



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

Утверждаю
Врио заместителя начальника колледжа
по учебно-методической работе
М.Ю. Никишин

ОП.02 ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ

Методическое пособие для выполнения лабораторных занятий по дисциплине

35.02.09 Водные биоресурсы и аквакультура

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ

РАЗРАБОТЧИК
ЗАВЕДУЮЩИЙ ОТДЕЛЕНИЕМ

Пляскина Н.М.
Судьбина Н.А.

ГОД РАЗРАБОТКИ

2026

Содержание

Перечень лабораторных работ	4
Введение	5
1 КАЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ	7
1.1 Первая аналитическая группа катионов	7
Лабораторное занятие № 1 Качественные реакции катионов первой аналитической группы	7
1.2 Вторая аналитическая группа катионов	14
Лабораторное занятие № 2 Качественные реакции катионов второй аналитической группы	14
1.3 Третья аналитическая группа катионов	19
Лабораторное занятие № 3 Качественные реакции катионов третьей аналитической группы	19
1.4 Четвертая аналитическая группа катионов	23
Лабораторное занятие № 4. Качественные реакции катионов четвертой аналитической группы	23
1.5 Пятая аналитическая группа катионов	28
Лабораторное занятие № 5. Качественные реакции катионов пятой аналитической группы	28
1.6 Шестая аналитическая группа катионов	32
Лабораторное занятие № 6. Качественные реакции катионов шестой аналитической группы	32
1.7 Анионы	35
Лабораторное занятие № 7. Качественные реакции анионов первой, второй и третьей аналитических групп	36
2 КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ	43
2.1 Гравиметрический метод анализа	43
Лабораторное занятие № 8. Определение процентного содержания кристаллизационной воды в кристаллическом хлориде бария	43
2.2 Методы титриметрического анализа	46
Лабораторное занятие № 9. Приготовление раствора щелочи, установка титра и нормальности щелочи по кислоте	46
Лабораторное занятие № 10. Определение временной жесткости воды	50
2.3 Методы редоксиметрии	52
Лабораторное занятие № 11-12. Приготовление рабочих растворов перманганата калия и щавелевой кислоты. Установка нормальности и титра перманганата калия по щавелевой кислоте	52
Лабораторное занятие № 13-14. 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	56
2.4 Методы осаждения и комплексообразования	62
Лабораторное занятие № 15. Определение содержания хлорида натрия в техническом образце поваренной соли методом пипетирования и отдельных навесок	62
Лабораторное занятие № 16. Определение общей жесткости воды методом комплексонометрии	65
4 ЭЛЕМЕНТАРНЫЙ И МОЛЕКУЛЯРНЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ СОСТАВ ВОДНЫХ БИОРЕСУРСОВ	67

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.3/93

4.1 Элементарный и молекулярный химический состав водных биоресурсов, вода и минеральные вещества.....	67
Лабораторное занятие№ 1 Качественный анализ минеральных веществ мышечной ткани рыбы.....	67
4.2 Белковые вещества водных биоресурсов.....	70
Лабораторное занятие№ 2 Очистка белков методом диализа. Высаливание белков нейтральными солями. Цветные реакции белков.....	70
4.3 Липиды водных биоресурсов	76
Лабораторное занятие№ 3. Определение кислотного числа жиров	76
Лабораторное занятие№ 4. Определение йодного числа масел	78
4.4 Углеводы водных биоресурсов	80
Лабораторное занятие№ 5 Исследование восстанавливающих свойств углеводов.....	80
4.5 Витамины и гормоны	84
Лабораторное занятие№ 6 Количественное определение витамина С	84
4.6 Ферменты	87
Лабораторное занятие№ 7 Свойства ферментов, ферментативный гидролиз крахмала. Действие активаторов и ингибиторов. Специфичность действия ферментов амилазы и сахаразы	87
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ	93

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.4/93

Перечень лабораторных работ

№ п/п	Наименование лабораторных работ	Кол-во часов
	Разделы 1 – 2 ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	
1	Лабораторное занятие № 1. Качественные реакции катионов первой аналитической группы	2
2	Лабораторное занятие № 2. Качественные реакции катионов второй аналитической группы	2
3	Лабораторное занятие № 3. Качественные реакции катионов третьей аналитической группы	2
4	Лабораторное занятие № 4. Качественные реакции катионов четвертой аналитической группы	2
5	Лабораторное занятие № 5. Качественные реакции катионов пятой аналитической группы	2
6	Лабораторное занятие № 6. Качественные реакции катионов шестой аналитической группы	2
7	Лабораторное занятие № 7. Качественные реакции анионов первой, второй и третьей аналитических групп	2
8	Лабораторное занятие № 8. Определение процентного содержания кристаллизационной воды в кристаллическом хлориде бария	2
9	Лабораторное занятие № 9. Приготовление раствора щелочи, установка титра и нормальности щелочи по кислоте	2
10	Лабораторное занятие № 10. Определение временной жесткости воды	2
11, 12	Лабораторное занятие № 11-12. Приготовление рабочих растворов перманганата калия и щавелевой кислоты. Установка нормальности и титра перманганата калия по щавелевой кислоте	2
13, 14	Лабораторное занятие № 13-14. 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	2
15	Лабораторное занятие № 15. Определение содержания хлорида натрия в техническом образце поваренной соли методом пипетирования и отдельных навесок	2
16	Лабораторное занятие № 16. Определение общей жесткости воды методом комплексонометрии	2
	Раздел 4 БИОХИМИЯ	
1	Лабораторное занятие № 1 Качественный анализ минеральных веществ мышечной ткани рыбы	2
2	Лабораторное занятие № 2 Очистка белков методом диализа. Высаливание белков нейтральными солями. Цветные реакции	2
3	Лабораторное занятие № 3 Определение кислотного числа жиров	2
4	Лабораторное занятие № 4 Определение йодного числа масел	2
5	Лабораторное занятие № 5 Исследование восстанавливающих свойств углеводов	2
6	Лабораторное занятие № 6 Количественное определение витамина С	2
7	Лабораторное занятие № 7 Свойства ферментов, ферментативный гидролиз крахмала. Действие активаторов и ингибиторов. Специфичность действия ферментов амилазы и сахаразы	2
Итого		42

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.5/93

Введение

Рабочей программой дисциплины по специальности 35.02.09 «Водные биоресурсы и аквакультура» предусмотрено проведение 23 лабораторных занятий.

Целью проведения лабораторных работ 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 лабораторной работы 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 работы выполняются в оборудованной лаборатории химии. Для выполнения лабораторной работы учебная группа разбивается на две подгруппы (по 12–15 человек). Работа выполняется учащимися индивидуально и самостоятельно. Некоторые опыты могут быть вынесены на демонстрационный эксперимент. Перед выполнением первой лабораторной работы 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 лабораторной работе преподаватель и лаборант проверяют исправность необходимого оборудования и комплектование рабочего места учащегося.

После выполнения опыта обучающийся должен записать результат испытания с приведением необходимых таблиц, уравнений реакций и расчетных формул. В конце отчета по лабораторной работе 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 лабораторных работ 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

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.6/93

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 студента, 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 каждой лабораторной работы 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).

В результате освоения материала по лабораторным работам у обучающихся формируются следующие компетенции:

ПК 1.1. Проводить гидрологические и гидрохимические наблюдения на рыбохозяйственных водоемах.

ПК 4.5. Контролировать состояние водных объектов и водоохранных зон, а также характер антропогенного воздействия на водные биоресурсы и среду их обитания.

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ» ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ
	С.7/93

1 КАЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ

1.1 Первая аналитическая группа катионов

Лабораторное занятие № 1 Качественные реакции катионов первой аналитической группы

Цель работы:

Закрепить навыки в работе с лабораторной посудой и реактивами. Изучить свойства катионов K^+ , Na^+ , NH_4^+ ПК 1.1, ПК 4.5.

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) $Na_3[Co(NO_2)_6]$ - 5 % р-р
- натрий хлорид $NaCl$ - 0,5 н
- реактив Несслера $K_2[HgI_4]$ + KOH ;
- бумага универсальная индикаторная;
- синее стекло или флакон с раствором индиго.

Используемые источники: [1], [2].

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.8/93

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.

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.

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.9/93

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.

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;

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.10/93

- 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;

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.11/93

- 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 в разбавленных 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.
- 3 Выполнить лабораторные исследования:

Реакции катиона калия K^+

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

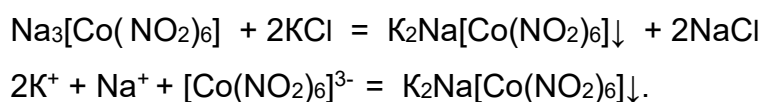
Выполнение реакции:

Соль калия, лучше всего KCl, смачивают хлороводородной кислотой и вносят в основание пламени на тонкой платиновой или нихромовой (медной) проволоке, а

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.13/93

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 $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ 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.

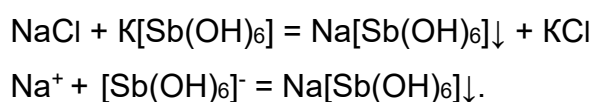
Реакции катиона Na^+

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 $\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$ 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:



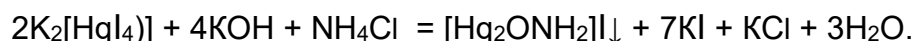
При нагревании раствора аммиак улетучивается.

Выполнение реакции:

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.14/93

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 Нesslerа (смесь тетраiodогидрат ириума калия $K_2[HgI_4]$ с KOH) дает с солями аммония красно-бурый осадок:



Выполнение реакции:

К 1 капле раствора аммония добавляют 3 капли реактива Нesslerа. 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 курсанта и преподавателя

Вопросы для самопроверки:

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.

1.2 Вторая аналитическая группа катионов

Лабораторное занятие № 2 Качественные реакции катионов второй аналитической группы

Цель работы:

Изучить свойства катионов Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+} и действие группового реактива ПК 1.1, ПК 4.5.

Материальное обеспечение:

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.15/93

- 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 $Hg_2(NO_3)_2$ - 0,2 н
- свинца нитрат $Pb(NO_3)_2$ или $Pb(CH_3COO)_2$ - 0,2 н
- серебра нитрат $AgNO_3$ - 0,1 н
- кислота уксусная CH_3COOH - 0,1 н
- бумага универсальная индикаторная.

Используемые источники: [1], [2].

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 $Pb(OH)_2$, 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:

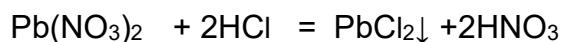
- 1 Ознакомиться с теоретической частью.
- 2 Получить у лаборанта штатив «Горка» с реактивами.
- 3 Выполнить лабораторные исследования:

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

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.16/93

Реакции катиона Pb²⁺

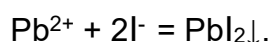
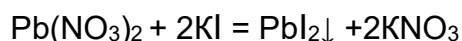
Опыт 1 Хлороводородная кислота и растворимые хлориды HCl и NaCl осаждают из растворов солей свинца (II) со слабокислой реакцией белый хлопьевидный осадок хлорида свинца (II), легко растворимый в горячей воде:



Выполнение реакции:

В пробирку помещают 2 капли раствора нитрата свинца (II) Pb(NO₃)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.

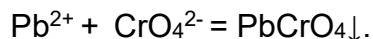
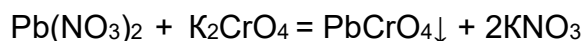
Опыт 2 Иодид калия KI, взаимодействуя с растворами свинцовых солей, дает желтый осадок иодида свинца (II):



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.

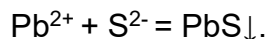
Опыт 3 Хромат калия K₂CrO₄ выделяет из слабокислых растворов солей свинца (II) желтый осадок хромата свинца (II):



Выполнение реакции:

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

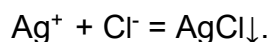
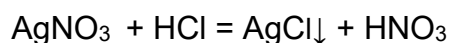
Опыт 4 Сульфид-анион дает с катионом свинца осадок черного цвета:



Реакции катиона серебра Ag⁺

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.17/93

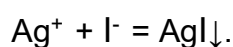
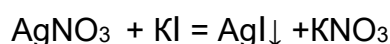
Опыт 1 Хлороводородная кислота HCl и растворимые хлориды осаждают из нейтральных и кислых растворов солей серебра в виде белого творожистого осадка хлорида серебра:



Выполнение реакции:

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

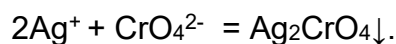
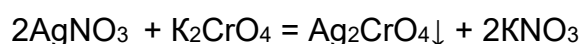
Опыт 2. Иодид калия KI образует с ионом Ag^+ светло-желтый осадок:



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+}

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 курсанта и преподавателя

Вопросы для самопроверки:

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

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.18/93

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?

1.3 Третья аналитическая группа катионов

Лабораторное занятие № 3 Качественные реакции катионов третьей аналитической группы

Цель работы:

Изучить свойства катионов бария и кальция и действие группового реактива ПК 1.1, ПК 4.5.

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: [1], [2].

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

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.20/93

значительное количество малорастворимых соединений. Гидроксиды обладают низкой растворимостью.

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

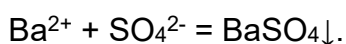
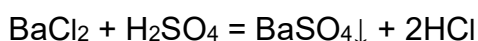
Наименьшую растворимость из них имеет сульфат бария ($1,1 \cdot 10^{-10}$), поэтому он выпадает из растворов в осадок практически мгновенно, а сульфат кальция – только из концентрированных растворов, так как имеет наибольшую растворимость ($6,1 \cdot 10^{-5}$).

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:

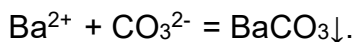
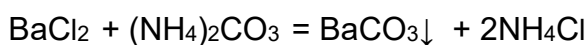


Осадок не растворяется в кислотах и щелочах.

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:

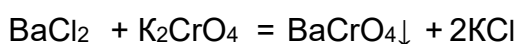


Осадок растворим в разбавленных минеральных кислотах и в уксусной кислоте. Осаждение следует вести в слабощелочной среде (лучше в аммиачной), так как в кислотах осадок растворим.

Выполнение реакции:

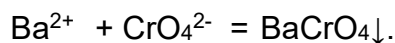
В пробирку помещают 2 капли раствора BaCl_2 , добавляют 1 каплю разбавленного аммиака и 2 капли раствора карбоната аммония.

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



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

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.21/93

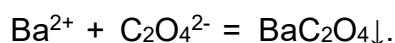
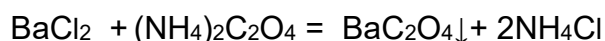


Выполнение реакции:

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:

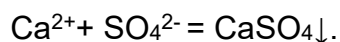
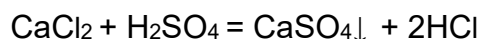


Выполнение реакции:

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:

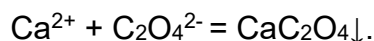
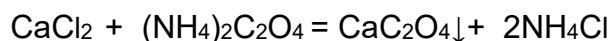


Из-за высокой растворимости сульфата кальция осаждение возможно только из достаточно концентрированных растворов солей кальция. Более полное осаждение сульфата происходит при добавлении к раствору этилового спирта.

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:



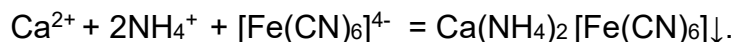
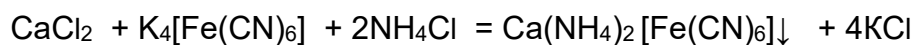
Это наиболее важная качественная реакция иона Ca^{2+} и является фармакопейной.

Выполнение реакции:

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

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.22/93

Опыт 3 Гексацианоферрат (II) калия (желтая кровяная соль) $K_4[Fe(CN)_6]$ 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 $K_4[Fe(CN)_6]$.

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 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 курсанта и преподавателя

Вопросы для самопроверки:

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.

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ» ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	
		С.23/93

1.4 Четвертая аналитическая группа катионов

Лабораторное занятие № 4. Качественные реакции катионов четвертой аналитической группы

Цель работы:

Изучить свойства катионов Al^{3+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} и действие группового реактива ПК 1.1, ПК 4.5.

Материальное обеспечение:

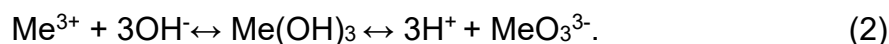
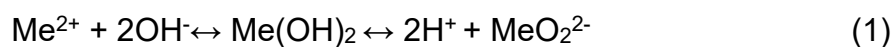
- вытяжной шкаф;
- держатель для пробирок;
- электроплитки лабораторные с насадками (спиртовки);
- штатив «Горка» для реактивов;
- штатив с пробирками;
- стеклянные палочки;
- вспомогательные материалы (вода дистиллированная, ерши для пробирок, полотенце, мыло);
- ализарин красный, насыщенный раствор;
- 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 $Cr_2(SO_4)_3$ - 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) $K_3[Fe(CN)_6]$ - 1 н
- бумага универсальная индикаторная.

Используемые источники: [1], [2].

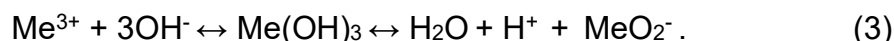
Теоретическая часть:

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.

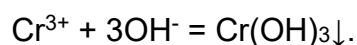
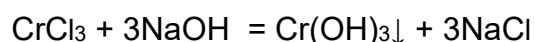
Хромиты и алюминаты устойчивы только в присутствии избытка щелочи. Большинство солей катионов четвертой группы в той или иной степени подвергается гидролизу.

Содержание и порядок выполнения работы:

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

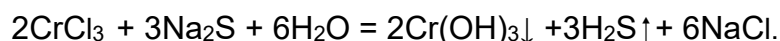
Реакции катиона хрома (III) Cr^{3+}

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 Na_2S выделяет из растворов солей хрома (III) аморфный осадок гидроксида хрома (III):



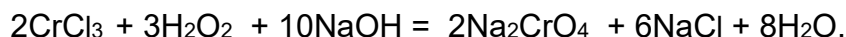
Выполнение реакции:

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

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.25/93

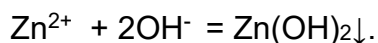
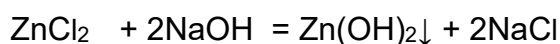
Опыт 3 Пероксид водорода H_2O_2 в присутствии щелочи окисляет ион хрома Cr^{3+} в хромат-ион CrO_4^{2-} . Реакция сопровождается характерным внешним признаком – изменением окраски раствора из ярко-зеленой (цвет ионов Cr^{3+}) в ярко-желтую (цвет ионов CrO_4^{2-}).

Суммарная реакция:



Реакции катиона Zn^{+2}

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

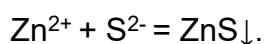
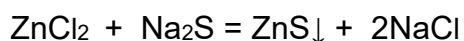


Гидроксид цинка обладает амфотерными свойствами и поэтому растворяется в избытке щелочи.

Выполнение реакции:

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.

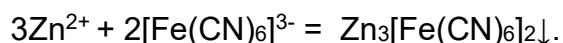
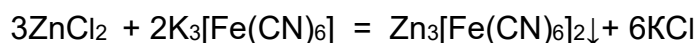
Опыт 2 Сульфид натрия Na_2S осаждает из нейтральных растворов ион цинка в виде белого аморфного сульфида цинка:



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:



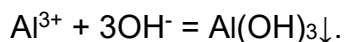
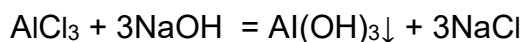
Выполнение реакции:

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

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.26/93

Реакции катиона Al^{3+}

Опыт 1 Гидроксид натрия NaOH, как групповой реактив, с солями алюминия образует белый осадок гидроксида алюминия $Al(OH)_3$. 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 $Al(OH)_3$). Нагревают реакцию 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 курсанта и преподавателя

Вопросы для самопроверки:

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.

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

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.27/93

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

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.28/93

1.5 Пятая аналитическая группа катионов

Лабораторное занятие № 5. Качественные реакции катионов пятой аналитической группы

Цель работы:

Изучить свойства катионов Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Mg^{2+} и действие группового реактива ПК 1.1, ПК 4.5.

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 |
| - 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: [1], [2].

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.29/93

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.

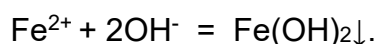
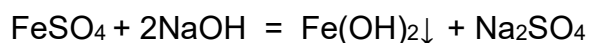
Ионы, образуемые железом и марганцем, могут иметь различную степень окисления и проявляют окислительно-восстановительные свойства. Катионы пятой группы образуют комплексные соединения, обладающие характерными окрасками, что используется в качественном анализе.

Содержание и порядок выполнения работы:

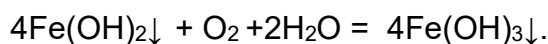
- 1 Ознакомиться с теоретической частью.
- 2 Получить у лаборанта штатив «Горка» с реактивами.
- 3 Выполнить лабораторные исследования:

Реакции катиона железа (II) Fe^{2+}

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



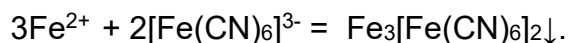
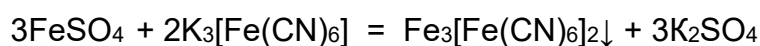
Осадок на воздухе быстро бурет вследствие окисления до гидроксида железа (III):



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 $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ (красная кровяная соль) выделяет темно – синий осадок турнбулевой сини:



МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.30/93

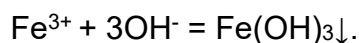
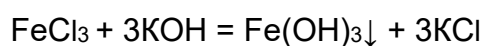
Эта самая чувствительная реакция на соли железа (II). Избытка реактива следует избегать, так как его желтая окраска придает осадку зеленоватый оттенок. Реакция является фармакопейной.

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+}

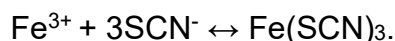
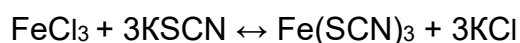
Опыт 1 NaOH – групповой реактив выделяет бурый студенистый осадок гидроксида железа (III):



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:

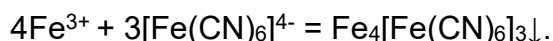
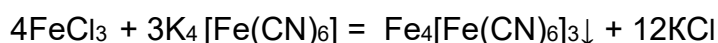


Приведенное уравнение является упрощенным. Реакция обратима, поэтому для повышения ее чувствительности реактив должен быть взят в избытке.

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 кровяная соль) осаждает из солей железа (III) берлинскую лазурь – осадок интенсивного синего цвета:



Реакция очень чувствительна.

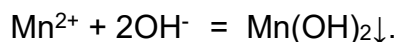
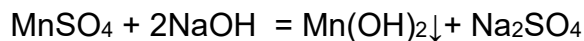
Выполнение реакции:

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

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.31/93

Реакции катиона Mn^{2+}

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

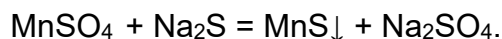


Осадок быстро бурет на воздухе вследствие окисления кислородом воздуха до соединения марганца (IV) MnO_2 или H_2MnO_3 .

Выполнение реакции:

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

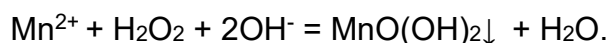
Опыт 2 Сульфид натрия Na_2S осаждает из раствора солей марганца сульфид марганца (II), окрашенный в телесный цвет.



Выполнение реакции:

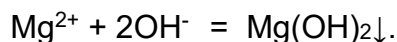
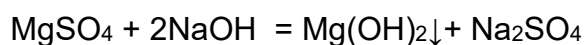
В пробирку помещают 2 капли раствора соли марганца (II) и добавляют 2 капли сульфида натрия.

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



Реакции катиона магния Mg^{2+}

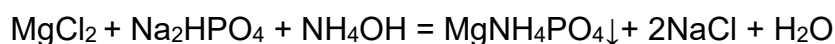
Опыт 1 NaOH – групповой реактив осаждает белый студенистый осадок гидроксида магния:



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:



МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.32/93

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 $Mg(OH)_2$. 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 курсанта и преподавателя

Вопросы для самопроверки:

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+} ?

1.6 Шестая аналитическая группа катионов

Лабораторное занятие № 6. 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 ПК 1.1, ПК 4.5.

Материальное обеспечение:

- вытяжной шкаф;
- держатель для пробирок;
- электроплитки лабораторные с насадками (спиртовки);

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

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.33/93

- 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_4OH	- 25 %
- едкое кали KOH	- 2 н
- едкий натр NaOH	- 2 н
- калия гексацианоферрат (II) $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$	- 1 н
- меди сульфат (II) CuSO_4	- 2 н
- ртути двухвалентной нитрат $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$	- 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: [1], [2].

Теоретическая часть:

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

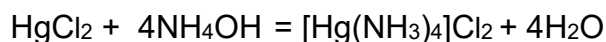
Катионы шестой аналитической группы осаждаются раствором аммиака, образуя осадки гидроксидов и основных солей.

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+} .

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.34/93

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



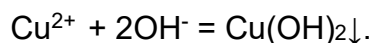
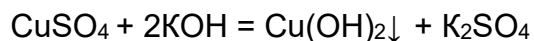
Образование аммиаката ртути (окисной) и кобальта происходит при добавлении к смеси солей хлорида аммония NH_4Cl .

Содержание и порядок выполнения работы:

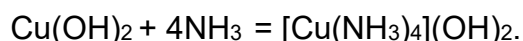
- 1 Ознакомиться с теоретической частью.
- 2 Получить у лаборанта штатив «Горка» с реактивами.
- 3 Выполнить лабораторные исследования:

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):



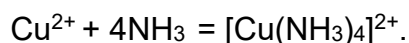
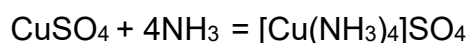
Осадок растворим в концентрированном растворе аммиака:



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.

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.35/93

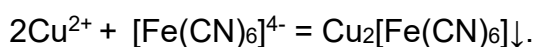
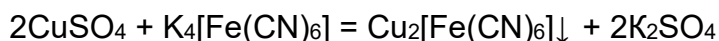
Опыт 3 Иодид калия KI реагирует с солями меди (II) с образованием свободного йода и желто-бурого осадка иодида меди (I):



Выполнение реакции:

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

Опыт 4 Гексацианоферрат (II) калия $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ 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 курсанта и преподавателя

Вопросы для самопроверки:

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.

1.7 Анионы

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.36/93

Лабораторное занятие № 7. Качественные реакции анионов первой, второй и третьей аналитических групп

Цель работы:

Изучить свойства анионов и действие группового реактива ПК 1.1, ПК 4.5.

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.37/93

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 $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{NH}$
- 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 $(\text{Cl}_2 + \text{H}_2\text{O})$;
- раствор йода $(\text{I}_2 + \text{KI})$;
- крахмал 1%;
- реактив Грисса;
- бумага индикаторная универсальная.

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.38/93

Используемые источники: [1], [2].

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 деления. Эта возможность обусловлена тем, что анионы большей частью не мешают открытию друг друга. В соответствии с этим, групповые реактивы применяются не для деления 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:

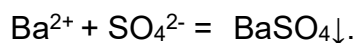
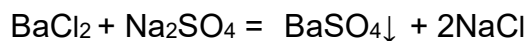
Реакции анионов первой аналитической группы

Реакции сульфат-анион SO_4^{2-}

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

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.39/93

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



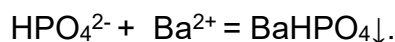
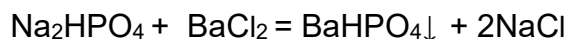
Сульфат бария нерастворим в кислотах. Этим он отличается от других бариевых солей анионов первой группы. Реакция является фармакопейной.

Выполнение реакции:

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

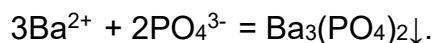
Реакции фосфат-иона PO_4^{3-}

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.

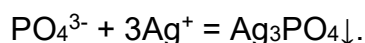
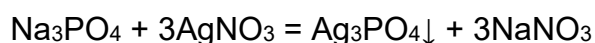
Если проводить реакцию в слабощелочной среде или с раствором соли Na_3PO_4 , выделяется осадок $\text{Ba}_3(\text{PO}_4)_2\downarrow$



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.

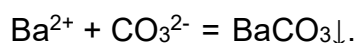
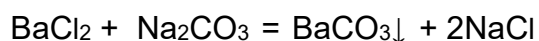
МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.40/93

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.

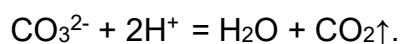
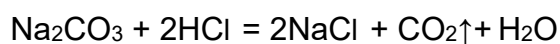
Опыт 1 Хлорид бария BaCl_2 из растворов карбонатов осаждает на холоде белый осадок карбоната бария:



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.

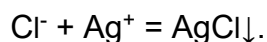
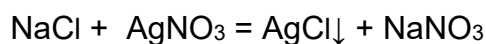
Выполнение реакции:

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:

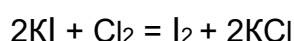


Выполнение реакции:

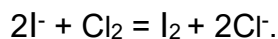
К 2 каплям раствора хлорида натрия прибавляют 2 капли раствора нитрата серебра.

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:



МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.41/93



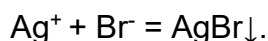
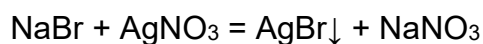
Свободный йод открывают действием крахмала: крахмал окрашивается в синий цвет.

Выполнение реакции:

В фарфоровую чашку наливают водопроводную воду, содержащую хлор, добавляют 3–4 мл раствора иодида 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 AgNO_3 с ионами Br^- дает желтовато-белый осадок бромида серебра:

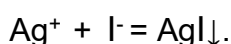
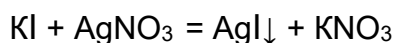


Выполнение реакции:

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

Реакции иодид-иона I^-

Опыт 1 Нитрат серебра AgNO_3 выделяет из иодидов светло-желтый творожистый осадок иодида серебра:

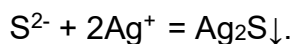
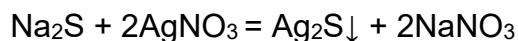


Выполнение реакции:

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

Реакции сульфид-иона S^{2-}

Опыт 1 Нитрат серебра AgNO_3 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.

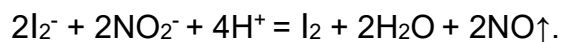
МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.42/93

Реакции анионов третьей аналитической группы

Реакции нитрит-иона NO_2^-

Опыт 1 Действие иодидов

Нитриты окисляют I^- до I_2 в присутствии H_2SO_4 :



Выделение I_2 обнаруживают раствором крахмала, который при этом синее.

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

При взаимодействии реактива Грисса с нитритами образуется азокраситель ярко-красного цвета $\text{H}_2\text{N} - \text{C}_{10}\text{H}_6 - \text{N} = \text{N} - \text{C}_6\text{H}_4 - \text{SO}_3\text{H}$.

Реакции нитрат-иона NO_3^-

Опыт 1 Действие дифениламина $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{NH}$

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

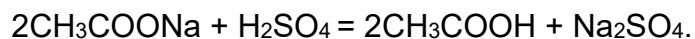
Выполнение реакции:

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 $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{NH}$ 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

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

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.43/93

Цель работы

Отчет о выполнении работы

Даты и подписи курсанта и преподавателя

Вопросы для самопроверки:

- 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?

2 КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ

2.1 Гравиметрический метод анализа

Лабораторное занятие № 8. Определение процентного содержания кристаллизационной воды в кристаллическом хлориде бария

Цель работы:

Исследование кристаллического хлорида бария на содержание кристаллизационной воды ПК 1.1, ПК 4.5.

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;

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

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.44/93

- эксикаторы общего пользования.

Используемые источники: [1], [2].

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. Обратит 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). Обратит 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 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:

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

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

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.46/93

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

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 курсанта и преподавателя

Вопросы для самопроверки:

- 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.

2.2 Методы титриметрического анализа

Лабораторное занятие № 9. 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).

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.47/93

Закрепление навыков пользования мерной посудой и процессом титрования
ПК 1.1, ПК 4.5.

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: [1], [2].

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

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.48/93

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:

$$\mathcal{E}_{\text{NaOH}} = M / 1; m_{\text{NaOH}} = \mathcal{E} \cdot N \cdot V / 1000.$$

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

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.49/93

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

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

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

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 курсанта и преподавателя

Вопросы для самопроверки:

- 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?

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.50/93

Лабораторное занятие № 10. Определение временной жесткости воды

Цель работы:

Исследование водопроводной воды на содержание бикарбонатов кальция и магния ПК 1.1, ПК 4.5.

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: [1], [2].

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.

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

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

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.51/93

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:

$$Ж_{\kappa} = V_{HCl} \cdot N_{HCl} \cdot 10.$$

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 курсанта и преподавателя

Вопросы для самопроверки:

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

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.52/93

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?

2.3 Методы редоксиметрии

Лабораторное занятие № 11-12. 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 ПК 1.1, ПК 4.5.

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;

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

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.53/93

- 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: [1], [2].

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:

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

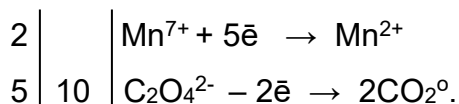
Грамм-эквивалент ($\mathcal{E}_{\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4}$) найти из уравнения реакции титрования:



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

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

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.54/93

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 ($\mathcal{E}_{\text{KMnO}_4}$) 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 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.

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.55/93

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 курсанта и преподавателя

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.56/93

Вопросы для самопроверки:

- 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?
- 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 № 13-14. 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 ПК 1.1, ПК 4.5.

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;

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

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.57/93

- 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 ;
- твердый тиосульфат натрия $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$;
- твердый иодид калия KI ;
- х.ч. вещество I_2 ;
- 0,1 н раствор йода I_2 ;
- 0,1 н раствор тиосульфата натрия $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$;
- 0,1 н раствор бихромата калия $K_2Cr_2O_7$;
- 2 н раствор серной кислоты H_2SO_4 ;
- 5 –10 % раствор иодида калия KI ;
- раствор крахмала.

Используемые источники: [1], [2].

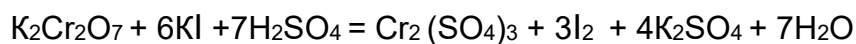
Организация и методика выполнения работы:

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).

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.58/93

При установке титра тиосульфата натрия бихроматом в реакцию с тиосульфатом вступает йод с образованием тетратионата 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.

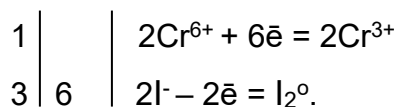
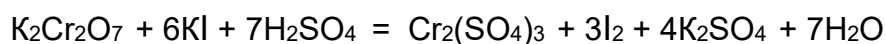
Практическое выполнение работы

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

Рассчитать навеску бихромата калия по формуле

$$m = \frac{N \cdot V}{1000}.$$

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:

$$T = m / V;$$

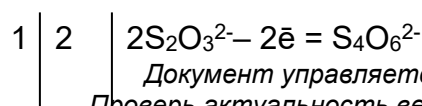
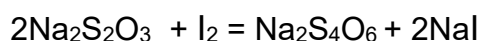
$$N = T \cdot 1000 / \text{Э}.$$

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:

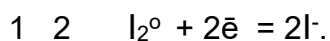
$$m = \frac{N \cdot V}{1000}.$$

Грамм-эквивалент найти из уравнений:



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

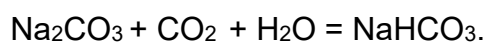
МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.59/93



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:

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

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

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.

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.60/93

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

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.61/93

$$V_{Na_2S_2O_3} / V_{K_2Cr_2O_7} = N_{K_2Cr_2O_7} / N_{Na_2S_2O_3}$$

$$T_{Na_2S_2O_3} = \mathcal{E}_{Na_2S_2O_3} \cdot N_{Na_2S_2O_3} / 1000.$$

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 курсанта и преподавателя

Вопросы для самопроверки:

- 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?

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.62/93

5 Всегда ли соответствует формуле $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 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»?

2.4 Методы осаждения и комплексообразования

Лабораторное занятие № 15. Определение содержания хлорида натрия в техническом образце поваренной соли методом пипетирования и отдельных навесок

Цель работы:

Исследование раствора на процентное содержание хлорида натрия ПК 1.1, ПК 4.5.

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 .

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.63/93

Используемые источники: [1], [2].

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.64/93

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

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

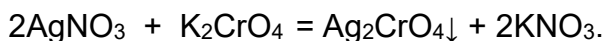
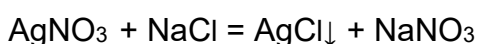
$$m_{\text{NaCl}} = \varepsilon_{\text{NaCl}} \cdot N_{\text{NaCl}} \cdot V / 1000.$$

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

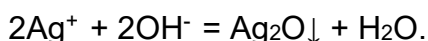
Взвесить рассчитанную навеску на тарированном часовом стекле или в бюксе (предварительно взвесить на технических, затем на аналитических весах). Массу занести в данные анализа.

В мерную колбу на 200 мл вставить воронку и осторожно сыпать навеску с часового стекла (бюкса), смыв 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*

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.65/93

$$T_{AgNO_3/NaCl} = \mathcal{E}_{NaCl} \cdot N_{AgNO_3} / 1000.$$

Навеска содержит m_{NaCl} :

$$m_{NaCl} = T_{AgNO_3/NaCl} \cdot V_1 \cdot V / V_2 ,$$

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, %:

$$m_{NaCl} \cdot 100 / m_{навески},$$

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

$m_{навески}$ – 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 курсанта и преподавателя

Вопросы для самопроверки:

- 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?

Лабораторное занятие № 16. Определение общей жесткости воды методом комплексонометрии

Цель работы:

Исследование воды на содержание в ней растворимых солей магния и кальция ПК 1.1, ПК 4.5.

Материальное обеспечение:

- стакан на 200 мл;

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

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.66/93

- мерная колба на 50 мл;
- коническая колба для титрования на 250 мл;
- бюретка и воронка к ней;
- вспомогательные материалы (вода дистиллированная, полотенце, мыло);
- мурексид или эриохром черный Т;
- 0,05 н трилон Б;
- аммиачно-буферная смесь ($\text{NH}_4\text{Cl} + \text{NH}_4\text{OH}$).

Используемые источники: [1], [2].

Организация и методика выполнения работы:

Понятия «жесткость воды и ее виды» см. в лабораторной работе № 14.

Для титрования при определении жесткости брать различные количества анализируемой воды:

- при незначительной жесткости (до 5 мг-экв./л) – 100 мл;
- при средней (от 5 до 20 мг-экв/л) – 25–50 мл;
- при высокой (выше 20 мг-экв/л) – 10 мл.

При отсутствии в образце магниевой жесткости работу выполнять с индикатором мурексидом. Титрование лучше вести в присутствии «свидетеля».

Практическое выполнение работы

Отмерить мерной колбой 50 мл исследуемой воды и перенести в колбу для титрования на 250 мл, добавить 5 мл буферной смеси, 7–8 капель спиртового раствора индикатора эриохрома черного Т. Общий объем раствора довести до 100 мл дистиллированной водой, тщательно перемешать. Раствор окрасится в винно-красный цвет. Смесь оттитровать 0,05 н раствором трилона Б. К концу титрования раствор трилона Б добавлять по каплям, встряхивая титруемый раствор после добавления каждой капли. Титрование заканчивается, когда окраска из фиолетовой превращается в синюю с зеленоватым оттенком.

Вычисление общей жесткости:

$$J_{\text{общ.}} = N_{\text{трилона Б}} \cdot V_{\text{трилона Б}} \cdot 1000 / V_{\text{воды}}.$$

Содержание и порядок выполнения работы:

- 1 Ознакомиться с организацией и методикой выполнения работы.
- 2 Получить у лаборанта комплект посуды и реактивы.

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ» ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.67/93

- 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 курсанта и преподавателя

Вопросы для самопроверки:

- 1 Каковы основы комплексонометрического титрования?
- 2 Перечислить комплексонометрические индикаторы.
- 3 Назовите условия комплексонометрического титрования?

4 ЭЛЕМЕНТАРНЫЙ И МОЛЕКУЛЯРНЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ СОСТАВ ВОДНЫХ БИОРЕСУРСОВ

4.1 Элементарный и молекулярный химический состав водных биоресурсов, вода и минеральные вещества

Лабораторное занятие № 1 Качественный анализ минеральных веществ мышечной ткани рыбы

Цель работы:

Освоить технику извлечения и открытия отдельных ионов и экстрактивных веществ из мышечной ткани (ОК 01-ОК 02, ОК 09, ПК 1.4, ПК 2.4, ПК 3.4).

Реактивы и материалы:

Мышцы животного происхождения; трихлоруксусная кислота 10 % (или уксусная кислота); молибденовая жидкость; щавелевокислый аммоний; дистиллированная вода; химически чистый песок; пикриновая кислота насыщенный раствор; серная кислота 5 % раствор; сернокислый натрий 10 % раствор; реактив Уффельмана; азотнокислое серебро; FeCl_2 ; кобальтинитрит натрия $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ сухой; $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$.

Оборудование:

Ступка фарфоровая; стакан химический; скальпель; пробирки; электроплитка; колбы; спиртовка; бумажные фильтры; лакмусовая бумага; водяная баня.

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.68/93

Используемые источники: [1], [2].

Теоретическая часть:

Мышцы содержат 72-80 % воды и 20-28 % сухого остатка, главной составной частью последнего является белок, составляющий 16-21 % сухого остатка от массы мышцы. Прочие вещества небелковой природы, переходящие в раствор (экстракт) после осаждения мышечных белков носят название **э к с т р а к т и в н ы х** веществ. К ним относятся азотсодержащие вещества – АТФ, креатин фосфат, креатин, САК (свободные аминокислоты) и другие вещества.

К безазотистым веществам относятся – гликоген, глюкоза, пировиноградная, молочная кислоты и другие вещества.

Наконец, мышцы содержат сравнительно большое количество минеральных ионов. В наибольшем количестве содержатся ионы K^+ , $(PO_4)^{3-}$, несколько меньше Ca^{2+} , Cl^- , Na^+ , еще меньше Fe^{3+} и другие.

Все эти вещества могут быть выделены из мышц, обнаружены с помощью специфических качественных реакций и определены количественно.

Содержание и порядок выполнения работы:

1. Ознакомиться с теоретической частью.
2. Выполнить лабораторные исследования.

Опыт 1. Открытие ионов

10 граммов мышц животного происхождения растирают в фарфоровой ступке с химически чистым песком, переносят в стакан, заливают 30 мл воды, настаивают 15 минут, время от времени, помешивая стеклянной палочкой, затем жидкость фильтруют в чистую колбочку, а остаток ткани снова заливают 30 мл воды, настаивают и фильтруют.

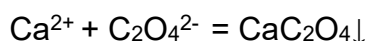
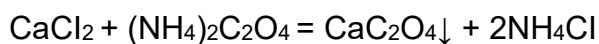
К приготовленному водному экстракту мышц добавляют трихлоруксусную кислоту (или уксусную) из расчета 10 капель 10 % раствора на 30 мл и кипятят. Белки выпадают в осадок, жидкость оттитровывают через бумажный фильтр в колбу и открывают в фильтрате минеральные ионы. Открытие минеральных ионов основано на образовании ими с соответствующими реактивами нерастворимых, плоходиссоциирующих, а нередко и окрашенных соединений.

1. Фильтрат разливают по 1 мл в ряд пробирок для открытия ионов:

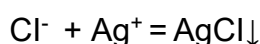
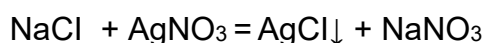
МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.69/93

в 1 – для открытия ионов PO_4^{3-} добавляют молибденовую жидкость (смесь молибденового аммония и азотной кислоты) и кипятят на спиртовке. В случае выпадения осадка желтого цвета, делают вывод о присутствии ионов PO_4^{3-} .

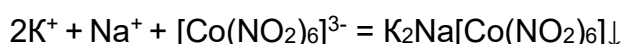
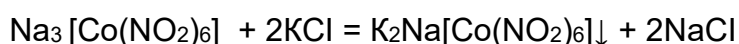
Во 2 – для открытия ионов Ca^{2+} прибавляют щавелевокислый аммоний. В случае присутствия Ca^{2+} выпадает осадок белого цвета:



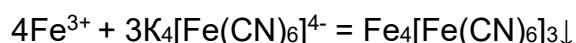
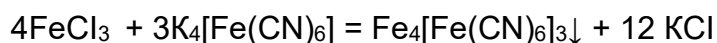
В 3 – для открытия Cl^- прибавляем несколько капель AgNO_3 (азотнокислое серебро). В случае присутствия Cl^- выпадает творожистый осадок белого цвета:



В 4 – для открытия K^+ прибавляем кобальтинитрит натрия $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$. В случае присутствия K^+ выпадает желтый осадок:



В 5 – для открытия Fe^{3+} прибавляем ферроцианид калия $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, образуется темно-синее окрашивание:



Опыт 2. Открытие некоторых экстрактивных веществ

Открытие креатина и креатинина

Креатин – азотсодержащая кислота. Креатинин – это конечный продукт обмена креатина в организме.

Креатинин дает с пикриновой кислотой в щелочной среде цветную реакцию (оранжево-красная окраска). Для того, чтобы получить цветную реакцию с креатином, его надо перевести в креатинин с помощью нагревания с серной кислотой.

В две пробирки наливают по 1 мл безбелкового фильтрата. В 1-ю добавляют 1 мл 5 % раствора серной кислоты и нагревают 30 минут на кипящей водяной бане. Жидкость нейтрализуют (по лакмусу) 10 % раствором Na_2CO_3 и фильтруют в новую пробирку через бумажный фильтр. Затем в обе пробирки наливают по 3 мл 10 % раствора Na_2CO_3 и по 5-8 капель насыщенного раствора пикриновой кислоты. В

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.70/93

обеих пробирках появляется оранжево-красная окраска, более интенсивная в первой пробирке.

Открытие молочной кислоты

Молочная кислота дает с реактивом Уффельмана (100 мл 2 % раствора фенола плюс 10 капель хлористого железа FeCl_2) зелено-желтое окрашивание вследствие образования молочнокислого железа. В пробирку наливают 10 мл реактива Уффельмана и добавляют по каплям водный раствор – безбелковый фильтрат – фиолетовый цвет реактива переходит в зелено-желтый.

Содержание отчета:

Наименование лабораторной работы

Цель работы

Исследуемый образец жидкости

Отчет о выполнении работы

Выводы по работе

Дата выполнения и подписи курсанта и преподавателя

Вопросы для самопроверки:

- 1 Какие из минеральных ионов обнаружены в мышечной ткани?
- 2 Какую роль играют минеральные вещества в обмене?
- 3 Какие вещества называются экстрактивными?
- 4 Какие соединения относятся к азотсодержащим экстрактивным веществам?
- 5 Какие соединения относятся к безазотсодержащим экстрактивным веществам?

4.2 Белковые вещества водных биоресурсов

Лабораторное занятие № 2 Очистка белков методом диализа. Высаливание белков нейтральными солями. Цветные реакции белков

Цель работы:

С помощью диализа очистить раствор белка от примесей солей. Освоить методику установления изoeлектрической точки белка. Произвести разделение белковых фракций методом высаливания нейтральными солями. Изучить цветные реакции на белки (ОК 01-ОК 02, ОК 09, ПК 1.4, ПК 2.4, ПК 3.4).

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.71/93

Реактивы и материалы:

Раствор белка с NaCl; 0,5 % раствор AgNO₃; 10 % раствор CuSO₄; 10 % раствор HNO₃; 10 % раствор KOH; 0,5 % раствор желатина; 0,1 н раствор уксуснокислого натрия CH₃COONa; 0,1 н раствор уксусной кислоты CH₃COOH; этиловый спирт; дистиллированная вода.

Раствор белка с NaCl (1 белок + 200 мл дист. воды + 100 мл насыщенного раствора хлорида натрия отфильтровать через 3-4 слоя марли); 20 мл насыщенного раствора сульфата аммония; сухой кристаллический сульфат аммония; кристаллический хлорид натрия; 15 % раствор сернокислой меди; кристаллический сернокислый магний; 2 мл 1 % раствора уксусной кислоты; 10 % раствор едкого натра.

Белки, водные растворы; едкий натр 2 н раствор; едкий натр, концентрированный раствор; азотная кислота ($\rho=1,4 \text{ г/см}^3$); 0,2 н раствор сульфата меди; 0,1 н раствор уксуснокислого свинца; азотнортутный реактив; белая шерсть.

Оборудование:

Диализатор; штатив с пробирками; пипетка мерная градуированная на 1 мл; пипетка мерная на 5 мл.

Воронка – 2 шт.; фильтры бумажные – 3 шт.; штатив с пробирками – 1 шт.; цилиндр мерный на 10 мл – 1 шт.; марля.

Используемые источники: [1], [2].

Теоретическая часть:

Диализ – это освобождение коллоидов от низкомолекулярных органических и минеральных примесей с помощью диффузии последних через мембраны, практически непроницаемые для коллоидов.

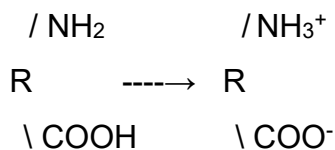
Белки в растворе благодаря значительной величине белковых частиц не диффундируют сквозь полупроницаемую мембрану. Этим свойством белка пользуются для его очистки от низкомолекулярных примесей.

Белки следует рассматривать как вещества, содержащие большое количество кислых и основных групп. Кислотные группировки белка происходят главным образом за счет карбоксильных групп дикарбоновых аминокислот.

Щелочные группы белка обязаны аминным ($-\text{NH}_2$), гуанидиновым и иминным ($-\text{NH}-$) группам аминокислот. На кислотно-щелочные свойства белка влияет также характер остатков аминокислот в белковой молекуле.

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.72/93

Обладая одновременно кислотными и основными свойствами, белки образуют биполярные ионы:



В щелочных растворах белок играет роль аниона, в кислых растворах, наоборот, белок играет роль катиона. Таким образом, фактором, определяющим поведение белка как аниона или как катиона, является концентрация водородных ионов. Ее повышение (кислая среда) уменьшает кислотную диссоциацию белка и переводит его в катион; понижение (щелочная среда), наоборот, понижает щелочную диссоциацию и переводит белковые частицы в анионы. Однако при определенном значении pH (неодинаковом для различных белков) кислотная диссоциация белковой частицы становится равной щелочной – число положительных зарядов амфотерного иона белка сравнивается с числом отрицательных зарядов и заряд в целом может стать практически равным нулю.

В этих условиях белок находится в изоэлектрическом состоянии и в электрическом поле не будет обнаруживать передвижение ни к катоду, ни к аноду. При этом pH раствора, при котором белок находится в изоэлектрическом состоянии, называется *изоэлектрической точкой белка*.

Растворы белка в изоэлектрической точке наименее устойчивы.

Для большинства белков изоэлектрическая точка близка к нейтральной среде, но несколько сдвинута в кислую сторону (см. опыты 1-2),

В ы с а л и в а н и е м называется реакция осаждения белков из их растворов нейтральными солями. Реакция высаливания обусловлена дегидратацией коллоидной частицы белка и одновременно нейтрализацией белка. Белок обычно почти не теряет присущих ему физико-химических и биологических свойств при высаливании.

Выпадение белков в осадок – явление противоположное растворению, поэтому легче высаливаются белки, которые труднее растворяются. Поэтому глобулины высаливаются легче, чем альбумины при действии полунасыщенного $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, альбумины выпадают из раствора при более сильном насыщении $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, начиная с 65 % и до полного насыщения.

При разделении белковых фракций методом высаливания с помощью таких солей как NaCl, MgSO_4 , $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ для выделения глобулинов требуется полное

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.73/93

насыщение солью, а для выделения альбуминов, помимо насыщения необходимо подкисление растворов уксусной кислотой CH_3COOH . Высаливанием пользуются для разделения белковых фракций, очистки белков, получения их в кристаллическом виде (см. опыты 3-4).

Белки – высокомолекулярные соединения, построенные из остатков α – аминокислот. Аминокислоты содержат две функциональных группы: $[-\text{NH}_2]$ – аминогруппу и $[-\text{COOH}]$ – карбоксильную группу. Аминогруппа обладает основными свойствами, а карбоксильная группа – кислотными свойствами. Это значит, аминокислоты имеют амфотерный характер. Соединяясь друг с другом посредством пептидных связей, аминокислоты образуют белки. Белки имеют ряд специфических свойств (см. опыт 5).

Содержание и порядок выполнения работы:

- 1 Ознакомиться с теоретической частью.
- 2 Выполнить лабораторные исследования.

Опыт 1. Диализ белка

В мешочек из целлофана наливают до половины раствор белка, мешочек подвешивают на стеклянной палочке и погружают в стакан с дистиллированной водой. Диализ проводят при комнатной температуре. Через 30-40 минут из стакана берут в две пробирки по 2 мл воды. В одной пробирке производят реакцию на ионы хлора, для чего воду подкисляют несколькими каплями 10 % раствора HNO_3 и добавляют 2-3 капли AgNO_3 .

С пробой во второй пробирке производят биуретовую реакцию. Если диализ проводится правильно, биуретовая реакция будет отрицательна.

Диализ можно ускорить, периодически меняя воду в стакане (через каждые 15-20 минут) или же используя проточный диализатор. Диализ проводят до получения отрицательной реакции на ионы хлора.

Опыт 2 Определение изоэлектрической точки желатина

В пять пробирок наливают растворы CH_3COOH и CH_3COONa в количествах, указанных в таблице, после чего в каждую пробирку добавляют по 1 мл раствора желатина и хорошо перемешивают, затем прибавляют по 4 мл этилового спирта $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ и снова перемешивают, через 5-10 минут просматривают все пробирки и оценивают степень мутности смеси. В каждой из пробирок pH наиболее мутной

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.74/93

смеси соответствует изоэлектрической точке желатина. Результаты записывают в таблицу.

№	Состав буферной смеси		рН смеси	0,5 % р-р желатина	Этиловый спирт	Степень мутности по 5 бальной системе
	0,1 н CH_3COOH	0,1 н CH_3COONa				
1	0,2	1,8	5,7	1,0	4,0	
2	0,6	1,4	5,1	1,0	4,0	
3	1,0	1,0	4,7	1,0	4,0	
4	1,4	0,6	4,4	1,0	4,0	
5	1,8	0,2	3,8	1,0	4,0	

Примечание. + – помутнение раствора;

x – явная коагуляция, образование хлопьев;

интенсивность явления соответствует числу значков.

Опыт 3 Осаждение сернокислым аммонием

В пробирку наливают 2-5 мл раствора белка, добавляют равный объем насыщенного раствора сернокислого аммония и перемешивают, образуется осадок глобулина, его отфильтровывают через бумажный фильтр.

К фильтрату, содержащему альбумины, добавляют порошок сернокислого аммония до полного насыщения, последние порции соли уже не растворяются. Выпадает осадок альбуминов, который тоже отфильтровывают.

С фильтратом проводят биуретовую реакцию. Если произошло полное осаждение белков, она должна быть отрицательная.

Опыт 4 Осаждение сернокислым магнием и хлористым натрием

В две пробирки наливают 2-3 мл раствора белка и добавляют до получения насыщенного раствора в одну пробирку хлористого натрия, в другую – сернокислого магния. Через 5-6 минут в пробирках замечается выпадение осадков (глобулинов).

Альбумины в нейтральных растворах солей щелочных и щелочноземельных металлов не осаждаются.

Содержимое пробирок отфильтровывают через бумажные фильтры. В фильтратах – альбумины. Их подкисляют 1 % раствором уксусной кислоты CH_3COOH – появляется осадок альбуминов. Их отфильтровывают, а в фильтратах с помощью биуретовой реакции доказывают отсутствие белка.

Свои наблюдения о высаливании белков нейтральными солями оформить в виде таблицы:

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.75/93

Наименование фракции	Употребляемая соль	Реакция среды	Степень насыщения

Опыт 5 Цветные реакции на белки

1. Биуретовая реакция

В пробирку помещают 2 капли исследуемого раствора белка, 1 каплю раствора щелочи и 1 каплю раствора сульфата меди. Жидкость окрашивается в фиолетовый цвет, который заметен даже в окрашенной водной вытяжке мяса. Биуретовая реакция связано с наличием в белках пептидных группировок - CO – NH -, которые обуславливают появление окраски при взаимодействии с солями меди.

2. Ксантопротеиновая реакция

В пробирку вводят 3 капли водного раствора белка и 1 каплю азотной кислоты. Появляется белый осадок. При нагревании реакционной смеси раствор и осадок окрашиваются в ярко-желтый цвет. Смесь охлаждают и добавляют 1-2 капли едкого натра. При этом желтое окрашивание переходит в ярко-оранжевое. Ксантопротеиновая реакция обусловлена наличием в белках ароматических аминокислот. Желтое окрашивание появляется как результат нитрования ароматических ядер. Появление оранжевой окраски определяется образованием более интенсивно окрашенных анионов.

3. Реакция на серу

В пробирку вводят комочек белой шерстяной пряжи, 2 капли раствора едкого натра, каплю раствора уксуснокислого свинца и нагревают содержимое пробирки в пламени горелки. Появляется коричнево-черный осадок сульфида свинца. Эта реакция на содержание серы в белках. Ее дают белки, содержащие цистин, цистеин и метионин.

4. Азотнортутная реакция белков

В пробирку помещают 2 капли белка и 1 каплю раствора азотнортутного реактива, встряхивают содержимое пробирки и нагревают. Появляется характерное красное окрашивание. Эту реакцию дают белки, в состав которых входят аминокислоты, содержащие свободный фенольный гидроксил (тирозин, триптофан).

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ» ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	
	С.76/93	

Содержание отчета:

Наименование лабораторной работы

Цель работы

Отчет о выполнении работы

Выводы по работе.

Дата выполнения и подписи курсанта и преподавателя

Вопросы для самопроверки:

- 1 Что называется диализом?
- 2 Где используется диализ?
- 3 Что называется изоэлектрической точкой белка?
- 4 Объясните, почему в изоэлектрической точке растворы белка неустойчивы и выпадают в осадок?
- 5 К какому виду осаждения относится высаливание?
- 6 Что происходит с молекулой белка при высаливании?
- 7 Как можно разделить методом высаливания альбумины и глобулины?
- 8 Что нужно сделать, чтобы осадок белка, полученный при высаливании, перевести в раствор?
- 9 Какие соединения называются белками?
- 10 Сколько аминокислот входит в состав белков?
- 11 Для чего проводят цветные реакции белков?
- 12 Какой реакцией обнаруживают пептидные связи?
- 13 Чем объясняется амфотерный характер белков?

4.3 Липиды водных биоресурсов

Лабораторное занятие № 3. Определение кислотного числа жиров

Цель работы:

Познакомить обучающихся с методикой определения кислотного числа жиров, подчеркнуть важность определения этой константы как одной из характеристик масел (ОК 01-ОК 02, ОК 09, ПК 1.4, ПК 2.4, ПК 3.4).

Реактивы и материалы:

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.77/93

Смесь спирта с эфиром (1:2) гидроксид калия 0,1 н раствор; масло растительное или рыбий жир, фенолфталеин.

Оборудование:

Весы аналитические; колбы конические на 50 мл или на 100 мл, цилиндры мерные на 10 мл или 25 мл; пипетка с одной меткой на 1 мл или 2 мл; бюретка с краном на 25 мл или на 50 мл; пробирка.

Используемые источники: [1], [2].

Теоретическая часть:

Кислотное число характеризует кислотность жира и измеряется количеством миллиграммов гидроксида калия, необходимого для нейтрализации свободных жирных кислот, содержащихся в 1 грамме жира. Кислотное число наряду с другими физико-химическими показателями характеризует качество жира.

При хранении жиров и масел наблюдается их гидролиз, который приводит к накоплению свободных жирных кислот, то есть к возрастанию кислотности.

Повышенная кислотность жира указывает на снижение его качества.

Содержание и порядок выполнения работы:

1. Ознакомиться с теоретической частью.
2. Выполнить лабораторные исследования.

Опыт 1. Определение кислотного числа жиров

Коническую колбу емкостью 100 мл взвешивают на технических весах с точностью до 0,01 г, затем берут навеску жира примерно 2 г.

Жир растворяют добавлением 20-40 мл спиртоэфирной смеси (1:2), прибавляют несколько капель фенолфталеина, после полного растворения жира и титруют жидкость 0,1 н раствором КОН до розовой окраски, устойчивой в течение 5-10 секунд. Кислотное число, X , мг КОН/1 г жира, находят по формуле

$$X = 5,61 \cdot a / c,$$

где a – количество мл 0,1 н раствора КОН, пошедшего на титрование;

c – навеска жира в г;

5,61 – количество мг КОН соответствующее 1 мл 0,1 н раствора.

Содержание отчета:

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ» ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	
	С.78/93	

Наименование лабораторной работы

Цель работы

Отчет о выполнении работы

Выводы по работе

Дата выполнения и подписи курсанта и преподавателя

Вопросы для самопроверки:

1 Что показывает кислотное число?

2 Что называется кислотным числом?

3 Какой метод титриметрического анализа используется при определении кислотного числа?

4 Почему увеличивается кислотное число при порче жира?

Лабораторное занятие № 4. Определение йодного числа масел

Цель работы:

Освоить методику определения йодного числа масел, привить навыки самостоятельной работы в лаборатории (ОК 01-ОК 02, ОК 09, ПК 1.4, ПК 2.4, ПК 3.4).

Реактивы и материалы:

Растительное масло (рыбий жир); эфир серный, солянокислый раствор хлористого йода 0,2 н; раствор йодистого калия 10 %; 0,1 н раствор тиосульфата натрия; хлороформ; крахмал 1 % раствор; вода дистиллированная.

Оборудование:

Весы аналитические; бюретка с краном на 25 мл; колбы конические на 250 мл с пробкой; цилиндр мерный на 50 мл; пипетка, градуированная на 10 мл.

Используемые источники: [1], [2].

Теоретическая часть:

Насыщенность жира зависит от присутствия в его составе ненасыщенных жирных кислот. Ненасыщенные соединения легко присоединяют по два атома галогена по месту каждой двойной связи. Обычно степень ненасыщенности определяют йодным числом. Йодное число является одним из наиболее важных химических показателей для масла и жиров. Йодное число измеряется количеством

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.79/93

граммов йода, присоединившегося к 100 г жира. Оно позволяет судить о степени ненасыщенности жира, о склонности его к «высыханию», прогорканию и другим изменениям, происходящим при хранении и переработке пищевых и технических жиров и масел.

По месту разрыва двойных связей, кроме йода, могут присоединяться и другие галогены – хлор, бром, но они не только присоединяются по двойным связям, но и замещают атомы водорода в радикале. Йод же в определенных условиях реагирует преимущественно по месту разрыва двойных связей.

Избыток хлористого йода вступает в реакцию с йодистым калием. Выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия.

Содержание и порядок выполнения работы:

1. Ознакомиться с теоретической частью.
2. Выполнить лабораторное исследование.

Опыт 1. Определение йодного числа масел

В чистую сухую колбу емкость 200-300 мл отвешивают по разности 0,08-0,12 г жира. Для растворения в колбу приливают 3 мл серного эфира и добавляют из бюретки 25 мл 0,2 н раствора солянокислого хлористого йода.

После перемешивания жидкость оставляют стоять 5-15 минут, затем вносят 10 мл 10 % раствора йодистого калия, 50 мл воды и оттитровывают выделившийся йод 0,1 н раствором тиосульфата натрия до светло-желтой окраски. Затем прибавляют 1 мл 1 % свежеприготовленного раствора крахмала, 2-3 мл хлороформа и продолжают титрование жидкости до полного исчезновения синего окрашивания.

Одновременно с рабочим определением проводят, строго придерживаясь тех же условий, контрольное определение без навески жира.

Йодное число X , г йода/100 г жира, определяют по формуле

$$X = (a - b) \cdot 0,01269 \cdot 100 / c,$$

где a – объем 0,1 н раствора тиосульфата натрия, израсходованный при контрольном титровании, мл;

b – объем 0,1 н раствора тиосульфата натрия, израсходованный при рабочем титровании, мл;

0,01269 – количество йода в граммах, эквивалентное 1 мл 0,1 н раствора тиосульфата натрия;

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.80/93

с – навеска жира, г.

Содержание отчета:

Наименование лабораторной работы

Цель работы

Отчет о выполнении работы

Выводы по работе

Дата выполнения и подписи курсанта и преподавателя

Вопросы для самопроверки:

1 Что показывает йодное число?

2 Методика определения йодного числа.

3 Какой метод титриметрического анализа используется при определении йодного числа?

4 У какого жира будет больше йодное число, у твердого или жидкого?

4.4 Углеводы водных биоресурсов

Лабораторное занятие № 5 Исследование восстанавливающих свойств углеводов

Цель работы:

Закрепить знания учащихся по теме, изучить восстанавливающие свойства моносахаридов и дисахаридов (ОК 01-ОК 02, ОК 09, ПК 1.4, ПК 2.4, ПК 3.4).

Реактивы и материалы:

Глюкоза 1 % раствор; мальтоза 1 % раствор; сахароза 1 % раствор; крахмал, 1 % раствор; едкий натр 10 % раствор; сернокислая медь 5 % раствор; фелингова жидкость; фенилгидразин солянокислый; уксуснокислый натрий; глюкоза 0,5 % раствор; фруктоза 1 % раствор; реактив Селиванова (0,05 г резорцина растворяют в 100 мл 20 % соляной кислоты).

Оборудование:

Штатив с пробирками; водяная баня; стакан со льдом и водой; микроскоп; предметное стекло; пипетка.

Используемые источники: [1], [2].

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.81/93

Теоретическая часть:

Все моносахариды, а также более сложные сахара, имеющие свободную карбонильную (альдегидную или кетонную) группу, обладают способностью восстанавливать металлы (серебро, медь, висмут, железо и др.) в щелочной среде. Поскольку восстановление металлов происходит при наличии карбонильной группы (или, что тоже самое, свободного глюкозидного гидроксила) сахара, то, естественно, что реакции восстановления металлов дают только углеводы, имеющие свободную гидроксильную группу (или глюкозидный гидроксил), а именно все моносахариды и большинство дисахаридов (например, мальтоза). Такие дисахариды, как сахароза, где связаны обе карбонильные группы, а также высокомолекулярные полисахариды, как крахмал, реакций восстановления не дают.

Наиболее употребительна реакция Троммера, заключающаяся в восстановлении окисной меди в закисную. Нередко пользуются так называемой Фелинговой жидкостью, в которой ион двухвалентной меди находится в виде комплексного соединения с винной солью. Механизм реакции с Фелинговой жидкостью такой же, как и реакция Троммера.

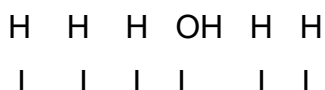
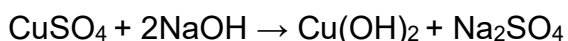
Содержание и порядок выполнения работы:

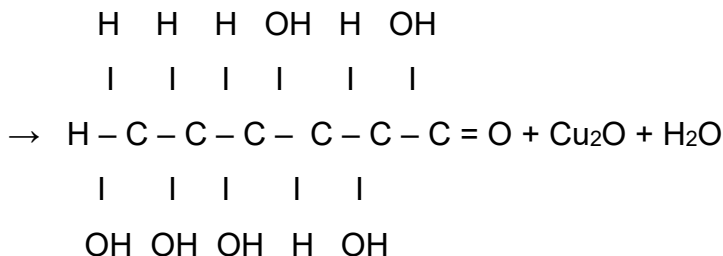
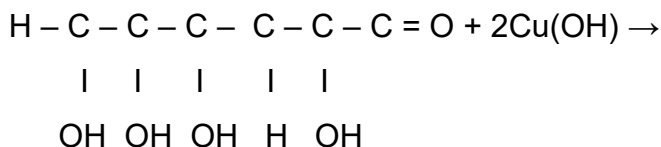
- 1 Ознакомиться с теоретической частью.
- 2 Выполнить лабораторные исследования.

Опыт 1 Реакция Троммера

1. В пробирку наливают 1-2 мл раствора глюкозы и добавляют равный объем раствора едкого натра NaOH. Добавляют по каплям раствор медного купороса до появления не исчезающей мути гидроксида меди (II) Cu(OH)₂. Осторожно нагревают верхнюю часть содержимого пробирки. Появление желтого окрашивания гидроксида меди (I) Cu₂O, указывает на положительную реакцию Троммера.

Химизм процесса:





2. Прodelьвают реакцию Троммера с растворами мальтозы, сахарозы и крахмала. Наблюдают положительную реакцию с мальтозой и отрицательную с сахарозой и крахмалом.

Написать структурные формулы мальтозы, сахарозы, крахмала и объяснить, почему мальтоза обладает восстанавливающими свойствами, а сахароза и крахмал не обладают.

Опыт 2. Проба на сахар с фенилгидразином

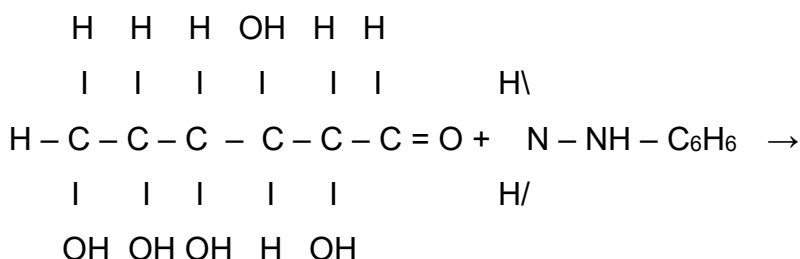
Очень чувствительной пробой на сахар со свободной карбонильной группой является реакция с фенилгидразином, при которой получают нерастворимые в воде кристаллические соединения – о з а з о н ы.

В пробирку вносят 0,1 – 0,15 мл раствора глюкозы и ставят в кипящую водяную баню на 30-40 минут, время от времени, перемешивая содержимое пробирки встряхиванием.

Пробирку переносят из водяной бани в стакан со льдом. Выпадает кристаллический осадок озаона глюкозы, который частично образуется еще в водяной бане.

Выпавший осадок наносят пипеткой на предметное стекло и рассматривают под микроскопом.

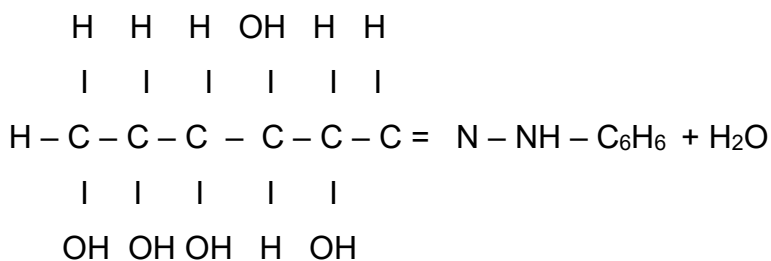
Химизм процесса:



МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.83/93

глюкоза

фенилгидразин



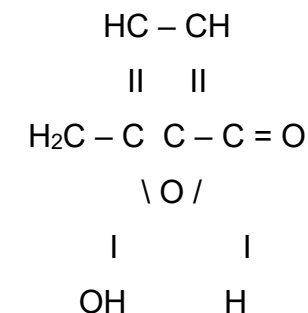
фенилгидразон глюкозы

Опыт 3. Реакция Селиванова на фруктозу

Фруктоза и другие кетогексозы как в свободном состоянии, так и отщепляясь из более сложных соединений (например, сахарозы), дают вишнево-красное окрашивание при нагревании с соляной кислотой и резорцином.

В пробирку наливают 1-2 мл реактива Селиванова. Добавляют 1-2 капли раствора фруктозы и нагревают до кипения. Наблюдают красное окрашивание.

Получающаяся окраска зависит от резорцина с оксиметилфурфуролом, образующимся при нагревании кетоз с кислотой.



оксиметилфурфурол

Содержание отчета:

Наименование лабораторной работы

Цель работы

Отчет о выполнении работы

Выводы по работе.

Дата выполнения и подписи курсанта и преподавателя

Вопросы для самопроверки:

1 От чего зависят восстанавливающие свойства сахаров?

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.84/93

- 2 Какая реакция лежит в основе реакции Троммера?
- 3 Какое характерное окрашивание при положительной реакции Троммера?
- 4 У какого атома углерода находится свободный глюкозидный гидроксил?
- 5 Глюкоза обладает восстанавливающими свойствами или нет и почему?
- 6 Почему не обладает восстанавливающими свойствами сахароза и крахмал?

4.5 Витамины и гормоны

Лабораторное занятие № 6 Количественное определение витамина С

Цель работы:

Исследование образца на содержание витамина С (ОК 01-ОК 02, ОК 09, ПК 1.4, ПК 2.4, ПК 3.4).

Реактивы и материалы:

Образец (икра рыб); колба коническая на 250 мл; бюретка на 25 мл; стекло часовое; воронка стеклянная; цилиндр мерный; 0,02 М раствор $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$; 6 М раствор H_2SO_4 ; 0,02 н раствор I_2 ; 1 % раствор крахмала; 1 н раствор $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$; 0,5 н раствор FeCl_3 .

Используемые источники: [1], [2].

Теоретическая часть:

Витамины – это низкомолекулярные органические вещества, различной химической природы, необходимые для нормального течения биохимических и физиологических процессов в организме. Витамины разделяют на жирорастворимые и водорастворимые. Называются витамины или по буквам латинского алфавита или по химической природе, или по их физиологическому действию на организм.

Витамины имеют очень большое значение для здоровья человека. Они способствуют росту организма, нормальному обмену веществ, участвуют в регуляции обмена веществ, участвуют в регуляции процессов его жизнедеятельности, повышают сопротивляемость организма к инфекционным заболеваниям.

Весьма важным для нормального развития организма является витамин С (аскорбиновая кислота), источником которого служат продукты растительного происхождения. Лучшими поставщиками его в организм являются овощи, фрукты:

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.85/93

красная смородина, шиповник, красный перец, клубника, зеленый лук, цветная и белокочанная капуста, томаты, крыжовник и другие. Дневная норма витамина 70-120 мг.

Витамин С представляет собой аскорбиновую кислоту. Это белый кристаллический порошок, растворим в воде и спирте. При нагревании легко разрушается. Широко распространен в растительных продуктах. Содержание витамина С в мясе рыб (20-34 мг/кг) такое же как в яблоках, укропе, лимоне. Особенно много витамина С в икре рыб – до 1,8 г/кг.

Витамин С хорошо растворяется в воде и при кулинарной обработке продуктов легко разрушается под действием кислорода воздуха, особенно при постепенном повышении температуры. Большое значение для сохранения витамина С имеет материал, из которого изготовлена посуда. Известно, что железо и медь ускоряют процесс его окисления; усиливает разрушение витамина С и щелочная среда. Поэтому при кулинарной обработке продуктов, содержащих витамин С, в целях уменьшения потерь необходимо строго соблюдать установленный технологический режим.

Содержание витамина С снижается во время первичной и тепловой обработки продуктов, при хранении готовых кулинарных изделий, а также при повторных подогреваниях пищи. Нужно помнить, что витамин С разрушается при неправильной кулинарной обработке: если пищевой продукт не сразу варить и долго держать в воде, если готовую пищу хранить более двух часов или несколько раз подогревать, если варить пищу в открытой посуде.

Содержание и порядок выполнения работы:

1. Ознакомиться с теоретической частью.
2. Выполнить лабораторные исследования.

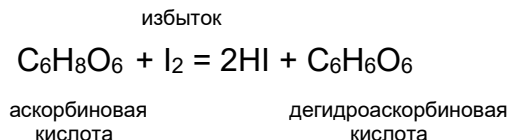
Опыт 1. Качественная реакция на витамин С

К нескольким мл образца прибавляют каплю железосинеродистого калия, затем каплю хлорного железа (III). Появляется синее или зеленое окрашивание, при стоянии образуется синий осадок берлинской лазури. Для контроля ставят пробу с водой и теми же количествами реактивов, но при отсутствии витамина С получается бурое окрашивание жидкости, зависящее от образования железосинеродистой окиси железа.

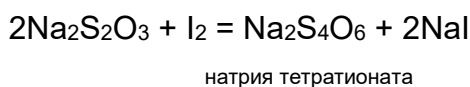
МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.86/93

Опыт 2. Определение количественного содержания аскорбиновой кислоты (витамина С)

Для определения содержания аскорбиновой кислоты применяют метод обратного титрования:



Непрореагировавшее количество (избыток) йода титруют раствором тиосульфата натрия:



Молярная масса эквивалента аскорбиновой кислоты (численно равная прежнему грамм-эквиваленту) в соответствии с приведенным выше уравнением реакции (I) равна $\frac{1}{2} M (\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6)$, т.е. 88 г/моль.

В коническую колбу из бюретки наливают 40 мл образца, подкисляют 4 мл 6 М раствора серной кислоты и вводят из бюретки 20 мл 0,02 н раствора йода. Колбу закрывают часовым стеклом, оставляют в темноте на 3-5 мин. и затем избыток йода оттитровывают раствором тиосульфата натрия, используя в качестве индикатора раствор крахмала.

Сначала титруют без индикатора. Когда окраска раствора из темно-бурой превратится в бледно-желтую (цвет соломы), прибавляют 2-5 мл раствора крахмала и продолжают титровать до перехода синей окраски в бледно-зеленую от одной капли раствора тиосульфата натрия. Последние капли надо прибавлять медленно, чтобы не перетитровать раствор.

В указанных условиях другие восстановители (например, глюкоза) не реагирует с йодом. По результатам титрования рассчитывают содержание аскорбиновой кислоты m , в миллиграммах на 100 мл сока по формуле (в упрощенном виде)

$$m = (20 - V_{\text{тиос}}) \cdot 4,4 \text{ мг /100 мл},$$

где $V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$ – объем раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование избытка йода, мл.

Содержание и порядок выполнения работы:

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

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ» ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ
	С.87/93

1 Проверить готовность курсантов подгруппы к выполнению работы.

2 Получить у лаборанта образец.

Исследуемый образец: _____

3 Провести определение содержания аскорбиновой кислоты (витамина С).

4 Сделать заключение о качестве исследуемого образца на предмет содержания в нем витамина С.

Содержание отчета:

Наименование лабораторной работы

Цель работы

Отчет о выполнении работы

Даты и подписи курсанта и преподавателя.

Вопросы для самопроверки:

1 Какое значение в питании имеет витамин С (аскорбиновая кислота)?

2 Под влиянием каких факторов разрушается витамин С?

3 В чем сущность йодометрического определения содержания витамина?

4 Какой прием (метод) титрования используется в данной методике определения? В чем его смысл?

5 Какой индикатор используется в йодометрическом определении? Его назначение и момент добавления.

4.6 Ферменты

Лабораторное занятие № 7 Свойства ферментов, ферментативный гидролиз крахмала. Действие активаторов и ингибиторов. Специфичность действия ферментов амилазы и сахаразы

Цель работы:

Изучить реакцию гидролиза крахмала под действием амилазы. Изучить специфичность действия ферментов на примере амилазы слюны и сахаразы (ОК 01-ОК 02, ОК 09, ПК 1.4, ПК 2.4, ПК 3.4).

Реактивы и материалы:

0,1 н раствор йода; 0,2 % раствор соляной кислоты; 5 % раствор сернокислой меди; 5 % раствор едкого натра; дистиллированная вода; фелингова жидкость; 1 % раствор крахмала; раствор соды.

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.88/93

Раствор сахарозы; дрожжи; 5 % раствор сернокислой меди.

Оборудование:

Пробирки; стаканчик; предметное стекло; пипетка на 10 мл; водяная баня; электроплитка; воронка; термометр; фильтр; стеклянные палочки.

Цилиндр мерный на 50 мл; колба коническая на 100 мл; воронка; электроплитка; водяная баня; ступка; вата; речной песок.

Используемые источники: [1], [2].

Теоретическая часть:

Ф е р м е н т ы или **э н з и м ы** – биологические катализаторы белковой природы, образующиеся в живой клетке. Подавляющее большинство химических превращений, происходящих в тканях и жидкостях организма, протекает под действием ферментов.

Важнейшие свойства ферментов: потеря активности при нагревании, ярко выраженная зависимость активности от концентрации водородных ионов, специфичность действия на субстрат.

Простым и наглядным примером действия ферментов и некоторых их свойств, является гидролиз крахмала под действием слюны. Под действием фермента амилазы слюны, крахмал гидролизует до мальтозы. Крахмал, растворимый крахмал и более близкие к крахмалу декстрины дают с и н е е окрашивание с йодом; декстрины, являющиеся продуктами дальнейшего расщепления крахмала, дают к р а с н о – б у р о е окрашивание, продукты расщепления крахмала, близкие к мальтозе, и мальтоза н е д а ю т о к р а ш и в а н и я.

При низкой температуре ферментативные реакции идут медленно. По мере повышения температуры скорость ферментативных реакций обычно повышается. По достижении некоторого оптимума повышение температуры уже ведет к падению активности фермента и вследствие этого к понижению скорости ферментативных реакций. Так, уже при температуре раствора в 50-60 °С часто происходит температурная инактивация ферментов. Для огромного большинства ферментов температурный режим лежит в пределах 37-50 °С.

Низкие температуры не инактивируют ферменты. Как правило, они лишь замедляют или останавливают их действие (см. опыты 1-3).

Ферменты обладают специфичностью действия, т.е. каждый фермент действует только на одно вещество или на группу сходных веществ. Так, например,

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

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.89/93

амилаза гидролизует крахмал, а липаза – жиры. Несмотря на то, что в том и другом случае мы имеем дело с гидролизом, липаза не может заменить амилазу и наоборот. В качестве объектов исследования специфичности ферментов удобно взять фермент слюны (амилазу и мальтозу) и сахаразу, а в качестве субстратов – соответственно крахмал и сахарозу.

Под действием ферментов слюны крахмал легко гидролизуются до мальтозы и частично до глюкозы, которые, имея свободные альдегидные группы, дают положительные реакции Троммера и с Фелинговой жидкостью.

Молекула сахарозы состоит из остатков глюкозы и фруктозы. Сахароза не имеет свободных альдегидных или кетонных групп и не дает реакций восстановления металлов. Эти реакции оказываются отрицательными и после действия на сахарозу ферментов слюны, т.е. сахароза под влиянием амилазы и мальтозы не расщепляется на глюкозу и фруктозу (см. опыты 4-5).

Содержание и порядок выполнения работы:

- 1 Ознакомиться с теоретической частью.
- 2 Выполнить лабораторные исследования.

Опыт 1. Ферментативный гидролиз крахмала

Приготовление разбавленной слюны

Ополаскиваем рот дистиллированной водой и тем очищают его от остатков пищи. Набирают новую порцию дистиллированной воды в рот и держат ее во рту в течении 1-2 минуты, смешивая со слюной. Жидкость выпускают в стаканчик и профильтровывают в пробирку. Фильтрат используют для опытов.

Выполнение опыта

Наносят на предметное стекло, под которое подложен лист белой бумаги, ряд капель раствора йода.

Наливают в пробирку около 5 мл раствора крахмала и около 3 мл дистиллированной воды (контрольный опыт). В другую пробирку наливают около 5 мл раствора крахмала и около 3 мл разбавленной слюны.

Встряхивают обе пробирки, ставят на водяную баню при 37 °С и помещают в них по стеклянной палочке.

Время от времени берут стеклянными палочками из каждой пробирки капли жидкости и наносят их на капли раствора йода.

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.90/93

Сначала синее окрашивание будет появляться от капель, взятых из обеих пробирок. Затем из пробирки, где есть амилаза, капля начнет давать с йодом красно-белый оттенок. Скоро отмечают, что капли жидкости из пробирки со слюной окрашивания больше не дают. Капли же, взятые из контрольного опыта, все время дают синее окрашивание.

Наблюдают наличие опалесценции в контрольной пробирке (без слюны) и отсутствие опалесценции во второй пробирке (со слюной).

Отдельно проделывают с 1-2 мл содержимого каждой пробирки реакцию Троммера. С содержимым контрольной пробирки (без слюны) реакция будет отрицательная, с содержанием второй пробирки (со слюной) – положительная.

Отдельно проделывают с частью содержимого обеих пробирок реакцию с Фелинговой жидкостью. Для этого к 1-2 мл исследуемой жидкости добавляют около 1 мл Фелинговой жидкости и нагревают. С раствором крахмала реакция будет отрицательная, с раствором гидролизата крахмала (продукта частичного гидролиза) со слюной – положительная, т.е. образуется красный осадок оксида меди (I) Cu_2O .

Опыт 2. Влияние температуры на активность амилазы слюны

Наливают в 2 пробирки приблизительно по 5 мл раствора крахмала, в одну из них добавляют около 1 мл разбавленной слюны, которая должна быть предварительно тщательно прокипячена. В другую пробирку добавляют около 1 мл некипяченой слюны.

Перемешивают содержимое и ставят обе пробирки в водяную баню при 37 °С на 10 минут.

Убеждаются с помощью раствора йода и реакции Троммера (или реакции с Фелинговой жидкостью) в том, что гидролиз крахмала в пробирке с прокипяченной слюной не произошел, т.к. фермент в ней разрушился, но имел место в пробирке с кипяченой слюной.

Опыт 3. Влияние pH на действие ферментов

Ферменты очень чувствительны к изменению кислотности среды, в которой они действуют, можно считать, что для каждого фермента имеется определенная оптимальная концентрация водородных ионов, при которой он наиболее активен.

Изменение активной кислотности среды в ту или иную сторону от оптимума pH вызывает понижение нейтральной реакции ($\text{pH} = 6,8$) и подавляется как кислотами, так и щелочами.

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.91/93

1. Наливают пипеткой в восемь пронумерованных пробирок по 1 мл дистиллированной воды. В первую пробирку отмеривают 1 мл соляной кислоты. Перемешивают жидкость. В первой пробирке при помощи троекратного втягивания пипеткой и последовательного выпуска содержимого пробирки из пипетки, а затем переносят 1 мл полученной смеси из первой во вторую.

2. Перемешивают таким же образом из второй пробирки в третью и т.д. Из восьмой пробирки 1 мл смеси как излишней выливают, и таким образом, получают различное разведение соляной кислоты во всех пробирках.

3. Наливают во все пробирки из бюретки по 2 мл раствора крахмала и из пипетки по 1 мл разведенной слюны. Перемешивают встряхиванием содержимое пробирок и ставят на водяную баню при 37 °С.

4. Вынимают через 15 минут пробирки из бани, охлаждают их в холодной воде, добавляют в каждую пробирку по 2-3 капли раствора йода и перемешивают содержимое. Определяют, при какой концентрации кислоты происходит расщепление крахмала.

Аналогичный опыт проделывают с раствором соды, беря ее вместо соляной кислоты.

Опыт 4. Специфичность амилазы

Приготовление сахарозы

5 г дрожжей растереть в ступке 2-3 мл воды и небольшим количеством речного песка. К растертой массе добавить около 40 мл воды. Жидкость процедить через вату. Мутный раствор использовать как раствор сахарозы.

Выполнение опыта

Испытывают раствор сахарозы с помощью реакции Троммера или с раствором Фелинговой жидкости. Реакция, если препарат чист, будут отрицательны.

Наливают в одну пробирку 4-5 мл раствора сахарозы, а в другую – крахмала. Добавляют в обе пробирки приблизительно по 1 мл разбавленной слюны и, перемешав содержимое каждой пробирки, ставят их на водяную баню при 37 °С.

Исследуют через 10 минут содержимое обеих пробирок с помощью реакции Троммера или реакции с Фелинговой жидкостью и убеждаются в гидролизе крахмала и в отсутствии гидролиза сахарозы.

Написать уравнение реакции гидролиза крахмала под действием амилазы.

Опыт 5. Специфичность сахаразы

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.92/93

В одну пробирку наливают 4-5 мл раствора крахмала, а в другую – сахарозы. В обе пробирки добавить приблизительно по 1 мл фермента сахаразы и перемешав содержимое каждой пробирки, ставят их на 10 минут в водяную баню при 37 °С.

В обеих пробирках проводят реакцию Троммера или с Фелинговой жидкостью и убеждаются в отсутствии гидролиза крахмала и в гидролизе сахарозы.

Написать уравнение гидролиза сахарозы под действием фермента сахаразы. Назвать вид специфичности фермента.

Содержание отчета:

Наименование лабораторной работы

Цель работы

Отчет о выполнении работы

Выводы по работе.

Дата выполнения и подписи курсанта и преподавателя

Вопросы для самопроверки:

- 1 Написать уравнение реакции гидролиза крахмала. Конечный продукт кислотного гидролиза и ферментативного.
- 2 На какие углеводы действует амилаза слюны?
- 3 Какой реакцией определить конец гидролиза?
- 4 Как действует температура на активность амилазы?
- 5 Как действует pH среды на активность фермента?
- 6 Назовите виды специфичности ферментов.
- 7 Какой конечный продукт гидролиза крахмала под действием амилазы слюны?
- 8 Как определить конец гидролиза сахарозы?

МО-35 02 09-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И БИОХИМИИ	С.93/93

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

Виды источников	Наименование рекомендуемых учебных изданий
Основные	1. 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. 2. 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 3. Байдалинова, Л. С. Биохимия гидробионтов: лабораторный практикум : учебное пособие для спец. "Продукты питания животного происхождения" / Л. С. Байдалинова. - Москва : Моркнига, 2017. 4. Байдалинова Л.С., Яржомбек А.А. Биохимия сырья водного происхождения. – М. : Моркнига, 2011.
Дополнительные	Методические пособия для выполнения лабораторных работ и практических занятий
Электронные образовательные ресурсы	1. ЭБС «Book.ru», https://www.book.ru 2. ЭБС «ЮРАЙТ» https://www.biblio-online.ru 3. ЭБС «Академия», https://www.academia-moscow.ru 4. Издательство «Лань», https://e.lanbook.com 5. Электронно-библиотечная система «Университетская библиотека онлайн», https://www.biblioclub.ru