



Федеральное агентство по рыболовству
БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»
Калининградский морской рыбопромышленный колледж

УТВЕРЖДЕНО

Заместитель начальника колледжа
по учебно-методической работе
М.С. Агеева

ЕН.01 ХИМИЯ

Методическое пособие для выполнения лабораторных занятий
по специальности

43.02.15 Поварское и кондитерское дело

МО-43 02 15-ЕН.01.Л3

РАЗРАБОТЧИК Н.М.Пляскина

ЗАВЕДУЮЩИЙ ОТДЕЛЕНИЕМ Н.А.Судьбина

ГОД РАЗРАБОТКИ 2021

ГОД ОБНОВЛЕНИЯ 2022

	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
МО-43 02 15-ЕН.01.ЛЗ	ХИМИЯ	С.2/82

Содержание

Перечень лабораторных занятий	3
Введение	4
Лабораторное занятие № 1 Определение поверхностного натяжения жидкости.....	6
Лабораторное занятие № 2 Определение теплового эффекта химических реакций. Тепловые явления при растворении.....	8
Лабораторное занятие № 3 Определение скорости химических реакций. Факторы, влияющие на скорость химических реакций.....	11
Лабораторное занятие № 4 Определение рН среды различными методами.	14
Лабораторное занятие № 5 Адсорбция уксусной кислоты активированным углем	17
Лабораторное занятие № 6. Получение коллоидных систем	21
Лабораторное занятие № 7 Набухание полимеров	24
Лабораторное занятие № 8 Качественные реакции катионов первой аналитической группы	27
Лабораторное занятие № 9 Качественные реакции катионов второй аналитической группы	35
Лабораторное занятие № 10. Качественные реакции катионов третьей аналитической группы	38
Лабораторное занятие № 11. Качественные реакции катионов четвертой аналитической группы	42
Лабораторное занятие № 12. Качественные реакции катионов пятой аналитической группы	46
Лабораторное занятие № 13. Качественные реакции катионов шестой аналитической группы	51
Лабораторное занятие № 14. Качественные реакции анионов первой, второй и третьей аналитических групп	54
Лабораторное занятие № 15. Определение процентного содержания кристаллизационной воды в кристаллическом хлориде бария	61
Лабораторное занятие № 16. Приготовление раствора щелочи, установка титра и нормальности щелочи по кислоте	64
Лабораторное занятие № 17. Определение временной жесткости воды.....	68
Лабораторное занятие №№ 18-19. Приготовление рабочих растворов перманганата калия и щавелевой кислоты. Установка нормальности и титра перманганата калия по щавелевой кислоте	70
Лабораторное занятие №№ 21-22. Приготовление рабочих растворов тиосульфата натрия, бихромата калия, йода. Установка титра и нормальности тиосульфата натрия по бихромату калия, установка титра и нормальности йода по тиосульфату натрия.....	74
Лабораторное занятие № 23. Определение содержания хлорида натрия в техническом образце поваренной соли методом пипетирования и отдельных навесок.....	79
Список использованных источников:	82

Перечень лабораторных занятий

№ п/п	Наименование лабораторных занятий	Кол-во часов
1	Лабораторное занятие № 1. Определение поверхностного натяжения жидкости	2
2	Лабораторное занятие № 2. Определение теплового эффекта химических реакций. Тепловые явления при растворении	2
3	Лабораторное занятие № 3. Определение скорости химических реакций. Факторы, влияющие на скорость химических реакций	2
4	Лабораторное занятие № 4. Определение pH среды различными методами.	2
5	Лабораторное занятие № 5. Адсорбция уксусной кислоты активированным углем	2
6	Лабораторное занятие № 6. Получение коллоидных систем	2
7	Лабораторное занятие № 7. Набухание полимеров	2
	Итого	14
9	Лабораторное занятие № 8. Качественные реакции катионов первой аналитической группы	2
10	Лабораторное занятие № 9. Качественные реакции катионов второй аналитической группы	2
11	Лабораторное занятие № 10. Качественные реакции катионов третьей аналитической группы	2
12	Лабораторное занятие № 11. Качественные реакции катионов четвертой аналитической группы	2
13	Лабораторное занятие № 12. Качественные реакции катионов пятой аналитической группы	2
14	Лабораторное занятие № 13. Качественные реакции катионов шестой аналитической группы	2
15	Лабораторное занятие № 14. Качественные реакции анионов первой, второй и третьей аналитических групп	2
16	Лабораторное занятие № 15. Определение процентного содержания кристаллизационной воды в кристаллическом хлориде бария	2
17	Лабораторное занятие № 16. Приготовление раствора щелочи, установка титра и нормальности щелочи по кислоте	2
18	Лабораторное занятие № 17. Определение временной жесткости воды	2
19	Лабораторное занятие №№ 18-19. Приготовление рабочих растворов перманганата калия и щавелевой кислоты. Установка нормальности и титра перманганата калия по щавелевой кислоте	3
20	Лабораторное занятие №№ 20-21. Приготовление рабочих растворов тиосульфата натрия, бихромата калия, йода. Установка титра и нормальности тиосульфата натрия по бихромату калия, установка титра и нормальности йода по тиосульфату натрия	3
21	Лабораторное занятие № 22. Определение содержания хлорида натрия в техническом образце поваренной соли методом пипетирования и отдельных навесок	2
22	Лабораторное занятие № 23. Определение общей жесткости воды методом комплексонометрии	2
	Итого	30

	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
МО-43 02 15-ЕН.01.ЛЗ	ХИМИЯ	С.4/82

Введение

Методическое пособие к лабораторным занятиям составлено в соответствии с рабочей программой дисциплины ЕН.01 «Химия».

Рабочей программой дисциплины предусмотрено 44 академических часа для проведения лабораторных занятий, из них:

- для 1-2 разделов по специальности предусмотрено 14 академических часов на проведение 7 лабораторных занятий;

- для 3-4 разделов отведено 30 академических часов на проведение 15 лабораторных занятий.

Целью проведения лабораторных занятий является закрепление теоретических знаний, отработка приемов и приобретение необходимых навыков лабораторных исследований. Лабораторный практикум направлен на стимулирование познавательного интереса обучающихся и ориентирован на будущую профессиональную деятельность.

Перед проведением лабораторного занятия обучающиеся обязаны проработать соответствующий материал, уяснить цель занятия, ознакомиться с содержанием и последовательностью его проведения, а преподаватель – проверить их знания и готовность к выполнению работы, провести инструктаж по технике безопасности.

Лабораторные занятия выполняются в оборудованной лаборатории химии. Для выполнения лабораторного занятия учебная группа разбивается на две подгруппы (по 12–15 человек). Работа выполняется обучающимися индивидуально и самостоятельно. Некоторые опыты могут быть вынесены на демонстрационный эксперимент.

Перед выполнением первого лабораторного занятия проводится вводный инструктаж по технике безопасности для учащихся об общих правилах работы и поведения в лаборатории по специальной инструкции. Отметка о проведении вводного инструктажа по технике безопасности делается в специальном журнале под роспись учащихся.

При подготовке к лабораторному занятию преподаватель и лаборант проверяют исправность необходимого оборудования и комплектование рабочего места учащегося.

	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
МО-43 02 15-ЕН.01.ЛЗ	ХИМИЯ	С.5/82

После выполнения опыта обучающийся должен записать результат испытания с приведением необходимых таблиц, уравнений реакций и расчетных формул. В конце отчета по лабораторному занятию обучающийся должен сделать заключение (вывод), сопоставив опытные данные с теоретическими выкладками, со справочными данными.

Записи делаются лаконично и аккуратно в специальной тетради, таблицы и графики – карандашом.

В процессе выполнения лабораторного занятия необходимо развивать познавательный интерес, самостоятельность обучающегося, обращать особое внимание на интегративный принцип в обучении, прививать студентам умение тщательно выполнять работу, бережно относиться к лабораторной посуде и приборам, экономно расходовать реактивы, строго соблюдать меры безопасности при работе в лаборатории, рационально использовать рабочее время.

Контроль и оценка знаний, обучающихся, должны проводиться систематически после изучения каждой темы предмета. Это должно осуществляться путем фронтального и индивидуального опроса, тестирования, защитой контрольной задачи по результатам собеседования во время лабораторных работ. При оценке лабораторной работы учитываются техника ее выполнения, качество оформления лабораторного журнала, точность результатов анализа.

В последние годы в системе среднего профессионального образования широко стал использоваться тестовый контроль. Его популярность обусловлена многими причинами как содержательного, так и технологического характера. Сюда можно отнести выделение в содержании учебного предмета инвариантной части усвоения, которая обязательна для обучающегося, и внесения в учебные программы вариативного компонента, позволяющего развивать способности студентов, их познавательный и профессиональный интерес. Тестовый контроль может быстрее, чем традиционный, проверить знания студентов, прост для оценивания в современной системе обработки информации и, как правило, является обязательной составной частью новых педагогических технологий.

После каждого лабораторного занятия проводится зачет. На зачете обучающийся должен: знать теорию по данной теме; пояснить, как проводится лабораторный эксперимент; уметь проанализировать полученные результаты (в соответствии с основными требованиями к знаниям и умениям по данной теме рабочей программы).

*Документ управляется программными средствами 1С: Колледж
Проверь актуальность версии по оригиналу, хранящемуся в 1С: Колледж*

	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
МО-43 02 15-ЕН.01.ЛЗ	ХИМИЯ	С.6/82

В результате освоения материала по лабораторным работам у обучающихся формируются следующие компетенции: в результате освоения материала по лабораторным занятиям у обучающихся формируется общая компетенция - ОК 01.

РАЗДЕЛ 1 ФИЗИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

1.1 Агрегатные состояния вещества

Лабораторное занятие № 1. Определение поверхностного натяжения жидкости

Цель работы:

Ознакомиться с методами определения поверхностного натяжения жидкостей

Материальное обеспечение:

- аналитические весы;
- разновесы;
- бюксы;
- сталагмометры (капельницы);
- вода дистиллированная;
- исследуемые жидкости (бензол, глицерин, этиловый спирт, ацетон, растительное масло и др.).

Используемые источники: [1]

Теоретическая часть:

Поверхностным натяжением обладают только жидкости. Поверхностное натяжение – это работа по увеличению поверхности жидкости.

Причиной образования поверхностного натяжения является межмолекулярное взаимодействие. Молекула верхнего слоя жидкости втягивается силами притяжения со стороны молекул внутри жидкости, поэтому поверхность жидкости всегда стремится сократиться. Наличие в поверхностном слое молекул жидкости с некомпенсированными силами приводит к созданию избыточной поверхностной энергии, которая также стремится уменьшиться.

Существует большое число методов определения поверхностного натяжения. Наиболее распространены сталагмометрический метод (метод счета капель) и метод наибольшего давления газовых пузырьков.

Сталагмометрический метод неточен, но применяется часто из-за простоты и быстроты определения. Метод заключается в определении массы капли, вытекающей из капилляра. В момент отрыва масса капли преодолевают силу

*Документ управляется программными средствами 1С: Колледж
Проверь актуальность версии по оригиналу, хранящемуся в 1С: Колледж*

поверхностного натяжения, которое удерживает каплю на конце капиллярной трубки. Чем больше капля, тем больше поверхностное натяжение. Зная число капель воды и исследуемой жидкости и их массы, поверхностное натяжение исследуемой жидкости σ , н/м, вычисляют по формуле

$$\sigma_1 = \sigma_2 (m_1 - m_0) \cdot n_2 / (m_2 - m_0) \cdot n_1, \quad (1)$$

где σ_1 – поверхностное натяжение исследуемой жидкости, н/м;

σ_2 – поверхностное натяжение дистиллированной воды, равное 72,75 н/м;

m_0 – масса пустого бюкса, г;

m_1 – масса бюкса с исследуемой жидкостью, г;

m_2 – масса бюкса с дистиллированной водой, г;

n_1 – число капель исследуемой жидкости, шт.;

n_2 – число капель дистиллированной воды, шт.

Содержание и порядок выполнения работы:

- 1 Ознакомиться с теоретической частью.
- 2 Получить у лаборанта образец исследуемой жидкости.
- 3 Выполнить лабораторное исследование:
 - 3.1 Опыт 1. Метод счета капель.

Взвесить на аналитических весах сухой бюкс (m_0), отсчитать 50-100 капель исследуемой жидкости и снова взвесить (m_1).

Заменить исследуемую жидкость дистиллированной водой (50-100 капель) и снова взвесить (m_2).

Для получения более точного результата лабораторного эксперимента необходимо строго соблюдать правила взвешивания на аналитических весах и аккуратность в проведении опыта, используя только сухой бюкс и незагрязненный капилляр капельницы.

4 Рассчитать поверхностное натяжение исследуемой жидкости по формуле (1).

5 Сделать выводы по результатам лабораторного исследования:

5.1 сравнить размер капель исследуемой жидкости и воды;

5.2 объяснить различие в размерах с точки зрения поверхностного натяжения;

5.3 полученный результат сопоставить со справочными данными.

6 Ответить на контрольные вопросы.

Содержание отчета:

Наименование лабораторной работы

Цель работы

Исследуемый образец жидкости

Отчет о выполнении работы

Даты и подписи обучающегося и преподавателя

Контрольные вопросы:

1 Чем определяются свойства веществ в различных агрегатных состояниях?

2 Какие физические условия называются нормальными?

3 Что такое идеальный и реальный газы? При каких условиях свойства реального газа приближаются к свойствам идеального?

4 Что понимают под сжижением газа? Промышленное применение.

5 Свойства жидкости: поверхностное натяжение, вязкость, текучесть, кипение, испарение.

6 Что является мерой поверхностного натяжения жидкости?

7 Какие факторы влияют на вязкость жидкости?

8 В чем основное различие в строении кристаллических и аморфных тел?

9 Плавление и сублимация твердых тел. В чем суть явлений?

1.2 Основы химической термодинамики, термохимии и химической кинетики

Лабораторное занятие № 2 Определение теплового эффекта химических реакций. Тепловые явления при растворении

Цель работы:

Ознакомиться с тепловыми эффектами при растворении различных веществ

Материальное обеспечение:

- технические весы;
- разновесы;
- химические стаканы на 50-100 мл;
- мерные цилиндры на 25-50 мл;
- термометры;

- цинковая (магниева) пыль;
- медный купорос;
- хлорид натрия;
- едкий натр;
- нитрат аммония;
- вата;
- часовое стекло;
- палочки стеклянные.

Используемые источники: [1]

Теоретическая часть:

Термохимия – раздел физической химии, изучающий тепловые эффекты химических реакций и переходы вещества из одного агрегатного состояния в другое. Химические реакции сопровождаются выделением (экзотермический процесс) или поглощением (эндотермический процесс) теплоты. Основным законом термохимии является закон Гесса, а также его следствие. Запись химической реакции с указанием теплового эффекта (и его знака), называют термохимическим уравнением. Тепловой эффект выражается обычно в килокалориях или килоджоулях (1 ккал = 4,184 кДж).

Процесс растворения в большинстве случаев представляет собой наложение двух процессов: физического и химического, так как происходит взаимодействие частиц вещества с растворителем, и в то же время равномерное их распределение по всему объему. Растворение газов, жидкостей и твердых веществ протекает с различными тепловыми эффектами по знаку.

Растворение твердых веществ складывается из нескольких процессов, каждый из которых сопровождается тепловым эффектом:

- 1) разрушение кристаллической решетки $-Q_1$;
- 2) процесс сольватации $+Q_2$;
- 3) процесс диффузии, но этот эффект настолько мал, что его не учитывают.

Тепловой эффект растворения твердого тела определяется алгебраической суммой двух значений.

Содержание и порядок выполнения работы:

1 Ознакомиться с теоретической частью.

2 Выполнить лабораторные исследования:

*Документ управляется программными средствами 1С: Колледж
Проверь актуальность версии по оригиналу, хранящемуся в 1С: Колледж*

2.1 Опыт 1. Определение теплового эффекта, замещения меди из раствора ее соли цинком (магнием).

Взвесьте на технических весах 5 г медного купороса и растворите в 50 мл воды в стакане с теплоизоляцией (ватой). Замерьте и запишите температуру полученного раствора. Возьмите 1 г цинковой пыли и высыпьте ее в раствор сульфата меди. Размешайте раствор стеклянной палочкой. При помощи термометра определите максимальную температуру раствора. Количество выделившегося при реакции тепла рассчитайте по формуле:

$$Q = (m_{\text{Zn}} + m_{\text{CuSO}_4} + m_{\text{H}_2\text{O}}) \cdot \Delta t \cdot C, \quad (2)$$

где: m_{Zn} , m_{CuSO_4} , $m_{\text{H}_2\text{O}}$ – масса соответственно цинка (магния), сульфата меди и воды;

Δt – изменение температуры раствора, °С;

C – удельная теплоемкость, Дж/(кг · К), равная приблизительно единице.

Полученный результат пересчитайте на 1 г-атом цинка (магния) и запишите термохимическое уравнение данной реакции.

Опыт 2 Тепловые явления при растворении.

В три пронумерованных стакана налейте по 25 мл воды. Измерьте температуру воды. Взвесьте на весах по 10 г поваренной соли, азотнокислого аммония, едкого натра. Затем высыпьте в 1-й стакан поваренную соль, во 2-й стакан – азотнокислый аммоний, в 3-й – едкий натр.

Растворы данных веществ энергично размешайте стеклянными палочками и измерьте температуру полученных растворов. Температура будет изменяться по-разному. Объясните наблюдаемые явления.

3 Сделать выводы по результатам лабораторных исследований.

4 Ответить на контрольные вопросы.

Содержание отчета:

Наименование лабораторной работы

Цель работы

Отчет о выполнении работы

Даты и подписи обучающегося и преподавателя

Контрольные вопросы:

*Документ управляется программными средствами ТС: коллеж
Проверь актуальность версии по оригиналу, хранящемуся в 1С: Коллеж*

1 Что изучает термохимия?

2 Что называется тепловым эффектом химической реакции? Единицы измерения.

3 Какие реакции называются экзотермическими, эндотермическими?

4 Чем отличаются химические уравнения от термохимических?

5 Как формулируются закон Гесса и его следствие?

6 В чем сущность процесса растворения твердых веществ?

7 Какие тепловые явления происходят при растворении?

Лабораторное занятие № 3 Определение скорости химических реакций.

Факторы, влияющие на скорость химических реакций

Цель работы:

Изучить скорость и механизм химических реакций, факторы, влияющие на скорость химических реакций

Материальное обеспечение:

- водяная баня;
- плитка электрическая;
- градуированные пробирки на 20-25 мл, колба на 100 мл;
- термометры;
- 0,1 М $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$;
- 0,1 М H_2SO_4 ;
- 0,1 М и концентрированный раствор FeCl_3 ;
- 0,1 М и концентрированный раствор NH_4SCN (роданид аммония);
- кристаллический NH_4Cl (хлорид аммония);
- палочки стеклянные.

Используемые источники: [1]

Теоретическая часть:

Химическая кинетика изучает скорость и механизм химических реакций, а также влияние на них различных факторов: природы и концентрации реагирующих веществ, температуры, катализаторов и др.

Под скоростью химической реакции понимают изменение концентрации одного из реагирующих веществ в единицу времени. Это может быть или одно из исходных веществ, концентрация которого в процессе реакции уменьшается, или один из образующихся продуктов реакции, концентрация которого с течением

времени возрастает. Зависимость скорости реакции от концентрации веществ в химической кинетике выражается законом действующих масс: *скорость химической реакции (при $T = const$) пропорциональна произведению концентраций реагирующих веществ, взятых в степени, равной стехиометрическому коэффициенту, данного вещества в уравнении реакции.*

Зависимость скорости реакции от температуры определяется эмпирическим правилом Вант-Гоффа: *при повышении температуры на 10 градусов скорость химической реакции увеличивается в 2-4 раза.* Такое увеличение скорости реакции нельзя объяснить только увеличением числа столкновений между молекулами реагирующих веществ. Аррениус впервые высказал предположение, что в химическое взаимодействие вступают только активные молекулы, иначе, обладающие запасом избыточной энергии – энергии активации.

Изменение скорости химической реакции под влиянием катализаторов называется катализом. Механизм действия катализатора сводится к снижению энергии активации. Катализатор одинаково изменяет энергии активации прямой и обратной реакции, находящейся в равновесии.

Направление смещения химического равновесия при изменениях концентрации, температуры и давления подчиняется принципу подвижного равновесия (принципом Ле Шателье): *если на систему, находящуюся в равновесии, воздействовать извне, изменяя какое-нибудь из условий равновесия, то в системе усилится то из направлений процесса, течение которого ослабляет это воздействие.*

Содержание и порядок выполнения работы:

1 Ознакомиться с теоретической частью.

2 Выполнить лабораторные исследования:

2.1 Опыт 1. Зависимость скорости реакции от концентрации реагирующих веществ.

В три пробирки налить:

в 1-ю – 5 мл раствора гипосульфита и 10 мл воды;

во 2-ю – 10 мл раствора гипосульфита и 5 мл воды;

в 3-ю – 15 мл раствора гипосульфита натрия.

В каждую пробирку добавить по 5 мл серной кислоты. Наблюдая появление мути, отметить время в секундах. Результаты записать в таблицу 1.

Документ управляется программными средствами 1С: Колледж

Проверь актуальность версии по оригиналу, хранящемуся в 1С: Колледж

Таблица 1

Номер пробирки	Объем гипосульфита натрия, мл	Объем воды, мл	Время, т, с	Скорость реакции, $u = 1/t$
1				
2				
3				

2.2 Опыт 2. Зависимость скорости реакции от температуры.

В три пробирки налить по 5 мл гипосульфита натрия. Добавить в 1-ю пробирку 5 мл серной кислоты. Отметить время появления мути.

Отдельно нагреть на 10 градусов выше комнатной температуры вторую пробирку с 5 мл гипосульфита натрия и пробирку с 5 мл серной кислоты. Слить растворы и отметить время появления мути.

Повторить опыт, нагревая реактивы на 20 градусов выше комнатной температуры и также замерить время появления мути.

Результаты занести в таблицу 2.

Таблица 2

Номер пробирки	Объем гипосульфита, мл	Объем кислоты, мл	Температура, °С	Время, т, сек	Скорость реакции, $u = 1/t$
1					
2					
3					

2.3 Опыт 3. Химическое равновесие и его смещение.

В колбу на 100 мл вливают по 20 мл 0,1 М FeCl₃ и 0,1 М NH₄SCN. Полученный раствор красного цвета разливают в четыре пронумерованные пробирки.

В 1-ю пробирку вносят 1 мл концентрированного раствора хлорного железа;

во 2-ю пробирку – 1 мл концентрированного раствора роданистого аммония;

в 3-ю пробирку – немного кристаллического хлорида аммония.

Раствор в 4-й пробирке оставляют для сравнения.

Пробирки тщательно перемешивают и наблюдают за изменением окраски растворов, сравнивая с окраской раствора в контрольной пробирке.

Запишите, как изменяется окраска растворов. Используя принцип Ле Шателье, объясните наблюдаемые изменения в исследуемой обратимой химической реакции.

3 Написать уравнения химических реакций для всех опытов и математическое выражение константы равновесия для системы в третьем опыте.

4 Сделать выводы по результатам лабораторных исследований по каждому опыту, проанализировав их с теоретическими выкладками.

5 Ответить на контрольные вопросы.

Содержание отчета:

Наименование лабораторной работы

Цель работы

Отчет о выполнении работы

Даты и подписи обучающегося и преподавателя

Контрольные вопросы:

1 Что понимают под скоростью химической реакции? Единицы измерения.

2 Назовите факторы, влияющие на скорость химической реакции.

3 Зависимость скорости реакции от температуры? Формулировка и математическое выражение правила Вант-Гоффа.

4 Зависимость скорости реакции от концентрации? Формулировка и математическое выражение закона действия масс.

6 Что понимают под химическим равновесием? Для каких реакций оно характерно? Формулировка принципа Ле Шателье.

7 Что называют катализом и катализатором? Их виды и характеристика.

8 Что такое ферменты? В чем заключается специфичность и условия их действия?

1.4 Свойства растворов

Лабораторное занятие № 4 Определение pH среды различными методами.

Цель работы:

Научиться определять pH среды различными методами

Материальное обеспечение:

- pH-метр;
- фарфоровая чашка;
- стеклянная палочка;
- исследуемые растворы;
- универсальный индикатор ПМ (или универсальная индикаторная бумага);

- химические стаканы на 50 мл;
- буферные растворы для калибровки и хранения.

Используемые источники: [1]

Теоретическая часть:

Водородные ионы занимают особое положение среди других ионов вследствие их влияния на ход многих реакций, протекающих в растворе. Для характеристики среды пользуются водородным показателем (рН), который вычисляют по формуле

$$\text{pH} = -\lg c_{\text{H}^+}. \quad (3)$$

Для нейтральной среды $c_{\text{H}^+} = 10^{-7}$ моль/л; $\text{pH} = -\lg 10^{-7} = 7$, в кислых средах $\text{pH} < 7$, в щелочных $\text{pH} > 7$.

Различают *общую* и *активную кислотность*. В разбавленных растворах сильных кислот и щелочей, в которых степень диссоциации $\alpha = 1$, концентрация водородных (или гидроксильных) ионов равна общей концентрации кислот.

В растворах слабых электролитов концентрация ионов меньше общей концентрации вещества и по мере разбавления раствора приближается к ней. Поэтому концентрация водородных ионов равна общей концентрации (c_0), умноженной на степень диссоциации, т.е.

$$c_{\text{H}^+} = c_0 \cdot \alpha. \quad (4)$$

Так как кислотные свойства обусловлены присутствием в растворе ионов водорода, в растворе слабой кислоты только та ее часть является активной, которая распалась на ионы. Таким образом, активная кислотность определяется активностью (концентрацией) водородных ионов и характеризуется рН.

Один из способов определения рН основан на использовании веществ-индикаторов, изменяющих свою окраску в зависимости от степени активной кислотности или щелочности. Их подбирают таким образом, чтобы интервал перехода окраски, различимого глазом, включал то значение рН, которое раствор должен иметь в точке эквивалентности. Например, фенолфталеин меняет свою окраску от бесцветной до красной в пределах рН 8,0 – 9,8; метиловый красный – в пределах рН 4,2-6,3 и т.д.

Способ определения концентрации ионов по измерению потенциала ионоселективного мембранного электрода называют *ионометрией*.

Это простой и удобный метод определения многих ионов в растворе. Современные приборы для прямой потенциометрии называют *иономерами*. Они могут быть использованы при наличии соответствующих индикаторных электродов для определения разных ионов.

Кроме того, все современные иономеры являются и рН-метрами, т.е. их используют и для определения рН разных растворов. В настоящее время промышленностью выпускаются портативные иономеры (рН-метры), позволяющие проводить потенциометрические определения разных веществ, как в лабораториях, так и в полевых условиях.

Наиболее широкое применение нашла прямая потенциометрия для определения рН растворов с использованием стеклянного электрода. При измерении с ним рН-метр настраивают (градуируют) по буферным растворам с известными значениями рН.

Широко используются универсальные индикаторы, представляющие собой смесь нескольких индикаторов с различными интервалами перехода; многократно изменяющие свою окраску при различных рН. Однако их можно использовать лишь для приближенных определений этого показателя. Обычные и универсальные индикаторы могут быть в виде растворов и в виде индикаторной бумаги. К универсальному индикатору прилагается таблица цветов индикатора, соответствующих определенным значениям рН. Появившаяся окраска при смешивании исследуемого раствора с индикатором сравнивается с таблицей цветов.

Содержание и порядок выполнения работы:

1 Ознакомиться с теоретической частью.

2 Выполнить лабораторные исследования:

2.1 Опыт 1. Определение рН раствора с помощью универсального индикатора.

1-2 мл исследуемого раствора наливают в фарфоровую чашку и прибавляют 1-2 капли универсального индикатора, содержимое размешивают стеклянной палочкой, следя за окраской раствора. Окраску индикатора в растворе сравнивают с цветной шкалой на бумаге универсального индикатора.

Этот метод грубый (точность 0,5 рН), но довольно быстрый.

Близок по выполнению и точности метод определения рН с помощью универсальной индикаторной бумаги.

2.2 Опыт 2. Снимите с электрода рН-метра защитный колпачок. Погрузите электрод в исследуемый раствор. Ни при каких обстоятельствах не погружайте электрод более чем на 5 см. Слегка помешайте электродом анализируемый раствор, пока не стабилизируются показания на дисплее.

Для получения точных показаний, перед тем как погрузить электрод в новый образец, рекомендуется сполоснуть его исследуемым раствором.

После работы электрод необходимо вымыть и хранить в защитном колпачке, заполненном специальным раствором.

Ни в коем случае не храните электрод в дистиллированной воде. Используйте для этих целей специальный раствор для хранения или просто оставьте сухим.

3 Сделать выводы по результатам лабораторных исследований.

4 Ответить на контрольные вопросы.

Содержание отчета:

Наименование лабораторной работы

Цель работы

Отчет о выполнении работы

Даты и подписи обучающегося и преподавателя

Контрольные вопросы:

1 Что характеризует водородный показатель?

2 Для чего нужны индикаторы?

3 Какие растворы называются буферными? Приведите примеры буферных растворов с известными значениями рН?

4 Какие существуют способы определения рН среды?

5 В чем заключается подготовка рН-метра к работе?

6 Как хранят и используют рН-электрод?

1.4 Сорбционные процессы

Лабораторное занятие № 5 Адсорбция уксусной кислоты активированным углем

Цель работы:

Изучить явление адсорбции

Материальное обеспечение:

- технические весы;
- разновесы;

- мерные цилиндры на 50 мл;
- колбы конические на 100 мл;
- колбы конические на 250 мл с пробками;
- пипетки на 10 мл;
- воронки;
- 0,1 н NaOH;
- активированный уголь;
- 0,4 н CH₃COOH;
- вода дистиллированная;
- фенолфталеин;
- фильтры бумажные;
- ступки с пестиком.

Используемые источники: [1]

Теоретическая часть:

Явление адсорбции было открыто русским ученым Т.Е. Ловицем в 1785 году. Под *адсорбцией* обычно понимают поглощение одного вещества другим. Вещество, на поверхности которого происходит адсорбция, называется *адсорбентом*, а вещество, которое поглощается, адсорбируется – *адсорбтивом*. Адсорбция может происходить на границе раздела следующих фаз: жидкость - газ, жидкость - жидкость, твердое тело - раствор, твердое тело - газ. Впервые адсорбция изучалась на поверхности твердого адсорбента.

Причиной адсорбции является поверхностная энергия, свойственная каждой поверхности, явление адсорбции сопровождается уменьшением поверхности или за счет снижения поверхностного натяжения.

Адсорбция зависит от природы поглотителя и поглощаемого вещества, от температуры, от давления газа или концентрации растворов.

Зависимость адсорбции, A , моль/кг, от концентрации (в области средней концентрации адсорбируемого вещества в растворе) при данной температуре выражается эмпирическим уравнением Фрейндлиха:

$$A = x/m, \quad (5)$$

где x – количество адсорбируемого вещества, моль;

m – количество взятого адсорбента, кг.

Содержание и порядок выполнения работы:

1 Ознакомиться с теоретической частью.

2 Выполнить лабораторное исследование:

2.1 Опыт 1. Адсорбция уксусной кислоты активированным углем.

В пяти пронумерованных колбах на 250 мл готовят растворы уксусной кислоты путем разбавления исходного раствора дистиллированной водой в следующих соотношениях, указанных в таблице 3.

Таблица 3

Номер колбы	1	2	3	4	5
0,4 н CH_3COOH , мл	40	20	10	5	3
Вода, мл	-	20	30	35	37

Начальное содержание уксусной кислоты, C_0 , определяют титрованием 0,1 н NaOH в присутствии индикатора фенолфталеина в количестве 1-2 капель до слабого розового цвета раствора, исчезающего в течение 30 секунд. Для чего первоначально отбирают пипеткой по 10 мл каждого раствора кислоты и помещают в соответственно пронумерованные колбы на 100 мл. Результаты титрования для последующего расчета концентрации раствора уксусной кислоты.

Далее в каждую колбу с оставшимся объемом кислоты в 30 мл вносят по 1 г активированного угля (предварительно хорошо измельченного в порошок) и закрывают пробками. Обратите внимание на то, что навески угля переносят во все колбы *одновременно!* В течение 15-20 минут взбалтывают содержимое всех колб поочередно.

После этого фильтруют растворы через бумажные фильтры в отдельные конические колбы на 250 мл. Количество адсорбированной кислоты углем, можно узнать, проанализировав количество уксусной кислоты, оставшейся в фильтрате. Для этого отберите по 10 мл каждого фильтрата в отдельные колбы на 100 мл и оттитруйте 0,1 н NaOH аналогично определению начального содержания уксусной кислоты, проводимого до адсорбции. Результаты титрования также запишите.

Нормальную концентрацию (нормальность) уксусной кислоты до адсорбции, C_0 , и после нее, C , в каждой колбе рассчитайте по формуле (закон эквивалентов):

$$C_k \cdot V_k = C_{\text{ц}} \cdot V_{\text{ц}}, \quad (6)$$

где $C_k, C_{щ}$ – нормальность кислоты и щелочи, н (г-экв/л);

$V_k, V_{щ}$ – объемы раствора уксусной кислоты и израсходованной на титрование щелочи, мл.

Определите количество адсорбированной уксусной кислоты, x , в каждой колбе по разнице концентраций: $x = C_0 - C$.

Количество кислоты, поглощенной 1 г адсорбента (угля) из 30 мл ее раствора, x/m , моль/г, определяется по формуле:

$$x/m = (C_0 - C) 30/1000, \quad (7)$$

где m – масса активированного угля, г.

Результаты вычислений занести в таблицу 4.

Таблица 4

Номер колбы	C_0	C	$x = C_0 - C$	x/m
1				
2				
3				
4				
5				

3 Используя данные опыта, построить изотерму адсорбции, откладывая по оси абсцисс значение C , а по оси ординат – количество адсорбированной кислоты на 1 г адсорбента.

4 Сделать вывод по результатам лабораторного исследования о зависимости адсорбции от концентрации растворенных веществ.

5 Ответить на контрольные вопросы.

Содержание отчета:

Наименование лабораторной работы

Цель работы

Отчет о выполнении работы

Даты и подписи обучающегося и преподавателя

Контрольные вопросы:

1 Что называется адсорбцией и абсорбцией?

2 Что называется адсорбентом, адсорбтивом?

3 В чем причина адсорбции? Уравнение Гиббса.

4 Какие виды адсорбентов существуют? Их практическое применение.

5 В чем суть ионообменной адсорбции, хроматографии?

6 Каково значение адсорбционных процессов для пищевых технологий?

7 Почему при некоторых пищевых отравлениях рекомендуется принимать таблетки активированного угля?

8 Для каких целей используется адсорбент силикагель?

РАЗДЕЛ 2. КОЛЛОИДНАЯ ХИМИЯ

2.2 Гидрофобные коллоидно-дисперсные системы

Лабораторное занятие № 6. Получение коллоидных систем

Цель работы:

Ознакомление с различными методами получения и очистки коллоидных систем

Материальное обеспечение:

- мерные цилиндры на 25, 50 мл;
- колбы конические, стаканы на 100 мл;
- вода дистиллированная;
- палочки стеклянные;
- плитка электрическая;
- пробирки, градуированные на 20-25 мл;
- 0,1 М $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$;
- 2 % -ный раствор FeCl_3 ;
- насыщенный раствор желтой кровяной соли;
- 0,1 М H_2SO_4 ;
- раствор нитрата серебра;
- бумага пергаментная или целлофан.

Используемые источники: [1]

Теоретическая часть:

Так как коллоидные системы занимают промежуточное положение между грубодисперсными и истинными растворами, получать их можно *конденсационными* либо *диспергационными* методами.

Методы диспергирования осуществляются путем механического, электрического или ультразвукового дробления веществ до размеров коллоидных частиц. Все эти методы требуют затраты энергии извне.

	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
МО-43 02 15-ЕН.01.ЛЗ	ХИМИЯ	С.22/82

Конденсационные методы делят на физические и химические. Общим для них является процесс возникновения новой фазы путем соединения молекул, ионов, атомов.

К *физическим* относят метод непосредственной конденсации молекул испаряющегося вещества и метод замены растворителя. При методе замены растворителя растворитель, в котором вещество растворяется, образуя истинный раствор, заменяется дисперсионной средой, в которой это вещество нерастворимо.

К *химическим* относят методы получения труднорастворимых веществ при различных химических реакциях (гидролиз, окисление, двойной обмен и т.д.).

Особое место при получении коллоидных систем занимает метод пептизации: *переход свежеприготовленного осадка* (коллоидной степени дисперсности) *в раствор*. В этом случае не происходит изменения степени дисперсности частиц осадка, а только их разьединение.

Важными условиями при получении коллоидных систем являются:

- 1) дисперсная фаза не должна взаимодействовать с дисперсионной средой;
- 2) должна быть достигнута определенная степень дисперсности;
- 3) концентрации растворов должны быть минимальными;
- 4) присутствие стабилизаторов, обуславливающих устойчивость систем.

Очистка коллоидов от присутствующих в нем молекулярно-ионных примесей растворенных веществ называется *диализом*. Диализ основан на разнице в скоростях диффузии истинно- и коллоидно-растворенных веществ через полупроницаемую перегородку. В качестве полупроницаемых перегородок, помимо животных и растительных перепонки, используют искусственные мембраны из целлофана и пергамента.

Содержание и порядок выполнения работы:

- 1 Ознакомиться с теоретической частью.
- 2 Выполнить лабораторное исследование:
 - 2.1 Опыт 1. Получение золя гидроксида железа.

В конической колбе нагревают до кипения 95 мл дистиллированной воды. Не снимая колбы, выключают обогрев и небольшой струей вливают в кипящую воду 5 мл 2 %-ного раствора хлорида железа до образования интенсивной красно-коричневой окраски.

	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
МО-43 02 15-ЕН.01.ЛЗ	ХИМИЯ	С.23/82

Образуется гидрозоль гидроксида железа, стабилизированный хлоридом железа. Золь должен быть совершенно прозрачным в проходящем свете. Составьте уравнение реакции. Напишите формулу мицеллы.

2.2 Опыт 2. Получение золя берлинской лазури.

К 5 мл 2 % -ного раствора хлорида железа при перемешивании приливают 1 мл насыщенного раствора желтой кровяной соли. Выпадает осадок берлинской лазури. На кончике стеклянной палочки вносят в колбу с дистиллированной водой немного этого осадка. Образуется золь ярко-синего цвета. Составить уравнение реакции. Напишите формулу мицеллы берлинской лазури, учитывая преимущественную адсорбцию многовалентного иона $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$.

2.3 Опыт 3. Получение золя серы.

К 10 мл тиосульфата натрия прибавить 4 мл раствора серной кислоты. Наблюдается появление мути. Образуется золь серы. Составьте уравнение реакции. Напишите формулу мицеллы. Каким путем образуется золь?

2.4 Опыт 4. Диализ золя гидроксида железа.

В пергаментный мешочек, сложенный в виде кисета, налейте горячий золь гидроксида железа, полученный в 1 опыте. Поместите его в сосуд с дистиллированной водой. Через 10-12 минут отлейте немного воды, омывающей мешочек, в пробирку и добавьте к ней раствор азотнокислого серебра. Наличие иона хлора обнаруживается по слабому помутнению раствора. Напишите уравнение реакции. Объясните, почему не происходит окрашивание золем воды, омывающей мешочек? Объясните появление в дистиллированной воде ионов хлора.

3 Сделать выводы по результатам каждого лабораторного исследования и определить метод получения коллоида.

4 Ответить на контрольные вопросы.

Содержание отчета:

Наименование лабораторной работы

Цель работы

Отчет о выполнении работы

Даты и подписи обучающегося и преподавателя

Контрольные вопросы:

- 1 Что называется дисперсной системой, дисперсной фазой, дисперсионной средой?
- 2 Какие признаки характерны для дисперсных систем?
- 3 Как связана дисперсность с размером частиц?
- 4 Какие дисперсные системы относятся к коллоидным?
- 5 Какими методами получают коллоидные системы?
- 6 Какова суть методов очистки коллоидных растворов: диализ, электродиализ, ультрафильтрация?
- 7 Что используют в качестве полупроницаемых перегородок?
- 8 Как зависит скорость диффузии от размера частиц?
- 9 Каковы место и роль коллоидных систем в природе и практике?

2.5 Структурообразование в коллоидных системах**Лабораторное занятие № 7 Набухание полимеров***Цель работы:*

Изучить явление набухания полимера и влияние электролитов на процесс студнеобразования

Материальное обеспечение:

- штатив для пробирок;
- градуированные пробирки с притертыми пробками на 15 мл;
- нити резиновые;
- желатин сухой (порошок);
- бензол или бензин;
- вода дистиллированная;
- 0,1 н Na_2SO_4 ;
- 0,1 н H_2SO_4 ;
- 0,1 н NaCl ;
- 0,1 н HCl ;
- 0,1 н NaOH ;
- трубки стеклянные;
- палочки стеклянные.

Используемые источники: [1]

*Документ управляется программными средствами 1С: Колледж
Проверь актуальность версии по оригиналу, хранящемуся в 1С: Колледж*

Теоретическая часть:

Набухание – самопроизвольный процесс поглощения высокомолекулярным веществом (ВМС) низкомолекулярной жидкости, сопровождающийся увеличением его массы и объема. Набухание – избирательное явление, т.е. полимеры способны набухать в тех жидкостях, которые по отношению к ним служат растворителями, например, желатин, агар-агар набухают в воде, каучук, резина – в углеводородных жидкостях. При этом различают два вида набухания – неограниченное и ограниченное.

Студни – структурированные системы, получаемые из растворов ВМС, в отличие от гелей, образованных из коллоидных растворов. Студни можно получать и в результате ограниченного набухания. Причина застудневания (желатинирования, гелеобразования) состоит в возникновении связей между молекулами (частицами) и постепенного упрочнения в системе пространственной сетки.

На процесс структурообразования влияют следующие факторы: концентрация, форма и размер макромолекул полимера или коллоидных частиц, температура, время и присутствие электролитов. Последнее очень сложно. Как правило, катионы мало влияют на студнеобразование, тогда как анионы могут ускорять, а могут замедлять этот процесс.

Содержание и порядок выполнения работы:

1 Ознакомиться с теоретической частью. 2 Выполнить лабораторное исследование:

2.1 Опыт 1. Набухание резиновой нити.

Отрезают 4-5 см резиновой нити и помещают в тонкую стеклянную трубку, длиной 12-15 см с внутренним диаметром немногим больше диаметра нити. Резиновая нить должна находиться в середине трубки, чтобы оба конца нити могли свободно увеличиваться при набухании. Трубку с резиновой нитью помещают в градуированную пробирку с притертой пробкой, вливают бензол (бензин) и закрывают пробкой. Через каждые 5 минут отмечают увеличение нити до тех пор, пока не прекратится увеличение длины нити.

Полученные данные наносят на график, где по оси ординат откладывают длину набухающей нити, а по оси абсцисс – время.

2.2 Опыт 2. Влияние электролитов на набухание (студнеобразование) желатина.

Шесть гранулированных пробирок нумеруют и устанавливают в штатив. В каждую пробирку насыпают порошок сухого желатина (толщина слоя 1 см). Затем в каждую из пробирок вливают по 10 мл различных растворов электролитов и осторожно перемешивают, чтобы частицы желатина опустились на дно. Определяют объем желатина до набухания. После этого, встряхнув пробирки несколько раз, оставляют их в покое. Через час каждую пробирку еще раз встряхивают, дают осадку осесть и измеряют величину объема набухшего желатина в каждой пробирке после набухания.

Степень набухания, α , %, вычисляют по формуле:

$$\alpha = (V - V_0)100 / V_0 , \quad (9)$$

где V_0 и V , объем желатина до и после набухания, мл.

Полученные результаты записывают в таблицу 6.

Таблица 6

Номер пробирки	Раствор электролита	Объем желатина до набухания, см ³	Объем желатина после набухания, см ³	Степень набухания, α , %
1	Na ₂ SO ₄			
2	H ₂ SO ₄			
3	NaCl			
4	HCl			
5	NaOH			
6	H ₂ O			

На основании полученных данных делают вывод о влиянии электролитов на процесс набухания желатина, а также о влиянии природы анионов.

3 Сделать выводы по результатам каждого лабораторного исследования.

4 Ответить на контрольные вопросы.

Содержание отчета:

Наименование лабораторной работы

Цель работы

Отчет о выполнении работы

Даты и подписи обучающегося и преподавателя

Контрольные вопросы:

- 1 Что такое набухание полимеров и какие стадии в нем различают?
- 2 В чем причина набухания?
- 3 Что понимают под степенью набухания? Формула.
- 4 Каково значение набухания в технологии пищевых производств?
- 5 По каким признакам различают ограниченное и неограниченное набухание?
- 6 Какие системы называются студнями?
- 7 Какие факторы влияют на студнеобразование?
- 8 Каково значение студнеобразования в природе, пищевом производстве?

РАЗДЕЛ 3 КАЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ**3.1 Первая аналитическая группа катионов****Лабораторное занятие № 8 Качественные реакции катионов первой аналитической группы***Цель работы:*

Закрепить навыки в работе с лабораторной посудой и реактивами. Изучить свойства катионов K^+ , Na^+ , NH_4^+

Материальное обеспечение:

- вытяжной шкаф;
- держатель для пробирок;
- электроплитки лабораторные с насадками (спиртовки);
- стеклянные палочки;
- штатив «Горка» для реактивов;
- штатив с пробирками;
- вспомогательные материалы (вода дистиллированная, полотенце, мыло);
- проволока платиновая, нихромовая (медная);
- аммиак разбавленный NH_4OH - 2 н
- аммония хлорид NH_4Cl - 0,5 н
- едкий натр $NaOH$ - 2 н
- едкое кали KOH - 2 н
- гексагидроксостибиат (V) калия $K[Sb(OH)_6]$ - насыщ. р-р
- калия хлорид KCl - 0,5 н
- кислота соляная HCl - 2 н

- натрия кобальтинитрит (свежий) $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ - 5 % р-р
- натрий хлорид NaCl - 0,5 н
- реактив Несслера $\text{K}_2[\text{HgI}_4]$ + КОН;
- бумага универсальная индикаторная;
- синее стекло или флакон с раствором индиго.

Используемые источники: [2], [3].

Теоретическая часть:

Аналитическая химия – это наука о методах определения химического состава, структуры веществ и количественного определения состава. Все вещества и материалы характеризуются составом и структурой. Различают качественный и количественный состав вещества. В соответствии с этим в аналитической химии различают два больших раздела: качественный и количественный анализы. Сначала устанавливают качественный состав вещества, а затем определяют содержание элементов методами количественного анализа.

Техника безопасности работы в лаборатории

К выполнению лабораторных работ студенты допускаются только после прохождения инструктажа и обучения правилам техники безопасности и противопожарным правилам, проверки усвоения правил и соответствующего оформления допуска к работе в специальном журнале.

Правила техники безопасности. Обучающиеся несут личную ответственность за несоблюдение требований техники безопасности. Далее перечислены основные требования техники безопасности.

1. При выполнении лабораторных работ следует строго руководствоваться методическими пособиями. Любое отклонение от методики или порядка анализа возможно только с разрешения преподавателя.

2. К выполнению лабораторных работ студенты допускаются только при наличии защитной одежды – халата.

3. Работая с химическими реактивами, необходимо избегать их попадания на руки. Нельзя трогать лицо и глаза руками в процессе работы. Запрещается принимать пищу в лаборатории, в т.ч. жевательную резинку. После работы необходимо тщательно вымыть руки.

4. Запрещается пробовать химические вещества на вкус. Нюхать химические вещества можно, только направляя к себе пары или газы движением руки, а не вдыхая запах полной грудью.

	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
МО-43 02 15-ЕН.01.ЛЗ	ХИМИЯ	С.29/82

5. Для работы можно использовать только реактивы, находящиеся в химической посуде, снабженной этикетками с названиями реактивов.

6. Объемы кислот и щелочей, а также других едких и ядовитых жидкостей разрешается измерять только с помощью мерного цилиндра, автоматической пипетки или пипетки с резиновой грушей.

7. Запрещается наклонять над сосудом, в который наливается жидкость или в котором она нагревается (кипит), так как брызги жидкости могут попасть в лицо и глаза. Запрещается нагревать жидкости в герметически закрытой посуде.

8. Все работы, связанные с выделением летучих веществ, выпариванием и кипячением растворов, содержащих кислоты и аммиак, работы с органическими растворителями, а также сжигание исследуемых веществ производят только в вытяжном шкафу при включенной тяге и опущенном защитном экране.

9. Запрещается работать с легковоспламеняющимися веществами вблизи открытых электронагревательных приборов.

10. При извлечении тиглей из муфеля и их переносе используют специальные щипцы, так как температура в муфеле выше 600 °С. Тигли ставят для охлаждения только на огнестойкую подставку. В эксикатор тигли помещают только после охлаждения.

11. При перемещении колб и химических стаканов с горячими жидкостями нужно соблюдать повышенную осторожность.

12. Работать следует в основном стоя; только работы, не связанные с опасностью воспламенения, разбрызгивания жидкостей, взрыва, можно выполнять сидя. Работать в лаборатории одному запрещается.

13. При работе с электроприборами строго соблюдают все правила, приведенные в описании прибора. Переносить или ремонтировать оборудование, находящееся под напряжением, запрещается.

14. Категорически запрещается оставлять действующие приборы включенными без присмотра.

15. При выполнении работ повышенной опасности (возможность самовозгорания, взрыва, разбрызгивания горячих и агрессивных жидкостей) надевают защитный козырек из оргстекла, предохранительные очки или устанавливают защитный экран.

16. Запрещается включение посторонних электроприборов, в частности зарядных устройств мобильных телефонов, без разрешения преподавателя.

	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
МО-43 02 15-ЕН.01.ЛЗ	ХИМИЯ	С.30/82

17. При работе со стеклянной посудой, сборке и разборке приборов и их деталей из стекла соблюдают следующие меры предосторожности:

- стеклянные трубки вставляют в пробки или в резиновые трубки, предварительно смочив их водой, глицерином или вазелиновым маслом;
- при закрывании пробкой сосуд, обернутый полотенцем, держат за верхнюю часть горла как можно ближе к пробке.

18. Остатки растворителей, концентрированных кислот и щелочей, а также других едких жидкостей сливают в канализацию только после нейтрализации и обезвреживания.

19. В случае воспламенения горючих жидкостей или других веществ нагревательные приборы выключают, сосуды с огнеопасными жидкостями удаляют от огня и принимают меры по ликвидации пожара.

20. В лаборатории необходимо соблюдать и поддерживать порядок и чистоту. По окончании работы выключают электроприборы, тщательно моют использованную посуду, убирают рабочее место, моют руки с мылом и закрывают водопроводные краны.

Первая помощь при несчастных случаях

До прибытия врача первую помощь пострадавшему при несчастном случае должны оказать коллеги по работе. Часто здоровье, а иногда и жизнь пострадавшего зависят от того, насколько быстро и правильно была ему оказана первая помощь. Каждый сотрудник лаборатории и работающий в ней студент обязан знать, как практические приемы первой помощи, так и меры снижения опасности или тяжести травмы в момент несчастного случая.

Наиболее частые травмы при работе в лаборатории – термические и химические ожоги кожи рук и порезы.

При ожогах необходимо соблюдать следующие правила:

- при попадании кислот и щелочей на кожу и при небольшом ожоге пораженное место немедленно промывают большим количеством проточной водопроводной воды в течение 10-30 мин;
- при термических ожогах после обработки водой обожженное место промывают раствором перманганата калия или этиловым спиртом и смазывают мазью от ожогов;

- при химических ожогах кислотой обожженное место после обработки водой промывают 5 %-ным раствором пищевой соды. При ожоге щелочью обожженное место после обработки водой промывают 5 %-м раствором уксусной кислоты;

- при обработке пораженного места содой или кислотой используют ватный тампон, не допуская растекания жидкости по коже;

- при значительных площадях поражения или при попадании кислот и щелочей в глаза необходима срочная медицинская помощь.

В случае пореза рану следует обработать раствором йода или пероксида водорода.

При засорении глаз твердыми частицами не тереть глаза, не делать попыток самому удалить соринку, а немедленно обратиться к врачу.

При отравлении химическими веществами необходимо вызвать врача и одновременно приступить к оказанию первой помощи. Если отравление вызвано вдыханием ядовитых паров или газов, необходимо вынести пострадавшего на свежий воздух, если же оно произошло в результате попадания яда вовнутрь – вызвать рвоту и дать противоядие, в случае необходимости сделать искусственное дыхание. Искусственное дыхание противопоказано при отравлении хлором.

Теоретически базой для классификации катионов может служить Периодическая система элементов Менделеева, которая характеризуется четкой аналогией совокупных свойств элементов внутри каждой их группы.

Поэтому аналитическая классификация катионов на группы проводится не по всей совокупности химических свойств элементов, а по небольшому числу выбранных свойств конкретных ионов, которые определяют конкретную специфику их качественного анализа.

В методическом пособии приводится кислотно-основная схема качественного анализа катионов, в основу которой положено неодинаковое отношение катионов к действию на них разных кислот и оснований, в частности, HCl, H₂SO₄, NaOH, NH₄OH. В соответствии с их действием выделены шесть групп катионов:

Группа	Катионы	Групповой реактив	Краткая характеристика
Первая	K ⁺ , Na ⁺ , NH ₄ ⁺	Отсутствует	-
Вторая	Ag ⁺ , Hg ₂ ²⁺ , Pb ²⁺	HCl	Хлориды нерастворимы в воде и в разбавленных растворах кислот
Третья	Ba ²⁺ , Ca ²⁺	H ₂ SO ₄	Сульфаты нерастворимы в воде и разбавленных

Группа	Катионы	Групповой реактив	Краткая характеристика
			растворах кислот
Четвертая	$Al^{3+}, Cr^{3+}, Zn^{2+}$	NaOH избыток	Гидроксиды растворимы в избытке щелочи
Пятая	$Fe^{2+}, Fe^{3+}, Mn^{2+}, Mg^{2+}$	NaOH	Гидроксиды нерастворимы в избытке щелочи и аммиака
Шестая	$Cu^{2+}, Hg^{2+}, Cd^{2+}, Ni^{2+}, Co^{2+}$	Водный раствор аммиака	Гидроксиды нерастворимы в щелочи, но растворимы в избытке аммиака

К первой аналитической группе катионов относятся: K^+, Na^+, NH_4^+ .

Группового реактива (химического реактива, действующего на катионы всей группы) катионы этой группы не имеют. Реакции с групповыми реактивами называют *общими*. Многие соли этих катионов хорошо растворяются в воде, бесцветны. Соединения калия, натрия, и аммония наиболее растворимы. В воде хорошо растворяются карбонаты, сульфаты, сульфиты, сульфиды, фосфаты, хлориды, гидроксиды и другие соединения калия и натрия.

Катионы первой аналитической группы образуют характерные соединения с немногими *специфическими реактивами* (реактивов, действующих на определенный ион). Реакции со специфическими реактивами называют *частными*.

Многие качественные реакции требуют определенных условий, таких как:

- pH среды определенной величины;
- нагревания или охлаждения;
- механического воздействия (перемешивания стеклянной палочкой);
- добавления спирта этилового и т.д.

Запись результатов наблюдений при изучении качественных реакций дается в виде таблицы:

Определяемый ион (катион или анион)	Реактив (формула и его название)	Условия проведения реакции	Уравнение реакции	Аналитический эффект реакции
NH_4^+	NaOH или KOH Едкие щелочи	Нагревание	$NH_4Cl + NaOH = NaCl + NH_3\uparrow + H_2O$ $NH_4^+ + OH^- = NH_3\uparrow + H_2O$	Резкий запах аммиака; универсальная индикаторная бумага синее

Содержание и порядок выполнения работы:

- 1 Ознакомиться с теоретической частью.
- 2 Получить у лаборанта штатив «Горка» с реактивами.

*Документ управляется программными средствами 1С: Колледж
Проверь актуальность версии по оригиналу, хранящемуся в 1С: Колледж*

3 Выполнить лабораторные исследования:

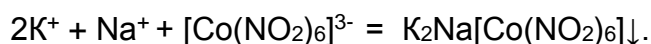
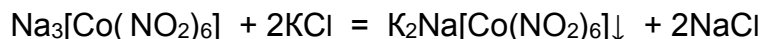
Реакции катиона калия K⁺

Опыт 1 Реакция окрашивания пламени. Летучие соли калия окрашивают бесцветное пламя горелки в бледно-фиолетовый цвет.

Выполнение реакции:

Соль калия, лучше всего KCl, смачивают хлороводородной кислотой и вносят в основание пламени на тонкой платиновой или нихромовой (медной) проволоке, а затем переводят в зону пламени с наивысшей температурой. Даже незначительное количество солей натрия мешает определению, т.к. фиолетовая окраска маскируется желтой окраской, которую придает пламени натрий. Данная реакция является фармакопейной. Смотреть лучше через синее стекло или через плоский флакон с раствором индиго.

Опыт 2 Кобальтинитрит натрия Na₃[Co(NO₂)₆] дает с катионами калия желтый осадок гексанитриткобальтата калия-натрия:



Выполнение реакции:

К 2 каплям раствора соли калия добавляют 2 капли реактива. Наблюдают выпадение желтого осадка.

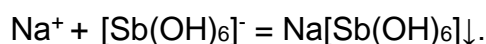
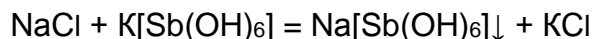
Реакции катиона Na⁺

Опыт 1 Реакция окрашивания пламени. Соли натрия окрашивают бесцветное пламя горелки в желтый цвет. Реакция является фармакопейной.

Выполнение реакции:

Реакцию проводят аналогично с ионом калия.

Опыт 2 Гексагидроксостибиат (V) калия K[Sb(OH)₆] дает с солями натрия в строго нейтральной среде медленно образующийся белый кристаллический осадок:



Выполнение реакции:

К 2 каплям раствора соли натрия добавляют 3 капли реактива. Пробирку охлаждают под струей холодной воды. Одновременно протирают стеклянной

палочкой внутренние стенки пробирки. Наблюдают выпадение белого кристаллического осадка.

Реакции катиона аммония NH_4^+

Опыт 1 Гидроксиды щелочных металлов NaOH и KOH при добавлении к водному раствору соли аммония выделяют аммиак:

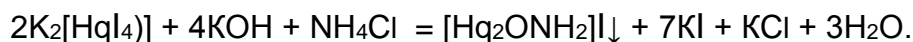


При нагревании раствора аммиак улетучивается.

Выполнение реакции:

К 1 капле раствора соли аммония, помещенной в пробирку, добавляют 3-4 капли NaOH. Держа внутри пробирки универсальную индикаторную бумагу, смоченную водой, нагревают пробирку на спиртовке. На бумаге появляется синее пятно. При выполнении реакций надо следить за тем, чтобы бумага не соприкасалась с внутренними стенками пробирки.

Опыт 2 Реактив Несслера (смесь тетраiodогидраргирум калия $\text{K}_2[\text{HgI}_4]$ с KOH) дает с солями аммония красно-бурый осадок:



Выполнение реакции:

К 1 капле раствора аммония добавляют 3 капли реактива Несслера. Наблюдают выпадение красно-бурого цвета.

4 Сделать вывод по результатам лабораторных исследований.

5 Ответить на контрольные вопросы.

Содержание отчета:

Наименование лабораторной работы

Цель работы

Отчет о выполнении работы

Даты и подписи обучающегося и преподавателя

Контрольные вопросы:

1 Какие катионы относятся к первой аналитической группе?

2 Дайте общую характеристику первой аналитической группы.

3 Какой групповой реактив на первую аналитическую группу?

4 Опишите окрашивание пламени горелки, свойственные катионам калия.

5 Опишите окрашивание пламени горелки, свойственные катионам натрия.

3.2 Вторая аналитическая группа катионов

Лабораторное занятие № 9 Качественные реакции катионов второй аналитической группы

Цель работы:

Изучить свойства катионов Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+} и действие группового реактива

Материальное обеспечение:

- вытяжной шкаф;
- держатель для пробирок;
- электроплитки лабораторные с насадками (спиртовки);
- стеклянные палочки;
- штатив «Горка» для реактивов;
- штатив с пробирками;
- вспомогательные материалы (вода дистиллированная, ерши для пробирок, полотенце, мыло);

- калий иодид KI - 0,5 н
- калия хромат K_2CrO_4 - 1 н
- кислота соляная HCl - 2 н
- ртути одновалентной нитрат $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ - 0,2 н
- свинца нитрат $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ или $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ - 0,2 н
- серебра нитрат AgNO_3 - 0,1 н
- кислота уксусная CH_3COOH - 0,1 н
- бумага универсальная индикаторная.

Используемые источники: [2], [3].

Теоретическая часть:

Ко второй аналитической группе катионов относятся: Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+} .

Групповой реактив – соляная кислота, дающая осадки хлорида серебра AgCl и ртути (I) Hg_2Cl_2 , практически нерастворимые в воде, и малорастворимый хлорид свинца PbCl_2 .

Катионы этой группы в водных растворах бесцветны. Соли ртути (I) и свинца в воде подвергаются гидролизу. При действии щелочи Ag^+ и Hg_2^{2+} образуются

гидроксиды, которые разлагаются на воду и оксиды Ag_2O и Hg_2O ; из растворов свинца при действии щелочей выпадает $\text{Pb}(\text{OH})_2$, обладающий амфотерными свойствами. Катионы второй группы образуют растворимые в воде нитраты и ацетаты. Соединения ртути и свинца обладают высокой токсичностью, поэтому следует соблюдать меры предосторожности при работе с ними.

Содержание и порядок выполнения работы:

- 1 Ознакомиться с теоретической частью.
- 2 Получить у лаборанта штатив «Горка» с реактивами.
- 3 Выполнить лабораторные исследования:

Реакции катиона Pb^{2+}

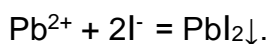
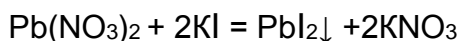
Опыт 1 Хлороводородная кислота и растворимые хлориды HCl и NaCl осаждают из растворов солей свинца (II) со слабокислой реакцией белый хлопьевидный осадок хлорида свинца (II), легко растворимый в горячей воде:



Выполнение реакции:

В пробирку помещают 2 капли раствора нитрата свинца (II) $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ добавляют 2 капли хлороводородной кислоты HCl . К раствору с осадком добавляют 1 мл дистиллированной воды и нагревают смесь на спиртовке. Наблюдают растворение осадка и постепенное его выпадение при охлаждении раствора.

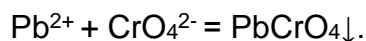
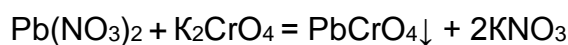
Опыт 2. Иодид калия KI , взаимодействуя с растворами свинцовых солей, дает желтый осадок иодида свинца (II):



Выполнение реакции:

К 2 каплям раствора нитрата свинца (II) добавляют 2 капли раствора иодида калия. В полученный раствор с осадком добавляют 1 мл воды и 3-4 капли разбавленной уксусной кислоты; нагревают смесь на спиртовке в течение 2 мин., затем охлаждают содержимое пробирки под струей воды. Растворившийся при нагревании осадок иодида свинца (II) вновь выпадает в виде красивых золотистых чешуек.

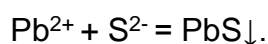
Опыт 3 Хромат калия K_2CrO_4 выделяет из слабокислых растворов солей свинца (II) желтый осадок хромата свинца (II):



Выполнение реакции:

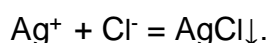
К 2 каплям слабокислого раствора соли свинца (II) добавляют 2 капли раствора хромата калия и наблюдают выпадение осадка.

Опыт 4 Сульфид-анион дает с катионом свинца осадок черного цвета:



Реакции катиона серебра Ag^+

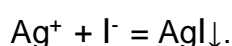
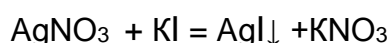
Опыт 1 Хлороводородная кислота HCl и растворимые хлориды осаждают из нейтральных и кислых растворов солей серебра в виде белого творожистого осадка хлорида серебра:



Выполнение реакции:

В пробирку помещают 2 капли раствора нитрата серебра, добавляют к нему 2 капли разбавленной хлороводородной кислоты.

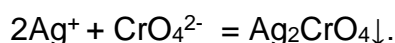
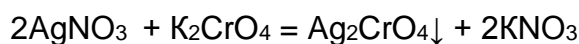
Опыт 2. Иодид калия KI образует с ионом Ag^+ светло-желтый осадок:



Выполнение реакции:

К 2 каплям раствора нитрата серебра добавляют 2 капли иодида калия и наблюдают выпадение желтого осадка.

Опыт 3 Хромат калия K_2CrO_4 выделяет из растворов солей серебра осадок хромата серебра кирпично-красного цвета:



Выполнение реакции:

К 2 каплям нейтрального раствора нитрата серебра добавляют 2 капли раствора хромата калия и наблюдают выпадение осадка кирпично-красного цвета.

Реакции катиона ртути Hg_2^{2+}

	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
МО-43 02 15-ЕН.01.ЛЗ	ХИМИЯ	С.38/82

Опыты 1, 2 и 3 выполнить аналогично. Образуются соответственно осадки: Hg_2Cl_2 белого цвета (каломель), Hg_2I_2 грязно-зеленого цвета, Hg_2CrO_4 красного цвета.

- 4 Сделать вывод по результатам лабораторных исследований.
- 5 Ответить на контрольные вопросы.

Содержание отчета:

- Наименование лабораторной работы
- Цель работы
- Отчет о выполнении работы
- Даты и подписи обучающегося и преподавателя

Контрольные вопросы:

- 1 Какой реактив является групповым для второй аналитической группы?
- 2 Как доказать, что гидроксид свинца (II) обладает амфотерными свойствами?
- 3 Дайте общую характеристику второй аналитической группы.
- 4 Какого цвета образуются осадки при действии на каждый из катионов второй аналитической группы с йодидом калия?
- 5 Какого цвета образуются осадки при действии на каждый из катионов второй аналитической группы с хроматом калия?

3.3 Третья аналитическая группа катионов

Лабораторное занятие № 10. Качественные реакции катионов третьей аналитической группы

Цель работы:

Изучить свойства катионов бария и кальция и действие группового реактива

Материальное обеспечение:

- вытяжной шкаф;
- держатель для пробирок;
- электроплитки лабораторные с насадками (спиртовки);
- промывалки для дистиллированной воды;
- штатив «Горка» для реактивов;
- штатив с пробирками;
- стеклянные палочки;

- вспомогательные материалы (вода дистиллированная, ерши для пробирок, полотенце, мыло);

- кислота серная H_2SO_4 - 2 н
- аммоний оксалат $(NH_4)_2C_2O_4$ - 0,5 н
- аммоний карбонат $(NH_4)_2CO_3$ - 2 н
- барий хлорид $BaCl_2$ - 2 н
- кальций хлорид $CaCl_2$ - 0,5 н
- калий хромат K_2CrO_4 - 1 н
- гексацианоферрат калия (II) $K_4[Fe(CN)_6]$ - 1 н
- спирт этиловый
- аммиак разбавленный NH_4OH - 2 н
- аммиачный буферный раствор ($NH_4Cl + NH_4OH$);
- бумага универсальная индикаторная.

Используемые источники: [2], [3].

Теоретическая часть:

К третьей аналитической группе относятся катионы: Ca^{2+} , Ba^{2+} .

В растворах катионы третьей группы бесцветны, они образуют окрашенные соли с цветными анионами CrO_4^{2-} , $Cr_2O_7^{2-}$, MnO_4^- . Катионы третьей группы образуют значительное количество малорастворимых соединений. Гидроксиды обладают низкой растворимостью.

В качестве группового реактива принимают серную кислоту, образующую белые кристаллические осадки сульфатов $CaSO_4$, $BaSO_4$.

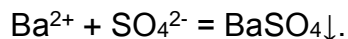
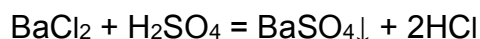
Наименьшую растворимость из них имеет сульфат бария ($1,1 \cdot 10^{-10}$), поэтому он выпадает из растворов в осадок практически мгновенно, а сульфат кальция – только из концентрированных растворов, так как имеет наибольшую растворимость ($6,1 \cdot 10^{-5}$).

Содержание и порядок выполнения работы:

- 1 Ознакомиться с теоретической частью.
- 2 Получить у лаборанта штатив «Горка» с реактивами.
- 3 Выполнить лабораторные исследования:

Реакции катиона бария Ba^{2+}

Опыт 1 Серная кислота выделяет даже из очень разбавленных растворов осадок сульфата бария:

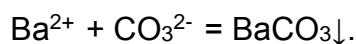
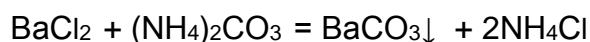


Осадок не растворяется в кислотах и щелочах.

Выполнение реакции:

К одной капле раствора соли бария добавляют 1 каплю разбавленной H_2SO_4 – выпадает белый осадок BaSO_4 .

Опыт 2 Карбонат аммония $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ или другой растворимый карбонат с солями бария дает белый осадок карбоната бария:

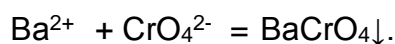
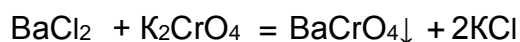


Осадок растворим в разбавленных минеральных кислотах и в уксусной кислоте. Осаждение следует вести в слабощелочной среде (лучше в аммиачной), так как в кислотах осадок растворим.

Выполнение реакции:

В пробирку помещают 2 капли раствора BaCl_2 , добавляют 1 каплю разбавленного аммиака и 2 капли раствора карбоната аммония.

Опыт 3 Хромат калия K_2CrO_4 осаждает из нейтральных или уксуснокислых растворов бариевой соли хромат бария желтого цвета:

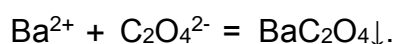
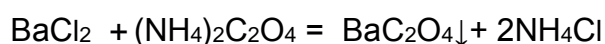


Выполнение реакции:

Реакцию следует проводить в слабокислой среде ацетата натрия (1 капля).

К 1 капле раствора бариевой соли добавляют 1 каплю раствора хромата калия.

Опыт 4 Оксалат аммония $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ образует с солями бария осадок белого цвета:

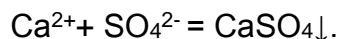
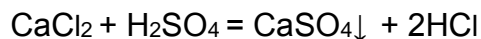


Выполнение реакции:

К 2 каплям раствора соли бария добавляют 2 капли раствора оксалата аммония.

Реакции катиона Ca^{2+}

Опыт 1 Серная кислота H_2SO_4 образует с ионами кальция белый осадок сульфата кальция:

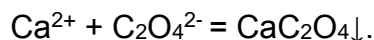
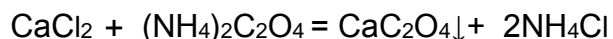


Из-за высокой растворимости сульфата кальция осаждение возможно только из достаточно концентрированных растворов солей кальция. Более полное осаждение сульфата происходит при добавлении к раствору этилового спирта.

Выполнение реакции:

К 3 каплям соли кальция добавляют 3–4 капли разбавленной серной кислоты. К помутневшему раствору приливают 8–10 капель этилового спирта. Наблюдают выпадение осадка.

Опыт 2 Оксалат аммония $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ дает на холоде в нейтральных, уксуснокислых или слабощелочных растворах белый мелкокристаллический осадок оксалата кальция:

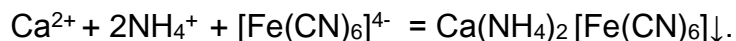
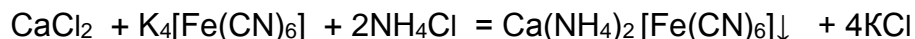


Это наиболее важная качественная реакция иона Ca^{2+} и является фармакопейной.

Выполнение реакции:

К 2 каплям раствора хлорида кальция добавляют 2 капли раствора оксалата аммония.

Опыт 3 Гексацианоферрат (II) калия (желтая кровяная соль) $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ с солями кальция образует в слабощелочной среде желтый кристаллический осадок, нерастворимый в уксусной кислоте:



В присутствии значительных количеств иона Ba^{2+} не рекомендуется применять эту реакцию для открытия ионов Ca^{2+} , т.к. ион Ba^{2+} при достаточном количестве может дать осадок с $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$.

Выполнение реакции:

В пробирку помещают 2 капли раствора хлорида кальция, добавляют 1 каплю раствора хлорида аммония и 2 капли раствора аммиака до щелочной реакции и

	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
МО-43 02 15-ЕН.01.ЛЗ	ХИМИЯ	С.42/82

нагревают 1–2 мин. на спиртовке. К горячему раствору прибавляют 5–6 капель раствора желтой кровяной соли. Вновь нагревают 2–3 мин. Реакция менее чувствительна, чем с оксалатом аммония.

4 Сделать вывод по результатам лабораторных исследований.

5 Ответить на контрольные вопросы.

Содержание отчета:

Наименование лабораторной работы

Цель работы

Отчет о выполнении работы

Даты и подписи обучающегося и преподавателя

Контрольные вопросы:

1 Назовите катионы, относящиеся к третьей аналитической группе.

2 Напишите уравнения с групповым реактивом в молекулярной и ионной формах.

3 Какова очередность осаждения из раствора сульфата бария, кальция? Объясните причины такого порядка.

4 Напишите уравнения качественных реакций на барий-ион, кальций-ион. Укажите аналитический эффект реакций.

3.4 Четвертая аналитическая группа катионов

Лабораторное занятие № 11. Качественные реакции катионов четвертой аналитической группы

Цель работы:

Изучить свойства катионов Al^{3+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} и действие группового реактива

Материальное обеспечение:

- вытяжной шкаф;
- держатель для пробирок;
- электроплитки лабораторные с насадками (спиртовки);
- штатив «Горка» для реактивов;
- штатив с пробирками;
- стеклянные палочки;

- вспомогательные материалы (вода дистиллированная, ерши для пробирок, полотенце, мыло);

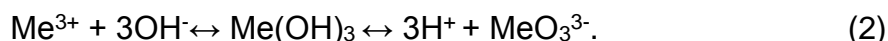
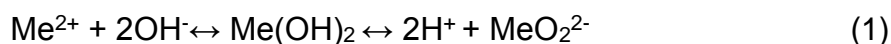
- ализарин красный, насыщенный раствор;
- аммиак разбавленный NH_4OH и концентрированный - 2 н, 25%
- едкое кали KOH - 2 н
- едкий натр NaOH - 2 н
- пероксид водорода H_2O_2 - 3 % р-р
- алюминия хлорид AlCl_3 - 2 н
- хрома сульфат $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$ - 0,5 н
- цинка хлорид ZnCl_2 - 0,5 н
- сульфид натрия Na_2S - 0,5 н
- аммония хлорид NH_4Cl твердый порошок;
- гексацианоферрат калия (III) $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ - 1 н
- бумага универсальная индикаторная.

Используемые источники: [2], [3].

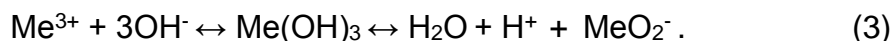
Теоретическая часть:

К четвертой аналитической группе катионов относятся катионы: Al^{3+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} .

Групповым реагентом на катионы четвертой группы является едкая щелочь (в избытке). Образующиеся гидроксиды амфотерны, т.е. способны диссоциировать в растворе и по типу основания, и по типу кислоты:



Но чаще наблюдается более сложное явление диссоциации в связи с тенденцией $\text{Me}(\text{OH})_3$ к отщеплению молекулы воды:



Первая схема соответствует диссоциации в растворе гидроокиси цинка, а третья схема соответствует диссоциации гидроокисей алюминия и хрома.

Хромиты и алюминаты устойчивы только в присутствии избытка щелочи.

Большинство солей катионов четвертой группы в той или иной степени подвергается гидролизу.

Содержание и порядок выполнения работы:

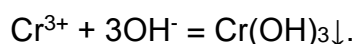
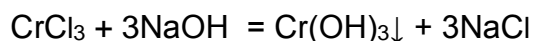
1 Ознакомиться с теоретической частью.

2 Получить у лаборанта штатив «Горка» с реактивами.

3 Выполнить лабораторные исследования:

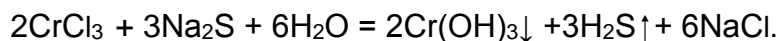
Реакции катиона хрома (III) Cr³⁺

Опыт 1 Гидроксид натрия NaOH является групповым реактивом для четвертой группы. Гидроксид натрия из раствора соли хрома (III) выделяет серо-зеленый аморфный осадок гидроксида хрома (III), который в избытке щелочи растворяется:



Выполнение реакции: К 2 каплям раствора соли хрома (III) добавляют 1 каплю раствора гидроксида натрия или калия, а затем еще несколько капель. Наблюдают выпадение и последующее растворение осадка.

Опыт 2 Сульфид натрия Na₂S выделяет из растворов солей хрома (III) аморфный осадок гидроксида хрома (III):

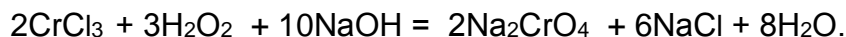


Выполнение реакции:

К 2 каплям раствора соли хрома (III) добавляют 2 капли раствора сульфида натрия. Наблюдают выпадение осадка.

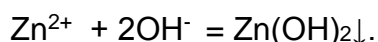
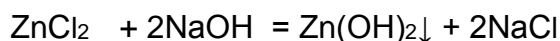
Опыт 3 Пероксид водорода H₂O₂ в присутствии щелочи окисляет ион хрома Cr³⁺ в хромат-ион CrO₄²⁻. Реакция сопровождается характерным внешним признаком – изменением окраски раствора из ярко-зеленой (цвет ионов Cr³⁺) в ярко-желтую (цвет ионов CrO₄²⁻).

Суммарная реакция:



Реакции катиона Zn²⁺

Опыт 1 Гидроксид натрия NaOH как групповой реактив выделяет из растворов солей цинка белый студенистый осадок гидроксида цинка:



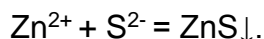
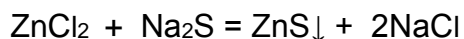
Гидроксид цинка обладает амфотерными свойствами и поэтому растворяется в избытке щелочи.

Выполнение реакции:

*Документ управляется программными средствами 1С: Колледж
Проверь актуальность версии по оригиналу, хранящемуся в 1С: Колледж*

К 2 каплям раствора соли цинка добавляют сначала 1 каплю раствора гидроксида натрия или калия, а затем его избыток. Наблюдают выпадение осадка и последующее растворение его.

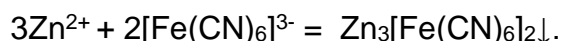
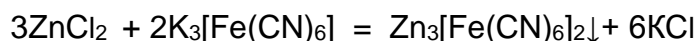
Опыт 2 Сульфид натрия Na_2S осаждает из нейтральных растворов ион цинка в виде белого аморфного сульфида цинка:



Выполнение реакции:

К 2 каплям раствора соли цинка добавляют 2 капли раствора сульфида натрия. Наблюдают выпадение белого аморфного осадка. Реакция является фармакопейной.

Опыт 3 Гексацианоферрат (III) калия $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ (красная кровяная соль) с солями цинка дает коричневато-желтый осадок гексацианоферрата (III) цинка:

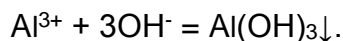
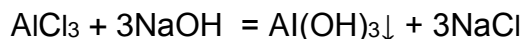


Выполнение реакции:

К 2 каплям раствора соли цинка прибавляют 2 капли раствора красной кровяной соли. Наблюдают выпадение коричневато-желтого осадка.

Реакции катиона Al^{3+}

Опыт 1 Гидроксид натрия NaOH , как групповой реактив, с солями алюминия образует белый осадок гидроксида алюминия $\text{Al}(\text{OH})_3$. Вследствие амфотерного характера гидроксида алюминия осадок растворяется в избытке щелочи:



Выполнение реакции:

К 2 каплям раствора соли алюминия прибавляют сначала 1 каплю раствора гидроксида натрия, а затем его избыток. Наблюдают выпадение осадка гидроксида алюминия и последующее его растворение.

Опыт 2 Ализарин (1,2-диоксиантрахинон) образует с гидроксидом алюминия ярко-красное соединение, так называемый «алюминиевый лак». Это одна из наиболее чувствительных реакций на ион Al^{3+} .

Выполнение реакции:

В пробирку помещают 3 капли соли алюминия и добавляют раствор аммиака до слабощелочной реакции среды (образование $\text{Al}(\text{OH})_3$). Нагревают реакционную смесь до кипения и добавляют к ней 4-5 капель раствора ализарина. Образуется соединение ализарина с гидроксидом алюминия, окрашенное в ярко-красный цвет.

4 Сделать вывод по результатам лабораторных исследований.

5 Ответить на контрольные вопросы.

Содержание отчета:

Наименование лабораторной работы

Цель работы

Отчет о выполнении работы

Даты и подписи обучающегося и преподавателя

Контрольные вопросы:

1 Какие катионы относятся к четвертой аналитической группе?

2 Охарактеризуйте действие группового реактива. Напишите уравнение реакций.

3 Напишите уравнения качественных реакций на цинк-ион. Укажите аналитический эффект.

4 Опишите действие ализарина на алюминий-ион.

5 Какого типа реакции и какие реактивы позволяют обнаружить хром-ион?

3.5 Пятая аналитическая группа катионов

Лабораторное занятие № 12. Качественные реакции катионов пятой аналитической группы

Цель работы:

Изучить свойства катионов Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Mg^{2+} и действие группового реактива

Материальное обеспечение:

- вытяжной шкаф;
- держатель для пробирок;
- электроплитки лабораторные с насадками (спиртовки);
- штатив «Горка» для реактивов;
- штатив с пробирками;

*Документ управляется программными средствами 1С: Колледж
Проверь актуальность версии по оригиналу, хранящемуся в 1С: Колледж*

- стеклянные палочки;
- вспомогательные материалы (вода дистиллированная, ерши для пробирок, полотенце, мыло);

- аммиак разбавленный NH_4OH - 2 н
- аммония хлорид NH_4Cl - 0,5 н
- аммония тиоционат NH_4SCN - 1 н
- едкое кали KOH - 2 н
- едкий натр NaOH - 2 н
- кислота серная H_2SO_4 - 2 н
- калия гексацианоферрат (II) - 1 н
- калия гексацианоферрат (III) - 1 н
- натрия гидрофосфат Na_2HPO_4 - 1 н
- железа закисного сульфат FeSO_4 - 0,5 н
- марганца сульфат MnSO_4 - 0,5 н
- железа хлорид (III) FeCl_3 - 0,5 н
- магния хлорид MgCl_2 - 0,5 н
- пероксид водорода H_2O_2 - 3 %
- натрия сульфид Na_2S - 0,5 н
- бумага универсальная индикаторная.

Используемые источники: [2], [3].

Теоретическая часть:

К пятой аналитической группе относят катионы: Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Mg^{2+} .

Катионы пятой группы в отличие от катионов других групп при взаимодействии со щелочами образуют осадки гидроксидов, нерастворимые в избытке щелочей и растворе аммиака, но под воздействием минеральных кислот (азотной, соляной, серной) они легко переходят в раствор.

Таким образом, групповым реактивом являются растворы щелочей. Растворимость осадков гидроксидов различается для разных катионов.

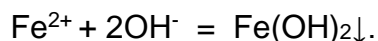
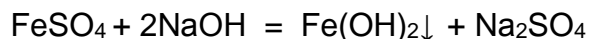
Ионы, образуемые железом и марганцем, могут иметь различную степень окисления и проявляют окислительно-восстановительные свойства. Катионы пятой группы образуют комплексные соединения, обладающие характерными окрасками, что используется в качественном анализе.

Содержание и порядок выполнения работы:

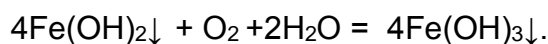
- 1 Ознакомиться с теоретической частью.
- 2 Получить у лаборанта штатив «Горка» с реактивами.
- 3 Выполнить лабораторные исследования:

Реакции катиона железа (II) Fe^{2+}

Опыт 1 NaOH – групповой реактив, количественно осаждает гидроксид железа (II) в осадок бледно-зеленого цвета:



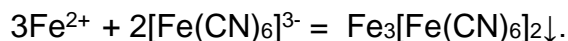
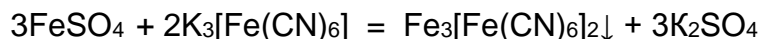
Осадок на воздухе быстро бурет вследствие окисления до гидроксида железа (III):



Выполнение реакции:

К 2 каплям раствора сульфата железа (II) прибавляют 2 капли раствора гидроксида натрия или калия. Наблюдают изменение окраски при стоянии.

Опыт 2 Гексацианоферрат (III) калия $K_3[Fe(CN)_6]$ (красная кровяная соль) выделяет темно – синий осадок турнбулевой сини:



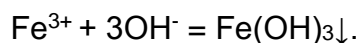
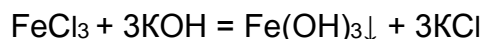
Эта самая чувствительная реакция на соли железа (II). Избытка реактива следует избегать, так как его желтая окраска придает осадку зеленоватый оттенок. Реакция является фармакопейной.

Выполнение реакции:

2 капли раствора сульфата железа (II) подкисляют для подавления гидролиза соли одной каплей разбавленной серной кислоты и добавляют одну каплю раствора кровяной соли.

Реакции катиона железа (III) Fe^{3+}

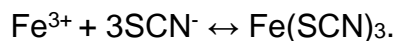
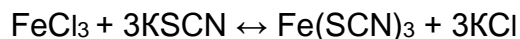
Опыт 1 NaOH – групповой реактив выделяет бурый студенистый осадок гидроксида железа (III):



Выполнение реакции:

К 2 каплям хлорида железа (III) добавляют 2 капли гидроксида натрия или калия.

Опыт 2 Тиоционат калия $KSCN$ или аммония NH_4SCN дает с раствором соли железа (III) в слабокислой среде кроваво-красное окрашивание вследствие образования железо-роданистых комплексов:

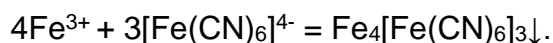
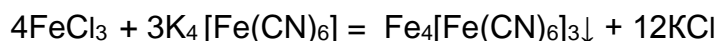


Приведенное уравнение является упрощенным. Реакция обратима, поэтому для повышения ее чувствительности реактив должен быть взят в избытке.

Выполнение реакции:

В пробирку помещают 1 каплю раствора хлорида железа (III) и 2 капли раствора роданида калия (аммония).

Опыт 3 Гексацианоферрат (II) калия $K_4[Fe(CN)_6]$ (желтая кровавая соль) осаждает из солей железа (III) берлинскую лазурь – осадок интенсивного синего цвета:



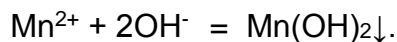
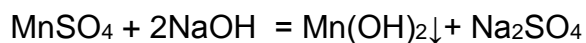
Реакция очень чувствительна.

Выполнение реакции:

К 2 каплям раствора хлорида железа (III) добавляют 2 капли раствора желтой кровавой соли.

Реакции катиона Mn^{2+}

Опыт 1 $NaOH$ – групповой реактив с солями марганца (II) дает белый осадок гидроксида марганца (II):

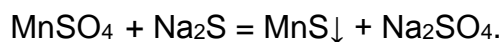


Осадок быстро буреет на воздухе вследствие окисления кислородом воздуха до соединения марганца (IV) MnO_2 или H_2MnO_3 .

Выполнение реакции:

К 2 каплям раствора соли марганца добавляют капли раствора гидроксида натрия или калия. Наблюдают изменение окраски при стоянии.

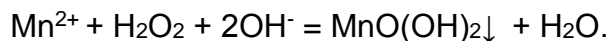
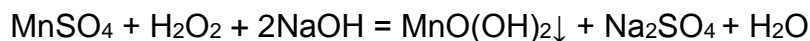
Опыт 2 Сульфид натрия Na_2S осаждает из раствора солей марганца сульфид марганца (II), окрашенный в телесный цвет.



Выполнение реакции:

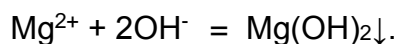
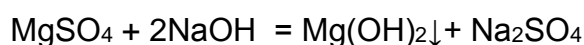
В пробирку помещают 2 капли раствора соли марганца (II) и добавляют 2 капли сульфида натрия.

Опыт 3 Пероксид водорода H_2O_2 в присутствии щелочей окисляет соли марганца (II) до темно-бурого осадка марганца (IV) H_2MnO_3 или $\text{MnO}(\text{OH})_2$:



Реакции катиона магния Mg^{2+}

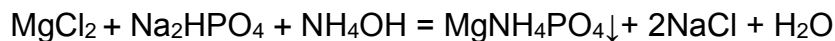
Опыт 1 NaOH – групповой реактив осаждает белый студенистый осадок гидроксида магния:



Выполнение реакции:

К 2 каплям раствора соли магния добавляют 2 капли раствора гидроксида натрия или калия.

Опыт 2 Моногидрофосфат натрия Na_2HPO_4 является характерным реактивом на магний. В растворах солей магния, содержащих хлорид аммония, в присутствии аммиака образуется белый кристаллический осадок фосфата магния - аммония:



Эта реакция – важнейшая качественная реакция на ион Mg^{2+} и является фармакопейной.

Выполнение реакции:

В пробирку помещают 2 капли раствора хлорида магния, 2 капли раствора аммиака и раствор хлорида аммония до полного растворения осадка $\text{Mg}(\text{OH})_2$. Затем к полученному раствору добавляют 1–2 капли раствора моногидрофосфата натрия.

4 Сделать вывод по результатам лабораторных исследований.

5 Ответить на контрольные вопросы.

Содержание отчета:

Наименование лабораторной работы

Цель работы

Отчет о выполнении работы

Даты и подписи обучающегося и преподавателя

Контрольные вопросы:

- 1 Какие катионы относятся к пятой аналитической группе?
- 2 Охарактеризуйте действие группового реактива на растворы, содержащие соли катионов пятой аналитической группы.
- 3 Что происходит с осадками гидроксидов железа (II) и марганца (II) на воздухе?
- 4 Как отличить качественные реакции Fe^{3+} и Fe^{2+} ?
- 5 Какие характерные реакции дают Mg^{2+} и Mn^{2+} ?

3.6 Шестая аналитическая группа катионов

Лабораторное занятие № 13. Качественные реакции катионов шестой аналитической группы

Цель работы:

Изучить свойства катионов Cu^{2+} , Hg^{2+} , Cd^{2+} , Ni^{2+} , Co^{2+} и действие группового реактива

Материальное обеспечение:

- вытяжной шкаф;
- держатель для пробирок;
- электроплитки лабораторные с насадками (спиртовки);
- штатив «Горка» для реактивов;
- штатив с пробирками;
- стеклянные палочки;
- вспомогательные материалы (вода дистиллированная, ерши для пробирок, полотенце, мыло);
- аммиак разбавленный NH_4OH - 2 н
- аммиак концентрированный $NH_4 OH$ - 25 %
- едкое кали KOH - 2 н
- едкий натр $NaOH$ - 2 н
- калия гексацианоферрат (II) $K_4 [Fe(CN)_6]$ - 1 н
- меди сульфат (II) $CuSO_4$ - 2 н
- ртути двухвалентной нитрат $Hg(NO_3)_2$ - 0,2 н
- калий иодид KI - 0,5 н

- кадмия хлорид CdCl_2 - 0,5 н
- кобальта хлорид CoCl_2 - 0,5 н
- никель хлорид NiCl_2 - 0,5 н
- аммония хлорид NH_4Cl - 0,5 н
- бумага индикаторная универсальная.

Используемые источники: [2], [3].

Теоретическая часть:

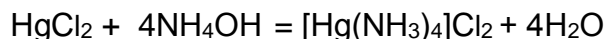
К шестой аналитической группе относятся катионы: Cu^{2+} , Hg^{2+} , Cd^{2+} , Ni^{2+} , Co^{2+} .

Катионы шестой аналитической группы осаждаются раствором аммиака, образуя осадки гидроксидов и основных солей.

Осадки гидроксидов и основных солей растворяются в избытке реактива, образуя комплексные соли. Это свойство отличает катионы шестой группы от остальных групп катионов, поэтому раствор аммиака является групповым реактивом на катионы шестой группы. Катионы меди, кобальта и никеля в растворах окрашены соответственно в синий, розовый и зеленый цвет.

Вследствие высокой токсичности солей металлов ртути, никеля, кобальта, кадмия катионы которых относятся к шестой аналитической группе, учащимся предлагается проделать реакции только для катиона меди (II) Cu^{2+} , с обязательным ознакомлением в виде домашнего задания по учебнику с реакциями катиона ртути (II) Hg^{2+} , чтобы знать отличие этих реакций от реакций на катион ртути (I) Hg_2^{2+} .

Концентрированный раствор аммиака в избытке дает растворимые комплексные соли, которые окрашены соответственно в синий, бесцветный, бесцветный, зеленый и сине-зеленый цвета:



Образование аммиаката ртути (окисной) и кобальта происходит при добавлении к смеси солей хлорида аммония NH_4Cl .

Содержание и порядок выполнения работы:

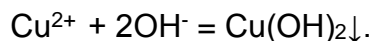
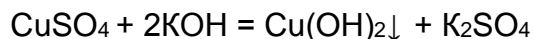
- 1 Ознакомиться с теоретической частью.
- 2 Получить у лаборанта штатив «Горка» с реактивами.

*Документ управляется программными средствами 1С: Колледж
Проверь актуальность версии по оригиналу, хранящемуся в 1С: Колледж*

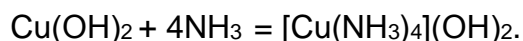
3 Выполнить лабораторные исследования:

Реакции катиона меди (II) Cu^{2+}

Опыт 1 Гидроксиды щелочных металлов NaOH и KOH из растворов солей меди (II) выделяют на холоде голубой осадок гидроксида меди (II):



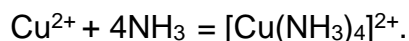
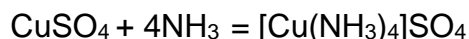
Осадок растворим в концентрированном растворе аммиака:



Выполнение реакции:

К 2 каплям раствора соли меди (II) добавляют 2 капли раствора гидроксида натрия или калия и наблюдают выпадение голубого осадка.

Опыт 2 Водный раствор аммиака, взятый в избытке, образует с солями меди (II) комплексное соединение меди (II) синего цвета:



Реакция является наиболее характерной для иона Cu^{2+} и чаще всего применяется для его обнаружения.

Выполнение реакции:

К 2 каплям раствора соли меди (II) добавляют избыток раствора аммиака. Наблюдают окрашивание раствора.

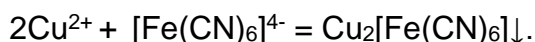
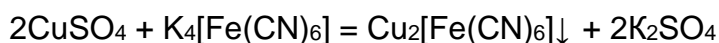
Опыт 3 Иодид калия KI реагирует с солями меди (II) с образованием свободного йода и желто-бурого осадка иодида меди (I):



Выполнение реакции:

К 2 каплям раствора $CuSO_4$ добавляют 2 капли раствора иодида калия. Наблюдают изменение окраски раствора.

Опыт 4 Гексацианоферрат (II) калия $K_4[Fe(CN)_6]$ выделяет из нейтральных или слабокислых растворов солей меди (II) красно-бурый осадок гексацианоферрата (II) меди (II):



Осадок не растворяется в растворе аммиака.

Выполнение реакции:

К 2 каплям раствора меди (II) добавляют 2 капли раствора гексацианоферрата (II) калия и наблюдают выпадение осадка.

4 Сделать вывод по результатам лабораторных исследований.

5 Ответить на контрольные вопросы.

Содержание отчета:

Наименование лабораторной работы

Цель работы

Отчет о выполнении работы

Даты и подписи обучающегося и преподавателя

Контрольные вопросы:

1 Какие катионы относятся к шестой аналитической группе?

2 Охарактеризуйте действие группового реактива на катионы шестой группы.

3 Что образуется при действии на катионы шестой группы избытка концентрированного аммиака?

4 Напишите уравнение реакции иодида калия на катионы меди.

5 Приведите уравнения специфических реакций на Cu^{2+} .

6 Напишите отличительные реакции на катионы одно- и двухвалентной ртути.

3.7 Анионы

Лабораторное занятие № 14. Качественные реакции анионов первой, второй и третьей аналитических групп

Цель работы:

Изучить свойства анионов и действие группового реактива

Материальное обеспечение:

- вытяжной шкаф;
- держатель для пробирок;
- электроплитки лабораторные с насадками (спиртовки);
- штатив «Горка» для реактивов;
- штатив с пробирками;
- трубки газоотводные;
- фильтровальная бумага;
- часовое стекло;

- вспомогательные материалы (вода дистиллированная, ерши для пробирок, полотенце, мыло);

- бария хлорид $BaCl_2$ - 0,5 н
- дифениламин $(C_6H_5)_2NH$
- кислота соляная HCl - 2 н
- кислота серная H_2SO_4 - 2 н
- кислота уксусная CH_3COOH - 2 н
- ацетат натрия CH_3COONa - 2 н
- натрия нитрат $NaNO_2$ - 0,5 н
- бумага индикаторная универсальная;
- калий иодид KI - 0,5 н
- натрия сульфид Na_2S - 0,5 н
- натрия хлорид $NaCl$ - 0,5 н
- натрия сульфат Na_2SO_4 - 0,5 н
- натрия карбонат Na_2CO_3 - 0,5 н
- натрия фосфат Na_3PO_4 - 0,5 н
- натрия моногидрофосфат $NaHPO_4$ - 0,5 н
- натрия бромид $NaBr$ - 0,5 н
- серебра нитрат $AgNO_3$ - 0,1 н
- азотная кислота HNO_3 - 0,1 н
- хлорная вода ($Cl_2 + H_2O$);
- раствор йода ($I_2 + KI$);
- крахмал 1%;
- реактив Грисса;
- бумага индикаторная универсальная.

Используемые источники: [2], [3].

Теоретическая часть:

Методика качественного анализа анионов отличается от методики анализа катионов тем, что в основе деления анионов на аналитические группы лежит различная растворимость солей бария и серебра. Возможны различные варианты деления анионов на группы. Но с точки зрения распространенности этих вариантов предлагается схема деления анионов на три аналитические группы.

Первая группа анионов: фосфат-ион PO_4^{3-} , сульфат-ион SO_4^{2-} , карбонат-ион CO_3^{2-} .

Перечисленные ионы образуют с ионами бария Ba^{2+} трудно растворимые в воде соли. Групповым реактивом для этой группы является BaCl_2 в нейтральной или слабощелочной среде.

Вторая группа анионов: хлорид-ион Cl^- , бромид-ион Br^- , иодид-ион I^- , сульфид-ион S^{2-} . Анионы второй группы образуют с ионами Ag^+ трудно растворимые в воде и нерастворимые в разбавленной азотной кислоте соли. Групповым реактивом является AgNO_3 в присутствии разбавленной азотной кислоты.

Третья группа анионов: нитрат-ион NO_3^- , нитрит-ион NO_2^- , ацетат-ион CH_3COO^- .

Серебряные и бариевые соли этих анионов хорошо растворимы в воде. Группового реактива нет, вследствие чего ни AgNO_3 , ни BaCl_2 не осаждают анионы третьей группы.

Общепринятого систематического хода анализа анионов нет. В отличие от анализа катионов при анализе анионов наиболее целесообразно вести непосредственное обнаружение отдельных анионов без предварительного разделения. Эта возможность обусловлена тем, что анионы большей частью не мешают открытию друг друга. В соответствии с этим, групповые реактивы применяются не для разделения групп, а для их обнаружения.

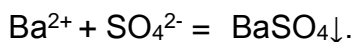
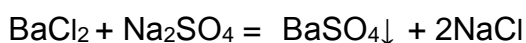
Содержание и порядок выполнения работы:

- 1 Ознакомиться с теоретической частью.
- 2 Получить у лаборанта штатив «Горка» с реактивами.
- 3 Выполнить лабораторные исследования:

Реакции анионов первой аналитической группы

Реакции сульфат-анион SO_4^{2-}

Опыт 1 Хлорид бария BaCl_2 осаждают из разбавленных растворов сульфатов белый осадок сульфата бария:



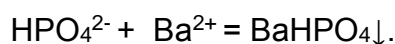
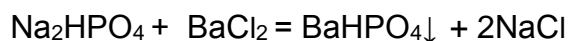
Сульфат бария нерастворим в кислотах. Этим он отличается от других бариевых солей анионов первой группы. Реакция является фармакопейной.

Выполнение реакции:

К 2 каплям раствора сульфата натрия Na_2SO_4 добавляют раствор хлорида бария BaCl_2 и наблюдают выпадение осадка.

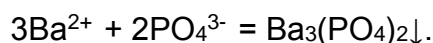
Реакции фосфат-иона PO_4^{3-}

Опыт 1 Хлорид бария BaCl_2 выделяет из нейтральных растворов белый аморфный осадок гидрофосфата бария:



Осадок растворим в минеральных кислотах (кроме серной кислоты) и в уксусной кислоте.

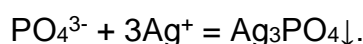
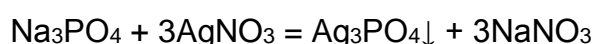
Если проводить реакцию в слабощелочной среде или с раствором соли Na_3PO_4 , выделяется осадок $\text{Ba}_3(\text{PO}_4)_2\downarrow$



Выполнение реакции:

К 4 каплям раствора моногидрофосфата натрия добавляют 4 капли раствора хлорида бария. Проверяют растворимость осадка в разбавленных хлороводородной и азотной кислотах.

Опыт 2 Нитрат серебра AgNO_3 дает с фосфатом-ионом желтый осадок фосфата серебра, легко растворимый в азотной кислоте и в растворе аммиака. Полное осаждение возможно только в нейтральной или щелочной среде.



Реакция является фармакопейной.

Выполнение реакции:

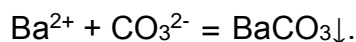
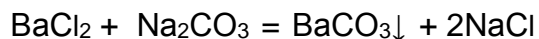
К 4 каплям раствора фосфата натрия прибавляют 4 капли раствора нитрата серебра и наблюдают выпадение осадка.

Реакции карбонат-иона CO_3^{2-}

Карбонат-ион является анионом угольной кислоты. Эта кислота в свободном состоянии не встречается, так как почти полностью распадается на CO_2 и воду.

H_2CO_3 – очень слабая кислота и ее аммонийные соли и соли щелочных металлов в значительной степени подвергаются гидролизу.

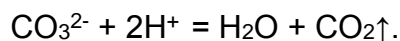
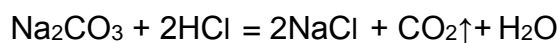
Опыт 1 Хлорид бария BaCl_2 из растворов карбонатов осаждает на холоде белый осадок карбоната бария:



Выполнение реакции:

К 5 каплям раствора карбоната натрия добавляют раствор хлорида бария и наблюдают выпадение осадка.

Опыт 2 Кислоты разлагают все карбонаты с бурным выделением оксида углерода (IV):



Реакция является фармакопейной.

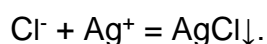
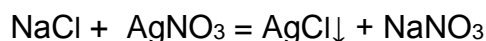
Выполнение реакции:

К 2 каплям раствора Na_2CO_3 прибавляют по каплям разбавленную хлороводородную кислоту (или другую). Наблюдают бурное выделение газа.

Реакции анионов второй аналитической группы

Реакции хлорид-иона Cl^-

Опыт 1 Нитрат серебра AgNO_3 с ионом Cl^- дает белый творожистый осадок хлорида серебра:

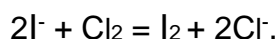
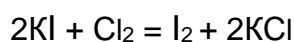


Выполнение реакции:

К 2 каплям раствора хлорида натрия прибавляют 2 капли раствора нитрата серебра.

Опыт 2. Действие хлорной воды ($\text{Cl}_2 + \text{H}_2\text{O}$)

Свободный хлор окисляет ионы йода I^- до свободного йода в кислой среде:



Свободный йод открывают действием крахмала: крахмал окрашивается в синий цвет.

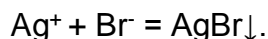
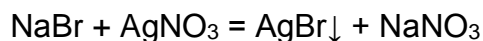
Выполнение реакции:

В фарфоровую чашку наливают водопроводную воду, содержащую хлор, добавляют 3–4 мл раствора йодида калия, приливают серную кислоту и 2–5 капель

раствора крахмала. Содержимое перемешивают и наблюдают изменение окраски раствора в синий цвет.

Реакции бромид-иона Br⁻

Опыт 1 Нитрат серебра AgNO₃ с ионами Br⁻ дает желтовато-белый осадок бромида серебра:

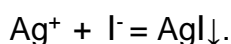
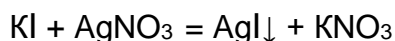


Выполнение реакции:

К 4 каплям раствора бромида натрия приливают 4 капли раствора нитрата серебра. Наблюдают выпадение осадка.

Реакции иодид-иона I⁻

Опыт 1 Нитрат серебра AgNO₃ выделяет из иодидов светло-желтый творожистый осадок иодида серебра:

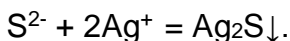
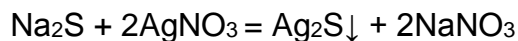


Выполнение реакции:

К раствору иодида калия добавляют немного раствора нитрата серебра. Наблюдают выпадение осадка.

Реакции сульфид-иона S²⁻

Опыт 1 Нитрат серебра AgNO₃ образует с сульфид-ионом осадок черного цвета сульфида серебра:



Выполнение реакции:

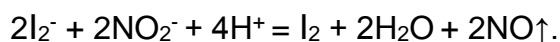
К 2–3 каплям сульфида натрия приливают 1–2 капли раствора азотнокислого серебра и наблюдают выпадение осадка.

Реакции анионов третьей аналитической группы

Реакции нитрит-иона NO₂⁻

Опыт 1 Действие иодидов

Нитриты окисляют I⁻ до I₂ в присутствии H₂SO₄:



Выделение I_2 обнаруживают раствором крахмала, который при этом синееет.

Опыт 2 Действие реактива Грисса (смесь растворов сульфаниловой кислоты и α -нафтиламина)

При взаимодействии реактива Грисса с нитритами образуется азокраситель ярко-красного цвета $H_2N - C_{10}H_6 - N = N - C_6H_4 - SO_3H$.

Реакции нитрат-иона NO_3^-

Опыт 1 Действие дифениламина $(C_6H_5)_2NH$

Дифениламин окисляется ионом NO_3^- до продукта, имеющего темно-синюю окраску.

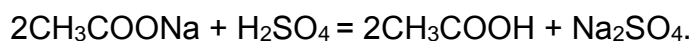
Выполнение реакции:

На часовое стекло вносят 3–4 капли раствора дифениламина, 3–5 капель серной кислоты 2 н, 2 капли раствора нитрата натрия и наблюдают появление темно-синей окраски. Реакция очень чувствительна, но не специфична.

Такую окраску от действия $(C_6H_5)_2NH$ дают только ионы NO_3^- .

Реакции ацетат-иона CH_3COO^-

Серная кислота H_2SO_4 вытесняет уксусную кислоту из ее солей, о чем свидетельствует характерный запах, особенно при нагревании:



Реакция является фармакопейной.

Выполнение реакции:

В пробирку помещают 6–8 капель CH_3COONa и 6 капель H_2SO_4 смесь слегка нагревают. Ощущается запах уксусной кислоты.

4 Сделать вывод по результатам лабораторных исследований.

5 Ответить на контрольные вопросы.

Содержание отчета:

Наименование лабораторной работы

Цель работы

Отчет о выполнении работы

Даты и подписи обучающегося и преподавателя

Контрольные вопросы:

- 1 Чем действие групповых реагентов на анионы отличается от их действия на катионы?
- 2 Какие анионы относятся к первой аналитической группе?
- 3 Разберите действие групповых реактивов на анионы первой аналитической группы.
- 4 Почему обесцвечивается йод при взаимодействии с сульфитами?
- 5 Какие анионы относятся ко второй аналитической группе?
- 6 Разберите действие группового реактива на анионы второй группы.
- 7 Какие анионы относятся к третьей группе?
- 8 Какими реактивами можно обнаружить нитрат- и нитрит-анионы?
- 9 Каким реактивом можно обнаружить ацетат-анион?

РАЗДЕЛ 4 КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ**4.1 Гравиметрический метод анализа****Лабораторное занятие № 15. Определение процентного содержания кристаллизационной воды в кристаллическом хлориде бария***Цель работы:*

Исследование кристаллического хлорида бария на содержание кристаллизационной воды

Материальное обеспечение:

- бюксы;
- тигельные щипцы;
- шпатель;
- вспомогательные материалы (вода дистиллированная, полотенце, мыло);
- склянка с кристаллическим хлоридом бария;
- сушильный шкаф общего пользования;
- термометр;
- технические весы ВЛК общего пользования;
- аналитические весы общего пользования;
- эксикаторы общего пользования.

	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
МО-43 02 15-ЕН.01.ЛЗ	ХИМИЯ	С.62/82

Используемые источники: [2], [3].

Организация и методика выполнения работы:

В твердых веществах вода может быть кристаллизационной и гигроскопической.

Кристаллизационная вода – вода, участвующая в образовании кристаллогидратов. Ее содержание для каждого кристаллогидрата строго определено. Одни кристаллогидраты при хранении в сухом воздухе теряют часть кристаллизационной воды. Это явление называется выветриванием кристаллов. Другие кристаллогидраты поглощают из влажного воздуха влагу. Это явление называется расплыванием кристаллов. Чтобы кристаллогидраты не изменяли своего состава (не выветривались и не расплывались) их сушат и хранят в стеклянных банках с притертыми пробками, а маленькие пробы в бюксах. Высушивание навесок кристаллогидратов для каждого образца ведут при строго определенной температуре. Например, массовую долю кристаллизационной воды в $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ определяют при 120–125 °С.

Гигроскопическая влага – водяные пары, адсорбированные из воздуха частицами исследуемого вещества. Ее содержание зависит от влажности окружающей среды и от степени измельчения вещества (от поверхности соприкосновения). Чем тоньше измельчено вещество, тем оно гигроскопичнее. Определяют гигроскопическую влагу (влажность) из воздушно-сухой тонко измельченной навески (после растирания образца в ступке на тыльной части руки не должны ощущаться отдельные крупинки). Высушивание навесок всех образцов (в отличие от определения кристаллизационной воды) ведут при температуре 105–110 °С.

Повторить основные операции в работе. Обратить внимание на то, что высушивание следует проводить при температуре не выше 120–125 градусов, иначе хлорид бария будет разлагаться. Работать осторожно, так как хлорид бария ядовит. Напомнить правила работы с электронагревательными приборами (сушильный шкаф). Обратить внимание на операцию «высушивания до постоянной массы», т.е. когда результат 2-х последних взвешиваний навески не отличаются на $\pm 0,0002$ г (точность аналитических весов).

В ходе определения кристаллизационной воды в кристаллогидрате хлорида бария промежутки между высушиваниями занять расчетами навески и процентного

	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
МО-43 02 15-ЕН.01.ЛЗ	ХИМИЯ	С.63/82

содержания воды. Во время работы следить за правильностью взвешивания на аналитических весах и точной записью массы.

Практическое выполнение работы

В просушенный до постоянной массы бюкс отвесить на аналитических весах навеску кристаллического хлорида бария 1–1,5 грамма.

Высушивание навески. Открытый бюкс с навеской вместе с крышкой поставить на 1,5 часа в сушильный шкаф при температуре 120–125 градусов, бюкс закрыть крышкой и охладить в эксикаторе, взвесить на аналитических весах (высушивание провести до постоянной массы).

Эксикатор – стеклянный сосуд, служащий для хранения высушенных до постоянной массы бюксов, тиглей и охлаждения высушенных или сожженных навесок, с целью исключения их обводнения в окружающей среде. Минимальная влажность воздуха эксикатора обуславливается наличием в нем гидрофильных адсорбентов, например, SiO_2 (силикагель), CaCl_2 , H_2SO_4 (концентрированной) и др.

Данные для анализа записать по форме:

- | | |
|-------------------------------------------------------------|-------------|
| 1. Масса пустого бюкса № ... | – 10,0000 г |
| 2. Масса бюкса с навеской до высушивания | – |
| 3. Масса навески, взятой для исследования (H) | – |
| 4. Масса бюкса с навеской после высушивания | – |
| 5. Масса кристаллизационной воды ($m \text{H}_2\text{O}$) | – |

Масса кристаллизационной воды находится по разности массы бюкса с навеской до высушивания и постоянной массы бюкса с навеской после высушивания.

Содержание кристаллизационной воды в процентах находят по формуле:

$$\% \text{H}_2\text{O} = m \text{H}_2\text{O} \cdot 100 / H,$$

где $m \text{H}_2\text{O}$ – масса воды, г;

H – навеска, взятая для анализа, г.

Находим теоретический процент кристаллизационной воды из пропорции:

$$244,28 \text{ г BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} - 36,03 \text{ г H}_2\text{O}$$

$$100 \text{ г BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} - x \text{ г H}_2\text{O}$$

$$x = 100 \cdot 36,03 / 244,28 = 14,75 \%$$

	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
МО-43 02 15-ЕН.01.ЛЗ	ХИМИЯ	С.64/82

Находим абсолютную и относительную ошибку определения.

Абсолютная ошибка – это разность между практическим и теоретическим содержанием кристаллизационной воды, может быть со знаком (+) или (–).

Относительная ошибка – это отношение абсолютной ошибки к теоретическому содержанию кристаллизационной воды (в процентах).

Содержание и порядок выполнения работы:

- 1 Ознакомиться с организацией и методикой выполнения работы.
- 2 Получить у лаборанта комплект посуды и реактивы.
- 3 Выполнить лабораторные исследования и необходимые расчеты.
- 4 Сделать вывод по результатам лабораторных исследований.
- 5 Ответить на контрольные вопросы.

Содержание отчета:

Наименование лабораторной работы

Цель работы

Отчет о выполнении работы

Даты и подписи обучающегося и преподавателя

Контрольные вопросы:

- 1 В чем заключается сущность весового анализа?
- 2 Дать понятие кристаллизационной и гигроскопической воды.
- 3 Что значит высушивание до постоянной массы?
- 4 Перечислить правила взвешивания на аналитических весах.
- 5 С какой целью применяется эксикатор?
- 6 Рассчитать навеску медного купороса на содержание кристаллизационной воды.

4.2 Методы титриметрического анализа

Лабораторное занятие № 16. Приготовление раствора щелочи, установка титра и нормальности щелочи по кислоте

Цель работы:

Приготовление рабочего раствора щелочи, установление титра и нормальности щелочи по кислоте (стандартизация раствора щелочи).

Закрепление навыков пользования мерной посудой и процессом титрования

Материальное обеспечение:

- колба мерная на 200 мл;
- стакан на 250 мл;
- шпатель или пинцет;
- пипетка на 10 мл;
- стеклянная палочка;
- бюретка;
- колба для титрования;
- часовое стекло или бюкс;
- вспомогательные материалы (вода дистиллированная, полотенце, мыло);
- теххимические весы;
- едкий натр или едкий кали NaOH или KOH;
- 0,1 н раствор соляной кислоты HCl;
- метиловый оранжевый;
- дистиллированная вода.

Используемые источники: [2], [3].

Организация и методика выполнения работы:

Показать учащимся, как набирается жидкость в пипетку и переносится в другой сосуд. Объемы, отбираемые пипетками, небольшие, поэтому неверное измерение объема даст большую ошибку в результате анализа. Пользоваться только совершенно чистой пипеткой, при засасывании ртом воздуха из пипетки нижний конец ее должен быть все время погружен в жидкость. Набрав жидкость в пипетку выше метки, быстро вынуть трубку пипетки изо рта и закрыть отверстие указательным пальцем. Держа закрытую пальцем пипетку так, чтобы метка находилась на уровне глаз, ослабить нажим пальца на отверстие пипетки. Жидкость сливается до тех пор, пока нижний край мениска жидкости не коснется метки. Усилить нажим пальцем, вытекание жидкости прекратится. Оставшуюся жидкость из пипетки не выдувать.

Показать учащимся, как довести уровень жидкости в мерной колбе до метки. При пользовании колбой брать ее за горло выше метки, чтобы не изменить температуру раствора и самой колбы. Наливать раствор так, чтобы вогнутый мениск

	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
МО-43 02 15-ЕН.01.ЛЗ	ХИМИЯ	С.66/82

поверхности жидкости касался метки колбы, метку колбы при этом держать на уровне глаз.

При пользовании бюреткой нужно помнить, что укреплять ее в штативе следует строго вертикально. При каждом титровании заполнять бюретку до нулевого деления. Перед титрованием определить цену деления бюретки, объем ее капли. Заполнить носик бюретки так, чтобы не было пузырьков воздуха. При заполнении до нулевого деления нужно, чтобы глаз был на уровне черты.

В ходе работы преподаватель должен контролировать все выше описанные операции, а также точное взвешивание на аналитических весах.

Для приготовления рабочего раствора щелочи пользуются чаще твердой щелочью. Твердую щелочь нужно брать шпателем или пинцетом. Если пользуются кусковым техническим натром, то раскалывание кусков производится очень осторожно, так как мелкие кусочки могут попасть в глаза (раскалывать в очках, выполнять правила техники безопасности). Помнить, что растворы щелочей и кислот, концентрация которых больше 0,1 н, нельзя брать в пипетку, создавая вакуум ртом. Хранить растворы щелочей надо герметически закрытыми. Закрывать притертыми пробками нельзя, лучше подобрать резиновую пробку с двумя отверстиями. В одно отверстие вставляют хлоркальциевую трубку, наполненную натронной известью. В другое отверстие вставляют стеклянную трубку с резиновой трубкой и металлическим зажимом.

Практическое выполнение работы

1) Приготовить 0,1 н раствор едкого натра в объеме 200 мл, установить его титр по рабочему раствору соляной кислоты (стандартизация раствора щелочи).

Рассчитать навеску едкого натра:

$$Э_{\text{NaOH}} = M / 1; \quad m_{\text{NaOH}} = Э \cdot N \cdot V / 1000.$$

Взвесить навеску на теххимических весах в количестве, близкой к расчетной и перенести ее в мерную колбу, емкостью 200 мл, обмыть дистиллированной водой часовое стекло (бюкс). Растворить навеску и довести объем до метки, тщательно перемешать. Бюретку заполнить рабочим раствором соляной кислоты. В колбу для титрования отмерить 10 мл раствора щелочи и капнуть 1-2 капли метилового оранжевого. Оттитровать раствором соляной кислоты до перехода желтой окраски индикатора в бледно-розовую. Из сходящихся трех результатов титрования

рассчитать средний. По нормальности раствора соляной кислоты рассчитать нормальность щелочи и ее массу в объеме 200 мл.

$$N_{\text{NaOH}} = N_{\text{HCl}} \cdot V_{\text{HCl}} / V_{\text{NaOH}},$$

$$m_{\text{NaOH}} = \mathcal{E} \cdot V \cdot N / 1000.$$

Титрование со «свидетелем»

Титрование можно провести со «свидетелем», то есть образцовым раствором, имеющим такую же окраску, как та, при которой нужно закончить титрование. При титровании «свидетель» ставят около сосуда с титруемым раствором для сравнения их окраски. «Свидетель» обязательно должен быть приготовленным в сосуде такой же формы и емкости, как тот, в котором проводят титрование. Объем образцового раствора должен быть равен объему титруемого раствора в конце титрования. Индикатор к «свидетелю» и титруемому раствору нужно прибавлять в одинаковом количестве по 1-2 капле на 10 мл раствора. Титрование вести до цвета «свидетеля».

Содержание и порядок выполнения работы:

- 1 Ознакомиться с организацией и методикой выполнения работы.
- 2 Получить у лаборанта комплект посуды и реактивы.
- 3 Выполнить лабораторные исследования и необходимые расчеты.
- 4 Сделать вывод по результатам лабораторных исследований.
- 5 Ответить на контрольные вопросы.

Содержание отчета:

Наименование лабораторной работы

Цель работы

Отчет о выполнении работы

Даты и подписи обучающегося и преподавателя

Контрольные вопросы:

- 1 Какова величина показателя титрования фенолфталеина и метилоранжа?
- 2 В каком случае в методе нейтрализации при титровании нужно брать фенолфталеина, в каком – метилоранж?
- 3 Можно ли по навеске щелочи определить точную ее нормальность?
- 4 Что происходит с едкими щелочами при стоянии их на воздухе?

Лабораторное занятие № 17. Определение временной жесткости воды

Цель работы:

Исследование водопроводной воды на содержание бикарбонатов кальция и магния

Материальное обеспечение:

- мерная колба на 100 мл;
- бюретка;
- воронка к бюретке;
- пипетка на 10 мл;
- колба для титрования на 250 мл;
- вспомогательные материалы (вода дистиллированная, полотенце, мыло);
- 0,1 н раствор соляной кислоты;
- метилоранж.

Используемые источники: [2], [3].

Организация и методика выполнения работы:

Жесткость воды определяется в ней содержанием растворимых солей Ca^{+2} и Mg^{+2} : гидрокарбонатов, сульфатов и хлоридов.

Карбонатная или временная жесткость (J_k) обусловлена присутствием в воде растворимых солей $\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$ и $\text{Mg}(\text{HCO}_3)_2$. При кипячении воды бикарбонаты переходят в нерастворимые карбонаты:



Некарбонатная или постоянная жесткость воды (J_n) обусловлена присутствием в ней сульфатов и хлоридов Ca^{+2} и Mg^{+2} . При кипячении они остаются в растворе. Карбонатную жесткость воды определяют методом нейтрализации, а общую жесткость (J_o) – методом комплексонометрии (см. работу № 25). Разность между общей жесткостью и жесткостью карбонатной даст значение постоянной жесткости.

Санитарными правилами на питьевую воду (СанПиН 2.1.4.1074-01) регламентируется значение общей жесткости воды не более 7,0 мг-экв/л.

	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
МО-43 02 15-ЕН.01.ЛЗ	ХИМИЯ	С.69/82

За единицу измерения жесткости принят 1 мг-экв/л, а иногда используют градусы: 1 градус = 1 мг-экв/л · 2,8.

Практическое выполнение работы

При определении карбонатной жесткости титрование выполнять со «свидетелем», то есть с образцовым раствором, имеющим такую же окраску, при которой нужно закончить титрование. При титровании «свидетель» ставят около сосуда с титруемым раствором для сравнения их окраски. «Свидетель» обязательно должен быть приготовленным в сосуде такой же формы и емкости, как тот в котором проводят титрование. Оба сосуда должны быть из одинакового стекла. Объем раствора «свидетеля» должен быть равен объему титруемого раствора в конце титрования. Индикатор к «свидетелю» и титруемому раствору нужно прибавлять в одинаковом количестве по 1-2 капли на 10 мл раствора. Титрование вести до цвета «свидетеля».

Ополоснуть мерную колбу на 100 мл 2–3 раза анализируемой водой, наполнить до метки. Перенести в коническую колбу на 250 мл для титрования, прибавить 1–2 капли метилового оранжевого. Оттитровать 0,1 н раствором соляной кислоты до цвета «свидетеля» (до бледно-розовой окраски).

Вычисление результатов анализа:

$$Ж_k = V_{HCl} \cdot N_{HCl} \cdot 10.$$

Содержание и порядок выполнения работы:

- 1 Ознакомиться с организацией и методикой выполнения работы.
- 2 Получить у лаборанта комплект посуды и реактивы.
- 3 Выполнить лабораторные исследования и необходимые расчеты.
- 4 Сделать выводы по результатам лабораторных исследований.
- 5 Ответить на контрольные вопросы.

Содержание отчета:

Наименование лабораторной работы

Цель работы

Отчет о выполнении работы

Даты и подписи обучающегося и преподавателя

Контрольные вопросы:

1 Перечислить соли, обуславливающие временную жесткость (карбонатную) жесткость воды?

2 Какой рабочий раствор можно использовать при определении карбонатной жесткости воды и почему?

3 Назовите виды жесткости воды и их сущность.

4 В каких единицах измеряется жесткость воды?

4.3 Методы редоксиметрии

Лабораторное занятие №№ 18-19. Приготовление рабочих растворов перманганата калия и щавелевой кислоты. Установка нормальности и титра перманганата калия по щавелевой кислоте

Цель работы:

Приготовление рабочих растворов перманганата калия и щавелевой кислоты или оксалата натрия.

Установка нормальности и титра перманганата калия по щавелевой кислоте или оксалату натрия (стандартизация раствора).

Закрепление навыков пользования мерной посудой и процессом титрования

Материальное обеспечение:

- склянка с притертой пробкой на 500 мл;
- стакан на 500 мл;
- мерная колба на 200 мл;
- пипетка для доведения жидкости до метки;
- коническая колба для титрования на 100 мл;
- дистиллированная вода в промывалке или установка с дистиллированной водой;
- бюретка со стеклянным краном и воронка к ней;
- пипетка на 10 мл;
- мерный цилиндр на 25–50 мл;
- часовое стекло (бюкс);
- шпатель;
- вспомогательные материалы (вода дистиллированная, полотенце, мыло);
- воронка;
- электроплитка;

- асбестовая сетка;
- аналитические весы общего пользования;
- технические весы ВЛК общего пользования;
- оксалат натрия $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$;
- 2 н раствор серной кислоты H_2SO_4 ;
- перманганат калия KMnO_4 .

Используемые источники: [2], [3].

Организация и методика выполнения работы:

При пользовании бюреткой нужно помнить, что укреплять ее в штативе следует строго вертикально. При каждом титровании заполнять бюретку до нулевого деления. Перед титрованием определить цену деления бюретки, объем ее капли. Заполнить носик бюретки так, чтобы не было пузырьков воздуха. При заполнении до нулевого деления нужно, чтобы глаз был на уровне черты. Титрование вести медленно, по каплям. В случае с перманганатом калия сделать установку на нуль и отсчеты лучше вести не по мениску, а по верхней кольцевой границе раствора. Помнить, что отсчеты не должны отличаться друг от друга более чем на 0,05 мл, в противном случае титрование повторить. Под колбу для титрования положить белый лист бумаги.

Практическое выполнение работы

1) *Приготовить исходный раствор оксалата натрия $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ в объеме 200 мл 0,1 н концентрации.*

Рассчитать навеску оксалата натрия по формуле:

$$m = \mathcal{E} \cdot N \cdot V / 1000.$$

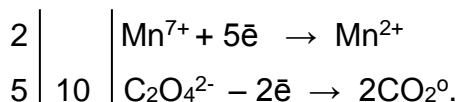
Грамм-эквивалент ($\mathcal{E}_{\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4}$) найти из уравнения реакции титрования:



$$\mathcal{E}_{\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4} = M / n,$$

где M – молекулярная масса;

n – число переходящих электронов по электронному балансу:



Отвесить на тарированном часовом стекле (бюксе) при помощи теххимических весов, а затем аналитических весов. Вставить в горло чистой

мерной колбы емкостью 200 мл небольшую чистую воронку с окороченным кончиком и сбросить взвешенную навеску через воронку в мерную колбу. Воронку и часовое стекло (бюкс) обмыть струей воды. На споласкивание воронки израсходовать 100–150 мл дистиллированной воды. Добиться полного растворения навески, взбалтывая колбу кругообразными движениями, при необходимости подогреть. Долить раствор дистиллированной водой так, чтобы мениск его находился на 0,5 см ниже метки. При помощи пипетки долить по каплям воду, пока нижняя часть мениска не сольется с меткой. Перемешать содержимое колбы в течение 3–5 минут.

Рассчитать по взвешенной навеске оксалата натрия нормальность и титр по формулам:

$$N = m \cdot 1000 / V \cdot \mathcal{E}; \quad T = N \cdot \mathcal{E} / 1000,$$

$$\text{или } T = m / V; \quad N = T \cdot 1000 / \mathcal{E}.$$

2) Приготовить 0,1 н раствор перманганата калия в объеме 500 мл.

Рассчитать навеску перманганата калия по формуле:

$$m = \mathcal{E} \cdot N \cdot V / 1000.$$

Грамм-эквивалент (\mathcal{E}_{KMnO_4}) найти аналогично.

Рассчитанную навеску взвесить на теххимических весах на тарированном часовом стекле (бюксе) и перенести в стакан емкостью 500 мл. Растворить в 100 мл прокипяченной и охлажденной дистиллированной воды, слить раствор в чистую темную склянку. В стакан снова прибавить 100 мл воды. Полученный раствор декантируют в склянку. Так растворять до тех пор, пока не будет израсходовано 500 мл воды. Склянку с раствором оставить на неделю. За это время перманганат окислит все случайные органические примеси, содержащиеся в воде, а образовавшиеся двуокись марганца MnO_2 осядет на дно склянки. Хранить в темном месте.

3) Установка титра раствора перманганата калия по оксалату натрия (стандартизация раствора перманганата калия)

Приготовленный раствор перманганата калия слить с осадка. Бюретку заполнить приготовленным раствором перманганата. Заполнить носик и установить уровень раствора перманганата на ноль. В коническую колбу для титрования отмерить 12 мл 2 н раствора серной кислоты, нагреть почти до кипения. В горячий раствор перенести пипеткой 10 мл раствора оксалата натрия и провести титрование. Первое титрование можно провести грубо, приливая из бюретки сразу по 0,5 мл, в

	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
МО-43 02 15-ЕН.01.ЛЗ	ХИМИЯ	С.73/82

целях экономии времени. В процессе титрования дополнительно подогреть титруемый раствор. Так провести три точных титрования, чтобы результаты их отличались друг от друга не более чем на 0,05 мл.

Вычислить средний объем перманганата, пошедший на титрование (сумма трех результатов титрования, деленная на три). На основании среднего результата найти нормальность перманганата калия по формуле (закон эквивалентов):

$$V_1 / V_2 = N_2 / N_1.$$

Найти титр его по железу:

$$T_{KMnO_4 / Fe} = e\text{-экв}_{Fe} \cdot N_{KMnO_4} / 1000.$$

Содержание и порядок выполнения работы:

- 1 Ознакомиться с организацией и методикой выполнения работы.
- 2 Получить у лаборанта комплект посуды и реактивы.
- 3 Выполнить лабораторные исследования и необходимые расчеты.
- 4 Сделать вывод по результатам лабораторных исследований.
- 5 Ответить на контрольные вопросы.

Содержание отчета:

Наименование лабораторной работы

Цель работы

Отчет о выполнении работы

Даты и подписи обучающегося и преподавателя

Контрольные вопросы:

- 1 Можно ли приготовить рабочий раствор перманганата калия точной концентрации по навеске?
- 2 Как хранить раствор перманганата калия?
- 3 Какие исходные вещества применяются для установки титра перманганата калия?
- 4 Каковы требования к исходным веществам?
- 5 Назвать индикатор метода перманганатометрии. На чем основано его индикаторное свойство?
- 6 Для какой цели прибавляют серную кислоту при титровании оксалата натрия перманганатом?

	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
МО-43 02 15-ЕН.01.ЛЗ	ХИМИЯ	С.74/82

7 Почему при титровании оксалата натрия перманганатом калия первый капли раствора перманганата калия обеспечиваются медленно, а в дальнейшем практически мгновенно?

8 Как рассчитать нормальность перманганата калия после титрования им оксалата натрия?

Лабораторное занятие №№ 21-22. Приготовление рабочих растворов тиосульфата натрия, бихромата калия, йода. Установка титра и нормальности тиосульфата натрия по бихромату калия, установка титра и нормальности йода по тиосульфату натрия

Цель работы:

Приготовление рабочего раствора бихромата калия, приготовление приблизительной концентрации растворов тиосульфата и йода.

Установка титра и нормальности тиосульфата натрия по бихромату калия, установка титра и нормальности йода по тиосульфату натрия (стандартизация растворов).

Закрепление навыков пользования мерной посудой и процессом титрования

Материальное обеспечение:

- склянка с притертой пробкой из темного стекла на 500 мл;
- стакан на 200 мл;
- мерная колба на 100, 250, 500 мл;
- коническая колба для титрования на 250 мл;
- бюретка и воронка к ней;
- пипетка на 10 мл;
- мерный цилиндр на 25–50 мл;
- часовое стекло или бюкс;
- шпатель;
- вспомогательные материалы (вода дистиллированная, полотенце, мыло);
- аналитические и теххимические весы общего пользования;
- кристаллизатор для сливных вод;
- воронка;
- бихромат калия $K_2Cr_2O_7$;
- твердый карбонат натрия Na_2CO_3 ;

*Документ управляется программными средствами 1С: Колледж
Проверь актуальность версии по оригиналу, хранящемуся в 1С: Колледж*

- твердый тиосульфат натрия $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$;
- твердый иодид калия KI ;
- х.ч. вещество I_2 ;
- 0,1 н раствор йода I_2 ;
- 0,1 н раствор тиосульфата натрия $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$;
- 0,1 н раствор бихромата калия $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$;
- 2 н раствор серной кислоты H_2SO_4 ;
- 5 –10 % раствор иодида калия KI ;
- раствор крахмала.

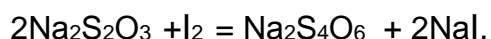
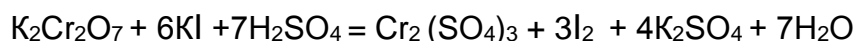
Используемые источники: [2], [3].

Организация и методика выполнения работы:

Операции приготовления рабочего раствора бихромата калия подобны приготовлению оксалата натрия (см. работу №№ 16–17). Бихромат калия является сильным окислителем, взвешивать его нужно в бюксе осторожно, не рассыпая. Приготовление рабочего раствора йода проводить из препарата х.ч. вещества. Взвесить навеску йода в бюксе и растворить в концентрированном растворе иодида калия так, чтобы не оставалось нерастворимых кристалликов йода. При хранении растворов йода нельзя закрывать посуду корковыми или резиновыми пробками, а только стеклянными. Раствор тиосульфата натрия хранить в бутылке из темного стекла, закрытой пробкой, снабженной трубкой с натронной известью, т.к. его концентрация изменяется из-за наличия в растворе тиобактерий и углекислого газа.

При установке титра рабочих растворов нужно правильно пользоваться бюреткой, пипеткой (см. работы №№ 10-11).

При установке титра тиосульфата натрия бихроматом в реакцию с тиосульфатом вступает йод с образованием тетраионата натрия. В основе лежат две реакции:



Индикатор раствор крахмала добавлять в конце титрования, когда раствор становится светло-желтым, при этом раствор приобретает синее окрашивание. Титровать до исчезновения синей окраски раствора. Отмерять серную кислоту мерным цилиндром.

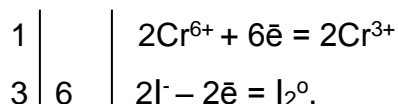
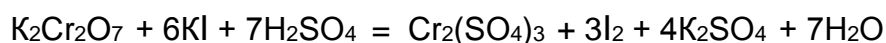
Практическое выполнение работы

1) Приготовить 0,1 н раствор бихромата калия в объеме 100 мл.

Рассчитать навеску бихромата калия по формуле

$$m = \text{Э} \cdot N \cdot V / 1000.$$

Грамм-эквивалент найти из уравнения реакции:



Взвесить рассчитанную навеску в бюксе при помощи теххимических, а затем аналитических весов, перенести в мерную колбу на 100 мл. Растворить в небольшом количестве дистиллированной воды, довести объем раствора до метки в колбе. Тщательно перемешать. Рассчитать нормальность и титр приготовленного раствора бихромата калия:

$$T = m / V;$$

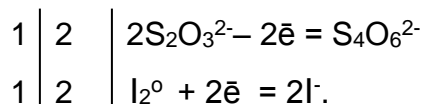
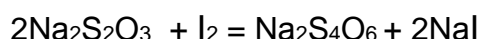
$$N = T \cdot 1000 / \text{Э}.$$

2) Приготовить 500 мл 0,1 н раствора тиосульфата натрия $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

Рассчитать навеску тиосульфата натрия по формуле:

$$m = \text{Э} \cdot N \cdot V / 1000.$$

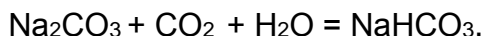
Грамм-эквивалент найти из уравнений:



Взвесить рассчитанную навеску тиосульфата натрия на теххимических весах. Перенести в мерную колбу на 500 мл, растворить в свежeproкипяченной и охлажденной дистиллированной воде. Раствор довести до метки в колбе и перелить в склянку из темного стекла, закрытую пробкой, снабженной трубкой с натронной известью. В раствор тиосульфата натрия прибавить 0,05 г соды Na_2CO_3 , для того чтобы тиосульфат натрия не реагировал с растворенной двуокисью углерода по уравнению



Сода связывает ионы водорода из угольной кислоты



Добавление соды позволяет устанавливать титр тиосульфата натрия уже на другой день после приготовления его.

3) *Приготовить раствор йода 0,1 н концентрации в объеме 250 мл.*

Рассчитать навеску йода и взвесить в бюксе на теххимических весах:

$$m_{\text{I}_2} = \mathcal{E} \cdot V \cdot N / 1000 = 126,9 \cdot 0,1 \cdot 250 / 1000 = 3,175 \text{ г.}$$

$$\mathcal{E}_{\text{I}_2} = 126,9 \cdot 2/2 = 126,9 \text{ г.}$$

Взвешенную навеску йода 3,175 г растворить в растворе иодида калия (6 г на 10 мл воды) и общий объем довести дистиллированной водой до 250 мл. Раствор перелить в склянку из темного стекла с притертой стеклянной пробкой.

4) *Установка титра раствора тиосульфата натрия по бихромату калия (стандартизация раствора тиосульфата натрия).*

Бюретку заполнить раствором тиосульфата натрия. В колбу для титрования влить последовательно 8 мл 5–10 % раствора иодида калия, 12 мл 2 н серной кислоты и 10 мл приготовленного раствора бихромата калия. Смесь перемешать, дать постоять 3–5 минут в темноте, разбавить 40 мл дистиллированной воды. Выделившийся йод оттитровать раствором тиосульфата натрия сначала без индикатора до светло-желтой окраски. Затем добавить 1–2 мл крахмала и продолжить титрование тиосульфатом до исчезновения синей окраски раствора. Вследствие образования ионов Cr^{3+} раствор приобретает слегка зеленоватую окраску.

Титрование провести четыре раза, рассчитать средний объем тиосульфата, использованного для титрования. Найти нормальность тиосульфата натрия (закон эквивалентов):

$$V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} / V_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} = N_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} / N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$$

$$T_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = \mathcal{E}_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \cdot N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} / 1000.$$

5) *Установка титра раствора йода по тиосульфату натрия (стандартизация раствора йода)*

Бюретку заполнить рабочим раствором тиосульфата натрия. В колбу для титрования отмерить 10 мл раствора йода, разбавить таким же объемом воды.

Оттитровать рабочим раствором тиосульфата до появления светло-желтого окрашивания. Добавить 1–2 капли раствора крахмала и дотитровать до обесцвечивания раствора.

Титрование провести четыре раза, рассчитать средний объем тиосульфата. Найти нормальность йода по закону эквивалентов:

$$N_{I_2} = N_{Na_2S_2O_3} \cdot V_{Na_2S_2O_3} / V_{I_2};$$

$$T_{I_2} = \mathcal{E}_{I_2} \cdot N_{I_2} / 1000.$$

Содержание и порядок выполнения работы:

- 1 Ознакомиться с организацией и методикой выполнения работы.
- 2 Получить у лаборанта комплект посуды и реактивы.
- 3 Выполнить лабораторные исследования и необходимые расчеты.
- 4 Сделать вывод по результатам лабораторных исследований.
- 5 Ответить на контрольные вопросы.

Содержание отчета:

Наименование лабораторной работы

Цель работы

Отчет о выполнении работы

Даты и подписи обучающегося и преподавателя

Контрольные вопросы:

- 1 Указать основные рабочие растворы метода йодометрии.
- 2 Для какой цели готовят в йодометрии рабочий раствор бихромата калия?
- 3 Чему равен грамм-эквивалент бихромата калия в реакции с йодидом калия?
- 4 Что лучше взять в качестве растворителя – воду или раствор йодида калия – при приготовлении рабочего раствора йода и почему?
- 5 Всегда ли соответствует формуле $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ химический состав тиосульфата натрия?
- 6 Какие исходные вещества применяются для установки титра раствора тиосульфата натрия?
- 7 Перечислить условия хранения растворов тиосульфата и йода.
- 8 Как определяют нормальность растворов тиосульфата натрия и йода?

9 Почему при йодометрическом определении окислителей иодид калия добавляют в избытке?

10 Каковы условия применения индикатора в йодометрии?

11 Что такое «титрование методом замещения»?

4.4 Методы осаждения и комплексообразования

Лабораторное занятие № 23. Определение содержания хлорида натрия в техническом образце поваренной соли методом пипетирования и отдельных навесок

Цель работы:

Исследование раствора на процентное содержание хлорида натрия

Материальное обеспечение:

- склянка с притертой пробкой из темного стекла на 500 мл;
- стакан на 200 мл;
- мерная колба на 200 мл;
- коническая колба для титрования на 100 мл;
- бюретка и воронка к ней;
- пипетка на 10, 25 мл;
- мерный цилиндр на 25–50 мл;
- часовое стекло или бюкс;
- шпатель;
- вспомогательные материалы (вода дистиллированная, полотенце, мыло);
- аналитические и теххимические весы общего пользования;
- кристаллизатор для сливных вод;
- 0,05 н раствор нитрата серебра AgNO_3 ;
- образец для анализа хлорида натрия NaCl (техн.);
- 10 % раствор хромата калия K_2CrO_4 .

Используемые источники: [2], [3].

Организация и методика выполнения работы:

Соблюдать все условия работы с нитратом серебра (см. работу № 22 и 23).

Точно взвесить на аналитических весах технический образец хлорида натрия и правильно перенести в мерную колбу (см. предыдущие работы).

Практическое выполнение работы

*Документ управляется программными средствами 1С: Колледж
Проверь актуальность версии по оригиналу, хранящемуся в 1С: Колледж*

1) *Рассчитать навеску хлорида натрия для анализа, исходя из 0,05 н раствора и объема 200 мл.*

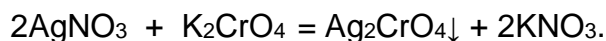
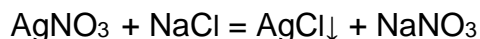
$$m_{\text{NaCl}} = \mathcal{E}_{\text{NaCl}} \cdot N_{\text{NaCl}} \cdot V / 1000.$$

2) *Взвешивание навески и титрование приготовленного раствора хлорида натрия*

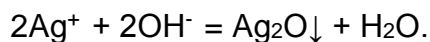
Взвесить рассчитанную навеску на тарированном часовом стекле или в бюксе (предварительно взвесить на технических, затем на аналитических весах). Массу занести в данные анализа.

В мерную колбу на 200 мл вставить воронку и осторожно ссыпать навеску с часового стекла (бюкса), смыть остатки соли дистиллированной водой. Растворить перенесенную навеску хлорида натрия и общий объем раствора довести до метки. Тщательно перемешать. Бюретку заполнить рабочим раствором нитрата серебра. В колбу для титрования отмерить 10 мл исследуемого раствора и 1 мл хромата калия. Оттитровать нитратом серебра в присутствии «свидетеля» (см. работу № 23). Титрование повторить 3–4 раза.

Реакции аргентометрического титрования:



Важным условием в аргентометрическом титровании является соблюдение уровня $\text{pH} = 7$ (нейтральная среда). В кислых средах ($\text{pH} < 7$) хромат переходит в бихромат, который образует с Ag^+ красный осадок, растворимый в кислоте. В щелочной среде титрование невозможно потому, что будет выпадать белый осадок оксида серебра:



Титрование всегда ведут от галогенида к AgNO_3 (т.е. галогенид титруют раствором AgNO_3 , а не наоборот), только при таком условии кирпично-красный осадок Ag_2CrO_4 образуется в точке эквивалентности.

3) *Расчет результатов анализа*

$$T_{\text{AgNO}_3/\text{NaCl}} = \mathcal{E}_{\text{NaCl}} \cdot N_{\text{AgNO}_3} / 1000.$$

Навеска содержит m_{NaCl} :

$$m_{\text{NaCl}} = T_{\text{AgNO}_3/\text{NaCl}} \cdot V_1 \cdot V / V_2 ,$$

где V_1 – объем нитрата серебра, пошедшего на титрование;

V_2 – объем исследуемого раствора, взятого на титрование;

V – объем приготовленного раствора хлорида натрия.

Процентное содержание хлорида натрия в пробе, %:

$$m_{\text{NaCl}} \cdot 100 / m_{\text{навески}},$$

где m_{NaCl} – масса хлорида натрия в навеске;

$m_{\text{навески}}$ – масса навески, взятой для исследования.

Содержание и порядок выполнения работы:

- 1 Ознакомиться с организацией и методикой выполнения работы.
- 2 Получить у лаборанта комплект посуды и реактивы.
- 3 Выполнить лабораторные исследования и необходимые расчеты.
- 4 Сделать вывод по результатам лабораторных исследований.
- 5 Ответить на контрольные вопросы.

Содержание отчета:

Наименование лабораторной работы

Цель работы

Отчет о выполнении работы

Даты и подписи обучающегося и преподавателя

Контрольные вопросы:

- 1 Как рассчитать титр нитрата серебра по хлориду натрия?
- 2 Как вести процесс титрования при определении хлоридов методом Мора?
- 3 В чем сущность применения хромата калия как индикатора в методе Мора?

	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
МО-43 02 15-ЕН.01.ЛЗ	ХИМИЯ	С.82/82

Список использованных источников:

1. Кудряшева, Н. С. Физическая и коллоидная химия [Электронный ресурс]: учебник и практикум для среднего профессионального образования / Н. С. Кудряшева. – М.: Юрайт, 2020. - 379 on-line. - (Профессиональное образование)
2. Никитина, Н. Г. Аналитическая химия [Электронный ресурс]: учебник и практикум для сред. проф. образования / Н. Г. Никитина, А. Г. Борисов, Т. И. Хаханина. - 4-е изд., испр. и доп. - М.: Юрайт, 2021.
3. Вершинин, В. И. Аналитическая химия [Электронный ресурс]: учебник / В. И. Вершинин, И. В. Власова, И. А. Никифорова. - 3-е изд. - Санкт-Петербург: Лань, 2019. - 428 on-line.
4. Семенов, И. Н. Химия [Электронный ресурс]: учебник / И. Н. Семенов. - Санкт-Петербург: Химиздат, 2020. - 656 on-line.
5. Саенко, О. Е. Естествознание [Электронный ресурс]: учебное пособие / О. Е. Саенко, Т. П. Трушина, О. В. Арутюнян. – М.: КноРус, 2021.