



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

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель начальника колледжа
по учебно-методической работе
А. И. Колесниченко

ОП.02 ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ

Методическое пособие для выполнения лабораторных занятий по дисциплине

35.02.10 Обработка водных биоресурсов

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ

РАЗРАБОТЧИК	Пляскина Н.М.
ЗАВЕДУЮЩИЙ ОТДЕЛЕНИЕМ	Судьбина Н.А.
ГОД РАЗРАБОТКИ	2024
ГОД ОБНОВДЕНИЯ	2025

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ» ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.2/116
----------------------	--	---------

Содержание

Перечень лабораторных работ	4
Введение	5
1.1 Первая аналитическая группа катионов	7
Лабораторное занятие № 1. Качественные реакции катионов первой аналитической группы ..	7
1.2 Вторая аналитическая группа катионов	15
Лабораторное занятие № 2. Качественные реакции катионов второй аналитической группы	15
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	27
Лабораторное занятие № 5. Качественные реакции катионов пятой аналитической группы ..	27
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	35
2 КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ	43
2.1 Гравиметрический метод анализа	43
Лабораторное занятие № 8. Определение процентного содержания кристаллизационной воды в кристаллическом хлориде бария	43
Лабораторное занятие № 9. Определение процентного содержания бария в кристаллическом хлориде бария	47
2.2 Методы титриметрического анализа	52
Лабораторное занятие № 10 –11. Приготовление рабочих растворов соляной кислоты и буры. Установка титра и нормальности соляной кислоты по буре	52
Лабораторное занятие № 12. Приготовление раствора щелочи, установка титра и нормальности щелочи по кислоте	58
Лабораторное занятие № 13. Определение содержания сильной кислоты в растворе	61
Лабораторное занятие № 14. Определение временной жесткости воды	63
Лабораторное занятие № 15. Определение содержания едких щелочей и карбонатов при их совместном присутствии с применением двух индикаторов	66
2.3 Методы редоксиметрии	69
Лабораторное занятие № 16-17. Приготовление рабочих растворов перманганата калия и щавелевой кислоты. Установка нормальности и титра перманганата калия по щавелевой кислоте	70
Лабораторное занятие № 18. Определение содержания железа в соли Мора	74
Лабораторное занятие № 19-20. 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	77
Лабораторное занятие № 21. Определение содержания сульфида натрия в техническом сульфиде	82
2.4 Методы осаждения и комплексообразования	85
Лабораторное занятие № 22. Приготовление рабочих растворов в методе аргентометрии ...	85
Лабораторное занятие № 23. Установка титра и нормальности раствора нитрата серебра по химически чистому хлориду натрия способом Мора	87
Лабораторное занятие № 24. Определение содержания хлорида натрия в техническом образце поваренной соли методом пипетирования и отдельных навесок	90
Лабораторное занятие № 25. Определение общей жесткости воды методом комплексонометрии	94
3 ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА	95
3.2 Рефрактометрические методы	95
Лабораторное занятие № 26. Определение показателя преломления жидкости (ацетона, глюкозы)	95

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.3/116

3.3 Поляриметрические методы.....	100
Лабораторное занятие№ 27. Определение массовой доли сахара в растворе.....	100
Тема 3.4 Электрохимические методы.....	103
Лабораторное занятие№ 28. Ознакомление с устройством прибора (рН-метра), техникой работы с ним. Определение рН буферных растворов.....	103
3.5 Хроматографические методы.....	107
Лабораторное занятие№ 29. Качественный анализ смеси катионов методом бумажной хроматографии.....	107
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ.....	110

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.4/116

Перечень лабораторных работ

№ п/п	Наименование практического занятия	Количество часов
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. Определение процентного содержания бария в кристаллическом хлориде бария	6
10,11	Лабораторное занятие № 10 – 11. Приготовление рабочих растворов соляной кислоты и буры. Установка титра и нормальности соляной кислоты по буре	4
12	Лабораторное занятие № 12. Приготовление раствора щелочи, установка титра и нормальности щелочи по кислоте	2
13	Лабораторное занятие № 13. Определение содержания сильной кислоты в растворе	2
14	Лабораторное занятие № 14. Определение временной жесткости воды	2
15	Лабораторное занятие № 15. Определение содержания едких щелочей и карбонатов при их совместном присутствии с применением двух индикаторов	4
16,17	Лабораторное занятие № 16-17. Приготовление рабочих растворов перманганата калия и щавелевой кислоты. Установка нормальности и титра перманганата калия по щавелевой кислоте	4
18	Лабораторное занятие № 18. Определение содержания железа в соли Мора	2
19,20	Лабораторное занятие № 19-20. 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	4
21	Лабораторное занятие № 21. Определение содержания сульфида натрия в техническом сульфиде	2
22	Лабораторное занятие № 22. Приготовление рабочих растворов в методе аргентометрии	2
23	Лабораторное занятие № 23. Установка титра и нормальности раствора нитрата серебра по химически чистому хлориду натрия способом Мора	2
24	Лабораторное занятие № 24. Определение содержания хлорида натрия в техническом образце поваренной соли методом пипетирования и отдельных навесок	2
25	Лабораторное занятие № 25. Определение общей жесткости воды методом комплексонометрии	2
26	Лабораторное занятие № 26. Определение показателя преломления жидкости (ацетона, глюкозы)	2
27	Лабораторное занятие № 27. Определение массовой доли сахара в растворе	
28	Лабораторное занятие № 28. Ознакомление с устройством прибора (рН-метра), техникой работы с ним. Определение рН буферных растворов	
29	Лабораторное занятие № 29. Качественный анализ смеси катионов методом бумажной хроматографии	
Всего		60

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ» ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.5/116
----------------------	--	---------

Введение

Рабочей программой дисциплины по специальности 35.02.10 «Обработка водных биоресурсов» предусмотрено проведение 29 лабораторных работ.

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. 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 обучающегося.

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 обучающимся умение тщательно выполнять работу, бережно относиться к лабораторной посуде и

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.6/116

приборам, экономно расходовать реактивы, строго соблюдать меры безопасности при работе в лаборатории, рационально использовать рабочее время.

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

В последние годы в системе среднего профессионального образования широко стал использоваться тестовый контроль. Его популярность обусловлена многими причинами как содержательного, так и технологического характера. Сюда можно отнести выделение в содержании учебного предмета инвариантной части усвоения, которая обязательна для обучающегося, и внесения в учебные программы вариативного компонента, позволяющего развивать способности студентов, их познавательный и профессиональный интерес. Тестовый контроль может быстрее, чем традиционный, проверить знания обучающихся, 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: ОК 01-ОК 05, ОК 07, ОК 09, ПК 1.4, 1.5, ПК 2.4,2.5, ПК 3.5.

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.7/116

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^+ ОК 01-ОК 05, ОК 07, ОК 09, ПК 1.4, 1.5, ПК 2.4,2.5, ПК 3.5.

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].

Теоретическая часть:

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.8/116

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. Студенты 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 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ» ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.9/116
----------------------	--	---------

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 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.10/11 6

- 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;

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.11/11 6

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

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

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

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

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

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

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

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

Группа	Катионы	Групповой реактив	Краткая характеристика
Первая	K ⁺ , Na ⁺ , NH ₄ ⁺	Отсутствует	-
Вторая	Ag ⁺ , Hg ₂ ²⁺ , Pb ²⁺	HCl	Хлориды нерастворимы в воде и в разбавленных растворах кислот
Третья	Ba ²⁺ , Ca ²⁺	H ₂ SO ₄	Сульфаты нерастворимы в воде и разбавленных растворах кислот
Четвертая	Al ³⁺ , Cr ³⁺ , Zn ²⁺	NaOH избыток	Гидроксиды растворимы в

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.12/11 6

			избытке щелочи
Пятая	$\text{Fe}^{2+}, \text{Fe}^{3+}, \text{Mn}^{2+}, \text{Mg}^{2+}$	NaOH	Гидроксиды нерастворимы в избытке щелочи и аммиака
Шестая	$\text{Cu}^{2+}, \text{Hg}^{2+}, \text{Cd}^{2+}, \text{Ni}^{2+}, \text{Co}^{2+}$	Водный раствор аммиака	Гидроксиды нерастворимы в щелочи, но растворимы в избытке аммиака

К первой аналитической группе катионов относятся: $\text{K}^+, \text{Na}^+, \text{NH}_4^+$.

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*.

Для качественного химического анализа пригодна далеко не каждая химическая реакция, а лишь те из них, которые сопровождаются заметным *аналитическим эффектом*: появление (исчезновение) осадка, окраски, выделение газа и т.п. Химические реакции, протекающие с аналитическим эффектом, называют аналитическими (качественными).

Многие качественные реакции требуют определенных условий, таких как:

- рН 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
1	2	3	4	5
NH_4^+	NaOH или KOH Едкие щелочи	Нагревание	$\text{NH}_4\text{Cl} + \text{NaOH} = \text{NaCl} + \text{NH}_3\uparrow + \text{H}_2\text{O}$ $\text{NH}_4^+ + \text{OH}^- = \text{NH}_3\uparrow + \text{H}_2\text{O}$	Резкий запах аммиака; универсальная индикаторная бумага синее

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.13/11 6

Содержание и порядок выполнения работы:

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

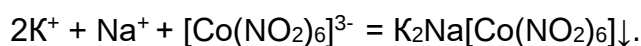
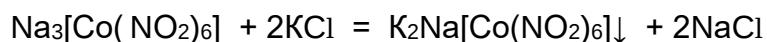
Реакции катиона калия K⁺

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 затем переводят в зону пламени с наивысшей температурой. Даже незначительное количество солей натрия мешает определению, т.к. фиолетовая окраска маскируется желтой окраской, которую придает пламени натрий. Данная реакция является фармакопейной. Смотреть лучше через синее стекло или через плоский флакон с раствором индиго.

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



Выполнение реакции:

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

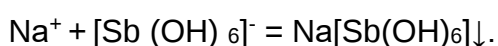
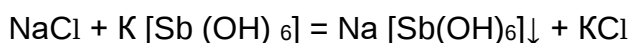
Реакции катиона Na⁺

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

Выполнение реакции:

Реакцию проводят аналогично с ионом калия.

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



МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.14/11 6

Выполнение реакции:

К 2 каплям раствора соли натрия добавляют 3 капли реактива. Пробирку охлаждают под струей холодной воды. Одновременно потирают стеклянной палочкой внутренние стенки пробирки. Наблюдают выпадение белого кристаллического осадка.

Реакции катиона аммония NH_4^+

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



При нагревании раствора аммиак улетучивается.

Выполнение реакции:

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

Опыт 2 Реактив Несслера (смесь тетраiodогидраргирум калия $K_2[HqI_4]$ с KOH) дает с солями аммония красно-бурый осадок:



Выполнение реакции:

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

4 Сделать вывод по результатам лабораторных исследований.

5 Ответить на контрольные вопросы.

Содержание отчета:

Наименование лабораторной работы

Цель работы

Отчет о выполнении работы

Даты и подписи курсанта и преподавателя

Вопросы для самопроверки:

1 Какие катионы относятся к первой аналитической группе?

2 Дайте общую характеристику первой аналитической группы.

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

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.15/11 6

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 ОК 01-ОК 05, ОК 07, ОК 09, ПК 1.4, 1.5, ПК 2.4,2.5, ПК 3.5.

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, ерши для пробирок, полотенце, мыло);

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

Используемые источники: [1], [2].

Теоретическая часть:

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

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.16/11 6

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

Катионы этой группы в водных растворах бесцветны. Соли ртути (I) и свинца в воде подвергаются гидролизу. При действии щелочи Ag^+ и Hg_2^{2+} образуются гидроксиды, которые разлагаются на воду и оксиды Ag_2O и Hg_2O ; из растворов свинца при действии щелочей выпадает $\text{Pb}(\text{OH})_2$, обладающий амфотерными свойствами. Катионы второй группы образуют растворимые в воде нитраты и ацетаты. Соединения ртути и свинца обладают высокой токсичностью, поэтому следует соблюдать меры предосторожности при работе с ними.

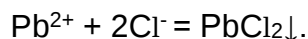
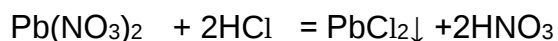
Содержание и порядок выполнения работы:

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

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.17/11 6

Реакции катиона Pb^{2+}

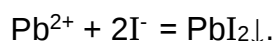
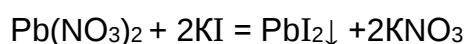
Опыт 1 Хлороводородная кислота и растворимые хлориды HCl и $NaCl$ осаждают из растворов солей свинца (II) со слабокислой реакцией белый хлопьевидный осадок хлорида свинца (II), легко растворимый в горячей воде:



Выполнение реакции:

В пробирку помещают 2 капли раствора нитрата свинца (II) $Pb(NO_3)_2$ добавляют 2 капли хлороводородной кислоты HCl . К раствору с осадком добавляют 1 мл дистиллированной воды и нагревают смесь на спиртовке. Наблюдают растворение осадка и постепенное его выпадение при охлаждении раствора.

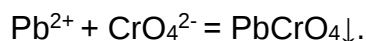
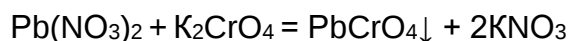
Опыт 2 Иодид калия KI , взаимодействуя с растворами свинцовых солей, дает желтый осадок иодида свинца (II):



Выполнение реакции:

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

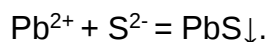
Опыт 3 Хромат калия K_2CrO_4 выделяет из слабокислых растворов солей свинца (II) желтый осадок хромата свинца (II):



Выполнение реакции:

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

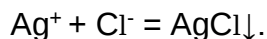
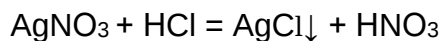
Опыт 4 Сульфид-анион дает с катионом свинца осадок черного цвета:



МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.18/11 6

Реакции катиона серебра Ag^+

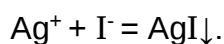
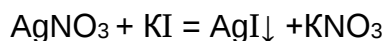
Опыт 1 Хлороводородная кислота HCl и растворимые хлориды осаждают из нейтральных и кислых растворов солей серебра в виде белого творожистого осадка хлорида серебра:



Выполнение реакции:

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

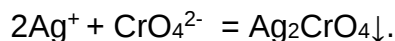
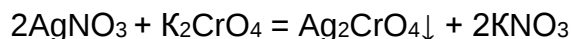
Опыт 2. Иодид калия KI образует с ионом Ag^+ светло-желтый осадок:



Выполнение реакции:

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

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



Выполнение реакции:

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

Реакции катиона ртути Hg_2^{2+}

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

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.19/11 6

Вопросы для самопроверки:

- 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 ОК 01-ОК 05, ОК 07, ОК 09, ПК 1.4, 1.5, ПК 2.4,2.5, ПК 3.5.

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

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

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.20/11 6

- спирт этиловый
- аммиак разбавленный NH_4OH - 2 н
- аммиачный буферный раствор ($\text{NH}_4\text{Cl} + \text{NH}_4\text{OH}$);
- 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-} , $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$, MnO_4^- . Катионы третьей группы образуют значительное количество малорастворимых соединений. Гидроксиды обладают низкой растворимостью.

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

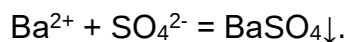
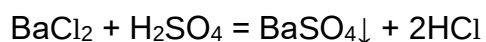
Наименьшую растворимость из них имеет сульфат бария ($1,1 \cdot 10^{-10}$), поэтому он выпадает из растворов в осадок практически мгновенно, а сульфат кальция – только из концентрированных растворов, так как имеет наибольшую растворимость ($6,1 \cdot 10^{-5}$).

Содержание и порядок выполнения работы:

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

Реакции катиона бария Ba^{2+}

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



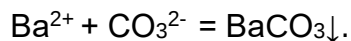
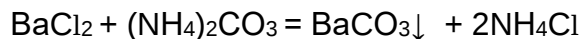
Осадок не растворяется в кислотах и щелочах.

Выполнение реакции:

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

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.21/11 6

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

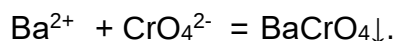
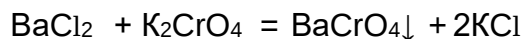


Осадок растворим в разбавленных минеральных кислотах и в уксусной кислоте. Осаждение следует вести в слабощелочной среде (лучше в аммиачной), так как в кислотах осадок растворим.

Выполнение реакции:

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

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

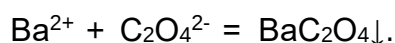
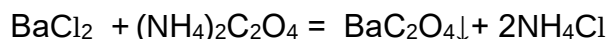


Выполнение реакции:

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

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

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

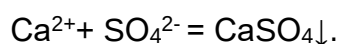
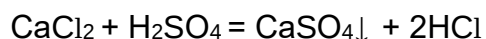


Выполнение реакции:

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

Реакции катиона Ca^{2+}

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



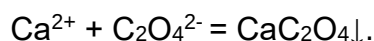
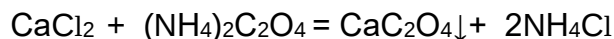
Из-за высокой растворимости сульфата кальция осаждение возможно только из достаточно концентрированных растворов солей кальция. Более полное осаждение сульфата происходит при добавлении к раствору этилового спирта.

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.22/11 6

Выполнение реакции:

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

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

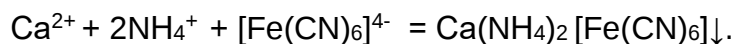
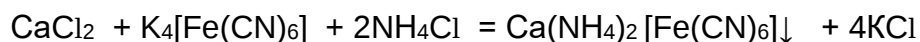


Это наиболее важная качественная реакция иона Ca^{2+} и является фармакопейной.

Выполнение реакции:

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

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



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

Выполнение реакции:

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

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.23/11 6

Цель работы

Отчет о выполнении работы

Даты и подписи курсанта и преподавателя

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.24/11 6

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.

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 ОК 01-ОК 05, ОК 07, ОК 09, ПК 1.4, 1.5, ПК 2.4,2.5, ПК 3.5.

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

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.25/11 6

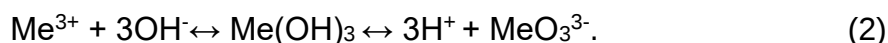
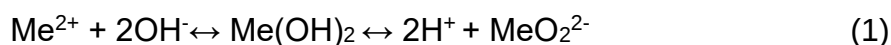
- аммония хлорид NH_4Cl твердый порошок;
- гексацианоферрат калия (III) $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ - 1 н
- бумага универсальная индикаторная.

Используемые источники: [1], [2].

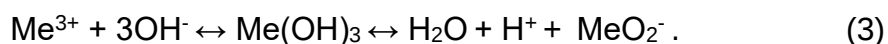
Теоретическая часть:

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.

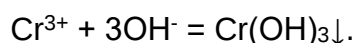
Хромиты и алюминаты устойчивы только в присутствии избытка щелочи. Большинство солей катионов четвертой группы в той или иной степени подвергается гидролизу.

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+}

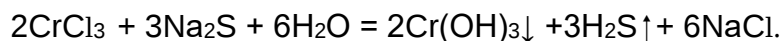
Опыт 1 Гидроксид натрия NaOH является групповым реагентом для четвертой группы. Гидроксид натрия из раствора соли хрома (III) выделяет серо-зеленый аморфный осадок гидроксида хрома (III), который в избытке щелочи растворяется: $\text{CrCl}_3 + 3\text{NaOH} = \text{Cr}(\text{OH})_3\downarrow + 3\text{NaCl}$



МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.26/11 6

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):

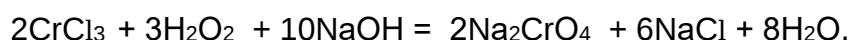


Выполнение реакции:

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

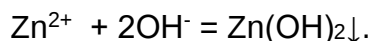
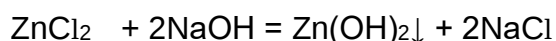
Опыт 3 Пероксид водорода H_2O_2 в присутствии щелочи окисляет ион хрома Cr^{3+} в хромат-ион CrO_4^{2-} . Реакция сопровождается характерным внешним признаком – изменением окраски раствора из ярко-зеленой (цвет ионов Cr^{3+}) в ярко-желтую (цвет ионов CrO_4^{2-}).

Суммарная реакция:



Реакции катиона Zn^{+2}

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

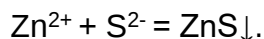
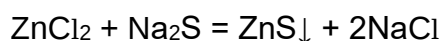


Гидроксид цинка обладает амфотерными свойствами и поэтому растворяется в избытке щелочи.

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:

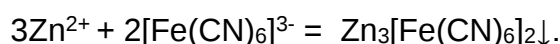
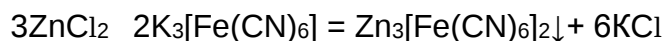


Выполнение реакции:

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.27/11 6

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 $K_3[Fe(CN)_6]$ (красная кровяная соль) с солями цинка дает коричневато-желтый осадок гексацианоферрата (III) цинка:

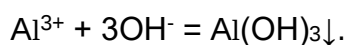
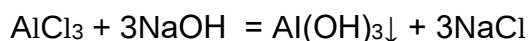


Выполнение реакции:

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

Реакции катиона Al^{3+}

Опыт 1 Гидроксид натрия NaOH, как групповой реактив, с солями алюминия образует белый осадок гидроксида алюминия $Al(OH)_3$. 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 реакционную смесь до кипения и добавляют к ней 4-5 капель раствора ализарина. Образуется соединение ализарина с гидроксидом алюминия, окрашенное в ярко-красный цвет.

4 Сделать вывод по результатам лабораторных исследований.

5 Ответить на контрольные вопросы.

Содержание отчета:

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

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.28/11 6

Наименование лабораторной работы

Цель работы

Отчет о выполнении работы

Даты и подписи курсанта и преподавателя

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.29/11 6

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

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 ОК 01-ОК 05, ОК 07, ОК 09, ПК 1.4, 1.5, ПК 2.4, 2.5, ПК 3.5.

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

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.30/11 6

- 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].

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.

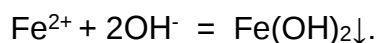
Таким образом, групповым реактивом являются растворы щелочей. Растворимость осадков гидроксидов различается для разных катионов. Ионы, образуемые железом и марганцем, могут иметь различную степень окисления и проявляют окислительно-восстановительные свойства. Катионы пятой группы образуют комплексные 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:

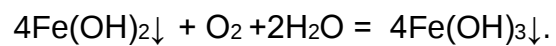
Реакции катиона железа (II) Fe^{2+}

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



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

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.31/11 6

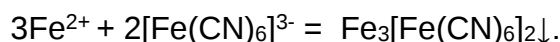
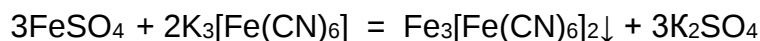


МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.32/11 6

Выполнение реакции:

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

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



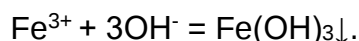
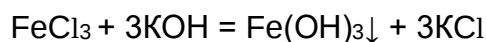
Эта самая чувствительная реакция на соли железа (II). Избытка реактива следует избегать, так как его желтая окраска придает осадку зеленоватый оттенок. Реакция является фармакопейной.

Выполнение реакции:

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

Реакции катиона железа (III) Fe^{3+}

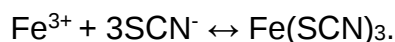
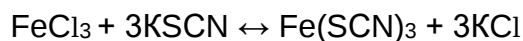
Опыт 1 NaOH – групповой реактив выделяет бурый студенистый осадок гидроксида железа (III):



Выполнение реакции:

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

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



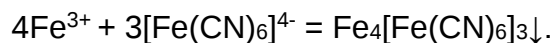
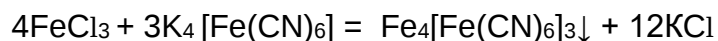
Приведенное уравнение является упрощенным. Реакция обратима, поэтому для повышения ее чувствительности реактив должен быть взят в избытке.

Выполнение реакции:

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

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.33/11 6

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



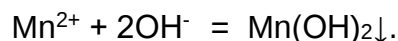
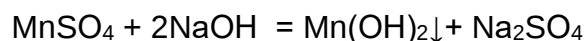
Реакция очень чувствительна.

Выполнение реакции:

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

Реакции катиона Mn^{2+}

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

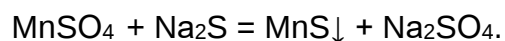


Осадок быстро бурет на воздухе вследствие окисления кислородом воздуха до соединения марганца (IV) MnO_2 или H_2MnO_3 .

Выполнение реакции:

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

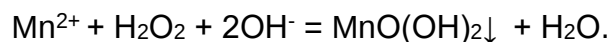
Опыт 2 Сульфид натрия Na_2S осаждает из раствора солей марганца сульфид марганца (II), окрашенный в телесный цвет.



Выполнение реакции:

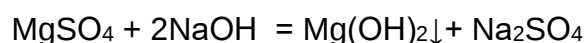
В пробирку помещают 2 капли раствора соли марганца (II) и добавляют 2 капли сульфида натрия.

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

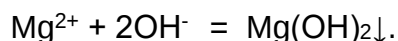


Реакции катиона магния Mg^{2+}

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



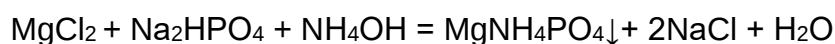
МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.34/11 6



Выполнение реакции:

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

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



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

Выполнение реакции:

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

4 Сделать вывод по результатам лабораторных исследований.

5 Ответить на контрольные вопросы.

Содержание отчета:

Наименование лабораторной работы

Цель работы

Отчет о выполнении работы

Даты и подписи 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+} ?

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

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.35/11 6

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.36/11 6

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 ОК 01-ОК 05, ОК 07, ОК 09, ПК 1.4, 1.5, ПК 2.4, 2.5, ПК 3.5.

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
- 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+} .

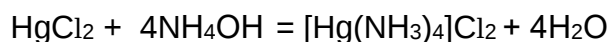
МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.37/11 6

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

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

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

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



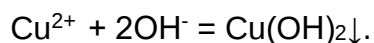
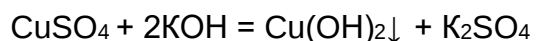
Образование аммиаката ртути (окисной) и кобальта происходит при добавлении к смеси солей хлорида аммония NH_4Cl .

Содержание и порядок выполнения работы:

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

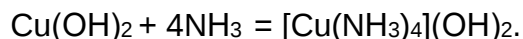
Реакции катиона меди (II) Cu^{2+}

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:

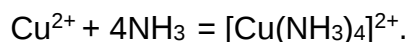
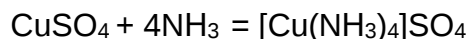
МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.38/11 6



Выполнение реакции:

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

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



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

Выполнение реакции:

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

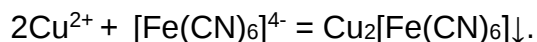
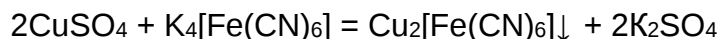
Опыт 3 Иодид калия KI реагирует с солями меди (II) с образованием свободного йода и желто-бурого осадка иодида меди (I):



Выполнение реакции:

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

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

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.39/11 6

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

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

Цель работы:

Изучить свойства анионов и действие группового реактива ОК 01-ОК 05, ОК 07, ОК 09, ПК 1.4, 1.5, ПК 2.4,2.5, ПК 3.5.

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

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.40/11 6

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

Используемые источники: [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-} .

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.41/11 6

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

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

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

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

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

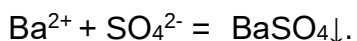
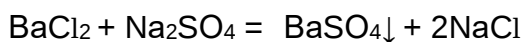
Содержание и порядок выполнения работы:

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

Реакции анионов первой аналитической группы

Реакции сульфат-анион SO_4^{2-}

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



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

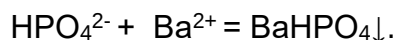
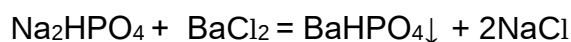
Выполнение реакции:

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.42/11 6

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

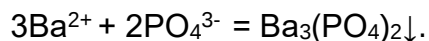
Реакции фосфат-иона PO_4^{3-}

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



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

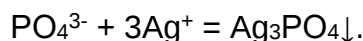
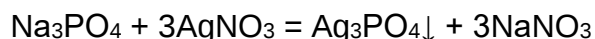
Если проводить реакцию в слабощелочной среде или с раствором соли Na_3PO_4 , выделяется осадок $\text{Ba}_3(\text{PO}_4)_2\downarrow$



Выполнение реакции:

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

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



Реакция является фармакопейной.

Выполнение реакции:

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

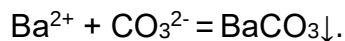
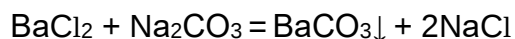
Реакции карбонат-иона CO_3^{2-}

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

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

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.43/11 6

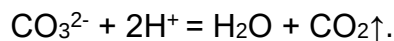
Опыт 1 Хлорид бария BaCl_2 из растворов карбонатов осаждает на холоде белый осадок карбоната бария:



Выполнение реакции:

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

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



Реакция является фармакопейной.

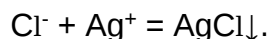
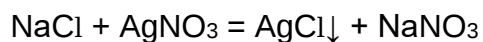
Выполнение реакции:

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

Реакции анионов второй аналитической группы

Реакции хлорид-иона Cl^-

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

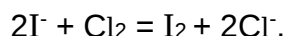
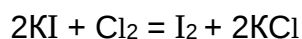


Выполнение реакции:

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

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

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



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

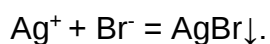
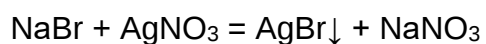
Выполнение реакции:

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.44/11 6

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:



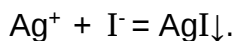
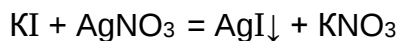
Выполнение реакции:

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

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.45/11 6

Реакции иодид-иона I^-

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

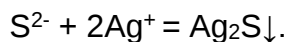
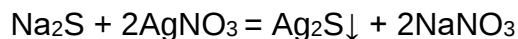


Выполнение реакции:

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:

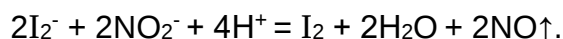
К 2–3 каплям сульфида натрия приливают 1–2 капли раствора азотнокислого серебра и наблюдают выпадение осадка.

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 $H_2N - C_{10}H_6 - N = N - C_6H_4 - SO_3H$.

Реакции нитрат-иона NO_3^-

Опыт 1 Действие дифениламина $(C_6H_5)_2NH$

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

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.46/11 6

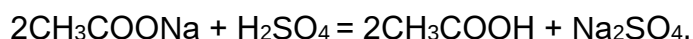
Выполнение реакции:

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

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

Реакции ацетат-иона CH_3COO^-

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



Реакция является фармакопейной.

Выполнение реакции:

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

4 Сделать вывод по результатам лабораторных исследований.

5 Ответить на контрольные вопросы.

Содержание отчета:

Наименование лабораторной работы

Цель работы

Отчет о выполнении работы

Даты и подписи 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?

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.47/11 6

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 ОК 01-ОК 05, ОК 07, ОК 09, ПК 1.4, 1.5, ПК 2.4,2.5, ПК 3.5.

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;
- 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

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.48/11 6

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

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.49/11 6

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.

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.50/11 6

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 ($m H_2O$) | – |

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:

$$\% H_2O = m H_2O \cdot 100 / H,$$

Где, $m H_2O$ – масса воды, г;

H – навеска, взятая для анализа, г.

Находим теоретический процент кристаллизационной воды из пропорции:

$$244,28 \text{ г BaCl}_2 \cdot 2H_2O - 36,03 \text{ г H}_2O$$

$$100 \text{ г BaCl}_2 \cdot 2H_2O - x \text{ г H}_2O$$

$$x = 100 \cdot 36,03 / 244,28 = 14,75 \text{ \%}.$$

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

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.51/11 6

Даты и подписи курсанта и преподавателя

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.52/11 6

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.

Лабораторное занятие № 9. Определение процентного содержания бария в кристаллическом хлориде бария

Цель работы:

Исследование процентного содержания бария в хлориде бария ОК 01-ОК 05, ОК 07, ОК 09, ПК 1.4, 1.5, ПК 2.4,2.5, ПК 3.5.

Материальное обеспечение:

- химический стакан на 200–300 мл;
- химический стакан на 100 мл;
- бюксы;
- стеклянная палочка;
- спиртовка или газовая горелка;
- электроплитка;
- асбестовая сетка;
- водяная баня;
- шпатель;
- вспомогательные материалы (вода дистиллированная, полотенце, мыло);
- промывалка с дистиллированной водой;
- воронка диаметром 50–70 мм с косо срезанным концом;
- плотный фильтр (синяя лента);
- колба широкогорлая;
- штатив с железным кольцом;
- фарфоровый тигель № 3;
- тигельные щипцы;
- треугольник с фарфоровыми трубками;

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.53/11 6

- муфельная печь общего пользования;
- сушильный шкаф общего пользования;
- термометр;
- эксикатор общего пользования;
- технические весы ВЛК общего пользования;
- аналитические весы общего пользования;
- 2 н раствор серной кислоты;
- 2 н раствор соляной кислоты;
- кристаллический хлорид бария.

Используемые источники: [1], [2].

Организация и методика выполнения работы:

Работу закончить за два занятия.

В первые 4 часа провести расчет навески хлорида бария, растворение и осаждение ее. Прокалить тигель до постоянной массы. В промежутках между прокаливании провести контрольный опрос на расчет навески, осадителя и процентного содержания вещества в весовом анализе.

В последующие 4 часа провести фильтрование, промывание, высушивание, озоление, прокаливание, охлаждение и взвешивание осадка.

Расчеты:

1) Расчет навески

исходные данные:

молекулярная масса $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ – 244,28 г/моль

молекулярная масса BaSO_4 – 233,40 г/моль

масса осадка BaSO_4 – 0,5 г, так как осадок кристаллический, тяжелый.

Расчет навески производим из пропорции:

244,28 г $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ – 233,40 г BaSO_4

x г $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ – 0,5 г BaSO_4

$x = 0,5 \cdot 244,28 / 233,40 = 0,52$ г $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

2) Расчет количества осадителя (H_2SO_4)

исходные данные:

2 н раствор серной кислоты

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.54/11 6

навеска $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ – 0,52 г

молекулярная масса H_2SO_4 – 98,08 г/моль

$\text{BaCl}_2 + \text{H}_2\text{SO}_4 = \text{BaSO}_4\downarrow + 2\text{HCl}$ – реакция осаждения.

Расчет количества серной кислоты производим исходя из рассуждения, что согласно уравнению реакции на 1 моль $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ требуется 1 моль H_2SO_4 , отсюда можно составить пропорцию:

244,28 г $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ – 98,08 г H_2SO_4

0,52 г $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ – x г

$x = 0,52 \cdot 98,08 / 244,28 = 0,204$ г (безводной H_2SO_4).

Сколько миллилитров 2 н раствора H_2SO_4 требуется для осаждения бария?

Составим пропорцию:

1000 мл 2 н раствора H_2SO_4 – 98 г H_2SO_4 (б/в)

x мл 2 н раствора H_2SO_4 – 0,204 г

$x = 1000 \cdot 0,204 / 98 = 2$ мл (2 н раствора H_2SO_4).

Так как осадитель берется в избытке, практически можно взять 2 н раствор H_2SO_4 в количестве 4–5 мл.

3) Расчет результатов анализа (пример):

Предположим, что мы имеем следующие цифровые данные:

взято для анализа $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ – 0,4872 г

осадок BaSO_4 – 0,4645 г.

Сколько процентов бария в пробе?

Расчет количества бария в образце производим исходя из следующих рассуждений:

Сколько граммов бария входит в состав осадка? Составим пропорцию:

233,40 г BaSO_4 – 137,34 г Ba

0,4645 г BaSO_4 – x г Ba

$x = 0,4645 \cdot 137,34 / 233,40 = 0,2733$ г.

Сколько процентов бария в пробе?

$0,2733 \cdot 100 / 0,4872 = 56,11$ %.

Проверка точности определения

Находим теоретический процент бария:

244,28 г $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ – 137,34 г Ba

100 г $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ – x г Ba.

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.55/11 6

$$x = 137,34 \cdot 100 / 244,28 = 56,22 \%$$

Абсолютная ошибка, может быть со знаком (+) или (–):

$$56,11 - 56,22 = -0,11\%$$

Относительная ошибка, может быть со знаком (+) или (–):

$$56,22 - (-0,11)$$

$$100 - x$$

$$x = (-0,11) \cdot 100 / 56,22 = 0,2 \%$$

Такая ошибка при весовом определении вполне допустима.

Пояснения отдельных операций в работе:

Правильно произвести ссыпание взвешенной навески с часового стекла (из бюкса) в стакан. Помнить, что навеска должна быть перенесена без потерь (количественно). Если же кристаллики соли при тщательном осмотре обнаружатся вне стакана или часового стекла, следует начать работу снова. Нагревание при растворении проводить до полного ее растворения. При осаждении вначале в раствор хлорида бария прибавить 2 – 3 мл 2 н раствора соляной кислоты. Это предупреждает образование коллоидного раствора и обеспечивает условия образования более крупных кристаллов сульфата бария. Этому же способствует медленное, по каплям, приливание осадителя при энергичном перемешивании раствора.

Высушенный фильтр озолить в предварительно прокаленном тигле до постоянной массы. Фильтр должен обугливаться и тлеть, не вспыхивая, иначе пойдет реакция: $\text{BaSO}_4 + 4\text{C} \rightarrow \text{BaS} + 4\text{CO}$.

Озоленный фильтр с осадком прокалить в муфельной печи при температуре не более 800 °С. При более высокой температуре происходит разложение сульфата бария: $\text{BaSO}_4 \rightarrow \text{BaO} + \text{SO}_3$.

Тигель с прокаленным осадком охладить в эксикаторе. При переносе эксикатор держать обеими руками так, чтобы большие пальцы плотно прижимали крышку. Открывать и закрывать крышку притиранием. Поставив горячий предмет, нельзя сразу закрывать эксикатор крышкой. Нужно несколько раз сдвинуть крышку, чтобы выровнять давление внутри эксикатора и снаружи. Тигель с осадком взвесить через 15 – 20 минут.

Практическое выполнение работы:

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.56/11 6

1 часть

1) Взвесить навеску $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ массой приблизительно 0,52 г.

2) Количественно перенести навеску из бюкса в химический стакан на 200–300 мл (предварительно подписанный стеклографом), растворить в 100 мл дистиллированной воды, добавить 3–4 мл 2 н HCl . Поставить на плитку и нагреть, но не кипятить.

3) В маленький стакан на 50–100 мл влить 30 мл дистиллированной воды, добавить 5 мл 2 н H_2SO_4 и поставить на плитку. Нагреть до кипения, но не кипятить.

4) Провести осаждение, Для этого в нагретый почти до кипения раствор хлорида бария прибавить очень медленно, по палочке и по каплям, горячий раствор 2н H_2SO_4 , непрерывно помешивая стеклянной палочкой.

Палочку из стакана не вынимать!

5) Стакан с раствором бария поставить в водяную баню на 10 мин. Для созревания осадка оставить на 4 часа.

2 часть

6) Проверить раствор на полноту осаждения. Добавить несколько капель 2 н H_2SO_4 . Отсутствие муты свидетельствует о полноте осадка сульфата бария.

7) Фильтрование проводить через фильтр «синяя лента» (предварительно смоченный дистиллированной водой), помещенный в воронку, вставленную в коническую колбу. Фильтрат не нужен!

8) Промывание осадка 2–3 кратной декантацией дистиллированной водой, подкисленной 2 н H_2SO_4 (2–4 мл на 100 мл) до отрицательной реакции на хлорид-ион.

9) Проверка реакции последних капель фильтрата на наличие хлорид-иона:
 $\text{AgNO}_3 + \text{Cl}^- = \text{AgCl} \downarrow (\text{белый осадок}) + \text{NO}_3^-$.

10) Воронку вместе с осадком на фильтре накрыть бумагой с отверстиями, подписанной № тигля, и поставить в сушильный шкаф.

11) Взвесить предварительно прокаленный фарфоровый тигель и поместить в него высушенный бумажный фильтр.

12) Фильтр озолить (спиртовка, плитка) до прекращения дыма и поместить для сжигания в муфельную печь (600–800 °С) до исчезновения черных следов угля.

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.57/11 6

- 13) Охладить в эксикаторе.
- 14) Взвесить на аналитических весах.
- 15) Произвести расчеты.

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 Что значит высушивание до постоянной массы?
- 3 Перечислить правила взвешивания на аналитических весах.
- 4 Что значит «количественно перенести навеску»?
- 5 Назовите виды мерной посуды и расскажите о принципе пользования ею.
- 6 Каково назначение и устройство эксикатора?

2.2 Методы титриметрического анализа

Лабораторное занятие № 10 –11. Приготовление рабочих растворов соляной кислоты и буры. Установка титра и нормальности соляной кислоты по буре

Цель работы:

Приготовление рабочих растворов буры и соляной кислоты.
Установка нормальности и титра соляной кислоты по буре (стандартизация раствора).

Приобретение навыков пользования мерной посудой и процессом титрования ОК 01-ОК 05, ОК 07, ОК 09, ПК 1.4, 1.5, ПК 2.4,2.5, ПК 3.5.

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.58/11 6

Материальное обеспечение:

- мерная колба на 200 мл;
- мерная колба на 1000 мл;
- стакан на 200 мл;
- часовое стекло или бюкс;
- высокий цилиндр;
- штатив металлический с кольцом;
- асбестовая сетка;
- электроплитка;
- ареометр;
- мерный цилиндр, объем 50 мл;
- колба для титрования;
- бюретка;
- пипетка на 10 мл;
- воронка;
- шпатель;
- вспомогательные материалы (вода дистиллированная, полотенце, мыло);
- теххимические весы;
- аналитические весы общего пользования;
- бура;
- концентрированная соляная кислота;
- индикатор 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

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.59/11 6

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 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.

Бура является удобным исходным веществом для установки титра кислот, так как прочно удерживает кристаллизационную воду, очень медленно выветривается и поэтому имеет определенный химический состав. Препараты буры х.ч., выпущенные в текущем году, можно употреблять без перекристаллизации, если банку ранее не вскрывали. В ходе работы проследить за тем, чтобы учащиеся точно взвешивали навеску, правильно переносили с часового стекла (бюкса) в колбу и точно до метки разбавляли дистиллированной водой.

Готовя рабочий раствор соляной кислоты, надо помнить, что концентрированная соляная кислота сильно дымит, поэтому работу следует проводить только в вытяжном шкафу. Необходимо соблюдать правила предосторожности: не проливать кислоту на кожу и платье, не отмеривать пипеткой, создавая вакуум ртом, а использовать для этой цели мерный цилиндр.

При определении плотности ареометром помнить, что верхняя часть ареометра сделана из тонкостенного стекла (0,1-0,3 мм) нижняя часть наполнена тяжелой дробью. Поэтому ареометры (без футляра) можно держать за верхнюю часть только в вертикальном положении и опускать в раствор, придерживая рукой. Цилиндр для измерения плотности брать высокий с диаметром в два с лишним

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.60/11 6

раза больше, чем головка ареометра. Ареометр должен свободно плавать, не касаясь стенок цилиндра. Измерив, плотность раствора (деление шкалы ареометра, совпадающее с уровнем показателя плотности раствора), по таблицам находят концентрацию в процентах. Следует помнить, что титрование метиловым оранжевым проводится от щелочи к кислоте.

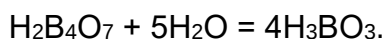
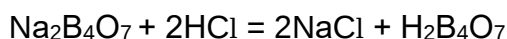
Практическое выполнение работы:

1) Приготовить 200 мл 0,1 н раствора буры.

Рассчитать навеску буры по формуле

$m_{\text{буры}} = \text{Э}_{\text{буры}} \cdot N_{\text{буры}} \cdot V_{\text{буры}} / 1000$, учитывая, что формула кристаллогидрата буры – $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$.

$\text{Э}_{\text{буры}} = M / 2$, так как с сильными кислотами тетраборат натрия реагирует по уравнениям:



Отвесить на тарированном часовом стекле (бюксе) рассчитанную навеску буры на аналитических весах и перенести через воронку в мерную колбу на 200 мл. Часовое стекло (бюкс) с остатками буры и воронку ополоснуть несколько раз дистиллированной водой. Растворять навеску в горячей воде, (температура 70–80 °С), взбалтывая колбу круговыми движениями, держа ее за дно, затем охладить под струей водопроводной воды до 20 °С. Общий объем раствора довести дистиллированной водой до метки, тщательно перемешать.

Рассчитать нормальность и титр буры по формулам:

$$N_{\text{буры}} = m_{\text{буры}} \cdot 1000 / V_{\text{буры}} \cdot \text{Э}_{\text{буры}};$$

$$T_{\text{буры}} = N \cdot \text{Э} / 1000.$$

2) Приготовить 0,1 н раствор соляной кислоты в объеме 1000 мл из концентрированной кислоты.

В вытяжном шкафу высокий цилиндр заполнить концентрированной соляной кислотой. Опустить в раствор соляной кислоты ареометр, отметить плотность. По плотности найти процентное содержание кислоты. Рассчитать ее навеску для приготовления 0,1 н раствора в объеме 1000 мл

Первый способ расчета:

Например: $\rho = 1,19 - 38 \%$, тогда

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

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.61/11 6

$$m_{\text{х.ч. HCl}} = \mathcal{E} \cdot N \cdot V / 1000,$$

где m – масса х.ч. соляной кислоты, необходимой для приготовления 0,1 н раствора в объеме 1000 мл;

N – нормальность кислоты (0,1 н);

V – объем кислоты (1000 мл).

$$T_{38\% \text{ HCl}} = C\% \cdot \rho / 100,$$

где ρ – плотность кислоты;

$C\%$ – процентная концентрация, соответствующая плотности по справочным данным.

$$V_{38\% \text{ HCl}} = m_{\text{х.ч. HCl}} / T_{38\% \text{ HCl}}.$$

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.62/11 6

Второй способ расчета:

Определить массу 38 % соляной кислоты:

$$m_{38\% \text{ HCl}} = m_{\text{х.ч HCl}} \cdot 100 / 38.$$

Определить объем 38 % соляной кислоты:

$$V_{38\% \text{ HCl}} = m_{38\% \text{ HCl}} / \rho.$$

Третий способ расчета:

Вычислить нормальность 38 % соляной кислоты:

$$N_{38\% \text{ HCl}} = C\% \cdot \rho \cdot 1000 / \text{Э} \cdot 100.$$

Определить объем 38 % кислоты:

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

Отмерить маленьким мерным цилиндром рассчитанный объем кислоты. Перенести в мерную колбу на 1000 мл, в которую предварительно налито немного воды (сначала вода, потом кислота – иначе случится большая беда) взболтать раствор и довести дистиллированной водой до метки, еще раз хорошо перемешать.

3) *Установить титр раствора соляной кислоты по буре (стандартизация раствора).*

Бюретку заполнить раствором соляной кислоты, соблюдая все правила. В колбу для титрования отмерить пипеткой 10 мл раствора буры, прибавить 1–2 капли индикатора метилового оранжевого, раствор примет желтую окраску. Под колбу положить белый лист бумаги и оттитровать кислотой до слабо-розового окрашивания.

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 капли на 10 мл раствора. Титрование вести до цвета «свидетеля». По обратно пропорциональной зависимости между объемами и концентрациями реагирующих веществ (закон эквивалентов) найти нормальность и титр кислоты:

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.63/11 6

$$N_{HCl} = N_{буры} \cdot V_{буры} / V_{HCl};$$

$$T_{HCl} = \varepsilon_{HCl} \cdot N_{HCl} / 1000.$$

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 Назовите виды мерной посуды и расскажите о принципе пользования ею.
- 2 В чем сущность метода нейтрализации (метода кислотно-основного титрования)?
- 3 Перечислить рабочие растворы метода нейтрализации.
- 4 Как определить точку эквивалентности в процессе титрования?
- 5 На чем основано применение индикаторов в методе нейтрализации?
- 6 Какие вещества применяются в качестве исходных веществ в кислотно–основном методе?
- 7 Чем объемный анализ отличается от весового?

Лабораторное занятие № 12. Приготовление раствора щелочи, установка титра и нормальности щелочи по кислоте

Цель работы:

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

Закрепление навыков пользования мерной посудой и процессом титрования
ОК 01-ОК 05, ОК 07, ОК 09, ПК 1.4, 1.5, ПК 2.4,2.5, ПК 3.5.

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.64/11 6

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:

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).

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.65/11 6

Рассчитать навеску едкого натра:

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

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

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

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

Титрование со «свидетелем»

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

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

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.66/11 6

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?

Лабораторное занятие № 13. Определение содержания сильной кислоты в растворе

Цель работы:

Определение процентного содержания серной кислоты в технической кислоте ОК 01-ОК 05, ОК 07, ОК 09, ПК 1.4, 1.5, ПК 2.4,2.5, ПК 3.5.

Материальное обеспечение:

- мерная колба на 250 мл;
- бюретка;
- воронка к бюретке;
- ареометр от 1,00 до 1,84;
- колба для титрования;
- высокий цилиндр;
- стакан на 1 литр;
- стеклянная палочка;
- капельница с резиновым баллоном;
- вспомогательные материалы (вода дистиллированная, полотенце, мыло);
- технические весы общего пользования;
- аналитические весы общего пользования;
- 0,1 н раствор щелочи;
- концентрированная техническая серная кислота;
- метилоранж.

Используемые источники: [1], [2].

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.67/11 6

Организация и методика выполнения работы:

Напомнить меры предосторожности работы с концентрированными кислотами. Для приготовления 0,1 н раствора серной кислоты из концентрированной кислоты, лучше разбавить ее в 3–4 раза. Для этого в вытяжной шкаф поставить стакан на 1 литр, наполовину наполненный водой, в который очень осторожно из небольшой склянки влить около $\frac{1}{4}$ части стакана серной кислоты. Размешать раствор стеклянной палочкой. Когда раствор охладится, налить в высокий цилиндр и измерить плотность ареометром со шкалой от 1,00 до 1,84. Соблюдать правила работы с ареометром (см. работу №№ 10-11).

Практическое выполнение работы:

1) Определение процентного содержания серной кислоты в технической серной кислоте

Измерить ареометром плотность кислоты. В таблице по плотности найти процентную концентрацию. Рассчитать навеску для анализа, исходя из 0,1 н серной кислоты и $V = 250$ мл:

$$\mathcal{E}_{H_2SO_4} = M / 2$$

$$m_{H_2SO_4 \ 100 \%} = \mathcal{E} \cdot N \cdot V / 1000,$$

где N – нормальность кислоты 0,1 н;

V – объем приготовленного раствора кислоты 250 мл.

Если $\rho = 1,8$, $C \% = 86,92 \%$, то

$$m_{H_2SO_4 \ 86 \%} = m_{H_2SO_4 \ 100 \%} \cdot 100 / C \ \%.$$

2) Взвешивание и растворение взвешенной навески серной кислоты

Взвесить на аналитических весах высушенный бюкс. Поставить на технические весы и налить серную кислоту из капельницы с резиновым баллоном (лить осторожно, чтобы ни одна капля кислоты не попала ни на весы, ни на наружную стенку бюкса). Бюкс с навеской серной кислоты взвесить на аналитических весах. В мерную колбу на 250 мл с водой через воронку влить серную кислоту и несколько раз сполоснуть бюкс дистиллированной водой в колбу. Общий объем довести до метки, тщательно перемешать. Рассчитать массу навески, взятую для анализа по разности: масса бюкса с серной кислотой минус масса чистого бюкса. Бюретку заполнить приготовленным раствором серной

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.68/11 6

кислоты. В колбу для титрования отмерить 10 мл рабочего раствора щелочи, прибавить 1–2 капли метилового оранжевого. Оттитровать раствором кислоты до слабо-розовой окраски. Титрование провести 3–4 раза. Найти средний объем кислоты, пошедшей на титрование, и рассчитать процентное содержание ее в образце:

$$N_{\text{кислоты}} = N_{\text{щелочи}} \cdot V_{\text{щелочи}} / V_{\text{кислоты}},$$

$$m_{\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ 100 \%}} = \Xi_{\text{H}_2\text{SO}_4} \cdot N_{\text{H}_2\text{SO}_4} \cdot V / 1000,$$

где V – объем приготовленного для анализа раствора кислоты;

$$C \% = m_{\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ 100 \%}} \cdot 100 / m \text{ навески серной кислоты, взятой для анализа.}$$

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 Чем и как измерить плотность концентрированной кислоты?
- 2 Как по плотности кислоты найти процентное содержание?
- 3 Каким рабочим раствором можно пользоваться при определении кислот?
- 4 Каковы меры предосторожности при работе с концентрированной кислотой?

Лабораторное занятие № 14. Определение временной жесткости воды

Цель работы:

Исследование водопроводной воды на содержание бикарбонатов кальция и магния ОК 01-ОК 05, ОК 07, ОК 09, ПК 1.4, 1.5, ПК 2.4,2.5, ПК 3.5.

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.69/11 6

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].

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.70/11 6

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.

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,

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.71/11 6

прибавить 1–2 капли метилового оранжевого. Оттитровать 0,1 н раствором соляной кислоты до цвета «свидетеля» (до бледно-розовой окраски).

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.72/11 6

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?
- 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?

Лабораторное занятие № 15. Определение содержания едких щелочей и карбонатов при их совместном присутствии с применением двух индикаторов

Цель работы:

Исследование раствора на содержание едких щелочей и карбонатов щелочных металлов ОК 01-ОК 05, ОК 07, ОК 09, ПК 1.4, 1.5, ПК 2.4,2.5, ПК 3.5.

Материальное обеспечение:

- градуированная пипетка на 10 мл;
- мерная колба на 200 мл;
- колба с притертой пробкой;
- колба для титрования;

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

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.73/11 6

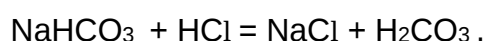
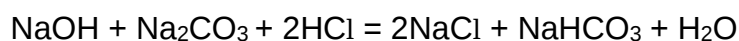
- бюретка и воронка к ней;
- пипетка на 10 мл;
- аналитические весы общего пользования;
- технические весы;
- вспомогательные материалы (вода дистиллированная, полотенце, мыло);
- 0,1 н раствор соляной кислоты;
- индикаторы: фенолфталеин, метилоранж;
- каустическая сода (NaOH);
- дистиллированная вода без углекислого газа:
- 0,1 н раствор хлорида бария.

Используемые источники: [1], [2].

Организация и методика выполнения работы:

Указать, что определение ведется двумя методами. Повторить правила техники безопасности при работе со щелочами (см. работу № 12) и с хлоридом бария (соли тяжелых металлов ядовиты).

Указать, что при титровании с фенолфталеином кислота расходуется на нейтрализацию всей щелочи и на превращение карбоната в бикарбонат. При титровании с метиловым оранжевым кислота затрачивается на нейтрализацию бикарбоната. В процессе титрования протекают две реакции:



Титруя, нельзя вводить кислоту большими порциями, так как в этом случае карбонат может оттитровываться не до бикарбоната, а сразу до угольной кислоты. Раствор все время перемешивать кругообразными движениями, но не слишком энергично, чтобы едкая щелочь не поглощала углекислого газа из воздуха. Объем кислоты, израсходованный к моменту обесцвечивания фенолфталеина, соответствует всей определяемой щелочи и половине карбоната (V_1). С метиловым оранжевым дотитровать, найти общий объем израсходованной кислоты (V_2). Тогда на титрование половины карбоната пойдет ($V_2 - V_1$), а всего карбоната ($V_2 - V_1$) · 2. На титрование едкой щелочи расходуется рабочего раствора кислоты $V_1 - (V_2 - V_1)$. Этот метод прост и часто используется в заводской практике, но он недостаточно точен.

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.74/11 6

Более точные результаты дает второй метод, в котором карбонаты осаждаются хлоридом бария, а в растворе остается щелочь. При титровании раствора с метиловым оранжевым найдем объем кислоты (V_1), эквивалентный сумме щелочи и карбоната. Оттитровав, после осаждения карбонатов, с фенолфталеином, найдем объем кислоты (V_2), эквивалентный только щелочи. Тогда объем кислоты, эквивалентный карбонату, равен ($V_1 - V_2$).

Практическое выполнение работы

Первый метод

Точно отвесить на аналитических весах навеску до 1 грамма. В мерной колбе на 200 мл растворить навеску в дистиллированной воде, не содержащей углекислого газа. Хорошо перемешать и довести объем раствора до метки. Отмерить пипеткой 10 мл приготовленного раствора и перенести в колбу для титрования. Прибавить туда 3 капли фенолфталеина и оттитровать рабочим раствором 0,1 н соляной кислоты до обесцвечивания. Объем израсходованной кислоты с фенолфталеином (V_1) записать. К этому же раствору прибавить 2–3 капли метилового оранжевого. Раствор окрасится в желтую окраску. Не доливая кислоты в бюретку, продолжить титрование до слабо-розовой окраски. Провести второй отсчет по бюретке (V_2). Титрование повторить 3–4 раза. Для расчета взять средний объем.

Расчет процентного содержания щелочи и карбоната в образце:

$$T_{HCl / Na_2CO_3} = \mathcal{E}_{Na_2CO_3} \cdot N_{HCl} / 1000$$

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

На титрование карбоната израсходовано рабочего раствора кислоты ($V_2 - V_1$) · 2, на титрование едкой щелочи $V_1 - (V_2 - V_1)$. Тогда масса карбоната в навеске:

$$m_{Na_2CO_3} = T_{HCl / Na_2CO_3} \cdot (V_2 - V_1) \cdot 2 \cdot 200 / 10,$$

где 10 мл – объем оттитрованного раствора,

200 мл – объем приготовленного для анализа раствора.

Процентное содержание карбонатов в образце, %, равно:

$$(m_{Na_2CO_3} \text{ в навеске}) \cdot 100 / \text{масса навески, взятой для анализа.}$$

Аналогично рассчитать щелочь.

Второй метод

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.75/11 6

В колбу для титрования отмерить 10 мл раствора, прибавить 2 капли метилового оранжевого и оттитровать рабочим раствором до слабо-розовой окраски. Отсчитать по бюретке объем израсходованной кислоты (V_1). В другую колбу отмерить 10 мл анализируемого раствора, прибавить 3–4 мл 0,1 н раствора хлорида бария для осаждения карбонат-иона и 3–4 капли фенолфталеина. Не отфильтровывая, осадка, раствор оттитровать очень медленно до обесцвечивания. Найти объем кислоты, эквивалентный щелочи (V_2).

Найти объем кислоты, эквивалентный карбонату (V):

$$V = V_1 - V_2.$$

Далее расчет провести подобно первому методу.

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 Назвать индикаторы, применяющиеся для определения щелочей и карбонатов при одновременном их присутствии. Почему выбраны данные индикаторы?

2 Написать уравнения реакций взаимодействия соляной кислоты со щелочью и карбонатом.

3 Найти грамм-эквиваленты карбоната в обеих реакциях.

2.3 Методы редоксиметрии

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.76/11 6

Лабораторное занятие № 16-17. 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 ОК 01-ОК 05, ОК 07, ОК 09, ПК 1.4, 1.5, ПК 2.4,2.5, ПК 3.5.

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;
- оксалат натрия $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$;
- 2 н раствор серной кислоты H_2SO_4 ;
- перманганат калия KMnO_4 .

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.77/11 6

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:

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

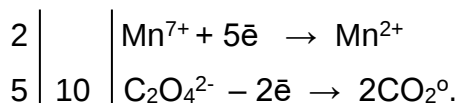
Грамм-эквивалент ($\text{Э}_{\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4}$) найти из уравнения реакции титрования:



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

где M – молекулярная масса;

n – число переходящих электронов по электронному балансу:



Отвесить на тарированном часовом стекле (бюксе) при помощи теххимических весов, а затем аналитических весов. Вставить в горло чистой мерной колбы емкостью 200 мл небольшую чистую воронку с окороченным кончиком и сбросить взвешенную навеску через воронку в мерную колбу. Воронку и часовое стекло (бюкс) обмыть струей воды. На споласкивание воронки израсходовать 100–150 мл дистиллированной воды. Добиться полного растворения навески, взбалтывая колбу круговыми движениями, при необходимости подогреть. Долить раствор дистиллированной водой так, чтобы

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.78/11 6

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 подогревать титруемый раствор. Так провести три точных титрования, чтобы результаты их отличались друг от друга не более чем на 0,05 мл.

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.79/11 6

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:

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

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

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?

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.80/11 6

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

Лабораторное занятие № 18. Определение содержания железа в соли Мора

Цель работы:

Исследование процентного содержания железа в соли Мора ОК 01-ОК 05, ОК 07, ОК 09, ПК 1.4, 1.5, ПК 2.4,2.5, ПК 3.5.

Материальное обеспечение:

- стакан на 200 мл;
- мерный цилиндр на 25–50 мл;
- бюретка со стеклянным краном;
- воронка к бюретке;
- коническая колба для титрования на 100 мл;
- штатив металлический с кольцом;
- пипетка на 10 мл;
- кристаллизатор;
- часовое стекло (бюкс);
- мерная колба на 100 мл;
- шпатель;
- вспомогательные материалы (вода дистиллированная, полотенце, мыло);
- 10 % раствор серной кислоты H_2SO_4 ;
- 2 н раствор серной кислоты H_2SO_4 ;
- 0,1 н раствор перманганата калия $KMnO_4$;
- 2 н раствор фосфорной кислоты H_3PO_4 ;
- соль Мора $(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$.

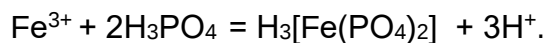
Используемые источники: [1], [2].

Организация и методика выполнения работы:

При титровании раствора соли Мора перманганатом калия в момент окончания титрования цвет изменится не от бесцветного к бледно-розовому, как при титровании оксалата натрия, а от светло-зеленого (цвет раствора соли железа (II)) к золотисто-розовому (смесь цветов оранжево-желтого от соли

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.81/11 6

железа (III) и бледно-розового от небольшого избытка перманганата). Для увеличения резкости изменения окраски перед титрованием ввести 2,5 мл фосфорной кислоты, которая дает бесцветный комплексный анион с ионом железа (III):



Под колбу для титрования положить белый лист бумаги.

Практическое выполнение работы

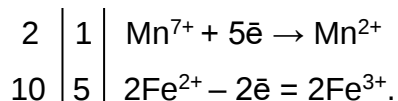
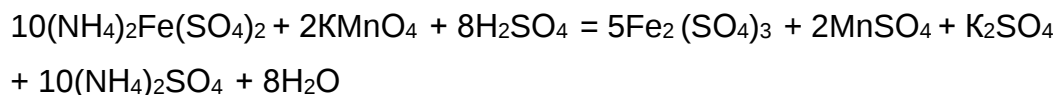
1) Рассчитать навеску соли Мора $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, исходя из 0,1 н концентрации и объема 100 мл.

$$m_{\text{соли Мора}} = \varepsilon_{\text{соли Мора}} \cdot N_{\text{соли Мора}} \cdot V_{\text{колбы}} / 1000,$$

где $V_{\text{колбы}} = 100$ мл.

M соли Мора = 392,16 г/моль.

Грамм-эквивалент найти из уравнения реакции титрования (электронного баланса):



МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.82/11 6

$$\mathcal{E}_{\text{соли Мора}} = M / 1 = 392,16 \text{ г.}$$

Взвесить рассчитанную навеску на тарированном часовом стекле (или бюксе). Перенести количественно в мерную колбу на 100 мл. Прилить в колбу 50 мл свежeproкипяченной и охлажденной воды, добавить 20 мл 10 % серной кислоты. Объем жидкости довести до метки, тщательно перемешать. Бюретку заполнить перманганатом калия и установить уровень раствора перманганата калия на ноль. В колбу для титрования отмерить 10 мл приготовленного раствора соли Мора, 5 мл 2 н раствора серной кислоты и 2,5 мл фосфорной кислоты. Оттитровать при охлаждении раствором перманганата до устойчивого розового окрашивания. Титрование провести трижды. Найти средний объем перманганата, пошедший на титрование соли Мора.

2) Сделать расчет количества железа в навеске и процентного содержания его в образце, используя формулы:

$$T_{KMnO_4/Fe} = \mathcal{E}_{Fe} \cdot N_{KMnO_4} / 1000,$$

$$m_{Fe} = T_{KMnO_4/Fe} \cdot V_{KMnO_4};$$

где m_{Fe} – масса железа в объеме пипетки;

V_{KMnO_4} – средний объем перманганата, пошедший на титрование.

Масса железа в навеске = $m_{Fe} \cdot 100$ (объем приготовленного раствора соли Мора) / 10.

% железа в навеске = масса железа в навеске $\cdot 100$ / масса навески соли Мора.

Расчет теоретического содержания железа:

1 г-моль соли Мора содержит 1 г-атом железа

1 г-моль соли Мора – 392, 16 г, следовательно:

392,16 г соли Мора – 55,85 г

100 г соли Мора – x г

$$x = 100 \cdot 55,85 / 392,16.$$

Далее рассчитать абсолютную и относительную ошибки (см. работы №№ 8, 9).

Содержание и порядок выполнения работы:

1 Ознакомиться с организацией и методикой выполнения работы.

2 Получить у лаборанта комплект посуды и реактивы.

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

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.83/11 6

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 Зачем перед титрованием раствора соли Мора добавляют фосфорную и серную кислоту?

2 Какой используется индикатор при титровании?

3 Напишите формулу соли Мора и рассчитайте ее грамм-эквивалент.

Лабораторное занятие № 19-20. 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 ОК 01-ОК 05, ОК 07, ОК 09, ПК 1.4, 1.5, ПК 2.4,2.5, ПК 3.5.

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;
- пипетка на 10 мл;

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

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.84/11 6

- 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].

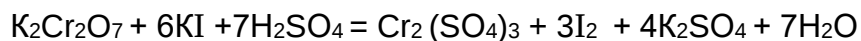
Организация и методика выполнения работы:

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.

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.85/11 6

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

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



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

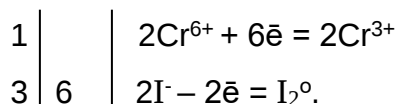
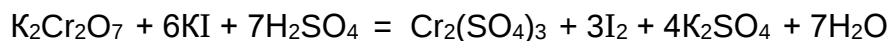
Практическое выполнение работы

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

Рассчитать навеску бихромата калия по формуле

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

Грамм-эквивалент найти из уравнения реакции:



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

$$T = m / V;$$

$$N = T \cdot 1000 / \text{Э}.$$

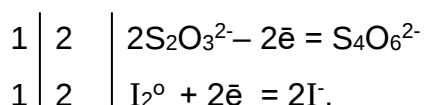
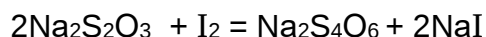
2) Приготовить 500 мл 0,1 н раствора тиосульфата натрия $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

Рассчитать навеску тиосульфата натрия по формуле:

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

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.86/11 6

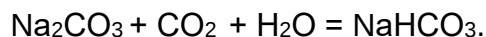
Грамм-эквивалент найти из уравнений:



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



Сода связывает ионы водорода из угольной кислоты



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

Раствор тиосульфата при хранении может частично разлагаться, выделяя серу. Разложение усиливается под влиянием света и микроорганизмов. Такой раствор не пригоден для работы. Поэтому раствор тиосульфата хранят в бутылки из темного стекла.

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

Рассчитать навеску йода и взвесить в бюксе на теххимических весах:

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

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

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

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

Бюретку заполнить раствором тиосульфата натрия. В колбу для титрования влить последовательно 8 мл 5–10 % раствора иодида калия, 12 мл 2 н серной

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.87/11 6

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

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

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

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

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

Бюретку заполнить рабочим раствором тиосульфата натрия. В колбу для титрования отмерить 10 мл раствора йода, разбавить таким же объемом воды. Оттитровать рабочим раствором тиосульфата до появления светло-желтого окрашивания. Добавить 1–2 капли раствора крахмала и дотитровать до обесцвечивания раствора.

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

$$N_{\text{I}_2} = N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \cdot V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} / V_{\text{I}_2};$$

$$T_{\text{I}_2} = \mathcal{E}_{\text{I}_2} \cdot N_{\text{I}_2} / 1000.$$

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

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

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.88/11 6

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 иодидом калия?
- 4 Что лучше взять в качестве растворителя – воду или раствор иодида калия – при приготовлении рабочего раствора йода и почему?
- 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»?

Лабораторное занятие № 21. Определение содержания сульфида натрия в техническом сульфиде

Цель работы:

Исследование процентного содержания сульфида натрия в техническом сульфиде ОК 01-ОК 05, ОК 07, ОК 09, ПК 1.4, 1.5, ПК 2.4,2.5, ПК 3.5.

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 250 мл;
- бюретка и воронка к ней;
- пипетка на 25 мл;

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

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.89/11 6

- 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;
- 0,1 н раствор йода I_2 ;
- 0,1 н раствор тиосульфата натрия $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$;
- 2 н раствор соляной кислоты HCl ;
- раствор крахмала;
- технический сульфид натрия $Na_2S \cdot 9H_2O$.

Используемые источники: [1], [2].

Организация и методика выполнения работы:

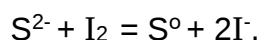
При измельчении сульфида натрия следить, чтобы вещество не разбрасывалось вне ступки. Постараться точно взвесить навеску, правильно перенести в мерную колбу, растворить и довести раствор до метки. Соблюдать все правила титрования.

Практическое выполнение работы

1) *Рассчитать навеску сульфида натрия, исходя из 0,1 н концентрации и объема 200 мл.*

$$m_{Na_2S} = \Xi_{Na_2S} \cdot N \cdot V / 1000.$$

Грамм-эквивалент сульфида натрия рассчитать из уравнения реакции:



Отвесить рассчитанную навеску на тарированном часовом стекле (бюксе), перенести количественно (без потерь), смыв дистиллированной водой H_2O в мерную колбу на 200 мл. Часовое стекло с остатками соли вновь взвесить на аналитических весах, по разности найти навеску сульфида натрия. Растворить в небольшом количестве дистиллированной воды, затем довести раствор до метки, тщательно перемешать. Бюретку заполнить рабочим раствором тиосульфата натрия. В колбу для титрования отмерить 25 мл приготовленного раствора, 40 мл 0,1 н раствора йода и 10 мл 2 н раствора соляной кислоты (HCl), дать прореагировать. Прибавить около 1 г гидрокарбоната натрия $NaHCO_3$. Оттитровать избыток йода тиосульфатом натрия до светло-желтой окраски без

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.90/11 6

индикатора. Затем прибавить 1–2 мл раствора крахмала и оттитровать до исчезновения синей окраски.

В другую колбу отмерить 40 мл 0,1 н раствора йода и оттитровать тиосульфатом натрия. Разность обоих титрований дает объем, в котором содержится количество тиосульфата натрия, эквивалентное количеству титруемого сульфида.

Пример. На титрование избытка йода затрачено 28 мл 0,1 н раствора тиосульфата натрия. На титрование 40 мл 0,1 н йода затрачено 38 мл раствора тиосульфата натрия.

Следовательно, 25 мл раствора сульфида натрия эквивалентны $38 - 28 = 10$ мл раствора тиосульфата натрия.

$$T_{Na_2S_2O_3 / Na_2S} = \mathfrak{E}_{Na_2S} \cdot N_{Na_2S_2O_3} / 1000.$$

Тогда масса сульфида натрия в анализируемой навеске будет:

$$m_{Na_2S} = T_{Na_2S_2O_3 / Na_2S} \cdot 10 \cdot 200 / 25,$$

где 10 мл – разность титрований;

200 мл – объем приготовленного раствора сульфида;

25 мл – объем сульфида, взятый для титрования.

$$\% Na_2S = m_{Na_2S} \cdot 100 / \text{навеска, взятая для анализа}.$$

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 Написать уравнение реакции, лежащей в основе определения сульфидов.
- 2 Чему равен грамм-эквивалент сульфида в этой реакции?

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

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.91/11 6

3 Что оттитровывают тиосульфатом в ходе определения сульфидов?

4 Для чего необходимо титрование без сульфида натрия (контрольное титрование)?

2.4 Методы осаждения и комплексообразования

Лабораторное занятие № 22. Приготовление рабочих растворов в методе аргентометрии

Цель работы:

Приготовление рабочего раствора нитрата серебра ОК 01-ОК 05, ОК 07, ОК 09, ПК 1.4, 1.5, ПК 2.4,2.5, ПК 3.5.

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 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;
- твердый хлорид натрия (х.ч.) NaCl;
- твердый нитрат серебра AgNO₃.

Используемые источники: [1], [2].

Организация и методика выполнения работы:

При взвешивании нитрата серебра следить, чтобы кристаллики не оставались на весах и в других местах, не попадали на руки и одежду. Для работы удобны 0,1 н растворы, но в целях экономии можно работать 0,05 н растворами нитрата серебра.

Практическое выполнение работы

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.92/11 6

1) *Рассчитать навеску для приготовления 0,05 н раствора х.ч. хлорида натрия в объеме 200 мл.*

$$m_{\text{NaCl}} = \text{Э} \cdot V \cdot N / 1000,$$

где Э – грамм-эквивалент NaCl, г;

V – объем мерной колбы 200 мл;

N – нормальная концентрация раствора NaCl, г-экв/л (н).

Взвесить на часовом стекле рассчитанную навеску на технических весах. Перенести в мерную колбу на 200 мл, растворить дистиллированной водой, общий объем довести до метки в колбе. Тщательно перемешать и перелить в склянку из темного стекла.

Рассчитать по взвешенной навеске нормальность полученного раствора хлорида натрия:

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

2) *Приготовить 250 мл 0,05 н раствора нитрата серебра*

Рассчитать массу нитрата серебра по формуле:

$$m_{\text{AgNO}_3} = \text{Э}_{\text{AgNO}_3} \cdot N_{\text{AgNO}_3} \cdot V_{\text{AgNO}_3} / 1000.$$

Взвесить на часовом стекле рассчитанную навеску на технических весах. Перенести в мерную колбу на 250 мл, растворить дистиллированной водой, общий объем довести до метки в колбе. Тщательно перемешать и перелить в склянку из темного стекла.

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 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.93/11 6

Вопросы для самопроверки:

- 1 В чем сущность метода осаждения (аргентометрии)?
- 2 Назвать индикатор метода аргентометрии. Каковы условия его применения?
- 3 Назвать рабочие растворы аргентометрии.
- 4 Какие используются исходные вещества в аргентометрии и какие требования к ним?

Лабораторное занятие № 23. Установка титра и нормальности раствора нитрата серебра по химически чистому хлориду натрия способом Мора

Цель работы:

Стандартизация раствора нитрата серебра и установка поправочного коэффициента ОК 01-ОК 05, ОК 07, ОК 09, ПК 1.4, 1.5, ПК 2.4,2.5, ПК 3.5.

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.94/11 6

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 мл;
- часовое стекло или бюкс;
- шпатель;
- вспомогательные материалы (вода дистиллированная, полотенце, мыло);
- аналитические и теххимические весы общего пользования;
- кристаллизатор для сливных вод;
- 10 % раствор хромата калия K_2CrO_4 ;
- твердый хлорид натрия (х.ч.) $NaCl$;
- 0,05 н хлорид натрия (х.ч.) $NaCl$;
- 0, 05 н нитрат серебра $AgNO_3$;
- твердый нитрат серебра $AgNO_3$.

Используемые источники: [1], [2].

Организация и методика выполнения работы:

Титровать в присутствии «свидетеля». «Свидетель» готовят так: в колбу прилить 2–3 мл раствора нитрата серебра, 25 мл хлорида натрия и 1 мл индикатора хромата калия, полученная окраска соответствует недотитрованному раствору. Титровать в присутствии «свидетеля». «Свидетель» готовят так: в колбу прилить 2-3 мл раствора нитрата серебра, 25 мл хлорида натрия и 1 мл индикатора хромата калия, полученная окраска соответствует недотитрованному раствору. Титрование заканчивать, когда цвет раствора и осадка в титровальной колбе начнет отличаться от цвета «свидетеля».

Практическое выполнение работы

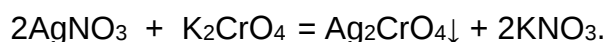
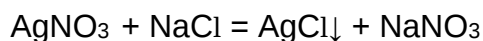
1) *Установка нормальности и титра нитрата серебра по рабочему раствору хлорида натрия (стандартизация раствора нитрата серебра)*

Бюретку заполнить раствором нитрата серебра. В коническую колбу отмерить 10 мл 0,05 н раствора хлорида натрия, прибавить 1 мл 10 % раствора

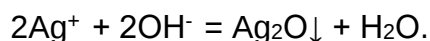
МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.95/11 6

хромата калия. Оттитровать раствором нитрата серебра, постоянно взбалтывая. Титрование закончить, когда цвет титруемой смеси начнет отличаться от цвета «свидетеля».

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.

Титрование повторить 3–4 раза, рассчитать нормальность и титр раствора нитрата серебра (закон эквивалентов):

$$N_{\text{AgNO}_3} = N_{\text{NaCl}} \cdot V_{\text{NaCl}} / V_{\text{AgNO}_3};$$

$$T_{\text{AgNO}_3/\text{NaCl}} = \frac{\alpha}{1000} N_{\text{NaCl}} \cdot N_{\text{AgNO}_3} / 1000.$$

2) Рассчитать поправочный коэффициент

Рассчитать поправочный коэффициент к установленной нормальной концентрации нитрата серебра по формуле:

$$K = N_{\text{п}} / N_{\text{т}},$$

где $N_{\text{п}}$ – нормальность практическая;

$N_{\text{т}}$ – нормальность теоретическая.

На этикетке склянки с растворами пишут коэффициент. Поправка больше единицы указывает на то, что нормальность данного раствора больше теоретической, а поправка меньше единицы указывает на то, что нормальность данного раствора меньше теоретической.

Содержание и порядок выполнения работы:

1 Ознакомиться с организацией и методикой выполнения работы.

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

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.96/11 6

- 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 Что такое поправочный коэффициент к нормальности раствора?
- 2 Как рассчитать значение поправочного коэффициента?
- 3 Что показывает поправочный коэффициент (физический смысл)?
- 4 Как указывают поправочный коэффициент на склянке с раствором?
- 5 Каковы основные расчетные формулы при практическом установлении поправочного коэффициента в химическом анализе?

Лабораторное занятие № 24. Определение содержания хлорида натрия в техническом образце поваренной соли методом пипетирования и отдельных навесок

Цель работы:

Исследование раствора на процентное содержание хлорида натрия ОК 01-ОК 05, ОК 07, ОК 09, ПК 1.4, 1.5, ПК 2.4,2.5, ПК 3.5.

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;

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.97/11 6

- шпатель;
- вспомогательные материалы (вода дистиллированная, полотенце, мыло);
- аналитические и теххимические весы общего пользования;
- кристаллизатор для сливных вод;
- 0,05 н раствор нитрата серебра AgNO_3 ;
- образец для анализа хлорида натрия NaCl (техн.);
- 10 % раствор хромата калия K_2CrO_4 .

Используемые источники: [1], [2].

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.*

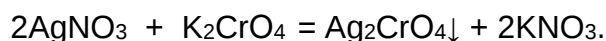
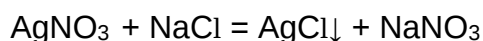
$$m_{\text{NaCl}} = \vartheta_{\text{NaCl}} \cdot N_{\text{NaCl}} \cdot V / 1000.$$

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

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

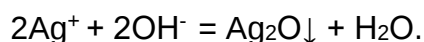
В мерную колбу на 200 мл вставить воронку и осторожно ссыпать навеску с часового стекла (бюкса), смыв остатки соли дистиллированной водой. Растворить перенесенную навеску хлорида натрия и общий объем раствора довести до метки. Тщательно перемешать. Бюретку заполнить рабочим раствором нитрата серебра. 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:



МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.98/11 6

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



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

3) Расчет результатов анализа

$$T_{AgNO_3/NaCl} = \varepsilon_{NaCl} \cdot N_{AgNO_3} / 1000.$$

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

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.99/11 6

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?

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.100/1 16

Лабораторное занятие № 25. Определение общей жесткости воды методом комплексонометрии

Цель работы:

Исследование воды на содержание в ней растворимых солей магния и кальция ОК 01-ОК 05, ОК 07, ОК 09, ПК 1.4, 1.5, ПК 2.4,2.5, ПК 3.5.

Материальное обеспечение:

- стакан на 200 мл;
- 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

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.101/1 16

раствор после добавления каждой капли. Титрование заканчивается, когда окраска из фиолетовой превращается в синюю с зеленоватым оттенком.

Вычисление общей жесткости:

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

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

3 ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.2 Рефрактометрические методы

Лабораторное занятие № 26. Определение показателя преломления жидкости (ацетона, глюкозы)

Цель работы:

Изучить рефрактометрический метод анализа и определить показатель преломления исследуемой жидкости ОК 01-ОК 05, ОК 07, ОК 09, ПК 1.4, 1.5, ПК 2.4,2.5, ПК 3.5.

Материальное обеспечение:

- осветитель;
- рефрактометр;

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

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.102/1 16

- образцы исследуемой жидкости;
- вспомогательные материалы (вода дистиллированная, полотенце, мыло);
- трубочка стеклянная;
- спирт этиловый.

Используемые источники: [1], [2], [3].

Организация и методика выполнения работы:

Рефрактометрия – физико-химический метод анализа, основанный на измерении показателя преломления луча света в исследуемом веществе.

В основе метода лежит явление *рефракции*, т.е. преломления световых лучей на границе раздела двух различных по своей природе оптических сред.

Коэффициентом преломления или показателем преломления n называют отношение синуса угла падения к синусу угла преломления:

$$n = \sin \alpha / \sin \beta.$$

Показатель преломления зависит от:

- природы вещества;
- длины падающего света;
- плотности раствора (концентрации);
- температуры.

Каждое индивидуальное вещество характеризуется определенным значением n . Для раствора одного и того же вещества одинаковой температуры показатель преломления n будет зависеть только от концентрации.

Зная n , можно определить концентрацию раствора, пользуясь калибровочной кривой или таблицами зависимости n от концентрации. Обычно измерения проводят при 20 °С. Прибор, при помощи которого определяется показатель преломления, называется *рефрактометром*.

Принцип работы: рефрактометр основан на измерении предельного угла преломления. При падении светового луча из среды с показателем преломления n_1 в среду с показателем преломления n_2 , согласно закону преломления между углом падением α и углом преломления β существует зависимость:

$$\sin \alpha / \sin \beta = n_1 / n_2 \text{ или } n_1 \cdot \sin \beta = n_2 \cdot \sin \alpha.$$

Если увеличивать α , то в определенный момент $\beta = 90^\circ$.

Тогда луч света не будет попадать во вторую среду, а будет скользить по поверхности раздела двух сред. При дальнейшем увеличении α преломление

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.103/1 16

исчезает и луч полностью отражается. Это явление называется *полным внутренним отражением*.

Если достигнут предельный угол преломления ($\beta = 90^\circ$), то $\sin \beta = 1$. Угол α будет предельным углом падения, его обозначают φ .

Следовательно, $n_1 \cdot 1 = n_2 \cdot \sin \varphi$ или $\sin \varphi = n_1 / n_2$.

Чтобы определить показатель преломления исследуемого вещества, нужно знать n одной из сред и измерить величину φ .

К этому и сводится экспериментальная задача. Этот принцип используется в рефрактометрах.

Основной частью прибора являются призмы – измерительная и осветительная. Призмы прижаты друг к другу гипотенузными гранями. Осветительная призма имеет матовую грань, а измерительная – полированную. При определении показателя преломления исследуемой жидкости ее помещают между двумя гипотенузными гранями.

Лучи света проходят осветительную призму, входят в исследуемую жидкость и падают на полированную грань измерительной призмы. В окуляре (через выходную грань измерительной призмы) наблюдают преломление или отражение света, при этом верхняя часть поля зрения освещена, а нижняя остается темной. Величину предельного угла φ определяют по границе света и тени, совмещая ее с точкой пересечения линий. По шкале отсчитывают показатель преломления данного раствора.

Правила работы с рефрактометром:

1) До начала измерений проверяют чистоту осветительной и измерительной призм.

2) Устанавливают нулевую точку рефрактометра с помощью дистиллированной воды. Показатель преломления дистиллированной воды при 20°C равен 1,3330. Если получена другая величина, то необходимо наладить прибор. Для этого отвинчивают заглушку 2 и юстировочным ключом подкручивают головку винта так, чтобы граница света и тени оказались на точке пересечения линий при значении показателя преломления 1,3330.

3) Измеряют показатель преломления исследуемой жидкости. Для этого приподнимают осветительную призму, и поверхности призм осторожно протирают чистой мягкой салфеткой. Затем наносят капли 2 капли исследуемой жидкости на

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.104/1 16

плоскость измерительной призмы, опускают осветительную призму, прижимают призмы друг к другу. Вращают маховики до совпадения границы света и тени с точкой пересечения линий. По шкале производят отсчет показателя преломления исследуемого раствора. Концентрацию раствора определяют по соответствующим таблицам.

4) После каждого определения обе призмы промывают дистиллированной водой и спиртом, вытирают досуха салфеткой.

Практическое выполнение работы

Взять исследуемый раствор, определить показатель преломления жидкости с помощью рефрактометра и сравнить результат со справочными данными.

Содержание и порядок выполнения работы:

- 1 Ознакомиться с организацией и методикой выполнения работы.
- 2 Получить у лаборанта исследуемые образцы жидкости.
- 3 Выполнить лабораторное исследование.
- 4 Сделать вывод по результатам лабораторного исследования.
- 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 сущность метода рефрактометрии?
- 2 На каком явлении основан этот метод?
- 3 От каких факторов зависит показатель преломления?
- 4 Как изменяется величина показателя преломления с увеличением температуры?
- 5 Какое явление называют полным внутренним отражением?
- 6 Что называется предельным углом преломления? Предельным углом падения?
- 7 Как устанавливают нулевую точку рефрактометра?

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.105/1 16

8 Какие меры предосторожности надо соблюдать при работе с рефрактометром?

9 Опишите порядок работы на рефрактометре.

10 Как измерить показателя преломления исследуемой жидкости?

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.106/1 16

3.3 Поляриметрические методы

Лабораторное занятие № 27. Определение массовой доли сахара в растворе

Цель работы:

Исследование раствора на процентное содержание сахара в растворе методом поляриметрии ОК 01-ОК 05, ОК 07, ОК 09, ПК 1.4, 1.5, ПК 2.4,2.5, ПК 3.5.

Материальное обеспечение:

- поляриметр;
- осветитель;
- теххимические весы;
- колбы мерные на 100 мл;
- фильтровальная бумага;
- вспомогательные материалы (вода дистиллированная, полотенце, мыло);
- кристаллические глюкоза и сахар;
- исследуемый раствор сахара;
- спирт этиловый.

Используемые источники: [1], [2], [3].

Организация и методика выполнения работы:

Поляризацией называют определение оптического вращения – вращения плоскости поляризации света раствором оптически активного вещества. Оптическому вращению подвергается поляризованный свет, в котором колебания световых волн происходят только в одной плоскости – плоскости поляризации. Свет поляризуется при прохождении через призму Николя, состоящую из двух склеенных призм из исландского шпата и пропускающую только поляризованный луч. Оптической активностью обладают органические соединения с асимметрическим атомом углерода, связанным с четырьмя различными функциональными группами (например, в глюкозе).

Удельное вращение. Оптическое вращение плоскости поляризации выражают в угловых градусах и называют углом вращения плоскости поляризации α , Угол вращения зависит от природы вещества, его концентрации, толщины слоя, длины волны света и температуры и при прочих постоянных условиях зависит только от концентрации. Вещества характеризуются удельным вращением $[\alpha]_D^t$,

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

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.107/1 16

происходящим при прохождении поляризованного света через 1 % - ный раствор толщиной в 1 дм. Индекс D указывает на длину волны линии D в спектре натрия, индекс t равен температуре измерений. Обычно $t = 20$ °С. Правое удельное вращение обозначают (+), левое (–).

Расчет концентрации C вещества, %, в растворе по углу вращения α , и известному $[\alpha]_D^{20}$ производят по формуле (ℓ – длина трубки, дм):

$$C = \alpha \cdot 100 / [\alpha]_D^{20} \cdot \ell,$$

где – $[\alpha]_D^{20}$ некоторых веществ в воде равно: глюкоза + 53°, аскорбиновая кислота + 23°, сахар молочный + 53,5°, Д-винная кислота + 12°, L-камфора – 41° (в спирте).

Обращение с поляриметром. При перемещении прибора брать его за стойку или основание. Перед работой наружные оптические детали протереть мягкой салфеткой. Оберегать прибор от попадания на него анализируемой жидкости. Хранить в коробке с закрытой крышкой.

Влияние температуры. При измерении угла вращения анализируемого вещества температура окружающей среды должна быть в пределах 20 ± 3 °С, в противном случае пользоваться поправочными коэффициентами.

Установка осветителя. Осветитель укрепляют на кронштейне прибора и включают его в сеть. Устанавливают окуляр на ясную видимость линий раздела, добиваются максимальной освещенности поля.

Определение нулевого положения прибора производят без трубки или с трубкой, наполненной дистиллированной водой. Перемещением муфты зрительной трубы устанавливают окуляр на ясную видимость линий раздела двойного поля. Вращая анализатор, добиваются равномерного затемнения двойного поля зрения. Ноль шкалы может не совпадать с нулем нониуса. Разница в этом случае является поправкой на ноль. Знак поправки считают положительным, если ноль нониуса расположен в положительном направлении от нуля шкалы, и отрицательным, если ноль нониуса смещен в противоположную сторону.

Чистка трубки и наполнение ее испытуемым раствором. Перед измерением угла вращения трубку ополаскивают два–три раза дистиллированной водой, затем протирают фильтрованной бумагой, ополаскивают исследуемым раствором и наполняют им. Для этого трубку в вертикальном положении заполняют так, чтобы образовался выпуклый мениск. Сбоку надвигают покрывное

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.108/1 16

стекло, накладывают резиновую прокладку и завертывают муфтой. После наполнения трубки покровные стекла с наружной стороны должны быть сухими.

Определение угла вращения плоскости поляризации оптически активных веществ. Трубку наполняют исследуемой жидкостью, помещают в соединительную трубку прибора и закрывают муфтой. Устанавливают окуляр зрительной трубки на ясную видимость линий раздела поля зрения. Поворотом анализатора устанавливают на равномерную затемненность поля зрения и делают отсчет. Определяют, на сколько полных градусов повернут ноль нониуса по отношению к лимбу. По штриху нониуса, совпадающему с градусным штрихом лимба, отсчитывают доли градуса.

К числу градусов, взятых по лимбу, прибавляют отсчет по нониусу и определяют угол вращения. Отсчеты повторяют 3–5 раз и принимают среднее значение их, затем вычитают поправку на нуль.

Практическое выполнение работы

Взять исследуемый раствор, определить угол вращения плоскости поляризации с помощью поляриметра. Концентрацию сахара в растворе рассчитать по формуле.

Содержание и порядок выполнения работы:

- 1 Ознакомиться с организацией и методикой выполнения работы.
- 2 Получить у лаборанта исследуемые образцы растворов.
- 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 сущность метода поляриметрии?
- 2 Какой свет называют поляризованным?

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.109/1 16

3 Какие вещества обладают оптической активностью?

4 Как измеряют угол вращения плоскости поляризации луча света?

5 По какой формуле в поляриметрии рассчитывают концентрацию раствора?

6 Где используется поляриметрический метод анализа?

7 Какие типы поляриметров применяются в лабораторной практике?

8 Правила работы с поляриметром?

Тема 3.4 Электрохимические методы

Лабораторное занятие № 28. Ознакомление с устройством прибора (рН-метра), техникой работы с ним. Определение рН буферных растворов

Цель работы:

Научиться определять рН среды различными методами ОК 01-ОК 05, ОК 07, ОК 09, ПК 1.4, 1.5, ПК 2.4, 2.5, ПК 3.5.

Материальное обеспечение:

- рН-метр;
- фарфоровая чашка;
- стеклянная палочка;
- вспомогательные материалы (вода дистиллированная, полотенце, мыло);
- исследуемые растворы;
- универсальный индикатор ПМ (или универсальная индикаторная бумага);
- химические стаканы на 50 мл;
- буферные растворы для калибровки и хранения.

Используемые источники: [1], [2], [3].

Организация и методика выполнения работы:

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

$$pH = - \lg c_{H^+}$$

Для нейтральной среды: $c_{H^+} = 10^{-7}$ моль/л; $pH = - \lg 10^{-7} = 7$, таким образом:

в нейтральных средах $pH = 7$;

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

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.110/1 16

в кислых средах $\text{pH} < 7$;

в щелочных $\text{pH} > 7$.

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

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

$$c_{\text{H}^+} = c_0 \cdot \alpha.$$

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

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

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

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

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

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.111/1 16

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

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

Содержание и порядок выполнения работы:

- 1 Ознакомиться с организацией и методикой выполнения работы.
- 2 Получить у лаборанта исследуемые образцы растворов.
- 3 Выполнить лабораторные исследования:

Опыт 1 Определение pH раствора с помощью универсального индикатора.

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

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

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

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

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

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.112/1 16

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

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

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.113/1 16

4 Сделать вывод по результатам лабораторного исследования.

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 Что характеризует водородный показатель?

2 Для чего нужны индикаторы?

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

4 Какие существуют способы определения pH среды?

5 В чем заключается подготовка pH-метра к работе?

6 Как хранят и используют pH-электрод?

3.5 Хроматографические методы

Лабораторное занятие № 29. Качественный анализ смеси катионов методом бумажной хроматографии

Цель работы:

Изучить технику бумажной хроматографии и определить природу катионов в исследуемом растворе ОК 01-ОК 05, ОК 07, ОК 09, ПК 1.4, 1.5, ПК 2.4,2.5, ПК 3.5.

Материальное обеспечение:

- беззольные фильтры (синяя лента);
- электроплитка;
- вспомогательные материалы (вода дистиллированная, полотенце, мыло);
- стакан на 200 мл;
- трубочки стеклянные;
- исследуемый раствор;
- ферроцианид калия $K_4[Fe(CN)_6]$ 10 % раствор.

Используемые источники: [1], [2], [3].

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.114/1 16

Организация и методика выполнения работы:

Хроматография – метод разделения сложных смесей вещества на отдельные компоненты. При хроматографической разделении используются различные физико-химические свойства отдельных компонентов смеси: разница в растворимости образующихся осадков, в адсорбции компонентов смеси на поверхности твердой и жидкой фазы и т.д.

В настоящее время наибольшее распространение получили следующие виды хроматографического анализа:

- *Адсорбционная хроматография* основана на избирательной адсорбции ионов или молекул;
- *Ионнообменная хроматография* основана на обратимом обмене содержащихся в исследуемом растворе ионов на подвижные ионы, входящие в состав адсорбента;
- *Осадочная хроматография* основана на различной степени малорастворимых веществ. Осадочные хроматограммы могут быть получены в хроматографической колонке и на фильтровальной бумаге;
- *Распределительная хроматография* основана на использовании процессов распределения веществ между двумя несмешивающимися друг с другом растворителями;
- *Бумажная хроматография* – один из способов распределительной хроматографии, в котором в качестве адсорбента используется хроматографическая бумага. Она удерживает в своих порах воду (до 20 %), которая и играет роль неподвижного растворителя. При обработке такой бумаги подвижным растворителем нанесенные на бумагу вещества переходят в подвижную фазу, и, перемешиваясь с различными скоростями по капиллярам бумаги, разделяются, образуя хроматограмму. В качестве хроматографической бумаги можно использовать плотные сорта фильтровальной бумаги, ватман и др.

Практическое выполнение работы

В центр бумажного фильтра наносят две капли исследуемого раствора. Вторую каплю наносят только после полного впитывания первой капли. В центр пятна постепенно вливают 5 капель дистиллированной воды. Фильтр подсушивают подогретым воздухом и обрабатывают реактивом $K_4[Fe(CN)_6]$ (желтая кровяная соль) с помощью кисточки (трубочки). Если в растворе имеются

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.115/1 16

Fe^{3+} и Cu^{2+} , то от прибавления реактива появляются окрашенные концентрические кольца: синего цвета $\text{Fe}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3$ – указывает на присутствие железа, коричневого цвета $\text{Cu}_2[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ – меди.

Содержание и порядок выполнения работы:

- 1 Ознакомиться с организацией и методикой выполнения работы.
- 2 Получить у лаборанта исследуемый образец раствора.
- 3 Выполнить лабораторное исследование.
- 4 Сделать вывод по результатам лабораторного исследования.
- 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 сущность хроматографии?
- 2 Перечислить виды хроматографического анализа.
- 3 На чем основана адсорбционная хроматография?
- 4 В чем заключается ионообменная хроматография?
- 5 В чем суть осадочной хроматографии?
- 6 Что является основой распределительной хроматографии?
- 7 В чем сущность бумажной хроматографии?
- 8 Что такое хроматограмма?
- 9 Какая бумага используется в качестве хроматографической?
- 10 Опишите порядок работы, применяемый в методе бумажной хроматографии.

МО-35 02 10-ОП.02.ЛЗ	КМРК БГАРФ ФГБОУ ВО «КГТУ»	
	ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ	С.116/1 16

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. Вешинин, И. В. Власова, И. А. Никифорова. - 3-е изд. - Санкт-Петербург : Лань, 2019. - 428 on-line
Дополнительные	1. Аналитическая химия. Учебник для студ. сред. проф. учеб. заведений. Под ред. А.А. Ищенко. М., ИЦ «Академия», 2011 – с. 317 <i>Методические пособия и рекомендации для выполнения практических занятий, лабораторных и самостоятельных работ</i>
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
Периодические издания	