

СРЕДНЕЕ
ПРОФЕССИОНАЛЬНОЕ
ОБРАЗОВАНИЕ

АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

Качественный и количественный
анализ. Практикум

И. В. Добрянская



E.LANBOOK.COM

И. В. ДОБРЯНСКАЯ

АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ КАЧЕСТВЕННЫЙ И КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ ПРАКТИКУМ

УЧЕБНОЕ ПОСОБИЕ



• САНКТ-ПЕТЕРБУРГ • МОСКВА • КРАСНОДАР •
2021

УДК 543
ББК 24.4я723

Д 57 Добрянская И. В. Аналитическая химия. Качественный и количественный анализ. Практикум : учебное пособие для СПО / И. В. Добрянская. — Санкт-Петербург : Лань, 2021. — 132 с. — Текст : непосредственный.

ISBN 978-5-8114-8205-4

Данный комплекс практических занятий предназначен для овладения практическими знаниями и умениями (с учетом имеющегося технического оснащения) студентами по предмету «Аналитическая химия».

УДК 543
ББК 24.4я723

Обложка
Ю. В. ГРИГОРЬЕВА

© Издательство «Лань», 2021
© И. В. Добрянская, 2021
© Издательство «Лань»,
художественное оформление, 2021

ВВЕДЕНИЕ

Целью изучения аналитической химии является формирование у студентов среднего профессионального образования практических основ химического анализа, а также практических умений и навыков его выполнения.

Практические занятия по качественному анализу базируются на кислотно-основной классификации. Практические занятия по количественному анализу основываются на титриметрических и инструментальных методах анализа. Практикум снабжен таблицами, удобными для оформления студентами и проверки преподавателем практических работ. Самостоятельная работа предполагает самостоятельное решение аналитических задач, самоконтроль своих знаний.

СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ

ПМУ — полное молекулярное уравнение.

СИУ — сокращенное ионное уравнение.

ПР — произведение растворимости.

О. И. — определяемый ион.

п/з — практическое занятие.

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ № 1

Тема: ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРОВ. СПОСОБЫ ВЫРАЖЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИЙ. рН РАСТВОРОВ. БУФЕРНЫЕ РАСТВОРЫ

Цели

Приобрести навыки расчета по следующим темам.

1. Расчет массовой доли растворения вещества, молярной концентрации.
2. Протолитические равновесия в растворах кислот и оснований.
3. Расчет равновесия в буферных растворах.

Ход работы

Дайте определение следующим терминам.

Раствор — _____

Молярная масса эквивалента веществ — _____

Молярная концентрация — _____

Теория электролитической диссоциации — _____

Степень диссоциации — _____

Константа диссоциации — _____

Нормальная концентрация — _____

Принцип Ле Шателье — _____

Константа диссоциации — _____

Сколько миллилитров концентрированной серной кислоты (плотность — $1,84 \text{ г/см}^3$, массовая доля — 96%) и сколько миллилитров воды требуется для приготовления 500 г 15%-ного раствора?

Решение

Дано:

Вычислите грамм-эквиваленты ($M_{\text{э}}$) следующих веществ: H_2SO_4 , KOH , $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$, $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Решение

Дано:

Сколько граммов кристаллической соды $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ надо взять для приготовления 500 мл 0,5 н и 0,5 М раствора? Приготовить растворы.

Решение

Дано:

Какова молярная и нормальная концентрация 10%-ного раствора едкого натрия (плотность — $1,110 \text{ г/см}^3$)?

Решение

Дано:

Вычислить $[\text{OH}^-]$, рОН, рН в 0,05 М растворе циановодородной кислоты.

Решение

Дано:

Вычислить молярную концентрацию раствора уксусной кислоты с $\text{pH} = 3,54$.

Решение

Дано:

Вычислить pH , степень диссоциации и долю (%) недиссоциированных молекул в 0,3 М растворе азотистой кислоты.

Решение

Дано:

Самостоятельная работа

Решите задачи.

1. Какова молярная и нормальная концентрация 17%-ного раствора HCl (плотность — $1,10 \text{ г/см}^3$)?

2. Вычислите pH 0,05 М раствора HCl.

3. Вычислить степень диссоциации (%) и долю неионизированных молекул в 0,2 М растворе муравьиной кислоты. $K_a = 1,8 \cdot 10^{-4}$.

4. Вычислите грамм-эквиваленты ($M_{\text{э}}$) следующих веществ: азотной кислоты, хлорида бария, гидроксида железа (III).

Вывод:

Оценка _____

Подпись _____

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ № 2

Тема: ГИДРОЛИЗ. ПРОИЗВЕДЕНИЕ РАСТВОРИМОСТИ

Цели

Приобрести навыки расчета по следующим темам.

1. Равновесие в растворах гидролизующихся солей.
2. Равновесие в растворах комплексных соединений.
3. Равновесие в гетерогенных системах.

Ход работы

Дать определение следующим терминам.

Гидролиз — _____

Константа гидролиза — _____

Степень гидролиза — _____

Буферные растворы — _____

Буферная ёмкость — _____

Произведение растворимости — _____

pH — _____

pOH — _____

Напишите уравнение реакции гидролиза натрия фторида. Рассчитайте константу и степень гидролиза, а также pH раствора, содержащего 32,5 мг натрия фторида в 500 см³ раствора.

Решение

Дано:

Напишите уравнение реакции гидролиза натрия нитрита. Вычислите константу и степень гидролиза, а также pH раствора, содержащего 2,45 г этой соли в 500 см³ раствора.

Решение

Дано:

Вычислите pH ацетатной буферной смеси, содержащей в 1 дм³ раствора 0,2 моль CH₃COONa, 0,2 моль CH₃COOH. Как изменится pH этого раствора при добавлении 0,01 моля HCl?

Решение

Дано:

Вычислите ПР железа (II) сульфида, если в 100 см³ его насыщенного раствора содержится $1,97 \cdot 10^{-8}$ г соли.

Решение

Дано:

Вычислите ПР марганца сульфида, если концентрация его насыщенного раствора равна $1,38 \cdot 10^{-3}$ г/дм³.

Решение

Дано:

Самостоятельная работа

1. Ацетатная буферная смесь содержит 0,1 моль каждого из компонентов в 1 дм³ раствора. Вычислите рН буферного раствора. $pK_a = 4,76$.

2. Напишите уравнение реакции гидролиза KCN. Вычислите рН, константу и степень гидролиза в растворе, содержащем 0,05 моль этой соли в 200 см³ раствора. $K_d = 4,9 \cdot 10^{-10}$.

3. Вычислите ПР сульфида железа, если в 100 см^3 его насыщенного раствора содержится $1,97 \cdot 10^{-8} \text{ г/дм}^3$ соли.

Выводы:

Оценка _____

Подпись _____

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ № 3

Тема: КАТИОНЫ I И II АНАЛИТИЧЕСКИХ ГРУПП. АНАЛИЗ СМЕСИ КАТИОНОВ I И II АНАЛИТИЧЕСКИХ ГРУПП

Цели

1. Приобрести навыки в проведении специфических реакций на катионы I и II аналитических групп.
2. Анализировать смесь катионов I и II аналитических групп.

Ход работы

Катионы I аналитической группы: K^+ , Na^+ , NH_4^+

Реактивы и оборудование

Натрий гидротартрат, гексанитрокобальтат (III), гексанитрокупрат (II) натрия, гексагидроксистибат (V), $Zn(UO_2)_3(CH_3COO)_6$, NaOH, реактив Несслера ($K_2[HgI_4] + KOH$), соли калия, серная кислота, вода дистиллированная, соли натрия, соли аммония, лакмусовая бумага, растворы солей серебра, свинца, ртути (I), хлороводородная кислота, калия йодид, HNO_3 , калия хромат, уксусная кислота. Пробирки, пипетки, химические стаканы, пробиркодержатели, газовая горелка, водяная баня, стеклянные палочки, предметное стекло, микроскоп, нихромовая петля, фарфоровая лодочка, центрифуга.

Реакции катионов калия

1. Действие раствора натрия гидротартрата $NaHC_4H_4O_6$ (фармакопейная).

К 3–4 каплям раствора соли калия прибавляют 3–4 капли раствора $NaHC_4H_4O_6$ и протирают внутренние стенки пробирки стеклянной палочкой. Укажите цвет осадка. Образовавшийся осадок взбалтывают и с помощью пипетки переносят в три пробирки. Исследуют отношение осадка к минеральным кислотам, щелочам и горячей дистиллированной воде.

2. Действие раствора натрия гексанитрокобальтата (III) $Na_3[Co(NO_2)_6]$ (фармакопейная).

К 2–3 каплям раствора соли калия прибавляют 2 капли раствора $Na_3[Co(NO_2)_6]$.

Укажите цвет образовавшегося осадка.

3. Микрорекристаллоскопическая реакция.

На предметное стекло наносят 1 каплю раствора соли калия и выпаривают досуха на водяной бане. После охлаждения к сухому остатку прибавляют 1 каплю раствора $Na_3Pb[Cu(NO_3)_6]$ и образовавшиеся кристаллы рассматривают под микроскопом. Отметьте цвет и форму кристаллов.

4. Реакция окрашивания пламени солями калия (фармакопейная).

Очищенной и раскаленной нихромовой петлей захватывают летучую соль калия и вносят в бесцветную часть пламени газовой горелки. Окраску пламени солей калия в присутствии солей натрия рассматривают через синее стекло. Укажите цвет пламени.

Реакции катионов натрия

1. Действие раствора калия гексагидроксистибата (V) $K[Sb(OH)_6]$.

К 3–4 каплям раствора соли натрия прибавляют 3–4 капли раствора $K[Sb(OH)_6]$ и протирают внутренние стенки пробирки стеклянной палочкой. Укажите цвет образовавшегося осадка. Осадок взбалтывают и с помощью пипетки переносят в две пробирки. Исследуют отношение осадка к раствору натрия гидроксида и горячей дистиллированной воде. Испытывают отношение реагента $K[Sb(OH)_6]$ к 2 М раствору HCl . К 2–3 каплям раствора $K[Sb(OH)_6]$

прибавляют 2 капли 2 М раствора HCl. Укажите цвет и структуру образовавшегося осадка, сделайте вывод об условиях обнаружения катионов Na^+ с $\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$.

2. Микрорекристаллографическая реакция (фармакопейная).

На предметное стекло наносят 1 каплю раствора соли натрия и осторожно выпаривают почти досуха на водяной бане. После охлаждения рядом с сухим остатком наносят 1 каплю раствора $\text{Zn}(\text{UO}_2)_3(\text{CH}_3\text{COO})_8$ и соединяют их стеклянной палочкой. Образовавшиеся кристаллы рассматривают под микроскопом. Укажите цвет и форму кристаллов.

3. Реакция окрашивания пламени солями натрия (фармакопейная)

Очищенной и раскаленной нихромовой петлей захватывают летучую соль натрия и вносят в бесцветную часть пламени газовой горелки. Укажите цвет пламени.

Реакции ионов аммония

1. Действие щелочей (фармакопейная).

К 3–4 каплям раствора соли аммония прибавляют 3–4 капли 2 М раствора NaOH или KOH, нагревают на водяной бане. К отверстию пробирки подносят влажную красную лакмусовую бумажку, не касаясь стенки пробирки. Укажите изменение цвета бумажки.

2. Действие реактива Нesslerа ($\text{K}_2[\text{HgI}_4] + \text{KOH}$) (фармакопейная).

К 2–3 каплям разбавленного раствора соли аммония прибавляют 2–3 капли реактива Нesslerа. Укажите цвет осадка или раствора.

3. Отношение солей аммония к нагреванию.

В фарфоровую лодочку помещают несколько кристаллов аммония хлорида и нагревают в пламени газовой горелки. Укажите аналитический эффект.

Заполните таблицу:

О. И.	Реагент	Уравнение реакции в ПМУ и СИУ	Наблюдения	Выводы. Условия
K^+	$\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$			
	$\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$			
	$\text{Na}_3\text{Pb}[\text{Cu}(\text{NO}_3)_6]$			
	Отношение к нагреву			

Продолжение табл.

О. И.	Реагент	Уравнение реакции в ПМУ и СИУ	Наблюдения	Выводы. Условия
Na ⁺	K[Sb(OH) ₆]			
	Zn(UO ₂) ₃ (CH ₃ COO) ₈			
	Окраска пламени			
NH ₄ ⁺	NaOH или KOH			
	(K ₂ [HgI ₄] + KOH)			

Систематический ход анализа смеси катионов I аналитической группы

1. Предварительные наблюдения и испытания

Анализируемая проба может быть сухой (в виде оснований, солей и смеси солей) или в виде раствора. Ее внимательно рассматривают, описывают внешний вид (цвет, форму кристаллов, запах и др.). При анализе сухой пробы испытывают ее растворимость в воде. В полученном или в исходном растворе определяют pH среды с помощью индикаторной бумажки. Если проба хорошо растворима в воде и имеет кислую реакцию среды, то в ней, возможно, присутствуют катионы аммония (объясните). Выполняют реакцию окрашивания пламени. Очищенной и раскаленной нихромовой петлей захватывают часть пробы и вносят в бесцветную часть пламени газовой горелки. Если проба в виде раствора, его предварительно выпаривают досуха.

2. Определение катионов аммония

Действие реактива Несслера ($K_2[HgI_4] + KOH$).

К 2–3 каплям исследуемого раствора прибавляют 3–5 капель реактива Несслера.

3. Определение катионов калия

3.1. Подготовка раствора.

К 5 каплям исследуемого раствора прибавляют 5 капель 2 М раствора Na_2CO_3 или $NaOH$. Пробирку с раствором нагревают на водяной бане до полного удаления аммиака (влажная красная лакмусовая бумажка не должна синеть). После удаления ионов аммония к раствору прибавляют по каплям 2 М раствора уксусной кислоты до нейтральной реакции (проба с индикатором), упаривают на водяной бане и охлаждают.

3.2. Обнаружение катионов калия действием раствора натрия гидротартрата $NaHC_4H_4O_6$.

К 2 каплям раствора, полученного по п. 3.1, прибавляют 3–4 капли раствора $NaHC_4H_4O_6$, протирают внутренние стенки пробирки стеклянной палочкой.

3.3. Обнаружение катионов калия действием раствора натрия гексанитрокобальтата (III) $Na_3[Co(NO_2)_6]$.

К 3–4 каплям раствора, полученного по п. 3.1, прибавляют 2 капли раствора $Na_3[Co(NO_2)_6]$.

4. Определение катионов натрия

4.1. Подготовка раствора.

К 5 каплям исследуемого раствора прибавляют 5 капель 2 М раствора K_2CO_3 или KOH . Пробирку с раствором нагревают на водяной бане до полного удаления аммиака (влажная красная лакмусовая бумажка не должна синеть). После удаления ионов аммония к полученному раствору прибавляют каплями 2 М раствора уксусной кислоты до нейтральной реакции (проба с индикатором), упаривают на водяной бане и охлаждают.

4.2. Обнаружение катионов натрия действием раствора калия гексагидроксостибата (V) $K[Sb(OH)_6]$.

К 3–4 каплям раствора, полученного по п. 4.1, прибавляют 3–4 капли раствора $K[Sb(OH)_6]$ и протирают стенки пробирки стеклянной палочкой.

Контрольная задача

Внешний вид, окрашивание пламени			Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
№ п/п	Исследуемое в-во	Реагент				
1	NH_4^+	$(K_2[HgI_4] + KOH)$				

Продолжение табл.

Внешний вид, окрашивание пламени			Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
№ п/п	Иссле- дуемое в-во	Реагент				
2	K ⁺	NaHC ₄ H ₄ O ₆				
		Na ₃ [Co(NO ₂) ₆]				
3	Na ⁺	K[Sb(OH) ₆]				
4	Присутствуют следующие катионы в смеси:					

Катионы II аналитической группы: Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+}

1. Действие 2 М раствора хлороводородной кислоты (фармакопейная)

К 2–3 каплям растворов солей серебра, свинца, ртути (I) добавляют по 2–3 капли 2 М раствора хлороводородной кислоты. Укажите цвет образовавшихся осадков. Исследуют отношение образовавшихся осадков к раствору аммиака и избытку хлороводородной кислоты.

2. Действие растворов щелочей

К 2–3 каплям растворов солей серебра, свинца, ртути (I) прибавляют по 2–3 капли раствора натрия или калия гидроксидов. Укажите цвет образовавшихся осадков. Образовавшиеся осадки делят на три части и исследуют их отношение к раствору аммиака, разведенной азотной кислоте и избытку растворов натрия или калия гидроксидов.

3. Действие раствора калия йодида (фармакопейная)

К 2–3 каплям растворов солей серебра, свинца, ртути (I) прибавляют по 2–3 капли раствора калия йодида. Укажите цвет образовавшихся осадков.

Осадок свинца йодида делят на две части. К первой прибавляют 3–4 капли разведенной уксусной кислоты, ко второй — 10 капель дистиллированной воды. Пробирки нагревают, а потом охлаждают. Укажите наблюдаемые эффекты.

4. Действие раствора калия хромата

К 2–3 каплям растворов солей серебра, свинца, ртути (I) прибавляют по 2–3 капли калия хромата. Укажите цвет образовавшихся осадков. Осадок свинца хромата делят на две части и исследуют его отношение к 2 М растворам HNO_3 и NaOH .

5. Действие сульфатов на катион свинца

К 2–3 каплям раствора соли свинца прибавляют 2–3 капли 1 М раствора серной кислоты. Укажите цвет образовавшегося осадка.

Осадок делят на две части и исследуют его отношение к 2 М раствору NaOH и 30%-ному раствору $\text{CH}_3\text{COONH}_4$.

О. И.	Реагент	Уравнение реакции в ПМУ и СИУ	Наблюдения	Выводы. Условия
Групповой реактив	HCl			

Продолжение табл.

О. И.	Реагент	Уравнение реакции в ПМУ и СИУ	Наблюдения	Выводы. Условия
Ag^+	NaOH или KOH			
	KI			
	K_2CrO_4			
Pb^{2+}	NaOH или KOH			
	KI			
	K_2CrO_4			
	H_2SO_4			

Продолжение табл.

О. И.	Реагент	Уравнение реакции в ПМУ и СИУ	Наблюдения	Выводы. Условия
Hg_2^{2+}	NaOH или KOH			
	KI			
	K_2CrO_4			

Систематический ход анализа смеси катионов II аналитической группы

1. Предварительные наблюдения и испытания (см. практическое занятие № 3)

2. Осаждение хлоридов катионов II аналитической группы

К 8–10 каплям исследуемого раствора прибавляют 8–10 капель 2 М раствора хлороводородной кислоты и перемешивают. В центрифугате проверяют полноту осаждения. Если при добавлении к центрифугату хлороводородной кислоты выпадает осадок, то осаждение повторяют (при этом полное осаждение катионов свинца не достигается). Осадок промывают 10 каплями холодной воды, содержащей 2 капли 2 М раствора хлороводородной кислоты. Осадок отделяют центрифугированием. Центрифугат не исследуют.

3. Отделение и обнаружение катионов свинца

Осадок обрабатывают 8–10 каплями дистиллированной воды, нагревают на водяной бане и быстро центрифугируют. В центрифугате обнаруживают ионы свинца действием растворов калия хромата или калия йодида.

Если ионы свинца обнаружены, их отделяют промыванием осадка порциями горячей воды до полного удаления ионов свинца (отрицательная реакция с хромат-ионами).

4. Отделение катионов серебра и обнаружение катионов ртути (I)

Осадок, полученный по п. 3, обрабатывают концентрированным раствором аммиака (6–9 капель). Почернение осадка указывает на присутствие катионов ртути (I). Осадок отделяют центрифугированием и переносят в стакан для отходов солей ртути, центрифугат анализируют на присутствие катионов Ag^+ .

5. Обнаружение катионов серебра

К центрифугату, полученному по п. 4, прибавляют концентрированную азотную кислоту до кислой реакции среды. Образование белого осадка или мути указывает на присутствие катионов серебра.

Контрольная задача

Внешний вид, окрашивание пламени			Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
№ п/п	Исследуемое в-во	Реагент				
1	Катионы II группы	HCl				
2	Pb ²⁺	KI				
		K ₂ CrO ₄				
3	Hg ₂ ²⁺	NH ₄ OH				
4	Ag ⁺	K ₂ CrO ₄				
5	Присутствуют следующие K ₂ CrO ₄ катионы в смеси:					

Самостоятельная работа

1. Ответьте на вопросы.

1. Почему катионы I аналитической группы не имеют группового реагента?

2. С какими реагентами катионы II аналитической группы образуют цветные осадки?

2. Ситуационная задача.

Предложите ход анализа растворов, содержащих ионы согласно систематическому ходу анализа:

а) K^+ , NH_4^+

б) Ag^+ , Hg_2^{2+}

3. Найдите соответствие:

K^+	$Zn(UO_2)_3(CH_3COO)_8$
NH_4^+	NaOH
Na^+	Фиолетовое окрашивание пламени

4. Ко II аналитической группе катионов относят:

а) Cu^{2+} ; б) Ag^{+} ; в) K^{+} ; г) Pb^{2+} .

5. Найдите соответствие:

Ag^+ с KI	Белый осадок
Pb^{2+} с H_2SO_4	Желтый осадок
Hg_2^{2+} с KI	Зеленый осадок

6. Решите задачу.

Какова нормальная и молярная концентрация 5%-ного раствора КОН (плотность — 1,210 г/см³)?

[illegible]

Выводы:

[illegible]

Оценка

Подпись _____

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ № 4

Тема: КАТИОНЫ III АНАЛИТИЧЕСКОЙ ГРУППЫ. АНАЛИЗ СМЕСИ КАТИОНОВ III ГРУППЫ

Цели

1. Приобрести навыки в проведении специфических реакций на катионы III аналитической группы.
2. Анализировать смесь катионов III аналитической группы.

Ход работы

Катионы III аналитической группы: Ca^{2+} , Ba^{2+} , Sr^{2+}

Реактивы и оборудование

Соли бария, стронция, кальция, серная кислота, этанол, гипсовая вода (насыщенный раствор CaSO_4), вода дистиллированная, калия хромат, уксусная кислота, оксалат аммония. Пробирки, пипетки, химические стаканы, пробиркодержатели, газовая горелка, водяная баня, стеклянные палочки, предметное стекло, микроскоп, нихромовая петля, фарфоровая лодочка, центрифуга.

1. Действие 1 М раствора серной кислоты

К 2–3 каплям растворов солей кальция, бария, стронция прибавляют последовательно по 2–3 капли 1 М раствора серной кислоты и по 3–5 капель этилового спирта. Укажите цвет образовавшихся осадков и объясните, почему сульфаты катионов III аналитической группы осаждаются по-разному. Испытывают отношение осадков к действию растворов минеральной и уксусной кислот.

2. Действие гипсовой воды (насыщенного раствора CaSO_4)

К 2–3 каплям раствора соли стронция прибавляют 3–4 капли гипсовой воды. Укажите цвет образовавшегося осадка. Испытывают отношение осадка к действию растворов минеральной и уксусной кислот.

3. Действие раствора калия хромата

К 2–3 каплям растворов соли бария и кальция прибавляют 2–3 капли раствора калия хромата. Укажите цвет образовавшихся осадков. Испытывают отношение осадков к действию растворов минеральной и уксусной кислот.

4. Действие оксалата аммония на соли кальция (фармакопейная)

В пробирку вносят 3 капли раствора хлорида кальция, прибавляют каплю уксусной кислоты и 3 капли раствора оксалата аммония. Укажите цвет образовавшегося осадка.

5. Реакция окрашивания пламени солями бария, стронция, кальция (фармакопейная)

Очищенной раскаленной нихромовой петлей захватывают летучую соль соответствующего катиона и вносят в бесцветное пламя газовой горелки. Отмечают цвет пламени.

О. И.	Реагент	Уравнение реакции в ПМУ и СИУ	Наблюдения	Выводы. Условия
Групповой реактив	H_2SO_4			

Продолжение табл.

О. И.	Реагент	Уравнение реакции в ПМУ и СИУ	Наблюдения	Выводы. Условия
Групповой реактив	H_2SO_4			
Ba^{2+}	K_2CrO_4			
	Окрас пламени			
Sr^{2+}	CaSO_4			
	Окрас пламени			
Ca^{2+}	$(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$			
	K_2CrO_4			

*Систематический ход анализа
катионов III аналитической группы*

1. Предварительные испытания и наблюдения (см. практическое занятие № 3)

2. Действие группового реагента

К 30–40 каплям исследуемого раствора прибавляют последовательно по 10–15 капель 1 М раствора серной кислоты и этилового спирта, перемешивают. Смесь нагревают на водяной бане, охлаждают и центрифугируют. Проверяют полноту осаждения. После достижения полноты осаждения центрифугат отбрасывают, осадок промывают дистиллированной водой, к которой прибавляют несколько капель серной кислоты.

3. Перевод сульфатов катионов III аналитической группы в карбонаты

Осадок сульфатов катионов III аналитической группы, полученный по п. 2, помещают в фарфоровую чашку, прибавляют 15–20 капель насыщенного раствора карбоната натрия и нагревают на кипящей водяной бане в течение 10–15 мин при постоянном перемешивании.

Охлажденную смесь переносят в пробирку и центрифугируют. Центрифугат отбрасывают. Эту операцию повторяют не менее трех раз.

Для контроля полноты переведения сульфатов в карбонаты к небольшой части осадка прибавляют несколько капель 2 М раствора хлороводородной кислоты. Растворение осадка указывает на полное переведение сульфатов в карбонаты. Осадок карбонатов промывают холодной дистиллированной водой и центрифугируют. Центрифугат отбрасывают.

4. Растворение осадка карбонатов

Осадок, полученный по п. 3, растворяют в 15–20 каплях 2 М раствора уксусной кислоты при нагревании на водяной бане.

5. Обнаружение и отделение катионов бария

К 2–3 каплям раствора, полученного по п. 4, прибавляют 2 капли раствора калия хромата. Образование желтого осадка указывает на присутствие ионов бария. Если они присутствуют, то ко всему раствору прибавляют раствор калия хромата в таком количестве, чтобы жидкость над осадком была окрашена в желтый цвет. Проверяют полноту осаждения BaCrO_4 . Осадок отделяют центрифугированием и отбрасывают.

6. Обнаружение и отделение катионов стронция

К 3–4 каплям центрифугата, полученного по п. 5, прибавляют 3–4 капли гипсовой воды, нагревают на водяной бане в течение 1–2 мин и оставляют на несколько минут. Появление белой мути указывает на присутствие ионов стронция.

Если ионы стронция присутствуют, то к центрифугату прибавляют 1,5 объема насыщенного раствора аммония сульфата и нагревают на водяной бане 10–15 мин. Смесь центрифугируют и осадок не анализируют.

7. Обнаружение катионов кальция

К 2–3 каплям центрифугата, полученного по п. 6, прибавляют 2–3 капли 2 М раствора уксусной кислоты и 4–5 капель раствора аммония оксалата. Образование белого осадка указывает на присутствие катионов Ca^{2+} .

Контрольная задача

Внешний вид, окрашивание пламени			Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
№ п/п	Исследуемое в-во	Реагент				
1	Катионы III группы	H_2SO_4 , $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$				
2	Сульфаты в карбонаты	Na_2CO_3	Записать уравнения реакций			
3	Ba^{2+}	K_2CrO_4				
4	Sr^{2+}	CaSO_4 , $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$				
5	Ca^{2+}	$(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$				
6	Присутствуют следующие катионы в смеси:					

Самостоятельная работа

1. Ответьте на вопросы.

1. Почему сульфаты катионов III группы в ходе анализа необходимо перевести в карбонаты?

2. Почему ионы стронция мешают обнаружению ионов кальция с оксалатом аммония?

2. Ситуационная задача.

Предложите ход анализа растворов, содержащих ионы согласно систематическому ходу анализа:

Ba^{2+} , Sr^{2+} _____

3. Какие катионы входят в состав катионов III группы?

а) Cu^{2+} ; б) Ca^{2+} ; в) Al^{3+} ; г) Sr^{2+} .

4. Найдите соответствие:

Ba^{2+} с K_2CrO_4	$\text{pH}=7$ мешает Ba^{2+} и Sr^{2+}
Sr^{2+} с CaSO_4	$\text{pH}=5$
Ca^{2+} с K_2CrO_4	Ba^{2+} мешает

5. Решите задачу.

Вычислите молярную концентрацию раствора уксусной кислоты с $\text{pH} = 4,2$, $K_a = 1,74 \cdot 10^{-5}$.

Выводы:

Оценка _____

Подпись _____

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ № 5

Тема: КАТИОНЫ IV АНАЛИТИЧЕСКОЙ ГРУППЫ. АНАЛИЗ СМЕСИ IV ГРУППЫ КАТИОНОВ

Цели

1. Приобрести навыки в проведении специфических реакций на катионы IV аналитической группы.
2. Анализировать смесь катионов IV аналитической группы.

Ход работы

Катионы IV аналитической группы: Al^{3+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} , Sn^{2+} , Sn (IV) , As (III) , As (V)

Реактивы и оборудование

Растворы солей Al^{3+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} , Sn^{2+} , Sn (IV) , As (III) , As (V) , серная кислота, натрия арсенит, пероксид водорода, амиловый спирт, $\text{Co(NO}_3)_2$, натрия ацетат, ализарин, дитизон, гексацианоферрат (II), вода дистиллированная, хлороводородная кислота, калия хромат, уксусная кислота. Пробирки, пипетки, химические стаканы, пробиркодержатели, газовая горелка, водяная баня, стеклянные палочки, предметное стекло, нихромовая петля, фарфоровая лодочка, центрифуга, фильтровальная бумага.

1. Действие раствора NaOH

К 3–4 каплям растворов солей Al^{3+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} , Sn^{2+} , Sn (IV) , As (III) , As (V) прибавляют по 3–4 капли раствора натрия гидроксида. Укажите цвет образовавшихся осадков. Исследуют отношение осадков к действию избытка растворов натрия гидроксида и минеральной кислоты.

2. Восстановление As (III) и As (V) до AsH_3 (соединения мышьяка — сильный яд!)

В пробирку помещают гранулу металлического цинка, прибавляют 10–15 капель раствора хлороводородной кислоты, 5 капель раствора натрия арсенита. Пробирку закрывают сухой полоской фильтровальной бумаги, предварительно пропитанной ртутю (II) хлоридом. Укажите аналитический эффект.

3. Окисление солей Sn^{2+} солями Hg^{2+}

К 2–3 каплям раствора соли олова (II) прибавляют 2–3 капли раствора соли ртути (II). Укажите аналитический эффект.

4. Окисление ионов Cr^{3+} пероксидом водорода

К 2–3 каплям раствора соли хрома (III) прибавляют 5–6 капель 2 М раствора натрия гидроксида, 2–3 капли 3%-ного раствора пероксида водорода и нагревают несколько минут на водяной бане до перехода зеленой окраски раствора в желтую.

5. Образование надхромовой кислоты

К 2–3 каплям раствора калия хромата подкисляют 2 каплями минеральной кислоты, прибавляют 4–5 капель амилового спирта и 1 каплю пероксида водорода. Укажите аналитический эффект.

6. Действие раствора калия гексацианоферрата (II) $\text{K}_4[\text{Fe(CN)}_6]$ на раствор соли цинка (фармакопейная)

К 2–3 каплям соли цинка прибавляют 2 капли раствора $\text{K}_4[\text{Fe(CN)}_6]$. Укажите аналитический эффект. Исследуют растворимость полученного осадка в разведенной HCl .

7. Действие дитизона на раствор соли цинка

К 8 каплям раствора соли цинка прибавляют 5 капель аммиачного буферного раствора и 5 капель раствора дитизона.

Укажите аналитический эффект.

8. Действие ализарина на раствор соли алюминия

К 2–3 каплям раствора соли алюминия прибавляют 10 капель раствора аммиака, 2 капли ализарина. После появления фиолетовой окраски в исследуемый раствор прибавляют по каплям CH_3COOH до перехода фиолетовой окраски в красную.

9. Действие раствора натрия ацетата на раствор соли алюминия

К 2–3 каплям раствора соли алюминия прибавляют 2–3 капли раствора натрия ацетата и нагревают на водяной бане. Укажите аналитический эффект.

10. Образование кобальта алюмината (фармакопейная)

К 2–3 каплям раствора соли алюминия прибавляют 2 капли раствора аммиака. Осадок $\text{Al}(\text{OH})_3$ отфильтровывают, осторожно высушивают, смачивают разведенным раствором $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$, высушивают и прокалывают в пламени газовой горелки. Укажите цвет осадка.

О. И.	Реагент	Уравнение реакции в ПМУ и СИУ	Наблюдения	Выводы. Условия
Групповой реактив	NaOH			

Продолжение табл.

О. И.	Реагент	Уравнение реакции в ПМУ и СИУ	Наблюдения	Выводы. Условия
As (III) As (V)	Zn, HCl, HgCl ₂			
Sn ²⁺	HgCl ₂			
Cr ³⁺	NaOH, H ₂ O ₂			
	C ₅ H ₁₁ OH, H ₂ O ₂			
Zn ²⁺	K ₄ [Fe(CN) ₆]			
	Дитизон			
Al ³⁺	Ализарин			
	CH ₃ COONa			
	NH ₄ OH, Co(NO ₃) ₂			

Систематический ход анализа смеси катионов IV аналитической группы

1. Предварительные наблюдения и испытания (см. практическое занятие № 3)

2. Обнаружение мышьяка (III) и мышьяка (V) в отдельной пробе

3. Действие группового реагента

В пробирку отбирают 20–25 капель исходного раствора, прибавляют по каплям 6 М раствор натрия гидроксида до образования осадка, а затем — до полного его растворения. К этому раствору прибавляют 5 капель 3%-ного раствора пероксида водорода, перемешивают и нагревают на водяной бане до полного разрушения пероксида водорода (прекращение выделения пузырьков кислорода из раствора).

4. Выделение ионов алюминия и олова (IV) в виде гидроксидов

К раствору, полученному по п. 3, прибавляют несколько кристаллов аммония хлорида и нагревают. Осадок, содержащий $\text{Al}(\text{OH})_3$ и $\text{Sn}(\text{OH})_4$, отделяют центрифугированием и промывают дистиллированной водой.

5. Растворение осадков $\text{Al}(\text{OH})_3$, $\text{Sn}(\text{OH})_4$ в хлороводородной кислоте

Осадок, полученный по п. 4, растворяют в 2 М растворе хлороводородной кислоты.

6. Обнаружение катионов алюминия

В отдельных порциях раствора, полученного по п. 5, обнаруживают ионы алюминия действием растворов ализарина или натрия ацетата.

7. Обнаружение катионов олова

К части раствора, полученного по п. 5, прибавляют 3–4 капли 2 М раствора хлороводородной кислоты, железные стружки, кипятят 3 мин, центрифугируют. В центрифугате определяют ионы олова (II) действием солей ртути (II).

8. Обнаружение катионов цинка

В центрифугате, полученном по п. 4, обнаруживают ионы цинка реакцией с растворами $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ или дитизона.

Контрольная задача

Внешний вид, окрашивание пламени			Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
№ п/п	Исследуемое в-во	Реагент				
1	Катионы IV группы	NaOH				
2	As (III) As (V)	Zn, HCl, HgCl ₂				

Продолжение табл.

Внешний вид, окрашивание пламени			Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
№ п/п	Исследуемое в-во	Реагент				
3	Al^{3+}	Ализарин				
4		CH_3COONa				
5	Sn^{2+}	Fe , HCl , HgCl_2				
6	Zn^{2+}	$\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$				
		Дитизон				
7	Присутствуют следующие катионы в смеси:					

Самостоятельная работа

1. Ответьте на вопрос.

1. Какой групповой реактив используют для обнаружения IV аналитической группы катионов?

2. Ситуационная задача.

Предложите ход анализа растворов, содержащих ионы согласно систематическому ходу анализа:

Al^{3+} , Cr^{3+} , Sn^{2+} _____

3. Какие катионы входят в состав IV аналитической группы?

а) Al^{3+} ; б) Ca^{2+} ; в) Sn^{2+} ; г) Na^+ .

4. Какое окрашивание образует Cr^{3+} с H_2O_2 ?

5. Найдите соответствие:

Sn^{2+} с HgCl_2	Ярко-красный цвет
Zn^{2+} с дитизоном	Белый осадок быстро чернеет
Al^{3+} с CH_3COONa	Белый осадок

6. Решите задачу.

Вычислите грамм-эквивалент карбоната калия, гидроксида алюминия.

Выводы:

Оценка _____

Подпись _____

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ № 6

Тема: КАТИОНЫ V АНАЛИТИЧЕСКОЙ ГРУППЫ. АНАЛИЗ СМЕСИ V ГРУППЫ КАТИОНОВ

Цели

1. Приобрести навыки в проведении специфических реакций на катионы V аналитической группы.
2. Анализировать смесь катионов V аналитической группы.

Ход работы

Катионы аналитической группы: Mg^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Sb (V), Sb (III), Bi^{3+}

Реактивы и оборудование

Растворы солей Mg^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Sb (V), Sb (III), Bi^{3+} , гранула цинка, аммония персульфат, натрия гексагидроксоантранилат (II), аммония тиоцианат, калия гексацианоферрат (II), калия гексацианоферрат (III), NH_4Cl , натрия гидрофосфат, вода дистиллированная, хлороводородная кислота, HNO_3 . Пробирки, пипетки, химические стаканы, пробиркодержатели, газовая горелка, водяная баня, стеклянные палочки, предметное стекло, нихромовая петля, фарфоровая лодочка.

1. Действие раствора натрия гидроксида NaOH

К 6–8 каплям растворов солей Mg^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Sb (V), Sb (III), Bi^{3+} прибавляют по 5–6 капель 2 М раствора натрия гидроксида. Укажите цвет образовавшихся осадков. Каждый осадок разделяют на три части и исследуют его отношение к избытку щелочи, минеральной кислоты, насыщенного раствора аммония хлорида.

2. Реакции катионов магния

Действие раствора натрия гидрофосфата Na_2HPO_4 (фармакопейная).

К 1–2 каплям раствора магния хлорида прибавляют по 2 капли раствора NH_4Cl , 2 М раствора аммиака и 1 каплю раствора Na_2HPO_4 . Укажите цвет образовавшегося осадка.

3. Реакция катионов железа (II)

Действие раствора калия гексацианоферрата (III) $K_3[Fe(CN)_6]$.

К 2–3 каплям раствора соли железа (II) прибавляют 2 капли раствора $K_3[Fe(CN)_6]$. Укажите цвет образовавшегося осадка. Испытывают отношение осадка к действию минеральной кислоты и щелочи.

4. Реакции катионов железа (III)

1. Действие раствора калия гексацианоферрата (II) $K_4[Fe(CN)_6]$ (фармакопейная).

К 2–3 каплям раствора соли железа (III) прибавляют раствор $K_4[Fe(CN)_6]$. Укажите цвет образовавшегося осадка.

Испытывают отношение осадка к действию минеральной кислоты и щелочи.

2. Действие раствора аммония тиоцианата NH_4NCS (фармакопейная).

К 2–3 каплям раствора солей железа (III) прибавляют 1 каплю раствора NH_4NCS . Укажите аналитический эффект.

К окрашенному раствору прибавляют несколько кристаллов NaF. Укажите наблюдаемый эффект.

5. Реакция катионов марганца

Окисление Mn^{2+} до MnO^- с помощью раствора аммония персульфата.

К 4–5 каплям 2 М раствора азотной кислоты прибавляют 2 капли серебра нитрата, несколько кристаллов аммония персульфата и нагревают до 50–60°C. В нагретую смесь при-

бавляют с помощью стеклянной палочки 1 каплю разбавленного раствора соли марганца (II) и перемешивают. Укажите аналитический эффект.

6. Реакции катионов висмута

Действие свежеприготовленного натрия гексагидроксостаннита (II) $\text{Na}_4[\text{Sn}(\text{OH})_6]$.

К 3 каплям раствора соли раствора олова (II) прибавляют раствор натрия гидроксида до образования осадка и его растворения. К полученному раствору прибавляют 1–2 капли раствора соли висмута. Укажите цвет образовавшегося осадка.

7. Реакция катионов сурьмы (III), (V)

Восстановление ионов сурьмы.

На никелевую пластинку наносят 1–2 капли раствора соли сурьмы (III) или (V) и прибавляют гранулу цинка. Образовавшееся черное пятно промывают дистиллированной водой и исследуют его отношение к концентрированной хлороводородной кислоте.

О. И.	Реагент	Уравнение реакции в ПМУ и СИУ	Наблюдения	Выводы. Условия
Групповой реактив	NaOH			

Продолжение табл.

О. И.	Реагент	Уравнение реакции в ПМУ и СИУ	Наблюдения	Выводы. Условия
Mg^{2+}	NH_4Cl , Na_2HPO_4			
Fe^{2+}	$K_3[Fe(CN)_6]$			
Fe^{3+}	$K_4[Fe(CN)_6]$			
	NH_4NCS			
Mn^{2+}	$AgNO_3$, $(NH_4)_2S_2O_8$			
Bi^{3+}	$Na_4[Sn(OH)_6]$			
Sb (III), Sb (V)	Zn, H_2SO_4 , HCl			

Систематический ход анализа катионов V аналитической группы

1. Предварительные наблюдения и испытания (см. п/з № 3)

2. Обнаружение катионов дробным методом

2.1. Обнаружение катионов железа (II).

К 2–3 каплям исследуемого раствора прибавляют 2 капли 2 М раствора хлороводородной кислоты и 1–2 капли раствора $K_3[Fe(CN)_6]$.

2.2. Обнаружение катионов железа (III).

К 2–3 каплям исследуемого раствора прибавляют 2 капли 2 М раствора хлороводородной кислоты и 1–2 капли раствора $K_4[Fe(CN)_6]$.

3. Отделение и обнаружение катионов сурьмы

К 20–25 каплям исследуемой смеси (с осадком или без осадка) прибавляют 15–20 капель 2 М раствора азотной кислоты 10 капель 3%-ного раствора пероксида водорода и нагревают на водяной бане до полного разложения H_2O_2 . Смесь центрифугируют. В центрифугате — катионы V аналитической группы, в осадке — $HSbO_3$. Осадок, полученный по п. 3, растворяют в 8–10 каплях концентрированной хлороводородной кислоты. На никелевую пластинку наносят 1–2 капли полученного раствора и прибавляют к нему гранулу цинка.

4. Осаждение гидроксидов катионов V аналитической группы

К центрифугату, полученному по п. 3, прибавляют 20–25 капель концентрированного раствора аммиака, перемешивают и осторожно нагревают. Осадок, содержащий гидроксиды и основные соли катионов V аналитической группы, отделяют центрифугированием. Центрифугат отбрасывают.

5. Отделение и обнаружение катионов магния

К осадку, полученному по п. 4, прибавляют насыщенный раствор аммония хлорида, 5 капель 3%-ного раствора H_2O_2 и нагревают. Смесь центрифугируют. В центрифугате — ионы магния, в осадке оксиды, гидроксиды и основные соли катионов V аналитической группы (кроме катионов магния и сурьмы).

5.1. Обнаружение катионов магния.

К 3 каплям центрифугата, полученного по п. 5, прибавляют 2 капли раствора натрия гидрофосфата, по 2 капли растворов аммония хлорида и 2 М раствора аммиака, смесь перемешивают.

5.2. Обнаружение катионов магния микрокристаллоскопической реакцией.

На предметное стекло наносят 1 каплю центрифугата, полученного по п. 5, а рядом помещают по 1 капле растворов натрия гидрофосфата, аммония хлорида и 2 М раствора аммиака. Осторожно соединяют капли стеклянной палочкой и рассматривают образовавшийся осадок под микроскопом.

6. Отделение и обнаружение катионов марганца

К осадку, полученному по п. 5, прибавляют 10–15 капель 2 М раствора азотной кислоты. Смесь центрифугируют. В центрифугате — Fe^{3+} , Bi^{3+} , в осадке — $H_2MnO_3(MnO_2 \cdot nH_2O)$.

6.1. Растворение осадка $MnO_2 \cdot nH_2O$.

Небольшую часть осадка, полученного по п. 6, несколько раз промывают дистиллированной водой до отрицательной реакции на хлорид-ионы. Потом к нему прибавляют 2–3 капли 2 М раствора азотной кислоты и 2–3 капли 3%-ного раствора H_2O_2 , нагревают на водяной бане до полного разложения H_2O_2 .

6.2. Определение катионов марганца.

Готовят окислительную смесь: к 3–4 каплям 2 М раствора азотной кислоты прибавляют 2 капли раствора $AgNO_3$ и несколько кристаллов $(NH_4)_2S_2O_8$. Смесь перемешивают, нагревают приблизительно до $50^\circ C$ и вносят стеклянной палочкой 1 каплю раствора, полученного по п. 6.1.

7. Определение катионов висмута

В центрифугате, полученном по п. 6, определяют катионы висмута действием свежеприготовленного натрия гексагидроксостаннита (II) $Na_4[Sn(OH)_6]$.

Контрольная задача

Внешний вид, крашивание пламени			Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
№ п/п	Исследуемое в-во	Реагент				
1	Fe^{2+}	$\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$				
2	Fe^{3+}	$\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$				
3	Sb (III), Sb (V)	Zn, HCl				
4	Mg^{2+}	NH_4Cl , Na_2HPO_4				
5	Mn^{2+}	AgNO_3 , $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$				
6	Bi^{3+}	$\text{Na}_4[\text{Sn}(\text{OH})_6]$				
7	Присутствуют следующие катионы в смеси:					

Самостоятельная работа

1. Ответьте на вопросы.

1. Какой групповой реактив используют для обнаружения V аналитической группы катионов?

2. Для чего в медицине применяют перманганат калия?

2. Ситуационная задача.

Предложите ход анализа растворов, содержащих ионы согласно систематическому ходу анализа:

Mn^{2+} , Fe^{3+} , Sb (V) _____

3. Записать частные реакции на катионы Mg^{2+} , Bi^{3+}

4. Решите задачу.

Вычислите произведение растворимости сульфата магния, если концентрация его насыщенного раствора равна $1,48 \cdot 10^{-3}$.

Выводы:

Оценка _____

Подпись _____

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ № 7

Тема: АНАЛИЗ КАТИОНОВ VI АНАЛИТИЧЕСКОЙ ГРУППЫ. АНАЛИЗ СМЕСИ КАТИОНОВ VI АНАЛИТИЧЕСКОЙ ГРУППЫ. АНАЛИЗ СМЕСИ КАТИОНОВ I–VI АНАЛИТИЧЕСКИХ ГРУПП

Цели

1. Приобрести навыки в проведении специфических реакций на катионы VI аналитической группы.
2. Анализировать смесь катионов VI аналитической группы.
3. Уметь анализировать смеси катионов I–VI аналитических групп.

Ход работы

Катионы VI аналитической группы: Cu^{2+} , Hg^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+}

Реактивы и оборудование

Растворы солей Cu^{2+} , Hg^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , серная кислота, вода дистиллированная, натрия фторид, амиловый спирт, реактив Чугаева, сульфат кобальта, роданид аммония, SnCl_2 , калия йодид, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, раствор аммиака, хлороводородная кислота, натрий карбонат, уксусная кислота, лакмусовая бумага, натрий гидротартрат, гесанитрокобальтат натрия, карбонат калия, цинкуранилацетат, серная кислота, этанол, гипсовая вода (насыщенный раствор CaSO_4), калия хромат, оксалат аммония, этиловый спирт, натрия арсенит, пероксид водорода, амиловый спирт, $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$, натрия ацетат, ализарин, дитизон, гексацианоферрат (II), (V), гранула цинка, аммония пересульфат, натрия гексагидроксостаннит (II), аммония тиоцианат, калия гексацианоферрат (II), калия гексацианоферрат (III), NH_4Cl , натрия гидрофосфат, HNO_3 , натрия фторид. Пробирки, пипетки, химические стаканы, пробиркодержатели, газовая горелка, водяная баня, стеклянные палочки, фарфоровая лодочка, фильтровальная бумага, центрифуга, микроскоп. Смеси, содержащие соединения ртути (II), полученные при выполнении реакций, сливают в специальные склянки.

1. Действие растворов щелочей

К 2–3 каплям растворов солей Cu^{2+} , Hg^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} прибавляют по 2–3 капли раствора NaOH . Укажите цвет образовавшихся осадков. Испытывают отношение полученных осадков к избытку растворов NaOH и HCl .

2. Действие раствора аммиака (фармакопейная)

К 2–3 каплям растворов солей Cu^{2+} , Hg^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} прибавляют по 2–3 капли концентрированного раствора аммиака, а потом его избыток. Укажите аналитический эффект.

3. Реакция катионов меди

3.1. Действие натрия тиосульфата.

К 2–3 каплям растворов солей Cu^{2+} прибавляют несколько кристаллов $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ и нагревают до 60–80°C. Укажите цвет образовавшегося осадка.

3.2. Реакция окрашивания пламени.

Внести в пламя горелки несколько кристаллов соли меди. Сделать вывод об окраске пламени.

4. Реакции катионов ртути (II)

4.1. Действие раствора калия йодида (соли ртути ядовиты!) (фармакопейная).

К 2–3 каплям раствора соли ртути (II) прибавляют 1–2 капли раствора калия йодида, а потом его избыток. Укажите аналитический эффект.

4.2. Действие раствора олова (II) хлорида (фармакопейная).

К 2–3 каплям раствора соли ртути (II) прибавляют по каплям раствор SnCl_2 , наблюдая за изменениями, которые происходят при добавлении каждой капли.

5. Реакция катионов кобальта

Действие роданида аммония.

На фильтровальную бумагу нанести каплю роданида аммония и каплю раствора сульфата кобальта. Бумагу подержать над парами аммиака и подсушить. Укажите аналитический эффект.

6. Реакция катионов никеля

Действие реактива Чугаева (диметилглиоксима).

К 2–3 каплям раствора соли никеля прибавляют 5 капель аммиачного буферного раствора и 2–3 капли реактива Чугаева. Укажите аналитический эффект.

О. И.	Реагент	Уравнение реакции в ПМУ и СИУ	Наблюдения	Выводы. Условия
Групповой реактив	NH_4OH			
Cu^{2+}	NaOH			

Продолжение табл.

О. И.	Реагент	Уравнение реакции в ПМУ и СИУ	Наблюдения	Выводы. Условия
Hg^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+}	NaOH			
Cu^{2+}	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$			
	Окрас пламени			
Hg^{2+}	KI			
	SnCl_2			
Co^{2+}	NH_4NCS			
Ni^{2+}	Реактив Чугаева			

Систематический ход анализа смеси катионов VI аналитической группы

1. Предварительные испытания и наблюдения (см. п/з № 3)

2. Действие группового реагента

К 10 каплям исследуемой смеси прибавляют полуторакратный объем концентрированного раствора аммиака.

3. Разрушение аммиачных комплексных соединений

К раствору, полученному по п. 2, прибавляют 6 М раствора серной кислоты до кислой реакции (проба с лакмусовой бумажкой).

4. Отделение катионов меди и ртути (II)

К раствору, полученному по п. 3, прибавляют несколько кристаллов натрия тиосульфата, перемешивают, нагревая на водяной бане, и центрифугируют. В осадке — S, Cu₂S и HgS, в центрифугате — ионы кобальта и никеля.

5. Отделение Cu₂S↓ от HgS↓.

Осадок, полученный по п. 4, обрабатывают 5–7 каплями 2 М раствора азотной кислоты при нагревании и центрифугируют. В осадке — HgS и S, в центрифугате — ионы меди (II).

6. Растворение HgS↓ и определение катионов ртути (II)

6.1. Растворение HgS↓

К осадку, полученному по п. 5, прибавляют по 2–3 капли бромной воды, нагревают и центрифугируют. В осадке — S, в центрифугате Hg²⁺-ионы.

6.2. Определение катионов ртути (II).

К 2–3 каплям центрифугата, полученного по п. 6.1, прибавляют 3–4 капли воды и 3–4 капли раствора SnCl₂.

7. Определение катионов меди

К 2–3 каплям центрифугата, полученного по п. 5, прибавляют избыток концентрированного раствора аммиака (8–10 капель).

8. Анализ центрифугата, содержащего катионы кобальта и никеля

8.1. Определение катионов кобальта (II).

К 2–3 каплям центрифугата, полученного по п. 4, прибавляют несколько кристаллов аммония тиоцианата, 5–6 капель амилового спирта и взбалтывают. При появлении красного окрашивания (ионы Fe³⁺) прибавляют раствор натрия фторида и встряхивают. Если органический слой окрашивается в синий цвет, в растворе присутствуют ионы Co²⁺.

8.2. Определение катионов никеля.

К 2–3 каплям центрифугата, полученного по п. 4, прибавляют 5–6 капель концентрированного раствора аммиака и 2–3 капли реактива Чугаева.

Контрольная задача

Внешний вид, окрашивание пламени			Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
№ п/п	Исследуемое в-во	Реагент				
1	Hg ²⁺	SnCl ₂				

Продолжение табл.

Внешний вид, окрашивание пламени			Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
№ п/п	Исследуемое в-во	Реагент				
2	Cu^{2+}	NH_4OH				
3	Co^{2+}	NH_4NCS , $\text{C}_5\text{H}_{11}\text{OH}$				
4	Ni^{2+}	Реактив Чугаева				
5	Присутствуют следующие катионы в смеси:					

Систематический ход анализа смеси катионов I–VI аналитических групп

Анализ раствора без осадка

1. Предварительные наблюдения и испытания (см. п/з № 3)

2. Определение катионов дробным методом в исследуемом растворе

В отдельных порциях исследуемого раствора специфическими реакциями определяют ионы NH_4^+ , Fe^{2+} , Fe^{3+} .

3. Обнаружение катионов калия

К 5–6 каплям анализируемого раствора прибавляют 4–5 капель 2 М раствора натрия карбоната. Смесь нагревают на водяной бане до полного удаления аммиака (если присутствуют ионы аммония). Образовавшиеся осадки оксидов, основных солей, карбонатов и гидроксидов катионов II–VI аналитических групп отделяют центрифугированием и в дальнейшем анализе не используют. Центрифугат нейтрализуют уксусной кислотой до нейтральной среды (проба на лакмус), концентрируют выпариванием, охлаждают и обнаруживают ионы калия реакциями с $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ и $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$.

4. Обнаружение катионов натрия

К 5–6 каплям анализируемого раствора прибавляют 4–5 капель 2 М раствора калия карбоната. Смесь нагревают на водяной бане до полного удаления аммиака (если присутствуют ионы аммония). Образовавшиеся осадки оксидов, основных солей, карбонатов и гидроксидов катионов II–VI аналитических групп отделяют центрифугированием и в дальнейшем анализе не используют. Центрифугат нейтрализуют уксусной кислотой до нейтральной среды (проба с лакмусовой бумажкой), концентрируют выпариванием, охлаждают и определяют ионы натрия реакциями с $K[Sb(OH)_6]$ и $Zn(UO_2)_3(CH_3COO)_6$.

5. Проба на присутствие в растворе катионов II аналитической группы

К 3–5 каплям исследуемого раствора прибавляют 5–6 капель 2 М раствора HCl. Образование белого осадка или мути свидетельствует о присутствии в растворе катионов II аналитической группы.

6. Отделение катионов II аналитической группы

К 30–35 каплям анализируемого раствора прибавляют 3–4 капли концентрированного раствора HCl, перемешивают стеклянной палочкой и центрифугируют. Проверяют полноту осаждения. Осадок промывают дистиллированной водой, подкисленной 2 М раствором HCl. В осадке — хлориды катионов II аналитической группы, в центрифугате — катионы I, III–VI аналитических групп и примесь катионов Pb^{2+} . Осадок хлоридов катионов II аналитической группы анализируют в соответствии с систематическим ходом анализа смеси катионов этой группы.

7. Проба на присутствие в растворе катионов III аналитической группы

К 3–4 каплям центрифугата, полученного по п. 6, прибавляют по 3–5 капель этилового спирта и 1 М раствора серной кислоты, перемешивают. Смесь нагревают на водяной бане. Образование осадка указывает на присутствие катионов III аналитической группы.

8. Отделение катионов III аналитической группы

К центрифугату, полученному по п. 6, прибавляют по 20–25 капель этилового спирта и 1 М раствора H_2SO_4 , перемешивают. Смесь нагревают на водяной бане в течение 5 минут, центрифугируют и проверяют полноту осаждения. В осадке сульфаты катионов III аналитической группы и $PbSO_4$, в центрифугате — катионы I, IV–VI аналитических групп.

9. Отделение $PbSO_4$

Осадок, полученный по п. 8, обрабатывают при нагревании на водяной бане 15–20 каплями 30%-ного раствора CH_3CH_2COO центрифугируют и промывают дистиллированной водой до отрицательной реакции на ионы свинца. Осадок сульфатов катионов III аналитической группы анализируют в соответствии с систематическим ходом анализа смеси катионов этой группы.

10. Отделение катионов IV аналитической группы от катионов V и VI аналитических групп

Центрифугат, полученный по п. 8, упаривают на 1/3. К нему прибавляют 6 М раствора NaOH или KOH (1,5 избытка от объема этого раствора), 5 капель 3%-ного раствора пероксида водорода, перемешивают и нагревают на водяной бане до полного разрушения пероксида водорода (прекращение выделения пузырьков кислорода из раствора), охлаждают и центрифугируют. Центрифугат содержит гидроксо- и оксоанионы IV и катионы I аналитических групп, а осадок — оксиды, гидроксиды и основные соли катионов V и VI аналитических групп.

11. Анализ катионов IV аналитической группы

Центрифугат, полученный по п. 10, анализируют в соответствии с систематическим ходом анализа смеси катионов IV аналитической группы.

12. Отделение сурьмы

Осадок, полученный по п. 10, обрабатывают 2 М раствором HNO_3 (20–30 капель) и 10–15 каплями раствора H_2O_2 , нагревают на водяной бане до полного разложения H_2O_2 . Смесь центрифугируют. В центрифугате — катионы V и VI аналитических групп, в осадке — HSbO_3 .

13. Определение катионов Sb (V)

Осадок, полученный по п. 12, растворяют в 10–15 каплях концентрированной хлороводородной кислоты. В растворе определяют Sb (V) реакцией с металлическим Zn.

14. Разделение катионов V и VI аналитических групп

К центрифугату, полученному по п. 12, прибавляют 1,5-кратный объем концентрированного раствора аммиака, перемешивают и осторожно нагревают. Смесь центрифугируют. В центрифугате — катионы VI аналитической группы в виде аммиачных комплексов, в осадке — оксиды, гидроксиды и основные соли катионов V аналитической группы.

15. Анализ катионов V аналитической группы

Осадок, полученный по п. 14, анализируют в соответствии с систематическим ходом анализа смеси катионов V аналитической группы.

16. Анализ катионов VI аналитической группы

Центрифугат, полученный по п. 14, анализируют в соответствии с систематическим ходом анализа смеси катионов VI аналитической группы.

Контрольная задача

№ п/п	Исследуемое в-во	Реагент	Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
1	Внешний вид					
2	Обнаружение отдельных катионов NH_4^+ , Fe^{2+} , Fe^{3+}					

Продолжение табл.

№ п/п	Исследуемое в-во	Реагент	Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
3	I группа					
	K^+					
4	Na^+					
5	Отделение II группы					
6	Ag^+					
	Pb^{2+}					
	Hg_2^{2+}					
7	Отделение III группы					
8	Обнаружение отдельных ка- тионов					

Продолжение табл.

№ п/п	Исследуемое в-во	Реагент	Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
9	Ba ²⁺					
	Sr ²⁺					
	Ca ²⁺					
10	IV группа					
	Al ³⁺					
	Sn ²⁺					
	Sn(IV)					
	As (III) As (V)					
	Cr ³⁺					
	Zn ²⁺					

Продолжение табл.

№ п/п	Исследуемое в-во	Реагент	Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
11	Отделение Sb(V)					
12	Обнаружение Sb(V)					
13	Обнаружение отдельных ка- тионов					
	Mg ²⁺					
	Bi ³⁺					
	Mn ²⁺					
14	Hg ²⁺					
	Cu ²⁺					
	Co ²⁺					
	Ni ²⁺					
15	Присутствуют следующие катионы в смеси:					

Самостоятельная работа

1. Ответьте на вопросы.

1. Какой групповой реактив используют для обнаружения VI аналитической группы катионов?

2. Как отделить катионы VI аналитической группы при анализе смеси катионов?

2. Ситуационная задача.

Предложите ход анализа растворов, содержащих ионы согласно систематическому ходу анализа:

Cu^{2+} , Ni^{2+} , Co^{2+} _____

3. Решите задачу.

Вычислите pH ацетатной буферной смеси, содержащей в 1 дм³ раствора по 0,3 моль каждого из компонентов. Как изменится pH этого раствора при добавлении 0,01 моль раствора HCl? $pK_a = 4,76$.

Выводы:

Оценка _____

Подпись _____

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ № 8

Тема: АНАЛИЗ АНИОНОВ I–III АНАЛИТИЧЕСКИХ ГРУПП

Цель

Приобрести навыки в проведении специфических реакций на анионы I, II и III аналитических групп.

Ход работы

Реакции анионов I аналитической группы: SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , CO_3^{2-} , PO_4^{3-} , CrO_4^{2-}

Реактивы и оборудование

Соли SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , CO_3^{2-} , PO_4^{3-} , CrO_4^{2-} , азотная кислота, вода дистиллированная, хлорид бария, серебра нитрат, раствор аммиака, раствор йода, хлорная вода, хлороформ, аммония карбонат, растворы солей, содержащие хлорид-, бромид-, йодид- и сульфид-ионы, HNO_3 , этиловый спирт, натрия ацетат, аммония хлорид, калия перманганат, NO_3^- , NO_2^- , CH_3COO^- ионы, FeSO_4 . Пробирки, пипетки, химические стаканы, водяная баня.

1. Действие раствора бария хлорида

К 2–3 каплям раствора солей, содержащих анионы I аналитической группы, прибавляют по 2–3 капли 0,5 М раствора BaCl_2 .

Укажите цвет образовавшихся осадков.

2. Действие раствора серебра нитрата

К 2–3 каплям раствора солей, содержащих анионы I аналитической группы, прибавляют 2–3 капли раствора серебра нитрата. Укажите цвет образовавшихся осадков. Испытывают отношение серебра арсената и серебра арсенита к 2 М раствору HNO_3 и избытку 2 М раствора аммиака.

О. И.	Реагент	Уравнение реакции в ПМУ и СИУ	Наблюдения	Выводы Условия
SO_4^{2-}	BaCl_2			
SO_3^{2-}				
CO_3^{2-}				

Продолжение табл.

О. И.	Реагент	Уравнение реакции в ПМУ и СИУ	Наблюдения	Выводы Условия
PO_4^{3-}				
CrO_4^{2-}				
SO_4^{2-}	AgNO_3			
SO_3^{2-}				
CO_3^{2-}				
PO_4^{3-}				
CrO_4^{2-}				

Реакции анионов II аналитической группы: Cl^- , Br^- , I^- , S^{2-}

1. Реакции с групповым реагентом

Действие раствора серебра нитрата (фармакопейная).

К 2–3 каплям растворов солей, содержащих хлорид-, бромид-, йодид- и сульфид-ионы, прибавляют по 2–3 капли раствора AgNO_3 , подкисленного 2 М раствором HNO_3 . Укажите аналитический эффект. Испытывают отношение образовавшихся осадков к 12%-ному раствору аммония карбоната и 2 М раствору аммиака.

2. Реакция бромид-ионов

Действие хлорной воды (фармакопейная).

К 2–3 каплям раствора натрия бромида прибавляют 2–3 капли 1 М раствора серной кислоты, 5 капель хлороформа и приливают по каплям при постоянном встряхивании свежеприготовленную хлорную воду. Укажите аналитический эффект.

3. Реакции йодид-ионов

3.1. Действие хлорной воды.

К 2–3 каплям раствора калия йодида прибавляют 2–3 капли 1 М раствора серной кислоты, 5 капель хлороформа и приливают по каплям при постоянном встряхивании свежеприготовленную хлорную воду. Укажите аналитический эффект (окрашивание хлороформного слоя).

3.2. Действие нитрит-ионов.

К 2–3 каплям раствора калия йодида прибавляют 2 капли 1 М раствора серной кислоты, 5 капель хлороформа и 3–4 капли раствора натрия нитрита. Укажите аналитический эффект.

4. Реакции сульфид-ионов

Действие раствора йода.

К 2–3 каплям раствора йода прибавляют 5–6 капель раствора соли кадмия. Укажите аналитический эффект.

О. И.	Реагент	Уравнение реакции в ПМУ и СИУ	Наблюдения	Выводы Условия
Cl^-	AgNO_3			
Br^-				
I^-				
S^{2-}				

Продолжение табл.

О. И.	Реагент	Уравнение реакции в ПМУ и СИУ	Наблюдения	Выводы Условия
Br^-	H_2SO_4 , CHCl_3 , хлорная вода			
I^-	H_2SO_4 , CHCl_3 , хлорная вода			
	H_2SO_4 , CHCl_3 , NaNO_2			
S^{2-}	NH_4S			

Реакции анионов III аналитической группы: NO_3^- , NO_2^- , CH_3COO^-

1. Реакция нитрат-ионов

Действие раствора железа (II) сульфата.

К 3–5 каплям натрия нитрата прибавляют 3–4 кристаллика FeSO_4 , перемешивают и осторожно по стенке пробирки прибавляют 2–3 капли концентрированной серной кислоты. Укажите аналитический эффект.

2. Реакции нитрит-ионов

2.1. Действие кислот (фармакопейная).

К 5–6 каплям раствора натрия нитрита прибавляют 3–4 капли 1 М раствора серной кислоты. Укажите аналитический эффект.

2.2. Действие калия перманганата (фармакопейная).

К 2–3 каплям разбавленного раствора калия перманганата, подкисленного 2–3 каплями 1 М раствора серной кислоты, прибавляют при встряхивании 2–5 капель раствора натрия нитрита. Укажите аналитический эффект.

2.3. Действие аммония хлорида.

К 3–5 каплям натрия нитрита прибавляют несколько кристаллов аммония хлорида и нагревают на водяной бане. Укажите аналитический эффект.

3. Реакции ацетат-ионов

3.1. Реакция образования этилацетата (фармакопейная).

В пробирке смешивают несколько кристаллов натрия ацетата с 3–4 каплями концентрированной серной кислоты и 5–8 каплями этилового спирта. Смесь нагревают в течение 1–2 мин на водяной бане и выливают в стакан с холодной водой.

Укажите аналитический эффект.

3.2. Реакция с хлоридом железа (фармакопейная).

Смешивают 10 капель ацетата натрия с 4 каплями хлорида железа и 10 каплями воды, смесь подогревают. Укажите аналитический эффект.

О. И.	Реагент	Уравнение реакции в ПМУ и СИУ	Наблюдения	Выводы Условия
NO_3^-	FeSO_4			
NO_2^-	H_2SO_4			
	KMnO_4			
	NH_4Cl			
CH_3COO^-	H_2SO_4 , $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$			
	FeCl_3			

Самостоятельная работа

1. Ответьте на вопросы.

1. Принцип классификации анионов по группам.

2. Как применяется борная кислота в медицине?

2. К анионам I группы относятся:

а) PO_4^{3-} ; б) I^- ; в) NO_2^- ; г) CrO_4^{2-} .

3. Найдите соответствие:

SO_4^{2-} с BaCl_2	Желтый осадок
CrO_4^{2-} с BaCl_2	Белый осадок не растворим в щелочах
PO_4^{3-} с BaCl_2	Белый осадок растворим в кислотах

4. Найдите соответствие:

SO_4^{2-} с AgNO_3	Красное окрашивание
CrO_4^{2-} с AgNO_3	Желтый осадок
PO_4^{3-} с AgNO_3	Белый осадок

5. Решите задачу.

Какова молярная и нормальная концентрация 7%-ного раствора азотной кислоты (плотность — $1,2 \text{ г/см}^3$)?

Выводы:

Оценка _____

Подпись _____

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ № 9

Тема: АНАЛИЗ СМЕСИ АНИОНОВ I–III АНАЛИТИЧЕСКИХ ГРУПП. АНАЛИЗ НЕИЗВЕСТНОГО ВЕЩЕСТВА

Цели

1. Приобрести навыки в проведении специфических реакций на анионы I–III аналитических групп.
2. Выполнять анализ неизвестного вещества, используя специфические реакции.
3. Выполнить ситуационные задачи по обнаружению анионов и катионов в исследуемом растворе.

Ход работы

Реактивы и оборудование

Натрий карбонат, уксусная кислота, лакмусовая бумага, натрий гидротартрат, гексанирокобальтат натрия, карбонат калия, цинкуранилацетат, серная кислота, этанол, гипсовая вода (насыщенный раствор CaSO_4), калия хромат, оксалат аммония, этиловый спирт, натрия арсенит, пероксид водорода, амиловый спирт, $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$, натрия ацетат, ализарин, дитизон, гексацианоферрат (II), (V), гранула цинка, аммония персульфат, натрия гексагидроксостаннит (II), аммония тиоцианат, калия гексацианоферрат (II), калия гексацианоферрат (III), NH_4Cl , натрия гидрофосфат, HNO_3 , натрия фторид, реактив Чугаева, сульфат кобальта, роданид аммония, SnCl_2 , калия йодид, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, раствор аммиака, соли SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , CO_3^{2-} , PO_4^{3-} , CrO_4^{2-} , хлорид бария, серебра нитрат, раствор аммиака, раствор йода, хлорная вода, хлороформ, аммония карбонат, растворы солей, содержащие хлорид-, бромид-, йодид- и сульфид-ионы, HNO_3 , натрия ацетат, аммония хлорид, калия перманганат, NO_3^- , NO_2^- , CH_3COO^- ионы, FeSO_4 . Пробирки, пипетки, химические стаканы, пробиркодержатели, газовая горелка, водяная баня, стеклянные палочки, предметное стекло, микроскоп, нихромовая петля, фарфоровая лодочка, центрифуга.

Ход анализа смеси анионов I–III аналитических групп

1. Предварительные наблюдения и испытания (см. п/з № 3)

2. Проба на анионы I аналитической группы

К 5–10 каплям предварительно нейтрализованного раствора ($\text{pH} \sim 7$) прибавляют 2–3 капли раствора BaCl_2 . Образование осадка свидетельствует о присутствии анионов I аналитической группы. Его отделяют центрифугированием и прибавляют 5–10 капель 2 М раствора HCl . Если осадок полностью не растворяется, то присутствуют сульфат-ионы и, возможно, тиосульфат-ионы (осадок серы).

3. Проба на анионы II аналитической группы

К 2 каплям исследуемого раствора прибавляют 2–3 капли серебра нитрата, подкисленного разведенной HNO_3 . Образование осадка свидетельствует о присутствии анионов II аналитической группы.

4. Пробы на анионы-восстановители

Действие раствора йода в слабокислой среде.

К 3 каплям исследуемого раствора, подкисленного 1 М раствором серной кислоты, прибавляют по каплям разбавленный раствор йода.

Обесцвечивание раствора свидетельствует о возможном присутствии сульфит- и сульфид-ионов.

5. Пробы на анионы-окислители

Действие калия йодида в слабокислой среде.

К 2–3 каплям исследуемого раствора прибавляют 2–3 капли 1 М раствора серной кислоты, 5 капель хлороформа и 2–3 капли раствора калия йодида. Красно-фиолетовая окраска хлороформного слоя свидетельствует о присутствии анионов-окислителей.

6. Проба на анионы нестойких кислот

К 2–3 каплям исследуемого раствора прибавляют 2–3 капли 1 М раствора серной кислоты. Пробирку встряхивают. Выделение газов CO_2 , NO_2 , SO_2 свидетельствует о возможном присутствии карбонат-, нитрит-, сульфит-, тиосульфат-ионов.

7. Анализ хлорид-, бромид-, йодид-ионов при их совместном присутствии

К 3–4 каплям исследуемого раствора, подкисленного 2 М раствора азотной кислоты, прибавляют 3–4 капли раствора серебра нитрата. Смесь центрифугируют, проверяют полностью осаждения. Осадки AgCl , AgBr , AgI отделяют, промывают дистиллированной водой, обрабатывают 12%-ным раствором аммония карбоната. Смесь центрифугируют. В пробирку отбирают по 3–5 капель центрифугата и прибавляют 3–4 капли разведенной азотной кислоты. Образование творожистого осадка свидетельствует о присутствии Cl -ионов.

8. Обнаружение йодид- и бромид-ионов

К 3–5 каплям исследуемого раствора прибавляют 2–3 капли 1 М раствора серной кислоты, 10 капель хлороформа и приливают по каплям при постоянном встряхивании свежеприготовленную хлорную воду. Окраска хлороформного слоя в красно-фиолетовый цвет свидетельствует о присутствии йодид-ионов. Для обнаружения бромид-ионов к раствору продолжают приливать хлорную воду. Если Br -ионы присутствуют, то хлороформный слой окрашивается в желтый цвет.

9. Анализ нитрит- и нитрат-ионов

9.1. Обнаружение нитрит-ионов.

К 5–6 каплям раствора натрия нитрита прибавляют 3–4 капли 1 М раствора серной кислоты.

9.2. Удаление ионов, мешающих обнаружению нитрат-ионов.

9.2.1. Удаление нитрит-ионов.

К 8–10 каплям исследуемого раствора прибавляют несколько кристаллов аммония хлорида. Смесь нагревают на водяной бане до полного прекращения выделения пузырьков азота. Если нитрит-ионы полностью удалены, действие раствора KI в кислой среде не приводит к окрашиванию раствора.

9.2.2. Удаление бромид- и йодид-ионов.

К 2–4 каплям раствора, полученного по пп. 9.2.1, если он содержит бромид- и йодид-ионы, прибавляют 2–3 капли 2 М раствора HCl и по каплям хлорную воду. Смесь нагревают на водяной бане до прекращения выделения паров йода и брома.

9.3. Обнаружение нитрат-ионов.

К 3–4 каплям раствора, полученного по пп. 9.2.2, прибавляют 4–5 кристалликов железа (II) сульфата и осторожно, по стенке пробирки, 3–4 капли концентрированной серной кислоты. Образование бурого кольца свидетельствует о присутствии нитрат-ионов.

10. Анализ сульфид-, сульфит-, сульфат-ионов

10.1. Обнаружение сульфид-ионов.

К 2–3 каплям исследуемого раствора прибавляют 2 капли 0,5 М раствора натрия гидрокарбоната и 1–2 капли натрия нитропруссиды. Красно-фиолетовая окраска свидетельствует о присутствии S^{2-} -ионов.

10.2. Удаление сульфид-ионов.

Если сульфид-ионы обнаружены, то к 5 каплям исследуемого раствора прибавляют 5 капель раствора кадмия карбоната, смесь взбалтывают, центрифугируют и проверяют полноту осаждения, осадок отбрасывают.

10.3. Обнаружение сульфит- и сульфат-ионов.

К осадку, полученному по пп. 10.2, прибавляют 3–5 капель 2 М раствора HCl, а потом 2–3 капли раствора йода. Неполная растворимость осадка BaSO₄ в растворе HCl свидетельствует о присутствии SO₄²⁻-ионов, а обесцвечивание раствора — о наличии SO₃²⁻-ионов.

11. Обнаружение ацетат-ионов сухим способом

К 15–20 каплям исследуемого раствора прибавляют 3–5 капель 2 М раствора натрия гидроксида и упаривают на водяной бане. Сухой остаток используют для обнаружения ацетат-ионов характерными реакциями.

Контрольная задача

№ п/п	Исследуемое в-во	Реагент	Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
1	Внешний вид					
2	I группа					
3	II группа					
4	Анионы-восстановители					
5	Анионы-окислители					
6	CO ₃ ²⁻					
	SO ₃ ²⁻					

Продолжение табл.

№ п/п	Исследуемое в-во	Реагент	Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
7	II группа					
8	Br ⁻					
	I ⁻					
9	Удаление нитрит-ионов					
	Удаление бро- мид- и йодид- ионов					
	NO ₃ ⁻					
10	Обнаружение сульфид-ионов					
	Удаление сульфид-ионов					
	SO ₄ ²⁻					
	SO ₃ ²⁻					

Продолжение табл.

№ п/п	Исследуемое в-во	Реагент	Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
11	CH_3COO^-					
12	Присутствуют следующие катионы в смеси:					

Анализ неизвестного вещества

1. Предварительные наблюдения и приготовление средней пробы

Перед проведением химического анализа объект анализа внимательно рассматривают с помощью лупы. Определяют однородность смеси, цвет, форму и величину частиц. Готовят среднюю пробу. Для этого смесь тщательно перемешивают, растирают в ступке, просеивают сквозь сито, перемешивают и отбирают пробу массой $\sim 0,5$ г. Ее разделяют на четыре части; для проведения предварительных испытаний, для анализа катионов, для анализа анионов, для проверки результатов анализа.

2. Предварительные испытания

2.1. Проба на присутствие взрывоопасных соединений.

Небольшую часть сухой пробы размером приблизительно с зернышко проса помещают в тигель и нагревают в пламени горелки в вытяжном шкафу. Если вспышки не возникают, то взрывоопасные соединения в пробе отсутствуют.

2.2. Проба окрашивания пламени.

Очищенной раскаленной нихромовой петлей захватывают часть пробы, вносят в бесцветную часть пламени и отмечают его цвет.

2.3. Нагревание в тугоплавкой пробирке.

Пробу массой $\sim 0,1$ г помещают в пробирку, медленно нагревают в пламени газовой горелки, внимательно наблюдая за изменениями образца. Укажите аналитический эффект.

2.4. Проба на окислители.

Небольшую часть пробы размером с зернышко проса смешивают с углем и на шпатель вносят в пламя горелки. Укажите аналитический эффект.

2.5. Получение перлов.

Прокаливают петлю платиновой или нихромовой проволоки до красного цвета, касаются ею твердого натрия тетрабората и прокалывают в пламени газовой горелки, пока масса не перестанет пениться. Охлаждают полученную стекловидную массу, на нее кладут исследуемую смесь и снова прокалывают. После охлаждения отмечают цвет перла в проходящем свете.

2.6. Проба с концентрированной H_2SO_4 .

Небольшую часть пробы размером с зернышко проса помещают в пробирку, прибавляют 4–5 капель концентрированной H_2SO_4 . Укажите аналитический эффект.

3. Переведение смеси в раствор

Отдельные небольшие порции измельченной смеси стараются растворить последовательно:

- в воде при $20\text{--}25^\circ\text{C}$;
- в горячей воде;

- в 2 М растворе HCl;
- в концентрированной HCl;
- в 2 М растворе HNO₃.

В первом растворе определяют pH среды. Если смесь не растворяется в первом растворителе, последовательно переходят к следующему. Если исследуемая смесь не полностью растворяется в кислотах, то это могут быть хлориды катионов II, сульфаты катионов III аналитических групп, PbSO₄, некоторые оксиды (SiO₂, *n*MnO₂·*n*H₂O и т. д.). В этом случае применяют специальные методы, например сплавление остатка с Na₂CO₃.

После перевода смеси в раствор его делят на три части: для анализа катионов, для анализа анионов, резервный.

4. Анализ катионов

Анализ катионов выполняют согласно схеме систематического хода анализа смеси катионов I–VI аналитических групп.

5. Анализ анионов

Различают два случая:

- исследуемая смесь содержит катионы только I аналитической группы;
- в смеси присутствуют также катионы II–VI аналитических групп.

В первом случае смесь непосредственно анализируют по схеме анализа смеси анионов, во втором — необходимо вначале отделить катионы II–VI аналитических групп. Для этого готовят специальный раствор — содовую вытяжку, но вначале выполняют определение карбонат-ионов дробным методом.

5.1. Приготовление содовой вытяжки.

В тигле смешивают 0,1 г исследуемого вещества с 0,4 г Na₂CO₃ и прибавляют 2,5–3 см³ дистиллированной воды. Смесь кипятят 5 мин, прибавляют по мере упаривания воду, далее содержимое тигля переносят в коническую пробирку и центрифугируют. Объем центрифугата должен быть приблизительно 3 см³. При этом в осадок переходят катионы II, III, V, VI аналитических групп (в виде оксидов, гидроксидов, карбонатов, основных солей), в растворе — анионы, которые входят в состав анализируемой смеси, а также гидроксоанионы, оксоанионы IV и катионы I аналитических групп.

5.2. Обнаружение анионов.

В отдельных порциях полученного центрифугата определяют NO₂[–] и NO₃[–]-ионы. Вторую порцию центрифугата нейтрализуют разведенной HNO₃. Нейтрализацию проводят очень осторожно, кислоту прибавляют по каплям при постоянном перемешивании. Избытка кислоты не следует допускать, так как при этом некоторые анионы могут быть утеряны, кроме того, амфотерные гидроксиды, образованные вначале, будут растворяться и переходить в раствор в виде соответствующих катионов. Если при этом образуется осадок, его отделяют центрифугированием и отбрасывают.

В центрифугате определяют анионы в соответствии со схемой анализа смеси анионов.

Контрольная задача

№ п/п	Исследуемое в-во	Реагент	Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
1	Внешний вид					
2	Проба на присутствие взрывоопасных соединений					

Продолжение табл.

№ п/п	Исследуемое в-во	Реагент	Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
2	Проба окрашивания пламени					
	Нагревание в туго- плавкой пробирке					
	Проба на окислители					
	Получение перлов					
	Проба с концентри- рованной H_2SO_4					
3	Вода 20–25°C					
	Горячая вода					
	2 М раствора HCl					
	Концентрированный HCl					
	2 М раствора HNO_3					

Продолжение табл.

№ п/п	Исследуемое в-во	Реагент	Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
4	Обнаружение от-дельно катионов: NH_4^+ , Fe^{2+} , Fe^{3+}					
	I группа катионов					
	K^+					
	Na^+					
	II группа катионов					
	Ag^+					
	Pb^{2+}					
	Hg_2^{2+}					
	III группа катионов					
	Отделение III группы					

Продолжение табл.

№ п/п	Исследуемое в-во	Реагент	Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
4	Обнаружение отдельных катионов					
	Pb ²⁺					
	Ba ²⁺					
	Sr ²⁺					
	Ca ²⁺					
	IV группа катионов					
	Al ³⁺					
	Sn ²⁺					
	Sn (IV)					
	As (III) As (V)					
	Cr ³⁺					
	Zn ²⁺					

Продолжение табл.

№ п/п	Исследуемое в-во	Реагент	Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
4	Отделение Sb (V)					
	Обнаружение Sb (V)					
	Разделение V и VI групп					
	Обнаружение от- дельных катионов					
	Mg ²⁺					
	Bi ³⁺					
	Mn ²⁺					
	Hg ²⁺					
	Cu ²⁺					
	Co ²⁺					
	Ni ²⁺					

Продолжение табл.

№ п/п	Исследуемое в-во	Реагент	Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
5	I группа анионов					
	II группа анионов					
	Анионы- восстановители					
	Анионы-окислители					
	CO_3^{2-}					
	SO_4^{2-}					
	II группа анионов					
	Br^-					
	I^-					

Продолжение табл.

№ п/п	Исследуемое в-во	Реагент	Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
5	Удаление нитрит-ионов					
	Удаление бромид-и йодид-ионов					
	Обнаружение NO_3^-					
	Обнаружение сульфид-ионов					
	Удаление сульфид-ионов					
	Обнаружение отдельных анионов					
	SO_4^{2-}					
	SO_3^{2-}					
	CH_3COO^-					
6	Присутствуют следующие катионы в смеси:					

Самостоятельная работа

Ситуационная задача.

Предложите ход анализа растворов, содержащих ионы, согласно систематическому ходу анализа:

а) бромида калия, нитрата свинца

б) ацетата свинца, нитрата серебра

Выводы:

Оценка _____

Подпись _____

2. Растворенное вещество — твердое, содержит кристаллизационную воду. Растворитель — вода. При расчете навески вносят поправку на содержание в ней кристаллизационной воды.

Например: приготовить 100 г 10%-ного раствора сульфата меди из $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

$$M(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 250 \text{ г/моль}; \quad M(\text{CuSO}_4) = 160 \text{ г/моль}.$$

1. Рассчитываем навеску:

$$w = \frac{m_{\text{B-Ba}}}{m_{\text{p-pa}}} \cdot 100\%,$$

откуда выводим:

$$m = \frac{w \cdot m_{\text{p-pa}}}{100} = \frac{10 \cdot 100}{100} = 10 \text{ г.}$$

2. Рассчитываем навеску вещества кристаллогидрата:

$$\frac{10}{x} = \frac{160}{250},$$

откуда следует:

$$x = \frac{10 \cdot 250}{160} = 15,6 \text{ г.}$$

Взвешиваем на точных весах и переносим в химический стакан.

3. Рассчитываем количество воды:

$$100 - 15,6 = 84,4 \text{ г.}$$

4. Отмериваем мерным цилиндром 84 мл воды и прибавляем к навеске.

Задание: приготовить 500 г 5%-ного раствора CaCl_2 из $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

[illegible]

3. Растворенное вещество — жидкость, растворитель — вода.

Например: приготовить 10%-ный раствор соляной кислоты из концентрированной с $\rho = 1,16$ г/мл, учитывая, что концентрация соляной кислоты 37,1%.

1. Рассчитываем навеску HCl в граммах:

$$w = \frac{m_{\text{B-Ba}}}{m_{\text{p-pa}}} \cdot 100\%,$$

откуда выводим:

$$m = \frac{w \cdot m_{\text{p-pa}}}{100} = \frac{10 \cdot 100}{100} = 10 \text{ г.}$$

откуда следует:

$$V = \frac{m}{\rho} = \frac{99}{0,81} = 122,2 \text{ мл.}$$

Взвешиваем 1 г фенолфталеина, переносим в химический стакан. Приливаем 122 мл этилового спирта. Перемешиваем.

Задание: приготовить 200 г 4%-ного раствора метиленового синего. Растворитель — метиловый спирт с $\rho = 0,791$ г/мл.

5. Растворенное вещество — жидкое, растворитель — неводный.

Например: приготовить 0,2%-ный раствор триолеина с $\rho = 0,91$ г/мл. Растворитель — изопропиловый спирт с $\rho = 0,79$ г/мл.

1. Рассчитываем навеску триолеина:

$$w = \frac{m_{\text{в-ва}}}{m_{\text{р-ра}}} \cdot 100\%,$$

откуда выводим:

$$m = \frac{w \cdot m_{\text{р-ра}}}{100} = \frac{0,2 \cdot 100}{100} = 0,2 \text{ г.}$$

2. Рассчитываем количество триолеина в мл:

$$\rho = \frac{m}{V},$$

откуда следует:

$$V = \frac{m}{\rho} = \frac{0,2}{0,91} = 0,22 \text{ мл.}$$

3. Рассчитываем количество изопропилового спирта:

$$100 - 0,2 = 99,8 \text{ г.}$$

4. Рассчитываем количество изопропилового спирта в мл:

$$\rho = \frac{m}{V},$$

откуда следует:

$$V = \frac{m}{\rho} = \frac{99,8}{0,97} = 126,3 \text{ мл.}$$

Отмериваем 0,22 мл триолеина концевой пипеткой емкостью на 1 мл в химический стакан. Туда же вливаем 126 мл изопропилового спирта, перемешиваем. Для того чтобы пол-

ностью удалить триолеин, оставшийся на стенках пипетки, ее несколько раз ополаскивают содержимым стакана.

Задание: сколько мл ацетона с $\rho = 0,79$ понадобится для приготовления 300 г 5%-ного раствора акрилина с $\rho = 0,74$?

6. Объемно-процентные растворы.

Применяют только для смешивания взаимно растворяющихся жидкостей. Концентрация при этом выражается не в процентах, а как соотношение частей жидкостей относительно друг друга. В данном соотношении их необходимо смешать, чтобы приготовить соответствующий раствор. Записывается подобная концентрация через двоеточие.

Например: соотношение 1:5:1 показывает, сколько частей ледяной уксусной кислоты, уксусного ангидрида и концентрированной серной кислоты необходимо смешать для приготовления реактива Илька.

1. Рассчитываем одну часть:

$$\frac{1+5+1}{3} = 2,3 \text{ мл.}$$

2. Рассчитываем количество мл для каждого компонента смеси:

- ледяная уксусная кислота:

$$2,3 \cdot 1 = 2,3 \text{ мл;}$$

- уксусный ангидрид:

$$2,3 \cdot 5 = 11,5 \text{ мл;}$$

- концентрированная серная кислота:

$$2,3 \cdot 1 = 2,3 \text{ мл.}$$

Задание: приготовить раствор смеси ацетон — глицерин — спирт в соотношении 2:4:7,5.

7. Приготовление молярных растворов.

Например: приготовить 0,6 М раствора хлорида натрия.

1. Рассчитываем массу хлорида натрия:

$$C_M = \frac{n}{V_{\text{р-ра}}},$$

откуда выводим:

$$n = C_M \cdot V = 0,6 \cdot 0,1 = 0,06 \text{ моль.}$$

$$n = \frac{m}{M},$$

откуда выводим

$$m = n \cdot M = 0,06 \cdot 58 = 3,48 \text{ г.}$$

$$M(\text{NaCl}) = 58 \text{ г/моль.}$$

Взвешиваем 3,48 г хлорида натрия и переносим в химический стакан.

2. Рассчитываем необходимое количество воды:

$$100 - 3,48 = 96,52 \text{ г.}$$

3. Отмериваем мерным цилиндром 96,52 мл воды и добавляем к навеске хлорида натрия.

Задание: приготовить 0,07 М раствора нитрата серебра.

8. Приготовление нормальных растворов.

Например: приготовить 0,1 н раствора хлорида натрия.

1. Рассчитываем массу хлорида натрия:

$$C_H = \frac{n_{\text{экв}}}{V_{\text{р-ра}}},$$

откуда выводим:

$$n_{\text{экв}} = C_H \cdot V = 0,1 \cdot 0,1 = 0,01 \text{ г/моль экв.}$$

$$n_{\text{экв}} = \frac{m}{M_{\text{экв}}},$$

откуда выводим:

$$m = n_{\text{экв}} \cdot M_{\text{экв}} = 0,01 \cdot 58 = 0,58 \text{ г.}$$

$$M_{\text{экв}}(\text{HCl}) = 58 \text{ г/моль.}$$

Взвешиваем 0,58 г хлорида натрия и переносим в химический стакан.

Находим массу карбоната натрия с учетом эквивалента:

$$\mathcal{E}_{\text{Na}_2\text{CO}_3} = \frac{M_{\text{Na}_2\text{CO}_3} \cdot V_{\text{HCl}}}{2} = \frac{106}{2} = 53 \text{ г/моль};$$

$$m = 0,001 \cdot 0,08160 \cdot 53 \cdot 250 = 1,0812 \text{ г.}$$

Задание: сколько граммов карбоната натрия было взято, если после растворения его в мерной колбе на 165 мл и доведения водой до метки на титрование 43 мл полученного раствора пошло 32,20 мл 0,1010 н раствора хлороводородной кислоты?

Пример 2. Вычислить нормальную концентрацию и титр раствора гидроксида натрия, если при титровании им раствора, содержащего навеску 0,1590 г щавелевой кислоты, растворенной в произвольном объеме воды, пошло 24,60 мл 0,1 н гидроксида натрия.

Решение.

$$\mathcal{E}_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} = \frac{M_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}}}{2} = \frac{126,06}{2} = 63,03 \text{ г.}$$

На основании формул:

$$H_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}} = H_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4} \cdot V_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4};$$

$$m_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} = 0,001 H_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4} \cdot V_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4} \cdot \mathcal{E}_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}}$$

можно записать:

$$m_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} = 0,001 H_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}} \cdot \mathcal{E}_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}},$$

откуда находим:

$$H = \frac{m_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}}}{0,001 \cdot V_{\text{NaOH}} \cdot \mathcal{E}_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}}} = \frac{0,1590}{0,001 \cdot 24,6 \cdot 63,03} = 0,1026 \text{ экв/л.}$$

Из формулы

$$T = \frac{H \cdot \mathcal{E}}{1000}$$

находим T_{NaOH} :

$$\mathcal{E}_{\text{NaOH}} = M_{\text{NaOH}} = 40;$$

$$T = \frac{0,1026 \cdot 40}{1000} = 0,004104 \text{ г/мл.}$$

Задание: вычислить нормальную концентрацию и титр раствора гидроксида натрия, если при титровании им раствора, содержащего навеску 0,6 г щавелевой кислоты, растворенной в произвольном объеме воды, пошло 72,60 мл 0,1 н гидроксида натрия.

Пример 3. $T_{\text{HCl/NaOH}} = 0,0044$ г/мл. Рассчитать навеску щелочи в растворе, если на ее титрование затрачено 15 мл 0,11 н раствора хлороводородной кислоты.

Решение.

Зная нормальную концентрацию рабочего раствора, легко перейти к его титру по определяемому веществу. В данном случае нормальная концентрация раствора хлороводородной кислоты равна 0,11, следовательно, 1 мл его содержит 0,11/1000 экв/л хлороводородной кислоты и реагирует с эквивалентным количеством щелочи $\Xi_{\text{NaOH}} = 40$ г/моль:

$$T_{\text{HCl/NaOH}} = \frac{n_{\text{HCl}} \cdot \Xi_{\text{NaOH}}}{1000} = \frac{0,11 \cdot 40}{1000} = 0,0044 \text{ г/мл.}$$

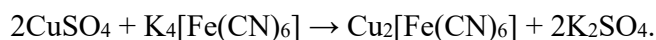
Если при титровании данным рабочим раствором его затрачено 15 мл, то титруемый раствор содержит гидроксида натрия в количестве

$$m_{\text{NaOH}} = T_{\text{HCl/NaOH}} \cdot V_{\text{HCl}} = 0,0044 \cdot 15 = 0,0660 \text{ г.}$$

Задание: $T_{\text{HCl/NaOH}} = 0,0044$ г/мл. Рассчитать навеску щелочи в растворе, если на ее титрование затрачено 30 мл 0,11 н раствора хлороводородной кислоты.

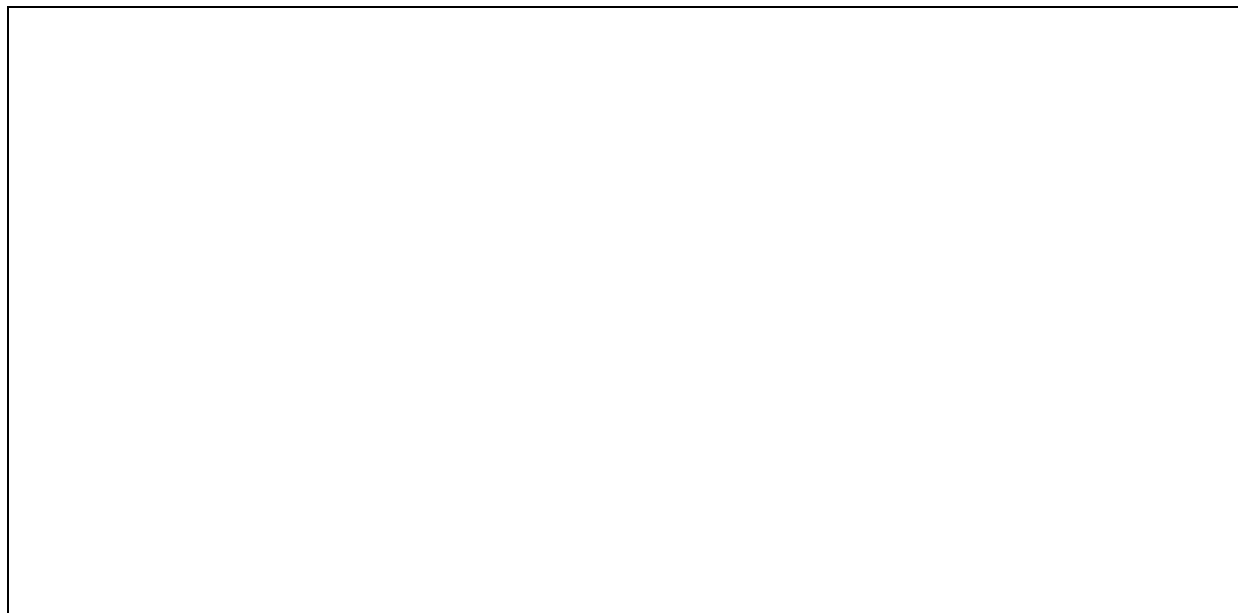
Опыт 2. Явление осмоса. Рост искусственной клетки Траубе

Требованиям полупроницаемости в большей или меньшей степени отвечают различные оболочки растительного или животного происхождения, а также некоторые материалы, полученные искусственно, например пленка коллодия. Примером искусственной полупроницаемой мембраны может служить оболочка из гексацианоферрата (II) меди (II), получаемого по реакции:



Осмоз — явление односторонней диффузии молекул растворителя через полупроницаемую мембрану из области с разбавленным раствором в область более концентрированного раствора.

В пробирку налить около 3 мл 5%-ного раствора CuSO_4 и опустить в раствор кристаллики $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. На поверхности кристалла образуется сплошная пленка $\text{Cu}_2[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, пропускающая воду, но задерживающая частицы солей. Через 1 ч зарисовать образующуюся полость.



Опыт 3. Приготовление первичного стандартного раствора $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$

1. Рассчитать ориентировочную массу установочного вещества $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, необходимую для приготовления 100 мл 0,1 н раствора.

2. Установочное вещество взвешивают в тигле на технических, а затем на аналитических весах.

3. Навеску аккуратно пересыпают через воронку в мерную колбу (см. рис.), тигель с оставшимися на стенках частицами $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ снова взвешивают на аналитических весах; по разности двух взвешиваний на аналитических весах находят массу $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, перенесенного в колбу.



4. Смывают навеску в колбу струей горячей дистиллированной воды, заполняют колбу на 2/3 объема водой. Снимают с колбы воронку и, перемешивая содержимое колбы круговыми движениями, добиваются полного растворения $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$. Затем доводят содер-

жимое колбы до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают раствор, многократно переворачивая колбу.

Опыт 4. Расчет фактора эквивалентности

Пример

1. ZnCl_2 (средняя соль):

$$f_3 = \frac{1}{n(\text{Zn}) \cdot B(\text{Zn})} = \frac{1}{n(\text{Cl}) \cdot n(\text{Cl})} = \frac{1}{1 \cdot 2} = \frac{1}{2 \cdot 1} = \frac{1}{2};$$
$$f_3(\text{ZnCl}_2) = 1/2,$$

поэтому эквивалентом ZnCl_2 является частица $1/2\text{ZnCl}_2$.

2. KHCO_3 (кислая соль):

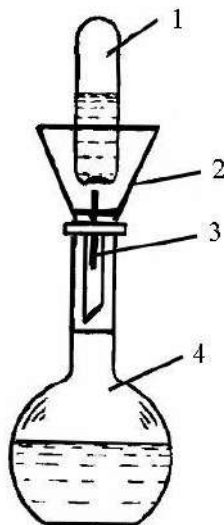
$$f_3 = \frac{1}{n(\text{K}) \cdot B(\text{K})} = \frac{1}{n(\text{HCO}_3) \cdot n(\text{HCO}_3)} = \frac{1}{1 \cdot 1} = \frac{1}{1 \cdot 1} = 1;$$
$$f_3(\text{KHCO}_3) = 1,$$

поэтому эквивалентом KHCO_3 является частица KHCO_3 .

Задание: рассчитать фактор эквивалентности для FeSO_4 , NaHCO_3 .

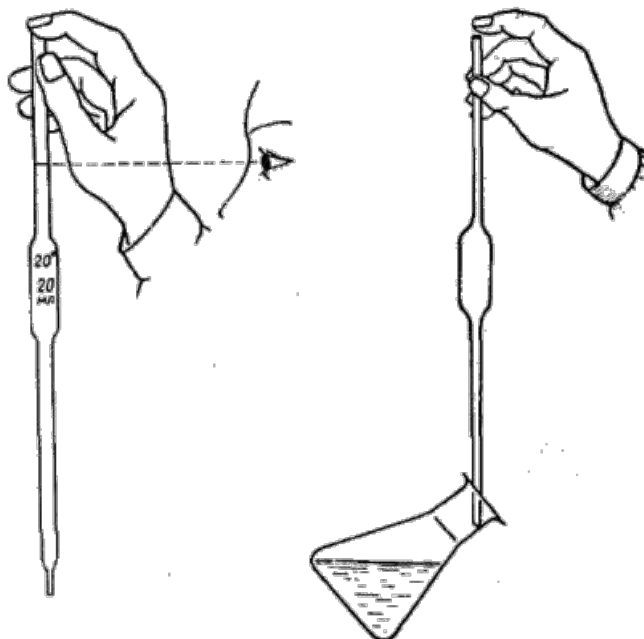
Опыт 5. Приготовление стандартного раствора из фиксаналя (стандарт-титра)

Фиксана́л (см. рис.) — это точно отвешенная масса твердого вещества «х. ч.» или точно отмеренный объем его раствора, помещенные в запаянные стеклянные ампулы. Содержимое ампулы 1 переносят через воронку 2 в мерную колбу 4, разбивая бойком 3, разбавляют до метки и получают раствор с точно известной концентрацией. Применение фиксаналов значительно сокращает время на приготовление стандартных растворов.



Опыт 6. Работа с пипетками Мора

1. Пипетку заполнить раствором при помощи резиновых груш.
2. Погрузить нижний конец пипетки в жидкость.
3. Всасывать в нее раствор так, чтобы уровень жидкости поднялся выше метки.
4. Затем быстро закрыть верхнее отверстие пипетки указательным пальцем и, приоткрывая его, дать жидкости медленно стекать до тех пор, пока нижний край мениска не достигнет метки. При этом глаза должны находиться на уровне метки (см. рис.).



5. Пипетку с раствором перенести в заранее приготовленную для этой цели коническую колбу.
6. Приставить нижний конец пипетки к внутренней стенке колбы и, держа ее вертикально, дать жидкости вытечь.
7. Затем прикоснуться кончиком пипетки к стенке сосуда и подождать 15–20 с, пока вытекут остатки раствора. Небольшую часть раствора, которая остается в пипетке, нельзя выдувать или стряхивать.

Самостоятельная работа

1. Приготовить 250 г 7%-ного раствора нитрата калия.

2. Приготовить 750 г 10%-ного раствора CuSO_4 из $\text{CuSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

3. Приготовить 150 г 3%-ного раствора HCl , исходя из имеющегося 40%-ного раствора кислоты, плотность которого 1,2 г/мл.

4. Приготовить 350 г 5%-ного раствора метиленового оранжевого. Растворитель — метиловый спирт с $\rho = 0,84$ г/мл.

5. Сколько миллилитров ацетона с $\rho = 0,79$ понадобится для приготовления 170 г 25%-ного раствора акрилина с $\rho = 0,74$?

6. Приготовить раствор смеси ацетон — глицерин — спирт в соотношении 7:4:2.

7. Приготовить 0,5 М раствора нитрата серебра.

8. Приготовить 0,2 н раствора серной кислоты.

9. Рассчитать титр 0,3 н раствора хлороводородной кислоты.

Выводы:

Оценка _____

Подпись _____

ПРАКТИЧЕСКАЯ РАБОТА № 11

Тема: КИСЛОТНО-ОСНОВНОЕ ТИТРОВАНИЕ. УСТАНОВЛЕНИЕ ТИТРА СОЛЯНОЙ КИСЛОТЫ

Цели

1. Приготовить стандартный раствор тетрабората натрия.
2. Устанавливать титр рабочего раствора и раствора соляной кислоты.

Ход работы

Реактивы и оборудование

Соляная кислота, тетраборат натрия, гидроксид натрия, метиловый оранжевый. Пипетки Мора, титровальные стаканчики.

Опыт 1. Стандартизация рабочих растворов титрантов при ацидиметрическом титровании

Для приготовления рабочего раствора HCl берут 36%-ный раствор соляной кислоты и разбавляют ее дистиллированной водой.

Точный титр и нормальность полученного раствора соляной кислоты устанавливают по рабочему раствору тетрабората натрия.

Задание: запишите уравнения реакции взаимодействия соляной кислоты и тетрабората натрия.

По закону эквивалентов $V(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7) \cdot C_{\text{н}}(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7) = V(\text{HCl}) \cdot C_{\text{н}}(\text{HCl})$ рассчитайте неизвестную концентрацию эквивалента раствора кислоты, если точно известна молярная концентрация эквивалента раствора соли.

1. Возьмите пипетку на 10 мл, ополосните ее 0,1 н раствором тетрабората натрия.
2. Наполните пипетку на 10 мл тетраборатом натрия до метки и вылейте в колбу для титрования на 250 мл.
3. В колбу добавьте 2–3 капли метилового оранжевого.
4. Бюретку промойте 2 раза небольшим количеством соляной кислоты и заполните ее до мениска.
5. Проверьте отсутствие воздуха в бюретке.
6. Титруйте до появления оранжевого окрашивания.
7. Снимите показания бюретки в точке эквивалентности.
8. Повторите титрование 3 раза: $V_1 =$ _____; $V_2 =$ _____; $V_3 =$ _____
9. Запишите результаты в таблицу.
10. Вычислите средний объем по формуле.
11. Вычислите коэффициент поправки.

Обработка результатов

Вычислите нормальную концентрацию раствора HCl по формуле

$$C_{\text{н}}(\text{HCl}) = \frac{V(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7) \cdot C_{\text{н}}(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7)}{V(\text{HCl})}.$$

$$C_{\text{H}}(\text{HCl}) = \frac{\dots}{\dots} =$$

$$V_{\text{cp}} = \frac{V_1 + V_2 + V_3}{3} = \frac{\dots + \dots + \dots}{\dots} =$$

Заполните таблицу:

Объем раствора $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$, мл	V_{cp} раствора HCl , мл	Концентрация раствора $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$	Концентрация раствора HCl

Вычисление коэффициента поправки:

$$K = \frac{m_1 \cdot 1000}{M_1 \cdot c_1 \cdot V} = \frac{\dots \cdot 1000}{\dots \cdot \dots \cdot \dots} =$$

где m_1 — масса навески установочного вещества, 0,19 г; M_1 — молярная масса эквивалента установочного вещества, 191 г/моль; c_1 — заданная молярная концентрация вещества в растворе, 0,1 моль/дм; V — объем анализируемого раствора, израсходованный на титрование, 9,67 см³.

Опыт 2. Ацидиметрия. Определение количества гидроксида натрия NaOH в растворе неизвестной концентрации

Задание: заполните таблицу:

Метод титрования	Титрант	Установочное вещество	Индикатор, точка эквивалентности	Особенности метода	Определяемые вещества
Алкалиметрия					
Ацидометрия					

1. Возьмите 5 мл раствора щелочи из мерной колбы и перенесите в колбу для титрования.
2. Добавьте 2–3 капли раствора индикатора метилового оранжевого и наполните бюретку раствором 0,1 н соляной кислоты.
3. Титруйте до тех пор, пока красная окраска не станет оранжевой.
4. Титрование повторите 3–4 раза. $V_1 = \dots$; $V_2 = \dots$; $V_3 = \dots$.
5. Определите концентрацию гидроксида натрия. Результаты измерений запишите в таблицу.
6. Запишите уравнение химической реакции:

Обработка результатов

Вычислите нормальную и процентную концентрацию раствора NaOH по формуле согласно закону действующих масс:

$$V(\text{NaOH}) \cdot C_{\text{H}}(\text{NaOH}) = V(\text{HCl}) \cdot C_{\text{H}}(\text{HCl}).$$

$$C_H(\text{NaOH}) = \frac{V(\text{HCl}) \cdot C_H(\text{HCl})}{V(\text{NaOH})} = \frac{\quad \cdot \quad}{\quad} = \quad$$

$$V_{\text{cp}} = \frac{V_1 + V_2 + V_3}{3} = \frac{\quad + \quad + \quad}{3} =$$

$$C, \% = \frac{V \cdot T \cdot 100}{a} = \frac{\cdot}{\cdot} =$$

где V — объем, ушедший на титрование, 5,03 мл; T — титрант вещества, 0,0037741 г/мл; a — масса навески исследуемого вещества 1 г.

Заполните таблицу:

Объем раствора NaOH, мл	$V_{\text{ср}}$ раствора HCl, мл	Концентрация раствора HCl	Нормальная концентрация раствора NaOH	Процентная концентрация раствора NaOH

Опыт 3

Рассчитать титр 0,08 н раствора серной кислоты.

[illegible]

Самостоятельная работа

1. Ответить на вопросы.

1. Дайте определения понятиям «прямое титрование», «титрант».

2. Перечислите способы выражения концентраций.

2. Решите задачу.

Рассчитать титр 0,2 н гидроксида калия. Используйте ответ для аналитической задачи.

3. Аналитическая задача.

Качественный анализ						
Исследуемое вещество	Катион	Анион	№ группы		Определяющий реактив	
			Катион	Анион	Катион	Анион
КОН						
Уравнения реакций						Аналитический эффект
Катион						
Анион						
Количественный анализ						
Название метода						
Дано:						Уравнение
$V = 2$ $T =$ $a = 2$						$C, \%$
КОН 1,12%						Соответствие

Выводы:

Оценка _____

Подпись _____

ПРАКТИЧЕСКАЯ РАБОТА № 12

Тема: ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ГИДРОКАРБОНАТА НАТРИЯ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЖЕСТКОСТИ ВОДЫ

Цели

1. Определять массовую долю гидрокарбоната натрия.
2. Определять жесткость воды.

Ход работы

Реактивы и оборудование

Вода, метиловый оранжевый. Пипетки, бюретки, мерные стаканы.

Опыт 1. Определение жесткости воды

Жесткость воды зависит от содержания в воде гидрокарбонатов кальция и магния, которые полностью устраняются кипячением, при котором гидрокарбонаты разлагаются.



Жесткость выражается в миллимоль-эквивалент солей кальция и магния, содержащихся в 1 л воды.

1. В коническую колбу отмерьте пипеткой 100 мл = 0,1 л анализируемой воды.
2. Прибавьте 2–3 капли метилового оранжевого.
3. Титруйте рабочим 0,1 н раствором соляной кислоты до перехода желтой окраски индикатора в бледно-розовую.
4. Проведите титрование 3 раза. $V_1 =$ _____; $V_2 =$ _____; $V_3 =$ _____. Вычислите средний объем.
5. Найдите жесткость воды.

Обработка результатов

$$V = \frac{V_1 + V_2 + V_3}{3} = \frac{\quad + \quad + \quad}{3} =$$

$$Ж = \frac{V(\text{HCl}) \cdot C_n(\text{HCl})}{V(\text{H}_2\text{O})} = \frac{\quad \cdot \quad}{\quad} =$$

По полученным данным о жесткости воды можно сделать вывод:

Жесткость воды	Нормы (ммоль-экв/л)
Очень мягкая	$\leq 1,5$ единиц
Мягкая	1,5–3,0 единицы
Средняя	3,6–6,0 единиц
Жесткая	6,0–9,0 единиц
Очень жесткая	$\geq 9,0$ единиц

Вывод: жесткость воды = _____, тогда можно сделать вывод, что вода _____.

Опыт 2

Решите задачи.

1. Сколько граммов карбоната натрия было взято, если после растворения его в мерной колбе на 300 мл и доведения водой до метки на титрование 50 мл полученного раствора пошло 40,20 мл 0,1010 н раствора хлороводородной кислоты?

2. Вычислить нормальную концентрацию и титр раствора гидроксида натрия, если при титровании им раствора, содержащего навеску 0,3942 г щавелевой кислоты, растворенной в произвольном объеме воды, пошло 52,60 мл гидроксида натрия.

Самостоятельная работа

1. Ответьте на вопросы.

1. В каких единицах измеряется жесткость, ее виды?

2. Водородный показатель pH, дать определение.

2. Решите задачу.

Сколько граммов карбоната магния было взято, если после растворения его в мерной колбе на 100 мл и доведения водой до метки на титрование 10 мл полученного раствора пошло 5,20 мл 0,1 н раствора хлороводородной кислоты?

3. Аналитическая задача.

Определите жесткость воды, если на титрование 20 мл воды ушло 7,4 мл 0,1 н соляной кислоты.

Метод титрования	Титрант	Установочное вещество	Индикатор, точка эквивалентности	Жесткость, ммоль-экв/л	Вывод о жесткости

Выводы:

Оценка _____

Подпись _____

ПРАКТИЧЕСКАЯ РАБОТА № 13

Тема: ПЕРМАНГАНАТОМЕТРИЯ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТОЧНОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ПЕРМАНГАНАТА КАЛИЯ

Цели

1. Устанавливать титр рабочего раствора. Делать расчеты.
2. Готовить титрованный раствор перманганата калия. Определять молярную концентрацию эквивалента и титра раствора перманганата калия.

Ход работы

Реактивы и оборудование

Перманганат калия, щавелевая кислота, перекись водорода, дистиллированная вода. Весы, разновесы, пипетки, бюретки, мерные стаканы, титровальные стаканы.

Опыт 1. Приготовление стандартного раствора перманганата калия

Для перманганатометрических определений используют раствор KMnO_4 . Рассчитываем навеску KMnO_4 , которую надо взять для приготовления 250 мл 0,05н раствора KMnO_4 , по формуле

$$m = \frac{\Xi \cdot C_n \cdot V}{1000} = \frac{\cdot \cdot \cdot}{1000} =$$

Так как часть KMnO_4 будет израсходована на окисление примесей попавших в дистиллированную воду из воздуха, навеску следует увеличить на 10%.

1. Взвешиваем KMnO_4 .
2. Навеску поместить в мерную колбу.
3. Так как кристаллический KMnO_4 растворяется медленно, то часть воды нагревают до 70–90°C и добавляют, постоянно перемешивая. После окончания растворения и охлаждения долить остальную воду.
4. Перелить в склянку из темного стекла, закрыть стеклянной пробкой и поставить в темное место на 2 недели.
5. После чего осторожно профильтровать, чтобы удалить хлопья гидратированной двуокиси марганца. $\text{MnO}_2 + \text{H}_2\text{O}$.

Опыт 2. Приготовление 250 мл 0,05 н раствора щавелевой кислоты.

Определение концентрации раствора перманганата калия

1. Рассчитываем навеску щавелевой кислоты $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 + 2\text{H}_2\text{O}$ по формуле

$$m(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 + 2\text{H}_2\text{O}) = \frac{C_n \cdot \Xi \cdot V}{1000} = \frac{\cdot \cdot \cdot}{1000} =$$

2. На аналитических весах взвешиваем щавелевую кислоту.
3. Переносят навеску в мерную колбу на 300 мл и растворяют в холодной воде.
4. В колбу мерной пипеткой отмеривают 20 мл приготовленного раствора и добавляют 15 мл 2 н раствора серной кислоты.
5. Нагревают до 80°C (до кипячения доводить нельзя, так как щавелевая кислота разлагается).
6. В бюретку со стеклянным колпаком помещают раствор KMnO_4 и устанавливают мениск на нулевой отметке.
7. Титруют горячий раствор KMnO_4 .
8. Раствор KMnO_4 добавляют по каплям до исчезновения окраски исходного раствора.

9. Первоначальное обесцвечивание будет проходить медленно по мере образования сульфата марганца, играющего роль катализатора. Титрование прекращается после появления бледно-малиновой окраски, которая не исчезает 1 мин. Температура не ниже 60°C.

10. Титрование проводить три раза. $V_1 =$ _____; $V_2 =$ _____; $V_3 =$ _____.

11. Вычислите средний объем по формуле.

12. Вычислите коэффициент поправки.

Задание. Запишите уравнения реакции взаимодействия перманганата калия и щавелевой кислоты:

По закону эквивалентов $V(\text{KMnO}_4) \cdot C_{\text{н}}(\text{KMnO}_4) = V(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 + 2\text{H}_2\text{O}) \cdot C_{\text{н}}(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 + 2\text{H}_2\text{O})$ рассчитайте неизвестную концентрацию эквивалента щавелевой кислоты, если точно известна молярная концентрация эквивалента раствора соли.

Обработка результатов

Вычислите нормальную концентрацию раствора перманганата калия по формуле

$$C_{\text{н}}(\text{KMnO}_4) = \frac{V(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 + 2\text{H}_2\text{O}) \cdot C_{\text{н}}(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 + 2\text{H}_2\text{O})}{V(\text{KMnO}_4)}.$$

$$C_{\text{н}}(\text{KMnO}_4) = \frac{\quad \cdot \quad}{\quad} =$$

$$V_{\text{ср}} = \frac{V_1 + V_2 + V_3}{3} = \frac{\quad + \quad + \quad}{\quad} =$$

Заполните таблицу:

Объем раствора $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 + 2\text{H}_2\text{O}$, мл	$V_{\text{ср}}$ раствора KMnO_4 , мл	Концентрация раствора $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 + 2\text{H}_2\text{O}$	Концентрация раствора KMnO_4

Вычисление коэффициента поправки:

$$K = \frac{m_1 \cdot 1000}{M_1 \cdot c_1 \cdot V} = \frac{\quad \cdot 1000}{\quad \cdot \quad \cdot \quad} =$$

где m_1 — масса навески установочного вещества, 0,7875г; M_1 — молярная масса эквивалента установочного вещества, 63 г/моль; c_1 — заданная молярная концентрация вещества в растворе, 0,05 моль/дм; V — объем анализируемого раствора, израсходованный на титрование, 20 см³.

Опыт 3. Перманганатометрия. Определение массовой доли H_2O_2

Заполните таблицу:

Метод титрования	Титрант	Установочное вещество	Индикатор, точка эквивалентности	Особенности метода	Определяемые вещества

Запишите уравнения реакции взаимодействия перманганата калия и перекиси водорода:

1. Отмерить мерной колбой 10 мл 3%-ного раствора H_2O_2 в мерную колбу на 100 мл и довести до метки дистиллированной воды.
2. Взять 20 мл полученного раствора в колбу для титрования и влить 10 мл 2 н серной кислоты.
3. Титровать 0,05 н раствора KMnO_4 до розоватого окрашивания.
4. Титрование повторите 3 раза. $V_1 =$ _____; $V_2 =$ _____; $V_3 =$ _____.
5. Определите концентрацию перекиси водорода. Результаты измерений запишите в таблицу.

Обработка результатов

$$M_3(\text{H}_2\text{O}_2) = \frac{M(\text{H}_2\text{O}_2)}{2} = \frac{\quad}{2} =$$

$$C, \%(\text{H}_2\text{O}_2) = \frac{V(\text{KMnO}_4) \cdot C_{\text{н}}(\text{KMnO}_4) \cdot \varepsilon(\text{H}_2\text{O}_2) \cdot 100}{1000 \cdot V(\text{H}_2\text{O}_2)} =$$

$$= \frac{\quad \cdot \quad \cdot \quad}{\quad} \cdot 1000 =$$

$$V_{\text{ср}} = \frac{V_1 + V_2 + V_3}{3} = \frac{\quad + \quad + \quad}{\quad} =$$

Заполните таблицу:

Объем раствора H_2O_2 , мл	$V_{\text{ср}}$ раствора KMnO_4 , мл	Концентрация раствора KMnO_4	Процентная концентрация раствора H_2O_2

Опыт 4

$T_{\text{HCl/NaOH}} = 0,0044$ г/мл. Рассчитать навеску щелочи в растворе, если на ее титрование затрачено 15 мл 0,11 н раствора хлороводородной кислоты.

Самостоятельная работа

1. Ответить на вопросы:

1. Особенности метода перманганатометрии.

2. Реакции, используемые в качественном анализе.

2. Решите задачу.

$T_{\text{HCl/NaOH}} = 0,0044$ г/мл. Рассчитать навеску щелочи в растворе, если на ее титрование затрачено 30 мл 0,11 н раствора хлороводородной кислоты.

3. Аналитическая задача.

Качественный анализ						
Исследуемое вещество	Катион	Анион	№ группы		Определяющий реактив	
CaCO ₃			Катион	Анион	Катион	Анион
Уравнения реакций						Аналитический эффект
Катион						
Анион						
Количественный анализ						
Название метода						
Дано:						Уравнение
$V = 5,2$ $T = 0,001701$ $a = 1$						C, %
H ₂ O ₂ 3%						Соответствие

Выводы:

Оценка _____

Подпись _____

ПРАКТИЧЕСКАЯ РАБОТА № 14

Тема: ЙОДОМЕТРИЯ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТОЧНОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ РАСТВОРА ТИОСУЛЬФАТА НАТРИЯ

Цели

1. Приготовить рабочие растворы йода и тиосульфата натрия. Делать расчеты.
2. Приготовление крахмала как индикатора в йодометрии.
3. Определять точную концентрацию действующих веществ в растворе йодометрическим методом. Определять точную концентрацию содержания веществ в растворах.

Ход работы

Реактивы и оборудование

Дихромат калия, тиосульфат натрия, серная кислота, йодид калия, крахмал, дистиллированная вода. Весы, разновесы, пипетки, бюретки, мерные стаканы, титровальные стаканы.

Опыт 1. Приготовление рабочего раствора тиосульфата натрия и раствора крахмала

1. Приготовление 250 мл 0,1 н рабочего раствора тиосульфата натрия.

1. На весах взвесить 6,25 г тиосульфата натрия.
2. Растворить в охлажденной дистиллированной воде в колбе на 250 мл. Приготовить титровальный раствор тиосульфата натрия из точной навески нельзя, так как эта соль на воздухе быстро выветривается. В водных растворах тиосульфат натрия может разлагаться углекислым газом и кислородом воздуха. Тиосульфат натрия подвергается влиянию микроорганизмов и света, поэтому его готовят приблизительной концентрации и затем устанавливают его титр с помощью дихромата калия.

Записать уравнение реакции разложения тиосульфата натрия под действием углекислого газа и кислорода.

2. Приготовление раствора крахмала.

1. Смешать 0,5 г крахмала с 5 мл холодной воды и влить полученную взвесь, перемешивая в 100 мл кипящей воды.
2. Добавить 1 г салициловой кислоты или хлорида цинка.
3. Раствор охладить.
4. Приготовленный раствор должен давать синее окрашивание с 2–3%-ной йодной настойкой, если этого не происходит, то раствор пригоден для анализа.

Опыт 2. Установка титра раствора тиосульфата натрия по дихромату калия

Дихромат калия — исходное вещество для установки титра раствора тиосульфата натрия, он не содержит кристаллизационной воды. Растворы его очень устойчивы. Дихромат калия — сильный окислитель, поэтому непосредственное титрование раствора тиосульфата натрия не производится в связи с возникновением побочных реакций и трудностью определения точки эквивалентности. Для этого применяют метод замещения. Для этого используют

вспомогательный раствор йодида калия. Установка титра тиосульфата по дихромату сводится к тому, что дихромат калия как окислитель выделяет из йодида калия свободный йод в количестве, эквивалентном взятой навеске дихромата калия, а выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия.

1. В колбу для титрования на 500 мл прилить 20 мл раствора 0,1 н $K_2Cr_2O_7$, 20 мл 10%-ного раствора KI, 40 мл 2 н раствора H_2SO_4 .

2. Выдержать 3–5 мин и добавить 100 мл воды.

3. Выделившийся йод титровать приготовленным раствором $Na_2S_2O_3$. В начале титрование вести без индикатора и только после того, как раствор станет светло-желтым, прибавить 3 мл раствора крахмала и продолжать титрование до исчезновения синей окраски и появления зеленой.

4. Титрование провести три раза. $V_1 =$ _____; $V_2 =$ _____; $V_3 =$ _____.

5. Вычислить средний объем по формуле.

6. Расчитайте коэффициент поправки.

Запишите уравнение реакции взаимодействия дихромата калия с йодидом калия в присутствии серной кислоты:

Запишите уравнение реакции взаимодействия тиосульфата натрия с йодом:

Обработка результатов

$$V_{\text{ср}} = \frac{V_1 + V_2 + V_3}{3} = \frac{\quad + \quad + \quad}{\quad} =$$

По закону эквивалентов $C_n(Na_2S_2O_3) \cdot V(Na_2S_2O_3) = C_n(K_2Cr_2O_7) \cdot V(K_2Cr_2O_7)$ рассчитайте неизвестную концентрацию эквивалента щавелевой кислоты, если точно известна молярная концентрация эквивалента раствора соли:

$$C_n(Na_2S_2O_3) = \frac{C_n(K_2Cr_2O_7) \cdot V(K_2Cr_2O_7)}{V(Na_2S_2O_3)} = \frac{\quad * \quad}{\quad} =$$

Заполните таблицу:

Объем раствора $K_2Cr_2O_7$, мл	$V_{\text{ср}}$ раствора $Na_2S_2O_3$, мл	Концентрация раствора $K_2Cr_2O_7$	Концентрация раствора $Na_2S_2O_3$

Вычисление коэффициента поправки:

$$K = \frac{m_1 \cdot 1000}{M_1 \cdot c_1 \cdot V} = \frac{\quad \cdot 1000}{\quad \cdot \quad \cdot \quad} =$$

где m_1 — масса навески установочного вещества, 0,294 г; M_1 — молярная масса эквивалента установочного вещества, 147 г/моль экв; c_1 — заданная молярная концентрация вещества в растворе, 0,1 моль/дм³; V — объем анализируемого раствора, израсходованный на титрование, 20,5 см³.

Опыт 3. Определение содержание йода в йодной настойке

Заполните таблицу:

Метод титрования	Титрант	Установочное вещество	Индикатор, точка эквивалентности	Особенности метода	Определяемые вещества
Йодометрия (определение восстановителей)					
Йодометрия (определение окислителей)					

Запишите уравнение реакции взаимодействия тиосульфата натрия с йодом:

1. Для анализа использовать 5%-ный спиртовой раствор йода.
2. Перемешать 2 мл раствора йода в колбе для титрования объемом 200 мл.
3. Титровать раствором $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (с установленной концентрацией из опыта 2) до желтого окрашивания раствора.
4. Затем добавить 3 мл раствора крахмала и титровать снова раствором $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ до исчезновения синего окрашивания.
5. Титрование провести три раза. $V_1 =$ _____; $V_2 =$ _____; $V_3 =$ _____.
6. Определить концентрацию спиртового раствора йода. Результаты измерений записать в таблицу.

Обработка результатов

$$M_3(I_2) = \frac{M(I) \cdot 2}{2} = \frac{\quad \cdot 2}{2} =$$

$$V_{\text{ср}} = \frac{V_1 + V_2 + V_3}{3} = \frac{\quad + \quad + \quad}{\quad} =$$

$$C, \%(\text{йода}) = \frac{C_{\text{н}}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot M(I_2)_3 \cdot 100}{1000 \cdot V(I_2)} =$$

$$= \frac{\quad \cdot \quad \cdot 100}{1000 \cdot \quad} =$$

Заполните таблицу:

Объем раствора I_2 , спиртовой раствор, мл	$V_{\text{ср}}$ раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, мл	Нормальная концентрация раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	Процентная концентрация раствора I_2 , спиртовой раствор

Опыт 4

Приготовить 300 г 15%-ного раствора соляной кислоты из концентрированной с $\rho = 1,16$ г/мл, учитывая, что концентрация соляной кислоты 37,1%.

Самостоятельная работа

1. Ответьте на вопросы.

1. Особенности метода йодометрии, определение восстановителей.

2. Записать частные реакции на катион висмута.

2. Решите задачу.

Приготовить 0,03 н раствор азотной кислоты.

ПРАКТИЧЕСКАЯ РАБОТА № 15

Тема: БРОМОМЕТРИЯ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ РЕЗОРЦИНА

Цели

1. Определять массовую долю вещества методом бромометрии.
2. Владеть техникой вычисления.

Ход работы

Реактивы и оборудование

Бромат калия, бромид калия, йодид калия, тиосульфат натрия, серная кислота, хлороформ, резорцин, дистиллированная вода. Весы, бюретки, колбы, цилиндры.

Опыт 1. Приготовление 100 мл 0,1 н раствора бромата калия

Раствор бромата калия точной концентрации готовится из навески бромата калия.

1. Взвесить 0,2784 г бромата калия. Предварительно перекристаллизованного при температуре 150°C.
2. Растворить в дистиллированной воде в колбе на 100 мл и закрыть притертой крышкой.
3. Рассчитать титр и нормальность полученного раствора:

$$M_3(\text{KBrO}_3) = 28 \text{ г/моль экв.}$$

$$T(\text{KBrO}_3) = \frac{m}{V} = \frac{\quad}{\quad} = \quad$$

$$C_n = \frac{T \cdot 1000}{M_3} = \frac{\quad}{\quad} = \quad$$

Опыт 2. Определение содержания резорцина

Заполните таблицу:

Метод титрования	Титрант	Установочное вещество	Индикатор, точка эквивалентности	Особенности метода	Определяемые вещества

1. 0,1 г резорцина растворить в 20 мл дистиллированной воды и довести объем до 100 мл.
2. В емкость на 200 мл поместить 20 мл раствора резорцина, 30 мл 0,1 н раствора бромата калия, 5 мл 10%-ного раствора бромида калия, 5 мл 50%-ного раствора серной кислоты, перемешать, закрыть притертой крышкой и оставить на 15 мин.
3. Затем добавить 10 мл 10%-ного раствора йодида калия, перемешать, закрыть притертой крышкой и оставить еще на 10 мин в темном месте.
4. Добавить к смеси 2 мл хлороформа.
5. Титровать 0,1 н раствором тиосульфата натрия выделившийся йод.
6. Титрование повторите 3–4 раза. $V_1 = \quad$; $V_2 = \quad$; $V_3 = \quad$.
7. Рассчитать процентное содержание резорцина. Результаты измерений запишите в таблицу.

8. Запишите уравнение реакции при титровании резорцина методом титрования заместителя.

Обработка результатов

$$C, \% = \frac{V_1(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot C_{\text{н}}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot M_{\text{э}}(\text{C}_6\text{H}_4(\text{OH})_2) \cdot 100}{1000 \cdot V(\text{C}_6\text{H}_4(\text{OH})_2)} =$$

$$= \frac{\cdot \cdot \cdot 100}{1000 \cdot \cdot} =$$

$$V_{\text{ср}} = \frac{V_1 + V_2 + V_3}{3} = \frac{\cdot + \cdot}{\cdot} =$$

где $V_1(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ — объем раствора, пошедшего на титрование; $C_{\text{н}}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ — 0,1 н; $M_{\text{э}}$ (резорцина $\text{C}_6\text{H}_4(\text{OH})_2$) — 55 г/моль экв; V (резорцина $\text{C}_6\text{H}_4(\text{OH})_2$) — 20 мл.

Заполните таблицу:

Объем раствора (резорцина $\text{C}_6\text{H}_4(\text{OH})_2$), мл	$V_{\text{ср}}$ раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, мл	Концентрация раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	Концентрация раствора (резорцина $\text{C}_6\text{H}_4(\text{OH})_2$)	Объем (резорцина $\text{C}_6\text{H}_4(\text{OH})_2$)

Опыт 3

Решите задачу.

Вычислить нормальную концентрацию и титр раствора гидроксида натрия, если при титровании им раствора, содержащего навеску 0,2753 г щавелевой кислоты, растворенной в произвольном объеме воды, пошло 44,60 мл гидроксида натрия.

Самостоятельная работа

1. Ответить на вопросы.

1. Дать краткую характеристику бромометрии.

2. Перечислить катионы пятой аналитической группы. Групповой реактив.

2. Решите задачу.

Сколько граммов карбоната натрия было взято, если после растворения его в мерной колбе на 250 мл и доведения водой до метки на титрование 25 мл полученного раствора пошло 37,20 мл 0,1010 н раствора хлороводородной кислоты?

3. Аналитическая задача.

Качественный анализ						
Исследуемое вещество	Катион	Анион	№ группы		Определяющий реактив	
CrCl ₃			Катион	Анион	Катион	Анион
Уравнения реакций						Аналитический эффект
Катион						
Анион						
Количественный анализ						
Название метода						
Дано:						Уравнение
$V = 7,0$ $T = 0,0055$ $a = 3$						C, %
Резорцин 1,3%						Соответствие

Выводы:

Оценка _____

Подпись _____

ПРАКТИЧЕСКАЯ РАБОТА № 16

Тема: АРГЕНТОМЕТРИЯ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТОЧНОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ РАСТВОРА НИТРАТА СЕРЕБРА И БРОМИДА КАЛИЯ

Цели

1. Определять точную концентрацию раствора нитрата серебра.
2. Определять концентрацию действующих веществ в растворах аргентометрическим методом.

Ход работы

Реактивы и оборудование

Нитрат серебра, хромат калия, хлорид натрия, бромид калия, дистиллированная вода. Весы, бюретки, пипетки, титровальные стаканчики.

Опыт 1. Приготовление 200 мл 0,05 н раствора нитрата серебра

Нитрат серебра не относят к тем веществам, из которых можно приготовить раствор заданной концентрации по точно взятой навеске, т. е. он не является исходным веществом, поэтому готовят раствор примерно нужной концентрации, а титр и нормальность устанавливают по результатам титрования.

1. Взвесить 1,6988 г нитрата серебра.
2. Растворить навеску в 50 мл дистиллированной воды в колбе на 200 мл.
3. Раствор хранить в склянке из темного стекла. Однако и при надлежащем хранении титра нитрата серебра меняется с течением времени, и его надо время от времени проверять.

Опыт 2. Приготовление исходного раствора 0,05 н хлорида натрия 100 мл

1. Взвесить на весах 0,2922 г хлорида натрия.
2. Перенести навеску в колбу на 100 мл и растворить в дистиллированной воде, доводя до метки, и хорошо перемешать.
3. Рассчитать титр и нормальность хлорида натрия.

Обработка результатов

Вычислите титр и нормальную концентрацию раствора хлорида натрия по формуле

$$C_n(\text{NaCl}) = \frac{T \cdot 1000}{\Xi} = \frac{\quad \cdot 1000}{\quad} =$$

$$T(\text{NaCl}) = \frac{m}{V} = \frac{\quad}{\quad} =$$

$$\Xi(\text{NaCl}) = \frac{M}{1} = \frac{\quad}{1} =$$

Опыт 3. Определение титра раствора нитрата серебра

Заполните таблицу:

Метод титрования	Титрант	Установочное вещество	Индикатор, точка эквивалентности	Особенности метода	Определяемые вещества
Метод Фольгарда					

Запишите уравнения реакции взаимодействия хлорида натрия и нитрата серебра:

1. Бюретку заполнить 0,05 н раствором нитрата серебра.
2. В колбу для титрования поместить 10 мл приготовленного раствора NaCl, добавить 1 мл 5%-ного раствора хромата калия.
3. Титровать до перехода желтой окраски раствора в красноватую. Титрование в конце проводят медленно, хорошо перемешивая раствор.
4. Титрование проводят трижды. $V_1 =$ _____; $V_2 =$ _____; $V_3 =$ _____.
5. Рассчитать титр и нормальную концентрацию раствора нитрата серебра. Результаты измерений запишите в таблицу.

Обработка результатов

$$\begin{aligned} \mathcal{E}(\text{AgNO}_3) &= \frac{M}{1} = \frac{\quad}{1} = \quad \\ T(\text{AgNO}_3) &= \frac{C_{\text{н}} \cdot \mathcal{E}}{1000} = \frac{\quad \cdot \quad}{1000} = \quad \\ C_{\text{н}}(\text{AgNO}_3) &= \frac{V(\text{NaCl}) \cdot C_{\text{н}}(\text{NaCl})}{V(\text{AgNO}_3)} = \frac{\quad \cdot \quad}{\quad} = \quad \\ V_{\text{ср}} &= \frac{V_1 + V_2 + V_3}{3} = \frac{\quad + \quad + \quad}{\quad} = \quad \end{aligned}$$

Заполните таблицу:

Объем раствора NaCl, мл	$V_{\text{ср}}$ раствора AgNO ₃ , мл	Концентрация раствора NaCl	Концентрация раствора AgNO ₃	Титр AgNO ₃

Опыт 4. Определение массовой доли бромида калия методом Мора

Заполните таблицу:

Метод титрования	Титрант	Установочное вещество	Индикатор, точка эквивалентности	Особенности метода	Определяемые вещества
Метод Мора					

Запишите уравнения реакции взаимодействия хлорида калия и нитрата серебра:

1. В колбу для титрования на 100 мл поместить некоторый объем раствора KBr, добавить воды до метки и перемешать.
2. Для титрования отобрать 10 мл раствора, добавить 1 мл 5%-ного раствора хромата калия.
3. Титровать раствором нитрата серебра, титрованного в опыте № 3, до появления красноватой окраски.
4. Титрование проводят трижды. $V_1 =$ _____; $V_2 =$ _____; $V_3 =$ _____.
5. Рассчитать содержание бромида калия по формуле. Результаты измерений запишите в таблицу.

Обработка результатов

$$\begin{aligned} \Xi(\text{KBr}) &= \frac{M}{1} = \frac{\quad}{1} = \quad \\ C, \%(\text{KBr}) &= \frac{V(\text{AgNO}_3) \cdot C_{\text{н}}(\text{AgNO}_3) \cdot 100 \cdot \Xi(\text{KBr})}{1000 \cdot V(\text{KBr})} = \\ &= \frac{\quad \cdot \quad}{\quad} = \quad \\ V_{\text{ср}} &= \frac{V_1 + V_2 + V_3}{3} = \frac{\quad + \quad + \quad}{\quad} = \end{aligned}$$

Заполните таблицу:

Объем раствора KBr, мл	$V_{\text{ср}}$ раствора AgNO_3 , мл	Концентрация раствора $\text{C}_{\text{н}}\text{AgNO}_3$	Концентрация раствора $C, \%$, KBr

Опыт 5

Решите задачу.

Рассчитать титр 0,5 н раствора ортофосфорной кислоты.

Самостоятельная работа

1. Ответьте на вопросы.

1. Дать краткую характеристику методу Мора.

2. Перечислить катионы первой аналитической группы.

2. Решите задачу.

Рассчитать титр 0,05 н раствора гидроксида калия.

3. Аналитическая задача.

Качественный анализ						
Исследуемое вещество	Катион	Анион	№ группы		Определяющий реактив	
KCl			Катион	Анион	Катион	Анион
Уравнения реакций						Аналитический эффект
Катион						
Анион						
Количественный анализ						
Название метода						
Дано:						Уравнение
$V = 7,0$ $T = 0,0085$ $a = 3$						C, %
KCl 1,98%						Соответствие

Выводы:

Оценка _____

Подпись _____

ПРАКТИЧЕСКАЯ РАБОТА № 17

Тема: КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЯ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТОЧНОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ РАСТВОРА ТРИЛОНА Б. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ХЛОРИДА КАЛЬЦИЯ В РАСТВОРЕ

Цели

1. Определять концентрацию действующего вещества в растворах комплексонометрическим методом.
2. Готовить титрованный раствор. Определять точную концентрацию раствора Трилона Б. Определять точку эквивалентности.

Ход работы

Реактивы и оборудование

Трилон Б, аммиачная буферная смесь, хлорид кальция, индикаторы: кислотный хром черный специальный и кислотный хром темно-синий, разбавленная серная кислота, 90%-ный раствор спирта этилового, дистиллированная вода. Весы, бюретка, колба коническая, пипетки Мора.

Опыт 1. Приготовление 200 мл 0,05 н раствора Трилона Б

Трилон Б отвечает требованиям, предъявленным к исходным веществам, поэтому его раствор с точно известной концентрацией можно приготовить по точной навеске.

1. Рассчитать и взвесить навеску Трилона Б.
2. Растворить навеску в дистиллированной воде в колбе на 200 мл.
3. Рассчитать титр Трилона Б.

Обработка результатов.

Навеску для приготовления раствора рассчитывают по формуле

$$m(\text{Трилон Б}) = \frac{N \cdot M_{\text{э}} \cdot V}{1000} = \frac{\quad \cdot \quad}{1000} =$$

$$M_{\text{э}}(\text{Трилон Б}) = 186 \text{ г/моль экв};$$

$$T(\text{Трилон Б}) = \frac{m}{V} = \frac{\quad}{\quad} =$$

Опыт 2. Приготовление аммиачной буферной смеси и растворов индикаторов

Аммиачная буферная смесь.

Смешать 100 мл 20%-ного раствора NH_4Cl со 100 мл 20%-ного раствора NH_4OH и разбавить смесь дистиллированной водой до 1 л.

Индикатор кислотный хром черный специальный.

Растворить 0,5 г индикатора в 10 мл аммиачного буферного раствора и добавить 90 мл 96%-ного раствора этилового спирта. Раствор годен 10 сут.

Индикатор кислотный хром темно-синий.

Растворить 0,5 г индикатора в 10 мл аммиачного буферного раствора и добавить 90 мл 96%-ного раствора этилового спирта.

Опыт 3. Определение содержания хлорида кальция в растворе

Заполните таблицу:

Метод титрования	Титрант	Установочное вещество	Индикатор, точка эквивалентности	Особенности метода	Определяемые вещества

Запишите уравнения реакции взаимодействия Трилона Б и хлорида кальция:

1. Бюретку заполнить раствором Трилона Б.
2. В колбу для титрования поместить 10 мл раствора хлорида кальция, 60–70 мл воды, 5 мл аммиачного буферного раствора, 7 капель индикатора кислотного хрома черного специального.
3. Титровать 0,05 н раствором Трилона Б до перехода окраски в синюю с зеленоватым оттенком. Если возьмете индикатор кислотный хром темно-синий, то розовая окраска переходит в синюю. Появление сиреневой окраски показывает приближение точки эквивалентности. Когда раствор станет сиреневым, Трилон Б следует прибавлять осторожно. В точке эквивалентности сиреневый раствор исчезает и становится синим.
4. Титрование проводят трижды. $V_1 = 49,9$; $V_2 = 50$; $V_3 = 50,1$.
5. Рассчитать $C\%$ концентрацию раствора хлорида кальция CaCl_2 . Результаты измерений запишите в таблицу.

Обработка результатов

$$\begin{aligned} \text{Э}(\text{CaCl}_2) &= \text{Э}(\text{CaCl}_2) = \frac{M}{2} = \frac{\quad}{2} = \quad \\ C\%(\text{CaCl}_2) &= \frac{C_n(\text{Трилон Б}) \cdot V(\text{Трилон Б}) \cdot \text{Э}(\text{CaCl}_2) \cdot 100}{1000 \cdot V(\text{CaCl}_2)} = \\ &= \frac{\quad \cdot \quad \cdot 100}{1000 \cdot \quad} = \quad \\ V_{\text{ср}} &= \frac{V_1 + V_2 + V_3}{3} = \frac{\quad + \quad + \quad}{\quad} = \quad \end{aligned}$$

Заполните таблицу:

Объем раствора CaCl_2 , мл	$V_{\text{ср}}$ раствора Трилона-Б, мл	Нормальная концентрация раствора Трилона Б	Концентрация раствора CaCl_2

Опыт 4

Решите задачу.

Какая масса 80%-ного раствора серной кислоты с плотностью 1,7 г/мл потребуется для приготовления 200 г 10%-ного раствора? Какова масса воды потребуется для этой цели?

Самостоятельная работа

1. Ответить на вопросы

1. Особенности метода комплексонометрии.

2. Специфические реакции на катионы Ba^{2+} и Ca^{2+}

2. Решите задачу:

Какие массы воды и соли требуются для приготовления 500 г 3%-ного раствора?

3. Аналитическая задача.

Качественный анализ						
Исследуемое вещество	Катион	Анион	№ группы		Определяющий реактив	
MgCl ₂			Катион	Анион	Катион	Анион
Уравнения реакций						Аналитический эффект
Катион						
Анион						
Количественный анализ						
Название метода						
Дано:						Уравнение
$V = 6,3$ $T = 0,0095$ $a = 1$						C, %
MgCl ₂ 5,98%						Соответствие

Выводы:

Оценка _____

Подпись _____

ПРАКТИЧЕСКАЯ РАБОТА № 18

Тема: РЕФРАКТОМЕТРИЯ. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЯ

Цели

1. Эксплуатировать ФЭК и рефрактометр.
2. Получить данные для построения калибровочного графика и построить его на примере определения содержания белка биуретовым методом.
3. Способы оценки полученных результатов при фотоэлектроколориметрии — формула расчета, калибровочный график.
4. Построить калибровочный график.
5. Определить концентрацию вещества с использованием калибровочного графика.
6. Рассчитывать результат исследования.

Ход работы

Реактивы и оборудование

Раствор NaOH, 0,1 М; таблетка фурацилина, рибофлавин для инъекций, 5%-ная глюкоза для инъекций, вода очищенная. ФЭК, набор кювет, штатив с пробирками, рефрактометр, колбы мерные, бюретки; салфетки.

Опыт 1. Фотоколориметрия

1. Общий порядок работы на фотоэлектроколориметре.

1. Фотоэлектроколориметр включается за 15 мин до начала измерений. Во время прогрева прибора кюветное отделение должно быть открыто.
2. Устанавливают необходимый светофильтр (длина волны света, при которой производится измерение, обычно указывается в методике).
3. Проверяют установку нуля при открытом кюветном отделении, если стрелка прибора отклонена от нулевого деления, устанавливают ее регулировочным винтом.
4. В кюветное отделение устанавливают кюветы с опытным и контрольным растворами.
5. Устанавливают кювету с контрольным раствором под световой пучок и закрывают крышку кюветного отделения.
6. При помощи регулировочных рукояток «чувствительность» и «установка нуля» устанавливают ноль по шкале оптической плотности или 100% — по шкале коэффициента пропускания.
7. При помощи рукоятки меняют кювету с контрольным раствором на кювету с исследуемым раствором.
8. Снимают показания оптической плотности или коэффициента пропускания.
9. Измерение проводят обычно 3–5 раз и окончательное значение находят как среднее арифметическое.
10. По окончании работы выключить тумблер «сеть».

Таблица соответствия цвета фильтра длине волны света

Длина волны, нм	Цвет фильтра	Цвет раствора
400–435	Фиолетовый	Желто-зеленый
435–480	Синий	Желтый
480–490	Зеленовато-синий	Оранжевый
490–500	Сине-зеленый	Красный
500–560	Зеленый	Пурпурный

Продолжение табл.

Длина волны, нм	Цвет фильтра	Цвет раствора
560–580	Желто-зеленый	Фиолетовый
580–595	Желтый	Синий
595–605	Оранжевый	Зеленовато-синий
605–730	Красный	Сине-зеленый
730–760	Пурпурный	Зеленый

2. Определение концентрации фурацилина методом стандартных растворов.

Метод основан на измерении поглощения щелочных растворов фурацилина и сравнении оптической плотности стандартного и анализируемого растворов.

1. Приготовить стандартный раствор с содержанием фурацилина 0,01 мг/мл. Для этого таблетку фурацилина 20 мг растереть в фарфоровой чашке ступкой и добавить 20 мл 0,1 М раствора гидроксида натрия, затем довести до 200 мл водой.

2. В мерную колбу вместимостью 50 мл поместить 0,5 мл приготовленного раствора фурацилина и довести до метки водой. Оставить на 20 мин.

3. Фотоколориметрировать в кювете толщиной 50 мм со всеми светофильтрами и выбирать светофильтр, соответствующий максимальному поглощению. Синий светофильтр — длина волны 435–480 нм.

4. Концентрацию фурацилина в растворе C_x (в мг/мл) вычисляют по формуле. Расчет выполняется по способу простой арифметической пропорции, где по трем величинам рассчитывается четвертая искомая. Измерения повторяют несколько раз и рассчитывают среднее значение C_x .

$$E_{\text{ст}} \rightarrow C_{\text{ст}};$$

$$E_{\text{оп}} \rightarrow C_x;$$

$$C_x = \frac{E_{\text{оп}} \cdot C_{\text{ст}}}{E_{\text{ст}}} = \frac{\quad \cdot \quad}{\quad} =$$

где $E_{\text{ст}}$ — оптическая плотность (экстинция) стандартного раствора; $E_{\text{оп}}$ — оптическая плотность (экстинция) опытной (исследуемой) диагностической пробы; $C_{\text{ст}}$ — известная концентрация стандартного раствора; C_x — искомая концентрация диагностической пробы.

3. Определение рибофлавина методом калибровочного графика.

В основе работы лежит измерение интенсивности собственной окраски рибофлавина (витамина В₂) в растворах различных концентраций.

1. Приготовить стандартные растворы. В пять мерных колб вливают определенные объемы исходного раствора рибофлавина, содержащие:

0,5 мг рибофлавина (1 ампулу рибофлавина 10 мг/1 мл растворить в 20 мл воды);

1,0 мг рибофлавина (1 ампулу рибофлавина 10 мг/1 мл растворить в 10 мл воды);

1,5 мг рибофлавина (1 ампулу рибофлавина 10 мг/1 мл растворить в 6,6 мл воды);

2,0 мг рибофлавина (1 ампулу рибофлавина 10 мг/1 мл растворить в 5 мл воды);

2,5 мг рибофлавина (1 ампулу рибофлавина 10 мг/1 мл растворить в 4 мл воды).

2. Используйте один из растворов, выберите оптимальный светофильтр, соответствующий максимальному поглощению вещества (синий светофильтр, длина волны 435–480 нм), измерения проводить в кювете с $l = 50$ нм.

3. Измерьте оптическую плотность стандартных растворов в той же кювете с выбранным светофильтром.

4. По полученным данным постройте градуировочный график. На оси X — концентрация стандартных растворов рибофлавина, на оси Y — оптическая плотность соответственно.



5. Одну ампулу рибофлавина растворить в некотором количестве воды, не больше 20 мл.

6. Измерить оптическую плотность анализируемого раствора и по градуировочному графику определить содержание рибофлавина (мг). $C = \text{_____}$ мг/мл.

Опыт 2. Рефрактометрия

1. Приготовить 5%-ный раствор глюкозы. Для этого вскрыть ампулу с 5%-ным раствором глюкозы для инъекций. Приготовить пипетку.

2. На призму рефрактометра нанести несколько капель воды и салфеткой аккуратно вытереть ее, тем самым проводя очистку и подготовку прибора к работе. Данное действие повторить несколько раз.

3. Пипеткой на призму нанести несколько капель воды очищенной и по шкале найти показатель преломления ($n_0 = 1,3323$), установить границу отсчета.

4. Осторожно вытереть призму насухо, как в начале испытания. Затем нанести на призму несколько капель испытуемого раствора — 5%-ный раствор глюкозы для инъекций. Найти показатель преломления (например, $n = 1,3413$).

5. Определите процентное содержание глюкозы, если $n = 1,3395$.

Пример:

$$C_x = \frac{n - n_0}{F \cdot 100},$$

где 0,00142 — фактор показателя преломления безводной глюкозы.

Результат:

$$C_x = \frac{n - n_0}{F \cdot 100} = \frac{1,3413 - 1,3323}{0,00142 \cdot 100} = 0,0633803.$$

Отклонение по ФС должно быть $\pm 10\%$:

$$\begin{aligned} 5\% & \text{ — } 0,05 \\ x\% & \text{ — } 0,06 \rightarrow \\ x & = \frac{5 \cdot 0,06}{0,05} = 6 \end{aligned}$$

Рассчитать допустимое отклонение, если оно равно ± 10 .

$$5\% \text{ — } 100\%$$

$$x \text{ — } 10\%,$$

откуда следует

$$x = \frac{5 \cdot 10}{100} = 0,5\%$$

$$5\% + 0,5\% = 5,5\%$$

$5 - 0,5\% = 4,5\%$; от 4,5 до 5,5%, что не соответствует требованиям НД, так как 6% не входит в данный цифровой интервал процентных допустимых отклонений.

$$C_x = \frac{n - n_0}{F \cdot 100} = \frac{\quad}{\quad} =$$

Переводим в проценты:

$$5\% \text{ — } 0,05$$

$$x \text{ — } \quad$$

$$x = \frac{\quad}{\quad} =$$

Соответствие _____

Самостоятельная работа

1. Ответить на вопросы.

1. На чем основан метод рефрактометрии?

2. Перечислите катионы второй аналитической группы. Какое вещество является групповым реактивом?

2. Решите задачу:

Напишите математическое выражение для скорости реакции, протекающей между
 $\text{Na}_2\text{CO}_3 + 2\text{HCl} \rightarrow 2\text{NaCl} + \text{CO}_2\uparrow + \text{H}_2\text{O}$.

ПРАКТИЧЕСКАЯ РАБОТА № 19

Тема: ИТОГОВОЕ ЗАНЯТИЕ ПО РАЗДЕЛУ «КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ»

Цели

1. Делать расчеты по приготовлению титрованных растворов.
2. Определять фактор эквивалентности.
3. Работа с мерной посудой и аналитическими весами.

Ход работы

1. Заполнить таблицу.

№ п/п	Метод	Рабочий раствор	Установочное вещество	Условия титрования	рН среды	Изменения в точке эквивалента	Исследуемое вещество
1	Алкалиметрия						
2	Ацидиметрия						
3	Перманганатометрия						
4	Йодометрия						
5	Бромометрия						
6	Нитрометрия						

Продолжение табл.

№ п/п	Метод	Рабочий раствор	Установочное вещество	Условия титрования	рН среды	Изменения в точке эквивалента	Исследуемое вещество
7	Метод Мора						
8	Метод Фольгарда						
9	Комплексонометрия						

2. Решить тестовые задания.

1. Магния сульфат определяют методом прямого комплексонометрического титрования. Выберите титрант метода:

- а) раствор йода монохлорида;
- б) раствор Трилона Б;
- в) раствор хлористоводородной кислоты;
- г) раствор натрия гидроксида;
- д) раствор натрия тиосульфата.

2. Для определения массовой доли калия бромиды выбран метод Мора. Укажите титрант метода:

- а) раствор Трилона Б;
- б) раствор йода;
- в) раствор натрия тиосульфата;
- г) раствор серебра нитрата;
- д) раствор серной кислоты.

3. Приготовлен раствор калия перманганата. Выберите стандартное вещество для определения его титра:

- а) цинка оксид;
- б) магния сульфат;
- в) калия хлорид;
- г) натрия оксалат;
- д) натрия тетраборат.

4. Определяемое вещество реагирует с титрантом стехиометрично с достаточной скоростью. Укажите способ титрования:

- а) дистанционное титрование;
- б) обратное титрование;
- в) заместительное титрование;
- г) посредственный метод титрования;
- д) прямое титрование.

5. Концентрацию этилового спирта во многих лекарственных формах и настойках определяют рефрактометрическим методом. При этом измеряют:
- а) угол падения луча света;
 - б) показатель преломления растворителя;
 - в) угол полного внутреннего отражения луча света;
 - г) показатель преломления раствора;
 - д) угол преломления.
6. Анализируемые растворы содержат натрия хлорид и одну из солей, указанную ниже. В каком случае возможно определение хлоридов по методу Мора?
- а) Na_2CO_3 ;
 - б) $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$;
 - в) NaCH_3COO ;
 - г) Na_3PO_4 ;
 - д) Na_3AsO_4 .
7. Раствор калия йодида титруют стандартным раствором серебра нитрата (прямое титрование). Выберите индикатор:
- а) железо-аммонийные квасцы;
 - б) калия хромат;
 - в) флуоресцеин;
 - г) натрия арсенат;
 - д) дифенилкарбазон.
8. Раствор содержит смесь хлороводородной и азотной кислот. Предложите титриметрический метод количественного определения хлороводородной кислоты:
- а) комплексонометрия;
 - б) аргентометрия (по Мору);
 - в) меркурометрия;
 - г) кислотно-основное титрование.
9. Концентрацию стрептоцида определяют методом броматометрического титрования. Выберите индикатор:
- а) дифенилкарбазон;
 - б) фенолфталеин;
 - в) флуоресцеин;
 - г) метиловый оранжевый.
10. Укажите, в какой среде следует выполнять определение галогенид-ионов по методу Фольгарда:
- а) в нейтральной;
 - б) в уксуснокислой;
 - в) в азотнокислой;
 - г) в слабощелочной;
 - д) в сильнощелочной.
11. В методе йодометрии конечную точку титрования определяют с помощью синдикатора крахмала, который при определении окислителей следует прибавлять:
- а) в процессе титрования;
 - б) в начале титрования;
 - в) когда оттитровано 50% определяемого вещества;
 - г) в точке эквивалентности;
 - д) в конце титрования.

12. Укажите стандартные вещества, которые используют для стандартизации титрантов метода алкалиметрии (NaOH, KOH):

- а) сульфаниловая и салициловая кислоты;
- б) уксусная и янтарная кислоты;
- в) муравьиная и уксусная кислоты;
- г) сульфаниловая и щавелевая кислоты;
- д) щавелевая и янтарная кислоты.

13. При определении КВг в лекарственной форме методом Мора в качестве индикатора используют:

- а) флуоресцеин;
- б) железа (III) тиоцианат;
- в) калия хромат;
- г) мурексид;
- д) тропеолин ОО.

14. Укажите стандартные вещества, которые используют для стандартизации титрантов метода ацидиметрии (HCl, H₂SO₄):

- а) NaCl, KCl;
- б) Na₂C₂O₄, Na₂S₂O₃;
- в) K₂Cr₂O₇, KMnO₄;
- г) MgSO₄, ZnSO₄;
- д) Na₂CO₃, Na₂B₄O₇.

15. Сульфаниламиды содержат в своей структуре первичную ароматическую аминогруппу. Укажите метод количественного определения этих соединений:

- а) йодометрия;
- б) нитритометрия;
- в) дихроматометрия;
- г) перманганатометрия.

16. Определение оксида мышьяка (III) в лекарственных препаратах проводят йодометрическим методом. Выберите индикатор:

- А) тропеолин ОО;
- б) мурексид;
- в) раствор крахмала;
- г) эозин;
- д) фенолфталеин.

17. Концентрацию кальция хлорида определяют методом прямого комплексонометрического титрования. Выберите индикатор для фиксирования конечной точки титрования:

- а) крахмал;
- б) фенолфталеин;
- в) метиловый красный;
- г) эозин;
- д) эриохром черный Т.

18. Укажите стандартный раствор (титрант), который используют в методе Фольгарда (способ прямого титрования):

- а) серебра нитрат;
- б) натрия хлорид;
- в) аммония тиоцианат;
- г) калия хромат;
- д) калия дихромат.

19. Укажите титриметричный метод анализа, основанный на образовании комплексных соединений с органическими реагентами:

- а) аргентометрия;
- б) комплексонометрия;
- в) перманганатометрия;
- г) алкалиметрия;
- д) ацидиметрия.

20. Укажите, какую кислоту прибавляют для создания среды при титровании стандартным раствором калия перманганата:

- а) азотную;
- б) уксусную;
- в) серную;
- г) бензойную.

21. Методом перманганатометрии определяют H_2O_2 в сильно кислой среде. Укажите, какую кислоту используют для создания pH среды:

- а) H_3PO_4 ;
- б) HCl ;
- в) HNO_3 ;
- г) CH_3COOH ;
- д) H_2SO_4 .

22. В методе определения веществ кислотного характера используют стандартный раствор щелочи. Этот метод называют:

- а) гравиметрия;
- б) ацидиметрия;
- в) комплексонометрия;
- г) редоксиметрия;
- д) алкалиметрия.

23. Укажите, какой аналитический эффект наблюдают при фиксировании конечной точки титрования в методе Фольгарда:

- а) образование осадка желтого цвета;
- б) образование осадка красного цвета;
- в) окрашивание раствора в желтый цвет;
- г) образование осадка бурого цвета;
- д) окрашивание раствора в красный цвет.

24. Концентрацию магния сульфата в лекарственном препарате определяют методом комплексонометричного титрования. Предложите индикатор для фиксирования конечной точки титрования:

- а) фенолфталеин;
- б) эриохром черный Т;
- в) метиловый оранжевый;
- г) дифенилкарбазон;
- д) эозин.

25. Укажите, с помощью каких индикаторов определяют конечную точку титрования в методе кислотно-основного титрования:

- а) редокс-индикаторов;
- б) адсорбционных индикаторов;
- в) pH-индикаторов;
- г) люминесцентных индикаторов;
- д) металлоиндикаторов.

26. Способ титрования, в котором к веществу А, которое анализируют, постепенно прибавляют стандартный раствор до установления конечной точки титрования, называют:
- а) косвенным;
 - б) обратным;
 - в) прямым;
 - г) заместительным;
 - д) титрованием по остатку.
27. Титрант метода нитритометрии — раствор натрия нитрита, его готовят как вторичный стандартный раствор. Выберите стандартное вещество для его стандартизации:
- а) янтарная кислота;
 - б) щавелевая кислота;
 - в) сульфаниловая кислота;
 - г) уксусная кислота.
28. Укажите стандартные растворы, которые в йодометрии используют для прямого и обратного титрование восстановителей:
- а) I_2 , KI;
 - б) $K_2Cr_2O_7$, $Na_2S_2O_3$;
 - в) I_2 , $Na_2S_2O_3$;
 - г) $KMnO_4$, KI;
 - д) $K_2Cr_2O_7$, I_2 .
29. Абсорбционные оптические методы анализа основаны на использовании закона:
- а) Фарадея;
 - б) Гесса;
 - в) Бугера — Ламберта — Бэра;
 - г) Кольрауша;
 - д) Ломеля — Стокса.
30. Количественное определение первичных и вторичных ароматических аминов в лекарственных препаратах осуществляют методом:
- а) цериметрии;
 - б) нитритометрии;
 - в) аскорбинометрии;
 - г) перманганатометрии;
 - д) титанометрии.
31. Укажите безындикаторный метод количественного определения железа (II):
- а) перманганатометрия;
 - б) комплексонометрия;
 - в) аргентометрия.
32. Укажите титриметрический метод количественного определения фенола и его производных:
- а) аскорбинометрия;
 - б) цериметрия;
 - в) нитритометрия;
 - г) перманганатометрия.
33. Приготовили раствор Трилона Б. Выберите стандартное вещество для стандартизации этого раствора:
- а) натрия оксалат;
 - б) натрия тетраборат;
 - в) натрия гидроксид;

- г) кальция карбонат;
- д) калия дихромат.

34. Приготовили 0,1 М раствора серебра нитрата. Выберите стандартное вещество для стандартизации этого раствора:

- а) натрия бензоат;
- б) натрия тетраборат;
- в) натрия гидроксид;
- г) щавелевая кислота;
- д) калия хлорид.

35. Укажите, какая среда должна быть при аргентометрическом титровании галогенидов по методу Фольгарда:

- а) нейтральная или слабощелочная;
- б) азотнокислая;
- в) уксуснокислая;
- г) щелочная.

36. Укажите, какой индикатор используется в методе йодометрии:

- а) фенолфталеин;
- б) крахмал;
- в) калия хромат;
- г) эозинат натрия.

37. В методе комплексонометрии использую индикатор:

- а) метиловый оранжевый;
- б) фенолфталеин;
- в) хромовый темно-синий;
- г) метиловый оранжевый + метиленовая синь.

38. Дополните:

- а) из фиксаналов готовят растворы с ...;
- б) титр показывает содержание массы вещества в ... раствора.

39. При титровании протаргола по методу Фольгарда используют индикатор:

- а) бромфеноловый синий;
- б) тимолфталеин;
- в) железоаммонийные квасцы;
- г) хромат калия;
- д) эозинат натрия.

40. Укажите, какой индикатор используется в методе нейтрализации:

- а) метиловый оранжевый;
- б) бромфеноловый синий;
- в) мурексид;
- г) железо-аммониевые квасцы.

41. Какой реактив надо прибавить к исследуемому раствору для создания необходимой среды при количественном определении по методу комплексонометрии?

- а) Кислота хлористоводородная;
- б) кислота азотная;
- в) кислота серная разбавленная;
- г) натрия гидроксид;
- д) аммиачно-буферный раствор.

42. Индикатор аргентометрического титрования по методу Мора:

- а) эозинат натрия;

- б) дифенилкарбазон;
в) хромат калия.
43. При нитритометрическом титровании используют индикатор:
а) фенолфталеин;
б) кристаллический фиолетовый;
в) тропеолин 00;
г) тимолфталеин.
44. Установите соответствие:
- | | |
|---|---|
| 1) исходные вещества метода алкалиметрии; | а) $\text{H}_2\text{Cr}_2\text{O}_4$, $\text{H}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$; |
| 2) рабочие растворы метода алкалиметрии; | б) HCl , H_2SO_4 ; |
| 3) исходные вещества ацидиметрии; | в) KOH , NaOH ; |
| 4) рабочие растворы метода ацидиметрии; | г) $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$, Na_2CO_3 . |
45. Внешний индикатор нитритометрического метода:
а) тропеолин 00;
б) нейтральный красный;
в) тропеолин 00 и метиленовый синий;
г) йодкрахмальная бумага.
46. К физическим методам количественного определения относится:
а) перманганатометрия;
б) йодометрия;
в) рефрактометрия;
г) броматометрия.
47. Комплексонометрическим методом можно определить содержание всех лекарственных средств, кроме:
а) сульфата цинка;
б) сульфата магния;
в) хлорида кальция;
г) хлорида калия.
48. К кислотно-основным индикатором относятся все, кроме:
а) фенолфталеина;
б) метилового оранжевого;
в) метилового красного;
г) хромового темно-синего.
49. Индикатор комплексонометрического метода:
а) тропеолин 00;
б) нейтральный красный;
в) бромфеноловый синий;
г) хромовый темно-синий.
50. Какой реактив надо прибавить к исследуемому раствору для создания необходимой среды при количественном определении по методу перманганатометрии?
а) Кислота хлороводородная;
б) кислота азотная;
в) кислота серная разбавленная;
г) натрия гидроксид;
д) аммиачно-буферный раствор.
51. Какой реактив надо прибавить к исследуемому раствору для создания необходимой среды при количественном определении по методу нитритометрии?
а) Кислота хлористоводородная;
б) кислота азотная;

- в) кислота серная разбавленная;
- г) натрия гидроксид;
- д) аммиачно-буферный раствор.

52. Методом алкалиметрии можно количественно определить:

- а) KCl ;
- б) $NaHCO_3$;
- в) HCl ;
- г) $ZnSO_4$.

53. Укажите, какой индикатор используется в методе аргентометрии по Фольгарду:

- а) метиловый оранжевый;
- б) бромфеноловый синий;
- в) мурексид;
- г) железо-аммониевые квасцы.

54. Окраска раствора в точке эквивалентности при комплексонометрическом титровании обусловлена образованием:

- а) комплекса металла с Трилоном Б;
- б) комплекса металла с индикатором;
- в) свободного индикатора;
- г) комплекса металла с буферным раствором.

55. Метиловый оранжевый в щелочной среде:

- а) розовый;
- б) бесцветный;
- в) оранжевый;
- г) желтый.

56. Установите соответствие:

- | | |
|---|------------------------------|
| 1) исходные вещества метода перманганатометрии; | а) $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$; |
| 2) рабочие вещества метода перманганатометрии; | б) $KMnO_4$; |
| | в) $Na_2C_2O_4$; |
| | г) $(NH_4)_2C_2O_4$. |

57. Фенолфталеин в щелочной среде изменяет свой цвет на:

- а) желтый;
- б) оранжевый;
- в) синий;
- г) малиновый (розовый).

58. Метод перманганатометрии проводят при pH:

- а) $pH = 7$;
- б) $pH > 7$;
- в) $pH < 7$.

59. Для определения точки эквивалентности применяют:

- а) раствор исследуемого вещества;
- б) раствор титранта;
- в) индикатор;
- г) все перечисленное верно.

60. При титровании иода раствором $Na_2S_2O_3$ окраска в точке эквивалентности:

- а) соломенно-желтая;
- б) синяя;
- в) бесцветная;
- г) все перечисленное верно.

61. Нитритометрический метод проводят в присутствии кислоты:
- а) серной;
 - б) хлороводородной;
 - в) азотной;
 - г) уксусной.
62. Метиловый оранжевый в кислой среде:
- а) бесцветный;
 - б) розовый;
 - в) желтый;
 - г) оранжевый.
63. К условиям нитритометрического титрования относятся, кроме:
- а) кислотность среды;
 - б) добавление органического растворителя;
 - в) температурный режим;
 - г) скорость титрования;
 - д) использование катализатора.
64. Методом перманганатометрии можно определить:
- а) HNO_3 ;
 - б) NaNO_2 ;
 - в) $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$;
 - г) H_2O_2 .
65. Индикатор, применяемый в нитритометрии:
- а) эозинат натрия;
 - б) хромовый темно-синий;
 - в) тропеолин ОО.
66. Комплексонометрическое титрование проводят в среде:
- а) нейтральной;
 - б) уксусной;
 - в) азотной;
 - г) аммиачного буфера.
67. К методам осаждения относится:
- а) трилонометрия;
 - б) алкалиметрия;
 - в) аргентометрия;
 - г) нитрометрия.
68. Титрант — это раствор:
- а) исследуемого вещества;
 - б) реагента с точной концентрацией;
 - в) раствор стандартного вещества;
 - г) все перечисленное верно.

Выводы:

Оценка _____

Подпись _____

ОГЛАВЛЕНИЕ

Введение	3
Список сокращений	4
Практическое занятие № 1. Тема: Приготовление растворов. Способы выражения концентраций. pH растворов. Буферные растворы	5
Практическое занятие № 2. Тема: Гидролиз. Произведение растворимости.....	10
Практическое занятие № 3. Тема: Катионы I и II аналитических групп. Анализ смеси катионов I и II аналитических групп	15
Практическое занятие № 4. Тема: Катионы III аналитической группы. Анализ смеси катионов III группы	26
Практическое занятие № 5. Тема: Катионы IV аналитической группы. Анализ смеси IV группы катионов	31
Практическое занятие № 6. Тема: Катионы V аналитической группы. Анализ смеси V группы катионов	37
Практическое занятие № 7. Тема: Анализ катионов VI аналитической группы. Анализ смеси катионов VI аналитической группы. Анализ смеси катионов I–VI аналитических групп.....	43
Практическое занятие № 8. Тема: Анализ анионов I–III аналитических групп	54
Практическое занятие № 9. Тема: Анализ смеси анионов I–III аналитических групп. Анализ неизвестного вещества	60
Практическая работа № 10. Тема: Методы количественного анализа. Вычисление в титриметрическом анализе	73
Практическая работа № 11. Тема: Кислотно-основное титрование. Установление титра соляной кислоты	87
Практическая работа № 12. Тема: Определение массовой доли гидрокарбоната натрия. Определение жесткости воды	91
Практическая работа № 13. Тема: Перманганатометрия. Определение точной концентрации перманганата калия	94
Практическая работа № 14. Тема: Йодометрия. Определение точной концентрации раствора тиосульфата натрия	98
Практическая работа № 15. Тема: Бромометрия. Определение массовой доли резорцина.....	103
Практическая работа № 16. Тема: Аргентометрия. Определение точной концентрации раствора нитрата серебра и бромида калия.....	106
Практическая работа № 17. Тема: Комплексонометрия. Определение точной концентрации раствора Трилона Б. Определение массовой доли хлорида кальция в растворе.....	110
Практическая работа № 18. Тема: Рефрактометрия. Фотоколориметрия	114
Практическая работа № 19. Тема: Итоговое занятие по разделу «Количественный анализ»	119

Ирина Викторовна ДОБРЯНСКАЯ
АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ
КАЧЕСТВЕННЫЙ И КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ
ПРАКТИКУМ
Учебное пособие

Редакция
медицинской литературы
Ответственный редактор *Е. О. Сапарова*
Верстка *О. О. Николаева*
Корректор *Л. Ю. Киреева*
Выпускающий *Т. А. Быченкова*

ЛР № 065466 от 21.10.97
Гигиенический сертификат 78.10.07.953.П.1028
от 14.04.2016 г., выдан ЦГСЭН в СПб
Издательство «ЛАНЬ»
lan@lanbook.ru; www.lanbook.com
196105, Санкт-Петербург, пр. Ю. Гагарина, д. 1, лит. А.
Тел./факс: (812) 336-25-09, 412-92-72.
Бесплатный звонок по России: 8-800-700-40-71

Подписано в печать 06.08.21.
Бумага офсетная. Гарнитура Школьная. Формат 60×90¹/₈.
Печать офсетная/цифровая. Усл. п. л. 16,50. Тираж 30 экз.

Заказ № 862-21.

Отпечатано в полном соответствии
с качеством предоставленного оригинал-макета
в АО «Т8 Издательские Технологии».
109316, г. Москва, Волгоградский пр., д. 42, к. 5.