы; воронки; конические колбы на 200 мл; пипетки; бюретки. Растворы: раствор AgNO₃; р-р NH₄CNS; железо-аммиачные квасцы.

Выполнение работы.

На аналитических весах точно отвесить навеску NaCl (m₁ = 0,5798 г) таким образом, чтобы получился 0,1н раствор. Из приготовленного раствора взять 25 мл, перенести в коническую колбу на 200 мл и прилить из бюретки точно отмеренный объем титрованного раствора AgNO₃. Объем раствора AgNO₃ должен быть в 2 раза больше, чем нужно для полного осаждения ионов Cl⁻. Образуется осадок AgCl, а некоторая часть AgNO₃ остается в свободном состоянии. Колбу с мутной жидкостью сильно встряхивают до тех пор пока AgCl не свернется, образуя комки и не осядет на дно. Жидкость становится прозрачной. Прибавляют 2-3 мл железо-аммиачных квасцов и оттитровывают избыток нитрата серебра NH₄CNS до появления красноватого окрашивания не исчезающего при сильном взбалтывании. Расчет проводят по формулам.

$$V_2 (\text{AgNO}_3) = V (\text{NH}_4\text{CNS}) \cdot N (\text{NH}_4\text{CNS}) / N (\text{AgNO}_3), \text{ экв/л.}$$

$$N(\text{NaCl}) = (V_1(\text{AgNO}_3) - V_2(\text{AgNO}_3)) \cdot N(\text{AgNO}_3)$$

$$m_2(\text{NaCl}) = \Xi(\text{NaCl}) \cdot N(\text{NaCl}) \cdot 100/1000, (m_2(\text{NaCl})/m_1(\text{NaCl})) \cdot 100\%$$

где $V_1(\text{AgNO}_3)$ – объем прилитого раствора AgNO_3 , мл.

Контрольные вопросы

1. В чем сущность обратного титрования?
2. Каковы условия выпадения осадка?
3. Что называют произведением растворимости?
4. Что называют титром?
5. Как рассчитать эквивалентную массу солей?

Лабораторная работа №24.

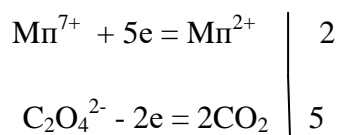
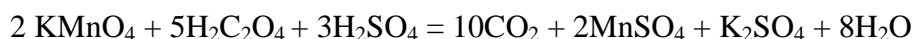
Стандартизация рабочего раствора перманганата калия по 0,1н раствору оксалата натрия

Цель работы: изучить способ приготовления раствора KMnO_4 из навески и особенности установления нормальности по оксалату натрия.

Оборудование и реактивы: Бюретка на 50 мл со стекл. краном; бюкс стеклянный; весы аналитические; весы технические; баня комбинированная лабораторная; воронка; колба мерная стеклянная на 200 мл; колба коническая на 200 мл; пипетка градуированная на 10 мл; пипетка на 20 мл; штатив Бунзена; вода дистиллированная; калия перманганат KMnO_4 кислота серная H_2SO_4 2н; оксалат натрия 0,1н.

В кристаллическом виде перманганат калия KMnO_4 содержит примеси. Концентрация свежеприготовленного раствора KMnO_4 неустойчива вследствие окисления органических веществ и других восстановителей содержащихся в воде. Наиболее устойчивая концентрация раствора KMnO_4 наступает через 5-7 дней после приготовления, поэтому титрованный раствор приготовить из навески нельзя. Первоначально готовят раствор KMnO_4 приближенной концентрации, а затем через 8-10 дней устанавливает нормальность по $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (или соли $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$) в кислой среде.

Взаимодействие перманганата калия с раствором щавелевой кислоты в кислой среде протекает по уравнению:



1. Приготовление 100 мл 0,02 н раствора KMnO_4

Вычислите эквивалент перманганата калия и навеску для 100 мл 0,02н раствора. Эквивалент KMnO_4 вычисляют по формуле:

$$\Xi(\text{KMnO}_4) = M/n,$$

где Э – эквивалент;

М – молекулярная масса KMnO_4 ;

n – число отданных или принятых электронов

Навеску вычисляют по формуле:

$$q(\text{KMnO}_4) = \text{Э}(\text{KMnO}_4) \cdot N(\text{KMnO}_4) \cdot V_{\text{мерной. колбы}}/1000$$

Взвесьте бюкс, а затем бюкс с навеской KMnO_4 близко расчетной навески..⁺ 0,1 – 0,2 г на весах технических и аналитических. Навеску растворите в 100 мл воды в следующей последовательности: в бюкс с навеской прилейте небольшую порцию горячей дистиллированной воды и слейте жидкость с кристаллов через воронку в коническую колбу на 100 мл. Эту операцию повторите до полного растворения, а затем прилейте в колбу оставшуюся часть воды. Раствор KMnO_4 хорошо перемешайте. Колбу закройте пробкой и оберните черной бумагой, и оставьте для отстаивания. Раствор KMnO_4 через 5-7 дней слейте с осадка и установите его нормальность по щавелевой кислоте.

2. Установка нормальности перманганата калия по оксалату натрия.

Чистую бюретку с краном ополосните приготовленным раствором KMnO_4 , заполните бюретку этим раствором и установите мениск жидкости на нулевом делении.

Пипетку сполосните приготовленным раствором оксалата натрия. 20 мл этого раствора перенесите в коническую колбу, прилейте 15-20 мл, 2н раствора H_2SO_4 и нагрейте до 70-80°C (кипятить нельзя, щавелевая кислота разлагается). Горячий раствор титруйте перманганатом калия.

Раствор KMnO_4 приливайте из бюретки по каплям при непрерывном взбалтывании жидкости. Первые капли обесцвечиваются плохо, поэтому не прибавляйте последующую каплю KMnO_4 , пока не произошло обесцвечивание предыдущей. (обесцвечивание ускоряется с образованием сульфата марганца MnSO_4 , выполняющего роль катализатора. Титрование продолжайте до розовой окраски, не исчезающей в течении 1-3 минут, от прибавления последней капли KMnO_4 .

Титрование выполняется повторно 2-3 раза. Объем раствора KMnO_4 в бюретке отсчитывается по верхнему краю мениска.

По результатам титрования вычислите средний объем KMnO_4 , израсходованный на титрование, нормальность и титр **перманганата калия по железу**.

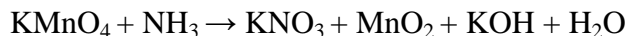
$$N_{\text{KMnO}_4} = \frac{V_{\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4} \cdot N_{\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4}}{V_{\text{KMnO}_4}}$$

$$T_{\text{KMnO}_4/\text{Fe}} = \frac{\text{ЭКВ.}_{\text{Fe}} \cdot N_{\text{KMnO}_4}}{1000}$$

Контрольные вопросы

1. Какой вид титрования используется в данной работе? В чем его сущность?
2. Какое значение имеет фактор эквивалентности в кислой нейтральной и щелочной среде?
3. В какой среде окислительная способность KMnO_4 выше?
4. Рассчитать массу перманганата калия, необходимую для окисления 7,9 г сульфита калия в кислой и нейтральной среде.

5. Расставьте коэффициенты в уравнении окислительно-восстановительной реакции, составив электронный баланс. Укажите окислитель и восстановитель, определите их эквиваленты:



Лабораторная работа №25.

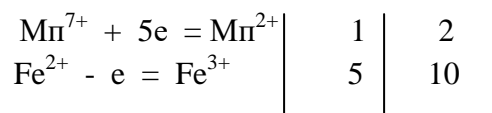
Определение содержания железа (II) в растворе.

Цель работы: определить содержания железа (II) в растворе методом кислотно-основного титрования.

Оборудование и реактивы: Бюретка на 50 мл со стекл. краном; воронка; колба мерная стеклянная на 200 мл; колба коническая на 200 мл; пипетка градуированная на 10 мл; пипетка на 20 мл; штатив Бунзена; вода дистиллированная; калия перманганат KMnO_4 ; кислота серная H_2SO_4 2н; соль мора $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$.

Определение железа в растворе соли Мора.

Определение содержания Fe^{2+} в растворе основано на окислении перманганатом калия в кислой среде до Fe^{3+} :



Ход анализа:

получите у преподавателя или лаборанта колбу с зашифрованным количеством раствора соли Мора и перелейте дистиллированной воды до метки. Раствор в мерной колбе перемешайте. Приготовленным раствором соли Мора ополосните пипетку, 20 мл этого раствора перенесите в коническую колбу, прилейте 15-20 мл 2н раствора H_2SO_4 . Титрование выполните на холоде (при нагревании Fe^{2+} окисляется до Fe^{3+} кислородом воздуха), приливая KMnO_4 из бюретки, медленно, по каплям до появления бледно-розовой (малиновой) окраски, не исчезающей при встряхивании в течении 1-2 минут. Титрование выполните повторно 2-3 раза.

По результатам титрования вычислите количество железа в растворе соли Мора по формуле:

$$q_{\text{Fe}} = \frac{T_{\text{KMnO}_4/\text{Fe}} * V_{\text{KMnO}_4} * V_{\text{мерной.колбы}}}{V_{\text{пипетки}}}$$

где q_{Fe} - масса железа Fe^{2+} , г;

V_{KMnO_4} – средний объём перманганата калия, израсходованный на титрование, средний, мл;

$V_{\text{пипетки}}$ – объём соли Мора на одно титрование, мл;

$V_{\text{мерн.колб.}}$ – объём приготовленного раствора соли Мора, мл.

Контрольные вопросы

1. На чем основано определение содержания Fe^{2+} в данной работе?
2. Почему титрование железа перманганатом калия нужно проводить на холоде?
3. Что при титровании называют точкой эквивалентности?

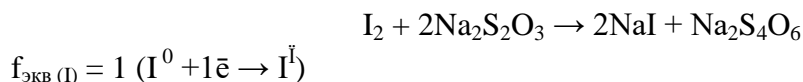
4. В чем сущность перманганатометрии? Рабочие растворы метода, индикатор.
5. Как фиксируется конечная точка титрования перманганатометрии?

Лабораторная работа №26. Определение массовой доли йода в растворе йода

Цель работы: определить массовую долю йода в растворе йода методом кислотно-основного титрования.

Количественное определение

Проводят титрование раствором натрия тиосульфата без индикатора:



Растворяют 10 г пробы соли в 30 мл воды и доводят объем до 50 мл. Добавляют 1 мл 2 н. серной кислоты (6 мл концентрированной серной кислоты разбавляют в мерной колбе водой до 100 мл) и 5 мл 10%-ного раствора KI (100 г KI растворяют в 1 л воды; раствор устойчив 6 месяцев) — при наличии йода развивается желтое окрашивание. Плотнo закрывают колбу и оставляют на 10 мин в темном месте. При этом происходит освобождение йода из йодата, вызванное добавлением серной кислоты, а добавление избыточного количества KI способствует более полному растворению свободного йода, который в обычных условиях нерастворим в воде.

Затем проводят титрование свободного йода тиосульфатом: количество тиосульфата пропорционально количеству освободившегося из соли йода, когда индикатором реакции служит крахмал, образующий с йодом синее окрашивание. К реакционной массе добавляют 0,005 М раствор $Na_2S_2O_3$ (1,24 г $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ в 1 л воды) до получения светло-желтого окрашивания.

Затем добавляют 2 мл раствора крахмала (образуется темно-пурпурное окрашивание) и продолжают титровать до обесцвечивания. Количество йода в мкг/кг определяют по табл. 1.

Контрольные вопросы

1. Перечислите основные методы окисления-восстановления, с чем связано название каждого метода?
2. В чем сущность йодометрического метода? Рабочие растворы этого метода, индикатор
3. Какова качественная реакция на определение йода?
4. 1,2620 г х.ч. йода растворены в мерной колбе на 250 см³. Найти титр полученного раствора.
5. Расставьте коэффициенты в уравнении окислительно-восстановительной реакции, составив электронный баланс. Укажите окислитель и восстановитель, определите их эквиваленты:

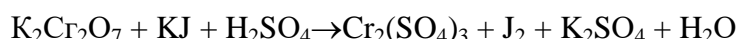


Таблица 1 - Перевод показаний шкалы бюретки в концентрацию йода в пробе (мг/г)

Показания шкалы	мг/г	Показания шкалы	мг/г	Показания шкалы	мг/г
0,0	0,00	3,4	0,0349	6,7	0,0698
0,1	0,001	3,5	0,0360	6,8	0,0709
0,2	0,0021	3,6	0,0370	6,9	0,0719
0,3	0,0032	3,7	0,0381	7,0	0,0730
0,4	0,0042	3,8	0,0391	7,1	0,0741
0,5	0,0053	3,9	0,0402	7,2	0,0751
0,6	0,0063	4,0	0,0413	7,3	0,0762
0,7	0,0074	4,1	0,0423	7,4	0,0772
0,8	0,0085	4,2	0,0434	7,5	0,0783
0,9	0,0095	4,3	0,0444	7,6	0,0794
1,0	0,0106	4,4	0,0455	7,7	0,0804
1,1	0,0116	4,5	0,0466	7,8	0,0815
1,2	0,0127	4,6	0,0476	7,9	0,0825
1,3	0,0138	4,7	0,0487	8,0	0,0836
1,4	0,0148	4,8	0,0497	8,1	0,0846
1,5	0,0159	4,9	0,0508	8,2	0,0857
1,6	0,0169	5,0	0,0519	8,3	0,0868
1,7	0,0180	5,1	0,0529	8,4	0,0878
1,8	0,0190	5,2	0,0540	8,5	0,0889
1,9	0,0201	5,3	0,0550	8,6	0,0899
2,0	0,0212	5,4	0,0561	8,7	0,0910
2,1	0,0222	5,5	0,0571	8,8	0,0920
2,2	0,0233	5,6	0,0582	8,9	0,0930
2,3	0,0243	5,7	0,0592	9,0	0,0942
2,4	0,0254	5,8	0,0603	9,1	0,0952
2,5	0,0265	5,9	0,0614	9,2	0,0963
2,7	0,0275	6,0	0,0624	9,3	0,0973
2,8	0,0286	6,1	0,0635	9,4	0,0984
2,9	0,0296	6,2	0,0645	9,5	0,0995
3,0	0,0307	6,3	0,0656	9,6	0,1005
3,1	0,0317	6,4	0,0667	9,7	0,1016
3,2	0,0328	6,5	0,0677	9,8	0,1026
3,3	0,0339	6,6	0,0688	9,9	0,1037

Лабораторная работа №27.

Приготовление рабочего титрованного раствора нитрата серебра

Цель работы: Изучить способы приготовления точного раствора из навески.

Аргентометрия - метод осадительного титрования, который базируется на реакциях образования трудно растворимых солей серебра.

1. Приготовление 0,1 н. раствора азотнокислого серебра

16,9873 г азотнокислого серебра взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

2. Приготовление 0,2 н. раствора азотнокислого серебра

Отмеривают 200 см³ 0,1 н. раствора азотнокислого серебра в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Растворы азотнокислого серебра хранят в склянках из темного стекла.

Контрольные вопросы

1. В чем сущность метода аргентометрии? Рабочие растворы, индикатор.
2. Каковы условия титрования в методе аргентометрии? Какие ионы мешают определениям в методе аргентометрии?
3. Титр раствора нитрата серебра равен 0,01702 г/мл. Определить его титр по хлориду натрия.
4. Сколько граммов азотнокислого серебра необходимо для приготовления 3 л 0,05 н раствора?
5. В чем особенность комплексонометрии по сравнению с другими методами титриметрического анализа?

РАЗДЕЛ 3. ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Лабораторная работа №28.

Знакомство с устройством колориметра. Фотоколориметрическое определение ионов железа в растворе.

Цель работы. Ознакомиться с методикой фотоколориметрического определения железа. По калибровочной кривой определить содержание железа в растворе.

Фотоколориметрический метод основан на фотоэлектрическом измерении интенсивности окраски растворов. Общий принцип всех систем фотоэлектродиметров заключается в том, что световой поток, прошедший через кювету с окрашенным раствором, попадает на фотоэлемент, преобразующий световую энергию в электрическую, измеряемую гальванометром.

1. Освоить принцип работы на ФЭК, пользуясь предложенной инструкцией.

2. Фотоколориметрический метод определения железа основан на образовании интенсивно окрашенных комплексов железа (III) с тиоцианат-ионами. В зависимости от pH и концентрации реагента образуются комплексные соединения с разным количеством лигандов: от $[\text{Fe}(\text{SCN})]_2^+$ до $[\text{Fe}(\text{SCN})_6]^{3-}$, причем их спектральные характеристики различны. Поэтому для получения воспроизводимых и точных результатов следует обеспечить постоянство концентрации (желательно большой) тиоцианат-ионов во всех растворах.

При соблюдении этого условия растворы тиоцианатных комплексов железа подчиняются закону Бугера-Ламберта-Бера в широком диапазоне концентраций железа. Выбрав светофильтр и фотометрируя анализируемый раствор, можно точно определить концентрацию ионов железа по предварительно построенному калибровочному графику.

Реактивы. Железоаммонийные квасцы $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, стандартный раствор с содержанием железа 0,15 мг/мл (раствор 1). Тиоцианат калия (аммония) KSCN 10% -й раствор. Соляная кислота HCl 2М раствор.

Посуда. Колбы мерные (50 и 100 мл). Пипетка (20 мл). Бюретка (25 мл)

Порядок выполнения работы

1. Выбор светофильтра

Необходимо выбрать такой светофильтр, чтобы поглощение света раствором тиоцианатных комплексов железа было максимальным.

Приготовление раствора тиоцианатных комплексов железа

20 мл стандартного раствора железо-аммонийных квасцов $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ с концентрацией железа 2 мг/мл, подкисленного соляной кислотой, вносят пипеткой на 20 мл в мерную колбу на 100 мл и при перемешивании доводят до метки дистиллированной водой. Этим раствором №1, имеющим концентрацию железа 0,4 мг/мл, будем пользоваться для приготовления всех растворов железа (III) в данной работе.

10 мл раствора №1 вносят в мерную колбу на 50 мл, подкисляют 5 мл 2М HCl , добавляют 5 мл 10% -ного раствора тиоцианата аммония NH_4SCN и при перемешивании доводят до метки дистиллированной водой.

На фотоэлектроколориметре, пользуясь кюветами на 10 мм, измеряют оптическую плотность этого раствора при всех девяти светофильтрах.

Полученные данные заносят в журнал в виде таблицы.

Соотношение окраски растворов и характеристики светофильтров

№ свето- фильтра	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Оптическая плотность									

По этим данным строят кривую светопоглощения в координатах оптическая плотность – номер светофильтра (длина волны) и по графику выбирают такой светофильтр, при котором оптическая плотность максимальна.

2. Построение калибровочного (градуировочного) графика оптическая плотность - концентрация железа

Приготовление растворов тиоцианата железа с различной концентрацией железа.

В три мерные колбы на 50 мл вводят соответственно 5, 8, 10 мл раствора № 1 (концентрация железа (III) в котором 0,4 мг/мл). В каждую из колб добавляют для подкисления по 5 мл 2М HCl и по 5 мл 10%-ного раствора тиоцианата аммония (или калия), при перемешивании растворы доводят до метки дистиллированной водой.

Затем проводят измерения оптических плотностей растворов на ФЭК при выбранном светофильтре. Данные измерений заносят в журнал. На основании этих данных строят градуировочный график в осях оптическая плотность (ось ординат) - концентрация железа (ось абсцисс).

В данной работе измерения оптической плотности растворов на ФЭК можно проводить как с пустой кюветой на пути второго луча (луча сравнения), так и с кюветой заполненной рас-

творителем (с добавками). В первом случае градуировочный график не пойдет через начало координат, во втором случае должен проходить через начало координат. Оба способа измерений для данной работы пригодны, но при этом следует применять его как для построения градуировочного графика, так и при измерении оптической плотности исследуемого раствора.

3. Определение железа в исследуемом растворе

Анализируемый раствор (задача) в колбе вместимостью 100 мл (V_1) доводят до метки водой. 20 мл (V_n) этого раствора вводят в колбу на 50 мл (V_2), добавляют 5 мл 2М HCl, 5 мл 10% раствора тиоцианата калия (аммония) и доводят до метки дистиллированной водой при перемешивании.

Измеряют оптическую плотность этого раствора при выбранной длине волны.

С помощью градуировочного графика определяют концентрацию железа.

Рассчитывают массу железа в исследуемом растворе, учитывая все произведенные разбавления.

Контрольные вопросы

1. Какой метод определения железа используется в данной работе?
2. Какой прибор используется для фотометрического определения железа?
3. В чем состоит сущность метода фотометрии?
4. Что называют раствором сравнения?
5. Каким образом строится калибровочный график?

Лабораторная работа №29. Определение значения pH воды

Цель работы. Ознакомиться с методикой определения pH растворов на pH-метре. Научиться измерять pH растворов электролитов. По калибровочной кривой определить pH раствора, предложенного преподавателем.

Потенциометрия – это метод определения различных физико-химических величин, основанный на измерении электродвижущих сил обратимых гальванических элементов.

Приборы и реактивы. Прибор pH-метр. Колбы мерные на 100 мл. Пипетки на 10 мл. Фильтровальная бумага. Растворы 0,1 н кислот и щелочей.

Порядок выполнения работы

1. Освоить принцип работы на pH-метр, пользуясь предложенной инструкцией.
2. Приготовить серию стандартных растворов. Для этого из 10 мл 0,1 н раствора предложенного преподавателем одного из электролитов (HCl, H₂SO₄, HNO₃, NaOH, KOH) приготовить пять растворов различной концентрации путем разведения. Для этого отбирают пипеткой 10 мл 0,1 н раствора и переносят в мерную колбу на 100 мл и доводят объем в колбе дистиллированной водой до метки.
3. Последующие четыре раствора приготовить из 10 мл предыдущих, поступая точно так же, как в п. 2.
4. Рассчитать концентрации полученных стандартных растворов.
5. Определить pH полученных растворов на приборе pH-метр, начиная с более высоких концентраций.
6. Данные занести в отчетную таблицу.
7. По полученным данным построить калибровочный график в координатах $pH = f(C)$, где pH – водородный показатель, измеренный на приборе; C – концентрация раствора электролита (моль/л).

№ раствора	Концентрация, С, моль/л	pH
1		
2		
3		
4		
5		
исследуемый		

8. При помощи pH-метра измерить pH раствора неизвестной концентрации (исследуемый раствор) и по графику определить его концентрацию.

9. По проделанной работе сделать вывод.

Контрольные вопросы

1. Что называют потенциометрией?
2. Для каких целей используют метод потенциометрии?
3. Какие способы определения pH вы знаете?
4. Каково значение pH в кислой, щелочной и нейтральной средах?
5. Вычислить pH раствора, в котором концентрация $H^+ = 8,1 \cdot 10^{-3}$ моль/л

Лабораторная работа №30. Хроматографическое разделение смеси

Цель работы. Ознакомиться с хроматографическими методами анализа.

Суть метода

Метод хроматографии основан на различной способности компонентов смеси распределяться между двумя несмешивающимися фазами – подвижной и неподвижной.

Неподвижная фаза (НФ):

- Твердое вещество
- Жидкость
- Смесь твердого вещества и жидкости

Подвижная фаза (ПФ, элюент) – пропускается через НФ или течет по ней:

- Жидкость
- Газ

В зависимости от своей природы вещества перемещаются потоком подвижной фазы по неподвижной с разной скоростью, которая обусловлена силой взаимодействия вещества с фазами. Взаимодействие вещества с НФ определяется адсорбцией (прочность связывания), абсорбцией, хемосорбцией и другими процессами. НФ может действовать по принципу молекулярного сита, «просеивая» молекулы по форме и размеру.

Взаимодействие веществ с ПФ определяется различной растворимостью в ней. Из-за сродства вещества к НФ, его скорость меньше скорости ПФ.

Фазы для хроматографического разделения выбирают так, чтобы коэффициенты распределения компонентов смеси в них были различными.

Элюат — раствор, содержащий растворенные вещества смеси. Выходит из слоя НФ.

Разновидности хроматографии

По агрегатному состоянию ПФ:

- Газовая
- Жидкостная

По сорбционному действию НФ:

- Адсорбционная. НФ – твердые вещества с развитой поверхностью и активными центрами, способными к обратимому взаимодействию с молекулами разделяемой смеси.
- Распределительная (абсорбционная). НФ – неподвижно закрепленная жидкость на пористом инертном носителе, несмешивающаяся с подвижной фазой (газ или жидкость). Разделение происходит за счет многократно повторенных актов экстракции.
- Ионообменная. НФ – ионообменная смола, ПФ – электролит. Разделение компонентов смеси основано на установлении ионообменного равновесия между фазами.
- Ситовая

Разделение сложных смесей веществ с разными молекулярными массами. Гели с заданной пористостью удерживают молекулы определенного размера и формы, а крупные молекулы вымываются в порядке уменьшения молекулярной массы. НФ – растворитель внутри пор геля. ПФ – растворитель, перемещающийся вдоль зерен геля.

ПФ	НФ	Хроматографический метода	Аппаратурное оформление
Газ	Жидкость	Газо-жидкостная	Колоночная
	Твердый адсорбент	Газо-адсорбционная	Колоночная
Жидкость	Жидкость	Жидкостно-жидкостная (распределительная, абсорбционная)	Бумажная, тонкослойная, колоночная
	Твердый адсорбент	Жидкостно-адсорбционная	Тонкослойная, колоночная
	Ионообменная смола	Ионообменная	Колоночная
	Гели, молекулярные сита	Гель-фильтрация, ситовая	Колоночная

Жидкостно-адсорбционная хроматография

В процессе хроматографирования происходит сорбция (удерживание веществ адсорбентом) и десорбция (вытеснение подвижной фазой адсорбированных частиц).

Требования к НФ (адсорбент):

- не взаимодействует с разделяемыми веществами и растворителем
- избирательный – обладает как можно большим различием в адсорбируемости веществ разделяемой смеси
- обладает максимальной поглотительной способностью

Классификация адсорбентов:

- полярные (гидрофильные): оксид алюминия, силикагель, гипс, цеолиты, целлюлоза.
- неполярные (гидрофобные): активированные угли, графитовая сажа.

Колоночная хроматография. Разделение органических веществ на колонке с оксидом алюминия или силикагелем

Подготовка хроматографической колонки

Стеклянные колонки диаметром 8–10 мм и емкостью 25–30 мл или бюретки — перед сборкой тщательно моют, сушат, помещают в нижнюю часть тампон из стеклянной или обычной ваты. Закрепляют в штативе так, чтобы под колонкой мог поместиться приемник (коническая колба емкостью 25–30 мл или штатив с пробирками).

Оксид алюминия массой 4–6 г просеивают через сито с размером отверстий 0,25 мм или через сложенный втрое капроновый чулок, помещают в стакан и взмучивают в том растворителе (10–15 мл), который в дальнейшем будет применяться при разделении смеси веществ. Полученную суспензию сорбента небольшими порциями вливают в закрепленную в штативе колонку.

Когда колонка будет наполнена, с верхней части ее стенок оставшийся сорбент смывают тем же растворителем. Верхний слой сорбента должен быть достаточно ровным и плотным, иначе движущийся фронт веществ при разделении будет сильно искажен. Чтобы колонка заполнялась равномерно, по ней постукивают стеклянной палочкой, на которую натянута резиновая трубка. Когда сорбент окончательно осядет, в верхнюю часть колонки на 0,5 см выше поверхности сорбента помещают второй ватный тампон или кружок фильтровальной бумаги – для предохранения сорбента от взмучивания при последующем внесении в колонку растворов разделяемых веществ и растворителя.

Растворитель должен вытекать из колонки со скоростью 30–40 капель в минуту. Если слой сорбента получится слишком плотным и нужная скорость не будет достигнута, ее увеличивают давлением воздуха на верхнюю часть колонки. Для этого можно использовать резиновую грушу.

Смеси разделяемых веществ и растворители для элюирования:

Смеси веществ	Растворитель для заполнения колонки и вытеснения 1 фракции	Растворитель для вытеснения 2 фракции
Азобензол – о-нитроанилин	Тетрахлорметан	Эфир
о-Нитроанилин – эозин	Ацетон – вода, 1:1	Вода
Малахитовый зеленый – эозин	Ацетон – вода, 1:1	Вода
о-Нитроанилин – флуоресцеин	Ацетон – вода, 1:1	Вода
Метилоранж – малахитовый зеленый	Ацетон – вода, 1:1	Вода
Метилоранж – кристаллический фиолетовый	Ацетон – вода, 1:1	Вода

Хроматографическое разделение смеси окрашенных веществ

Когда уровень растворителя в колонке опустится до верхнего тампона ваты, в колонку приливают заранее приготовленный раствор смеси веществ в минимальном количестве растворителя. Во время работы сорбент всегда должен быть покрыт растворителем, иначе в сорбенте образуются воздушные пробки и вымывание зон становится неравномерным.

Остатки раствора разделяемой смеси смывают со стенок колонки небольшим количеством растворителя. Когда уровень раствора опустится до верхнего тампона, осторожно добавляют растворитель (элюент) порциями по 2–3 мл. При промывании колонки растворителем, вытесняют окрашенные зоны в приемники. Для вымывания всех зон можно изменять полярность растворителя. В данной работе для вытеснения второго красителя следует использовать другой растворитель. Если делят смесь бесцветных веществ, то собирают в пробирки небольшие по объему (по

10–20 мл) фракции прошедшей через колонку жидкости (элюата). Затем при помощи тонкослойной хроматографии определяют в каждой фракции наличие или отсутствие вещества.

Тонкослойная хроматография (ТСХ) в незакрепленном слое сорбента. Определение активности Al_2O_3 по Брокману

Подготовка пластинки с незакрепленным слоем сорбента

Для хроматографии в тонких слоях обычно используют оксид алюминия или силикагель. Оксид алюминия просеивают через сито с размером отверстий 0,25 мм или капроновый чулок, сложенный в три слоя.

В держатель вставляют тщательно вымытую и высушенную стеклянную пластинку размером 9 x 12 см, насыпают на нее просеянный сорбент и выравнивают слой с помощью специального валика или стеклянной палочки, на концы которой надеты кольца из резиновой трубки. При выравнивании слоя сорбента валик необходимо тянуть, а не катить. Слой сорбента не должен доходить до левого и правого краев пластинки на 0,5–1,0 см.

На пластинке на расстоянии 1 см от ее нижнего края помечают линию нанесения вещества (линию старта) с помощью тонкой нити или волоса, стараясь не нарушить слой сорбента. На линию старта с помощью специального капилляра наносят растворы веществ на расстоянии 1,0–1,5 см друг от друга и от края пластинки. Каждое вещество (смесь) наносят отдельным капилляром, слегка касаясь слоя сорбента, чтобы его не нарушить. Диаметр пятна нанесенного вещества должен быть не более 2–3 мм. Если нанесено мало вещества (маленькое пятно), то при хроматографировании получатся плохо видимые пятна, а если много, то получатся чересчур большие и плохой формы пятна, которые могут сливаться с пятнами соседних проб, имеющих близкую длину пробега.

После испарения растворителя пластинку с нанесенными пробами помещают в наклонном положении в специальную кювету (хроматографическую камеру), на дно которой наливают растворитель или смесь растворителей («систему»). Стартовая линия должна быть выше уровня растворителя (системы) на 3–5 мм, в противном случае нанесенные вещества смоеет в кювету с растворителем. Растворитель начинает подниматься по пластинке за счет капиллярных сил. Фронт растворителя должен быть горизонтальным. Если растворитель поднимается не горизонтально, то пластинку сразу же вынимают из камеры, дают высохнуть и снова помещают в камеру, отрегулировав горизонтальный подъем растворителя смещением камеры. После установки пластинки камеру закрывают крышкой для предохранения растворителя от испарения.

Через крышку хроматографической камеры наблюдают за продвижением растворителя по пластинке. После того как фронт растворителя поднимется почти до края пластинки (0,5 см до края), ее вынимают из камеры, слегка постукивают по ней, чтобы отметить положение фронта растворителя, и высушивают в вытяжном шкафу. Если хроматографируют неокрашенные вещества, то после высушивания проявляют пятна, помещая пластинку в эксикатор с иодом или рассматривая ее при УФ освещении.

Затем измеряют расстояние от линии старта до линии финиша (Y – длина пробега растворителя) и расстояние от линии старта до середины пятна (X – длина пробега пятна вещества). Определяют фактор замедления R_f (читается эр эф): $R_f = X/Y$. Величина R_f всегда меньше 1 и зависит от следующих основных факторов:

- степени сродства вещества к сорбенту
- свойства сорбента
- природы элюента

Определение активности Al_2O_3 по Брокману

При определении активности оксида алюминия используются растворы стандартных красителей в CCl_4 . Для этих красителей известны значения R_f на оксиде алюминия разной степени

активности в CCl_4 . На подготовленную пластинку наносятся растворы красителей как описано выше. Хроматографирование проводят в четыреххлористом углероде. Пластинку высушивают в вытяжном шкафу. Для каждого красителя рассчитывают значение R_f и сравнивают эти значения с табличными данными.

Краситель	Активность по Брокману			
	II	III	IV	V
Азобензол	0,59	0,74	0,85	0,95
п-Метоксиазобензол	0,16	0,49	0,69	0,89
Судан желтый	0,01	0,25	0,57	0,78
Судан красный	0,001	0,1	0,33	0,56
п-Аминоазобензол	0,000	0,03	0,08	0,19

Тонкослойная хроматография в закрепленном слое сорбента. Разделение и идентификация смеси 2,4-динитрофенилгидразонов (ДНФГ) карбонильных соединений

2,4-ДНФГ карбонильных соединений интенсивно окрашены в желтый или красный цвет и видны на пластинках без дополнительного проявления. Поэтому 2,4-ДНФГ часто используются для идентификации карбонильных соединений методом ТСХ.

Подбор системы растворителей

При выполнении работы студент получает задачу (смесь 2,4-ДНФГ, состоящую из 2–3 веществ) и набор индивидуальных 2,4-ДНФГ («свидетели»), которые могут входить в состав задачи. Вещества растворяют в хлороформе (или хлористом метиле), каждое вещество в отдельной склянке.

Берут пластинку размером 5 x 6 см и простым карандашом аккуратно, стараясь не повредить слой сорбента, намечают линию старта. Линия старта должна находиться на расстоянии 0,5–0,7 см от нижнего края пластинки. На этой линии помечают точки нанесения вещества, которые должны располагаться на расстоянии 0,5–0,8 см друг от друга и от края пластинки. Затем в эти точки наносят растворы веществ. Причем в центре наносят задачу, а по краям «свидетели». Вещества наносят тонким капилляром, слегка касаясь поверхности пластинки. Диаметр пятна не должен превышать 2 мм.

После этого экспериментально подбирают систему растворителей, в которой смесь 2,4-ДНФГ будет четко разделяться, а пятна веществ (большая часть) на хроматограмме располагаться в районе значений R_f 0,4–0,8. В качестве элюента используют смесь гексана (петролейного эфира) и этилацетата (серного эфира), соотношение растворителей устанавливают опытным путем, постепенно увеличивая полярность системы.

При подборе системы растворителей в хроматографическую камеру вначале наливают 3–5 мл неполярного растворителя (гексана или петролейного эфира), помещают в камеру пластинку и наблюдают, поднимаются пятна на хроматограмме или нет. Если пятна веществ не поднимаются, то пластинку вынимают из камеры и высушивают. А в камеру добавляют 0,5 – 1,0 мл полярного растворителя (этилацетат или диэтиловый эфир) и снова повторяют хроматографирование. Повторив несколько раз такую операцию, находят приблизительное соотношение растворителей в системе. Затем в мерном цилиндре готовят свежую систему растворителей и хроматографируют в ней вновь подготовленную пластинку с 2,4-ДНФГ. При малых и близких значениях R_f хроматографирование одной и той же пластинки можно повторить два или три раза в той же системе. Перед повторным хроматографированием пластинку необходимо высушивать. Пятна

веществ на хроматограмме должны быть правильной формы (круглые или слегка вытянутые) и хорошо видны. Если пятно плохо видно, необходимо увеличить концентрацию вещества на пластинке. Для этого в одну и ту же точку наносят вещество несколько раз. Если пятно вещества имеет «хвост», необходимо уменьшить концентрацию вещества. Для этого разбавляют приготовленный раствор вещества.

Идентификация 2,4-ДНФГ

После хроматографирования сравнивают значения R_f соединений смеси и свидетелей и делают вывод о составе анализируемой смеси. При необходимости повторяют хроматографирование в подобранной системе, исключив свидетели, которые заведомо не входят в состав смеси.

Контрольные вопросы

1. Как классифицируют хроматографические методы анализа?
2. Виды хроматографических методов анализа?
3. В чем основные преимущества хроматографических методов?
4. На чем основано разделение веществ на бумаге?
5. Каково практическое применение хроматографии в качественном анализе?

Лабораторная работа №31.

Рефрактометрическое определение количественного состава вещества.

Цель работы. Освоить методику работы на рефрактометре. Определить содержание сахарозы в водном растворе.

Сущность метода.

Рефрактометрический анализ основан на определении концентрации веществ (а также их строения или превращения) по показателю преломления света. Когда луч света переходит из одной прозрачной среды в другую, на границе этих сред направление его меняется, т.е. луч преломляется. Отношение синуса угла падения луча ($\sin\alpha$) к синусу угла его преломления ($\sin\beta$) принято называть показателем преломления:

$$n = \frac{\sin\alpha}{\sin\beta}$$

Поскольку показатель преломления существенно зависит от температуры и длины волны света, при которой измеряют коэффициент преломления, то рефрактометрические определения проводят обычно при длине волны 589,3 нм линии D в спектре излучения натрия и строго постоянной температуре - чаще всего при $20 \pm 0,3^\circ\text{C}$ (требуется термостатирование).

Рефрактометрию используют при определении содержания ароматических и неароматических углеводов и солей в водных растворах, при определении содержания сахарозы и других растворимых сухих веществ в разного рода экстрактах соках и пастах, при определении жирности молока и сливочного масла, при определении содержания общего белка в плазме крови.

Поскольку технические продукты химической, нефтеперерабатывающей, фармацевтической и пищевой промышленности всегда содержат примеси, показатели преломления их всегда отличаются от показателей преломления «чистых» веществ. Поэтому показатель преломления технических продуктов является характеристикой его чистоты. Все приборы, используемые для определения показателя преломления веществ, называются рефрактометрами.

Порядок выполнения работы

Познакомьтесь с устройством рефрактометра.

Установите нуль-пункт рефрактометра по дистиллированной воде (показатель преломления 1,333).

Освоив работу на рефрактометре, приступайте к определению показателя преломления .

Получите у преподавателя немного водного раствора сахарозы неизвестной концентрации и приступайте к измерению показателя этих растворов. Откройте призмы, насухо вытрите ваткой рабочие поверхности. Поместите между призмами пипеткой 1-2 капли анализируемого раствора. Вращением кольца компенсатора добейтесь четкой границы светотени в оптическом поле, поворотом отсчетного барабана доведите границу светотени до ближайшего нижнего деления. Запишите результаты измерения, предварительно высчитав цену деления шкалы прибора. Отсчет показаний рефрактометра при каждом определении делают несколько раз. Поэтому, смещая границу светотени попеременно вверх и вниз по шкале, повторите отсчеты показателя преломления 3-5 раз. После этого промойте и вытрите рабочие поверхности призм, нанесите на них еще 1-2 капли анализируемого раствора, выполните вторую серию измерений. Вычислите среднее значение показателя преломления. Найдите содержание сахарозы в растворе по таблице, приложенной к прибору. Проверьте у преподавателя правильность определения процентного содержания сахарозы в растворе.

По окончании работы проверьте, промойте призмы рефрактометра дистиллированной водой, насухо вытрите ватой, оставьте прослойку гигроскопической ваты между камерами, прибор закройте чехлом.

Контрольные вопросы

1. На чем основан рефрактометрический метод анализа?
2. Какой прибор называют рефрактометром?
3. На каком физическом явлении основана работа рефрактометра?
4. Для каких целей используют рефрактометрический анализ?
5. Какой показатель технических продуктов является характеристикой его чистоты и почему?

Лабораторная работа №32.

Анализ качества воды: водопроводной, питьевой, из открытых источников.

Цель работы. Определить качество воды различного назначения.

Вода играет исключительно важную роль в природе. Она создает благоприятные условия для жизни растений, животных, микроорганизмов. Вода остается жидкостью в температурном интервале, наиболее благоприятном для их жизненных процессов, для огромной массы организмов она является средой обитания.

Вода играет огромную роль в жизнеобеспечении человека. Она используется им непосредственно для питья и хозяйственных нужд, как средство передвижения и сырье для получения промышленных и сельскохозяйственных продуктов, имеет рекреационное значение, велика ее эстетическая значимость.

Для анализа качества водопроводной, питьевой и воды из открытых источников будем пользоваться вышеизложенными методиками.

Проводят:

- определение органолептических показателей (вкус, цвет, запах);
- определение жесткости;
- фотокolorиметрическое определение ионов железа.

Питьевую воду следует анализировать после использования бытовых фильтров.

Контрольные вопросы

1. Какова роль воды в повседневной жизни?
2. Чем обусловлена природная жесткость воды?
3. Какие загрязняющие вещества могут присутствовать в воде?
4. Какие методы очистки воды вы знаете?
5. Как очистить водопроводную воду?

Информационное обеспечение работы студентов по дисциплине «Основы аналитической химии»

Основная учебная литература

1. Никитина, Н. Г. Аналитическая химия: учебник и практикум для СПО / Н. Г. Никитина, А. Г. Борисов, Т. И. Хаханина; под ред. Н. Г. Никитиной [Электронный ресурс]. — Москва: Издательство Юрайт, 2019. — 394 с. — Режим доступа: <https://biblio-online.ru/bcode/433275>
2. Борисов, А. Н. Аналитическая химия. Расчеты в количественном анализе: учебник и практикум для СПО / А. Н. Борисов, И. Ю. Тихомирова [Электронный ресурс]. — Москва: Издательство Юрайт, 2019. — 119 с. — Режим доступа: <https://biblio-online.ru/bcode/437141>

Дополнительная учебная литература

1. Александрова, Э. А. Аналитическая химия в 2-х книгах. Книга 1. Химические методы анализа : учебник и практикум для СПО / Э. А. Александрова, Н. Г. Гайдукова [Электронный ресурс]. — Москва: Издательство Юрайт, 2019. — 537 с. — Режим доступа: <https://biblio-online.ru/bcode/430606>
2. Александрова, Э. А. Аналитическая химия в 2-х книгах. Книга 2. Физико-химические методы анализа: учебник и практикум для СПО / Э. А. Александрова, Н. Г. Гайдукова [Электронный ресурс]. — Москва: Издательство Юрайт, 2019. — 344 с. — Режим доступа: <https://biblio-online.ru/bcode/432754>

Официальные, справочно-библиографические и периодические издания:

а) официальные издания:

1. ГОСТ 23932-90 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия.— Введен в действие 01.01.1991. — Режим доступа: <http://docs.cntd.ru/document/1200024081>
2. ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры. — Введен в действие 01.01.1984. —Режим доступа: <http://docs.cntd.ru/document/1200024082>
3. ГОСТ 9147-80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия. — Введен в действие 01.01.1982. —Режим доступа: <http://docs.cntd.ru/document/1200024165>
4. ГОСТ 8.654-2016 Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Фотометрия. Термины и определения. — Введен в действие 01.01.2017. — Режим доступа: <http://docs.cntd.ru/document/1200140399>
5. ГОСТ 17567-81 Хроматография газовая. Термины и определения. — Введен в действие 01.07.1982. — Режим доступа: <http://docs.cntd.ru/document/1200023215>

б) справочно-библиографические издания:

1. Рабинович, В.А., Хавин, З. Я. Краткий химический справочник [Текст] / В. А. Рабинович, В. А. Хавин. — Ленинград: «Химия», 1991 г. — 432 с. (1экз.)
2. Шретер, В. Лаутеншлегер, К.–Х. Бибрак, Х. Справочник химия [Текст] / В. Шретер, К.-Х. Лаутеншлегер, Х. Бибрак — Москва изд. «Химия», 1989 г. — 648 с. (1экз.)

в) периодические издания:

1. Прикладная аналитическая химия: научно-практический журнал. - 2010 - 2015. - №1 - 2.
- Режим доступа: https://biblioclub.ru/index.php?page=journal_red&jid=344635

Ресурсы информационно-телекоммуникационной сети «Интернет»

1. Сайт «Аналитическая химия в России» – <http://www.rusanalytchem.org>
2. Портал аналитической химии: методики, рекомендации, справочники – <http://www.chemical-analysis.ru>
3. Российский химико-аналитический портал – <http://www.anchem.ru/>

Методические указания для обучающихся по освоению дисциплины

1. Гуськова Л. М., Антонова О. Н. Основы аналитической химии. Методические указания по выполнению внеаудиторной самостоятельной работы для студентов очной формы обучения специальности 19.02.06 «Технология консервов и пищевых концентратов» (базовая подготовка) [Электронный ресурс]. – Рыбное, 2018. – 48 с.- Режим доступа: <http://portal-drti.ru>
2. Гуськова Л. М., Антонова О. Н. Основы аналитической химии. Методические указания к выполнению лабораторных работ для студентов очной формы обучения специальности 19.02.06 «Технология консервов и пищевых концентратов» (базовая подготовка) [Электронный ресурс]. – Рыбное, 2019. – 30 с.- Режим доступа: <http://portal-drti.ru>

Перечень информационных технологий, используемых при осуществлении образовательного процесса, включая перечень лицензионного программного обеспечения и информационных справочных систем

Перечень информационных технологий, используемых в учебном процессе

Наименование программного обеспечения	Назначение
Образовательный портал Moodle	Образовательный портал ДРТИ построен на обучающей виртуальной среде Moodle и доступен по адресу www.portal-drti.ru из любой точки, имеющей подключение к сети Интернет, в том числе из локальной сети ДРТИ. Образовательный портал ДРТИ подходит как для организации online-классов, так и для традиционного обучения. Портал разделен на «открытую» (общедоступную) и «закрытую» части. Доступ к закрытой части осуществляется после предъявления персональной пары «логин-пароль». преподавателем или студентом.
Электронно-библиотечная система ДРТИ ФГБОУ ВО «АГТУ»	Обеспечивает доступ к электронно-библиотечным системам издательств, доступ к электронному каталогу книг, трудам преподавателей, учебно-методическим разработкам ДРТИ, периодическим изданиям.

Возможность доступа к электронно-библиотечным системам

Наименование электронного ресурса, адрес сайта	Назначение
ЭБС «Университетская библиотека on-line»	Фонд библиотеки насчитывает издания более 160 крупнейших современных издательств, выпускающих учебную, научную и иную литературу

Наименование электронного ресурса, адрес сайта	Назначение
http://biblioclub.ru/	туру. Каталог «Университетской библиотеки онлайн» содержит: новейшие грифованные учебники и учебные пособия; научную, научно-популярную, художественную литературу; обучающие мультимедиа, схемы, тесты, тренажеры, презентации, карты и репродукции; эксклюзивные издательские коллекции, включающие востребованную литературу гуманитарной, социальной, юридической, технической и экономической тематик. Имеется программа «Детектор плагиата», позволяющая выявлять нарушения авторских прав в Интернете. Работа может осуществляться из любого места, в котором имеется доступ к сети Интернет.
ЭБС Юрайт https://www.biblio-online.ru	Фонд ЭБС «Юрайт» – это более 5000 наименований учебников и учебных пособий для всех уровней профессионального образования от ведущих научных школ с соблюдением требований новых ФГОС. В ЭБС присутствует возможность: индивидуального неограниченного доступа пользователей к содержимому из любой точки, в которой имеется подключение к сети Интернет; одновременного индивидуального доступа пользователей к содержимому в соответствии с требованиями ФГОС; полнотекстового поиска по содержимому, формирования статистических отчетов по пользователям. Издания в ЭБС представлены с сохранением вида страниц (оригинальной верстки).
ЭБС издательства «Лань» https://e.lanbook.com	ЭБС включает в себя как электронные версии книг издательства «Лань» и других ведущих издательств учебной литературы, так и электронные версии периодических изданий по естественным, техническим и гуманитарным наукам. Предоставляет возможность круглосуточного дистанционного индивидуального пользования для каждого обучающегося из любой точки, в которой имеется доступ к сети Интернет, адрес в сети Интернет, с возможностью просмотра и скачивания на сайте в он-лайн режиме. Предоставляет право доступа к отдельным коллекциям, в частности таким, как «Инженерно-технические науки – Издательство Лань», «Информатика – Издательство Лань», «Физкультура и Спорт – Издательство Физическая культура» ЭБС Лань.

Перечень лицензионного учебного программного обеспечения

Наименование программного обеспечения	Назначение
КОМПАС-3D V15	Учебный комплект программного обеспечения КОМПАС-3DV15. Проектирование и конструирование в машиностроении.
ABBYY FineReader 8.0 CorporateEdition	Система оптического распознавания текста
STDU Viewer	Программа для просмотра электронных документов
GoogleChrome, Opera	Браузер
Windows NT	Графические, интерактивные, многозадачные оперативные системы корпорации Microsoft
Dr.Web	Антивирусные программные продукты
MicrosoftOffice	Приложения – офисные редакторы для работы с текстовыми документами, электронными таблицами, электронными сообщениями, базами данных, изображениями и т.д.

Наименование программного обеспечения	Назначение
КОМПАС-3D V15	Учебный комплект программного обеспечения КОМПАС-3DV15.Проектирование и конструирование в машиностроении.
Moodle	Образовательный портал ДРТИ ФГБОУ ВО «АГТУ»
7-zip	Архиватор

Перечень информационных справочных систем

Наименование ИСС	Назначение
ИСС «Консультант +»	Содержит российское и региональное законодательство, судебную практику, финансовые и кадровые консультации, консультации для бюджетных организаций, комментарии законодательства, формы документов, проекты нормативных правовых актов, международные правовые акты, правовые акты по здравоохранению, технические нормы и правила

Сведения об обновлении информационного обеспечения обучения представлены в локальной сети ДРТИ по адресу: <\\Base\\192.168.10.10> для обмена по дфагту ИТ в обучении