

Документ подписан простой электронной подписью

Информация о владельце:

ФИО: Поверинов Игорь Егорович

Должность: Проректор по учебной работе

Дата подписания: 20.07.2023 09:37:29

Уникальный программный ключ:

6d465b936eef331cede482bdc0d12ab98218652101b461b53072a2eab0de102

МИНОБРНАУКИ РОССИИ

**Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования**

«Чувашский государственный университет имени И.Н. Ульянова»

(ФГБОУ ВО «ЧГУ им. И.Н. Ульянова»)

Химико - фармацевтический факультет
Кафедра органической и фармацевтической химии

Утверждена в составе основной
профессиональной образовательной
программы подготовки специалистов
среднего звена

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ К ПРАКТИЧЕСКИМ ЗАНЯТИЯМ

по дисциплине

ОП. 08 Аналитическая химия

для специальности

среднего профессионального образования

33.02.01 Фармация

Форма обучения: **очная**

Год начала подготовки: **2023**

РАССМОТРЕНО и ОДОБРЕНО
на заседании предметной (цикловой) комиссии общепрофессионального и
профессионального циклов «29» марта 2023 г., протокол № 2.

Председатель комиссии О. Е. Насакин

Разработчик: Яшкильдина Светлана Петровна старший преподаватель органической и
фармацевтической химии

СОДЕРЖАНИЕ

Пояснительная записка	3
Методические рекомендации по выполнению практических занятий	3
Практическое занятие №1 Качественные реакции на катионы I и II аналитических групп.	4
Практическое занятие №2	5
Практическое занятие №3	6
Практическое занятие №4	8
Практическое занятие №5	9
Практическое занятие №6	10
Практическое занятие №7	11
Практическое занятие №8	11
Практическое занятие №9	11
Практическое занятие №10	11
Практическое занятие №11	11
Практическое занятие №12	11
Практическое занятие №13	11
Практическое занятие №14	11
Практическое занятие №15	11
Практическое занятие №16	11
Практическое занятие №17	11
Практическое занятие №18	
Практическое занятие №19	

ПОЯСНИТЕЛЬНАЯ ЗАПИСКА

Методические указания по выполнению практических занятий по дисциплине **ОП. 08 Аналитическая химия** предназначены для обучающихся по специальности **33.02.01 Фармация**.

Рабочей программой дисциплины предусмотрено выполнение студентами практических занятий. Цель работ – углубление, расширение и закрепление знаний, полученных на теоретических занятиях по данной дисциплине, а также направлены на формирование следующих компетенций:

- ОК-1 Выбирать способы решения задач профессиональной деятельности, применительно к различным контекстам;
- ОК-2 Осуществлять поиск, анализ и интерпретацию информации, необходимой для выполнения задач профессиональной деятельности
- ОК-4 Работать в коллективе и команде, эффективно взаимодействовать с коллегами, руководством, клиентами;
- ОК-7 Содействовать сохранению окружающей среды, ресурсосбережению, эффективно действовать в чрезвычайных ситуациях;
- ОК-9 Использовать информационные технологии в профессиональной деятельности;
- ПК-2.3 Владеть обязательными видами внутриаптечного контроля лекарственных средств
- ПК-2.5 Соблюдать правила санитарно-гигиенического режима, охраны труда, техники безопасности и противопожарной безопасности, порядок действия при чрезвычайных ситуациях.

Всего на практические занятия – 40 часов.

РАЗДЕЛ 2. КАЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ

Тема 2.2. Катионы I аналитической группы. Катионы II аналитической группы

Практическая работа №1 Качественные реакции на катионы I и II аналитических групп.

Натрий и калий. Ионы Na^+ и K^+ распределены по всему организму, причем первые входят преимущественно в состав межклеточных жидкостей, а вторые находятся главным образом внутри клеток.

Внутриклеточная концентрация ионов натрия составляет менее 10 % его содержания во внеклеточной жидкости, тогда как концентрация ионов калия внутри почти в 30 раз выше, чем вне их. Если оценивать абсолютные величины, то примерно 95 % ионов натрия, участвующих в обмене веществ, находятся вне клеток и примерно такая же доля ионов калия - внутри клеток. С ионами Na^+ связано осмотическое давление жидкостей, удержание воды тканями (15 г NaCl задерживает в организме человека до двух литров жидкости), поддержание кислотно-щелочного равновесия в организме (NaHCO_3 - щелочной резерв крови - компонент гидрокарбонатной буферной системы), перенос аминокислот и сахаров через клеточную мембрану.

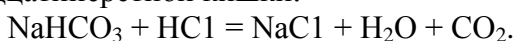
Ионы Na^+ и K^+ активируют аденозинтрифосфатазу клеточных мембран, которая «включает» ионы Na^+ из клетки и обеспечивает сопряженное накопление ионов K^+ в ней. Различные концентрации двух данных ионов по разные стороны от мембраны обуславливают возникновение трансмембранной разности потенциалов (до 100 мВ), что обеспечивает существование легкодоступного источника энергии для многих связанных с функционированием мембран процессов.

Ионы Na^+ и K^+ оказывают существенное влияние на деятельность центральной нервной системы (ЦНС). Так, избыток ионов Na^+ в клетках коры головного мозга вызывает депрессию, т.е. угнетение деятельности ЦНС. Наоборот, избыток ионов K^+ в клетках коры головного мозга вызывает маниакальное состояние, т.е. возбуждение деятельности ЦНС.

В медицине применяются:

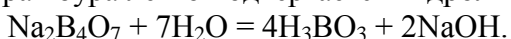
1. Хлорид натрия NaCl . В зависимости от его концентрации различают изотонический (физиологический) и гипертонический растворы. Изотоническим является 0,9 %-ный раствор NaCl , так как его осмотическое давление соответствует осмотическому давлению плазмы крови (780,2 кПа). Изотонический раствор применяют в качестве плазмо-замещающего раствора при обезвоживании организма, для растворения лекарственных веществ и т.д. Гипертонические растворы (с массовой долей NaCl 3, 5 и 10 %) применяют наружно в виде компрессов и примочек для лечения гнойных ран.

2. Гидрокарбонат натрия NaHCO_3 (питьевая сода). Введение гидрокарбоната натрия в желудок приводит к быстрой нейтрализации соляной кислоты желудочного сока и поэтому рассматривается как антацидное средство. Применяют в порошках, таблетках и растворах при повышенной кислотности желудочного сока, язвенной болезни желудка и двенадцатиперстной кишки:



3. Декагидрат сульфата натрия $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ (глауберова соль). Назначают внутрь в качестве слабительного средства.

4. Декагидрат тетрабората натрия $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ (бура). Применяют наружно как антисептическое средство для спринцеваний, полосканий, смазываний, В водных растворах бура легко подвергается гидролизу:



Образующаяся при гидролизе борная кислота обладает антисептическим действием.

5. Йодид натрия NaI . Используют как препарат йода при эндемическом зобе.

6. Хлорид калия КСl. Применяют при состояниях, сопровождающихся нарушением электролитного обмена в организме (неукротимая рвота, профузные поносы), а также для купирования сердечных аритмий.

7. Йодид калия КI. Применяют как препарат йода при заболеваниях щитовидной железы.

8. Перманганат калия КMnO₄. Используют как антисептическое средство для промывания ран, полоскания рта и горла, для спринцеваний и промываний.

9. Водный раствор аммиака, гидроксид аммония (нашатырный спирт) NH₄OH. Используют для возбуждения дыхания и выведения больных из обморочного состояния, для чего небольшой кусок ваты или марли, смоченной в нашатырном спирте, осторожно подносят к носовым отверстиям.

10. Хлорид аммония (нашатырь) NH₄Cl. Оказывает отхаркивающее действие, усиливает мочеотделение.

Свинец. Биологическая роль свинца не установлена. Его соединения токсичны. У рабочих различных производств, связанных с получением и применением свинца, могут встречаться явления острого и хронического отравления (сатурнизм). При сатурнизме наблюдается ряд симптомов поражения ЦНС (головная боль, бессонница, судороги, галлюцинации, атрофия зрительного нерва), а также нарушения функции почек (альбуминурия) и желудочно-кишечного тракта («свинцовые колики»).

В медицине соединения свинца применяются только наружно как антисептические и вяжущие средства. Оксид свинца РbO входит в состав свинцового пластыря, используемого при воспалительных заболеваниях кожи, фурункулезе. Добавки свинца используют при изготовлении одежды для медперсонала рентгеновских кабинетов (фартуки, рукавицы, шлемы), так как свинец поглощает рентгеновские лучи.

Серебро. Физиологическая роль серебра в живом организме изучена недостаточно. Серебро относится к ультра микроэлементам. Это означает, что оно находится в организме в концентрации менее 10-12 %.

В медицине применяются:

1. Нитрат серебра AgNO₃ (ляпис) - вяжущее и прижигающее средство, используется наружно. Применяется в стоматологии для серебрения корневых каналов и кариозных полостей зубов перед их пломбированием. Сначала из нитрата серебра получают аммиачный раствор оксида серебра, затем добавляют водный раствор формальдегида с его массовой долей 10 %. Образующаяся серебряная пленка посылает в окружающее пространство ионы серебра, которые обладают бактерицидным действием.

2. Нитрат и хлорид серебра применяются для пропитки перевязочного материала - бумаги, ваты, марли.

Ртуть. Ртутное заражение почвы, природных вод, растений и животных в настоящее время характерно для многих регионов планеты. Оно связано с поступлением в биосферу большого количества ртути в виде продуктов промышленного производства, выхлопов транспорта, ядохимикатов. Ртуть накапливается главным образом в печени и почках. При хроническом отравлении ртутью и ее соединениями («меркуризм») появляются металлический привкус во рту, сильное слюнотечение, слуховые и обонятельные галлюцинации, головные боли, наблюдается ослабление памяти.

Применяются в медицине:

1. Желтая ртутная мазь - оксид ртути (II). Используется для лечения кожных заболеваний.

2. Хлорид ртути (II) HgCl₂ (сулема). Обладает высокой токсичностью, при работе с ней необходимо соблюдать большую осторожность; растворы в разведении **1:1000** применяются для дезинфекции белья, предметов ухода за больными, помещений, медицинского инструментария.

В медицине используют не только соединения, но и саму ртуть и ее пары (ртутные термометры, ртутные манометры в аппаратах для измерения кровяного

давления). Ультрафиолетовые лучи, полученные от ртутно-кварцевых ламп, глубоко прогревают ткани, губительно действуют на многие микроорганизмы.

II. Контроль исходного уровня знаний

1. Фронтальный опрос по качественным реакциям (Приложение 1).
2. Индивидуальный письменный опрос. Задания на карточках. Написать качественные реакции на предложенный катион

III. Самостоятельная работа

Вводный инструктаж.

Выполнить качественные и групповые реакции на катионы 1 и 2 аналитических групп. (Приложение 2). Результаты работы оформить в тетради в виде таблицы. Перед проведением химических реакций необходимо помнить о технике безопасности в химической лаборатории. Работа проводится индивидуально.

КАТИОН	РЕАГЕНТ	УРАВНЕНИЕ РЕАКЦИИ	АНАЛИТИЧЕСКИЙ ЭФФЕКТ	УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ
--------	---------	-------------------	----------------------	--------------------

IV. Закрепление пройденного материала.

Выполнение анализа смеси катионов 1 и 2 аналитических групп (приложение 3).

V. Подведение итогов занятия.

Преподаватель отмечает хорошие ответы, анализирует самостоятельную работу студентов. Оценка выставляется комплексная, учитывается работа на всех этапах.

Приложение 1

Фронтальный опрос.

1. Назвать методы качественного анализа по количеству анализируемого вещества и реагента.
2. Назвать методы качественного анализа по агрегатному состоянию реагирующих веществ.
3. Перечислить классификацию реактивов по их чистоте.
4. Дать характеристику кислотно-основной классификации катионов.
5. Перечислить катионы 1 аналитической группы. Назвать групповой реактив.
6. Перечислить катионы 1 аналитической группы. Назвать групповой реактив.
7. Почему открытие катиона калия гидротартратом натрия должно проводиться в нейтральной среде? Написать уравнение реакций.
8. Почему осаждение катиона Na в виде дигидроантимоната натрия должно проводиться в нейтральной, а не в кислой или щелочной среде?
9. Почему перед открытием катиона K необходимо удалить катион NH_4^+ ?
10. При действии группового реагента на катионы второй группы получаются осадки – хлориды соответствующих катионов: AgCl , Hg_2Cl_2 , PbCl_2 . Какова растворимость хлоридов в воде и как это используется в анализе?

Приложение 2.

№ реакции	Катион	Реагент	Выполнение реакции	Аналитический эффект
Катионы 1 аналитической группы				
1	NH_4^+	NaOH или KOH	2-3 капли раствора NH_4Cl поместите в пробирку, прибавьте 3-4 капли щелочи, нагрейте	Выделяется газообразный аммиак характерного запаха, влажная лакмусовая бумажка синееет.
	NH_4^+	Реактив Несслера $\text{K}_2[\text{HgJ}_4] + \text{KOH}$	Каплю раствора аммония поместите на предметное стекло, сверху нанесите каплю раствора Несслера	Образуется кирпично-красный осадок. Реакция высокочувствительна.
	K^+	Гидротартрат натрия или	В пробирку поместите 5 капель соли калия, прибавьте 5 капель	Выпадает белый кристаллический осадок.

		винная кислота $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ ил и $\text{H}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$	кислоты, содержимое палочкой.	перемешайте стеклянной	
	K^+	гексанитрокоб альтат (III) натрия $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$	К капле раствора калия прибавьте 5 капель винной кислоты, содержимое палочкой.	перемешайте стеклянной	Выпадает белый кристаллический осадок.
	K^+	Пламя	Нихромовую проволоку опустите в концентрированную соляную кислоту, внесите в пламя спиртовки, нагрейте до раскаления. Чистую проволоку опустите в раствор или сухую соль калия, внесите в бесцветную часть пламени.		Пламя окрашивается в фиолетовый цвет.
	K^+	Гексанитро (II) купрат натрия свинца $\text{Na}_2\text{Pb}[\text{Cu}(\text{NO}_2)_6]$	На предметное стекло поместите 1 каплю раствора соли калия, выпарьте досуха на пламени горелки, нанесите сверху каплю реагента.		Образуются кубические кристаллы.
	Na^+	Дигидроантим онат калия KH_2SbO_4	К 5 каплям соли натрия прибавьте 5 капель раствора дигидроантимоната калия. потрите стеклянной палочкой о стенки пробирки.		Выпадает белый кристаллический осадок.
	Na^+	Уранилацетат $\text{UO}_2(\text{CH}_3\text{COO})_2$	Каплю раствора соли натрия поместите на предметное стекло, выпарьте досуха, нанесите каплю уранилацетата.		Образуются кристаллы тетраэдрической или октаэдрической формы.
9	Na^+	Пламя	Чистую нихромовую проволоку окуните в соль или раствор соли натрия, внесите в бесцветную часть пламени.		Пламя окрашивается в желтый цвет.
			Катионы II аналитической группы		
Катионы II аналитической группы					
10	Ag^+ Pb^{2+} Hg^{2+}	2 н. HCl	В 3 пробирки поместите растворы солей серебра, свинца, ртути. Прибавьте 2-3 капли 2 н. HCl .		Выпадают осадки: белый хлорид серебра, растворимый в аммиаке и выпадающий снова при добавлении HNO_3 ; белый хлорид свинца, растворимый при нагревании; белый хлорид ртути, чернеющий при обработке аммиаком.
11	Ag^+	KOH или NaOH	Каплю раствора соли серебра поместите в пробирку, прибавьте 1-2 капли NaOH или KOH		Выпадает бурый осадок.
12	Ag^+	K_2CrO_4 , хромат калия	2-3 капли раствора нитрата серебра поместите в пробирку, разбавьте 3-4 кап. воды прибавьте 1-2 кап. хромата калия.		Выпадает осадок кирпично-красного цвета.

13	Ag ⁺	KJ, иодид калия	1 каплю раствора AgNO ₃ разбавьте 2-3 кап. воды, прибавьте 2-3 кап. раствора KJ.	Выпадает ярко-желтый осадок.
14	Ag ⁺	KBr, бромид калия	1 каплю раствора AgNO ₃ обработайте 2 кап. KBr.	Выпадает бледно-желтый осадок.
15	Pb ²⁺	NaOH или KOH	В пробирку поместите 1 кап. соли свинца, прибавьте 2 кап. KOH или NaOH.	Выпадает белый осадок, растворимый в кислотах и гидроксидах.
16	Pb ²⁺	Хромат калия K ₂ CrO ₄ или дихромат калия K ₂ Cr ₂ O ₇	2-3 капли соли свинца поместите в пробирку, добавьте 2-3 капли K ₂ Cr ₂ O ₇ или K ₂ CrO ₄ .	Выпадает желтый осадок.
17	Pb ²⁺	KJ, иодид калия	К 1 кап. соли свинца, прибавьте 2 кап. KJ. Возьмите 2 кап. полученного осадка, прибавьте 5 кап. воды и 2 кап. 2 н. уксусной кислоты. Нагрейте, а затем охладите струей воды.	Выпадает желтый осадок, растворимый при нагревании и выделяющийся вновь при охлаждении в виде золотистых кристаллов.
	Pb ²⁺	H ₂ SO ₄ или сульфаты	Поместите в пробирку 2-3 кап. соли свинца, прибавьте 2 кап. 2 н. H ₂ SO ₄ .	Выпадает белый осадок, растворимый в кислотах и 30% растворе соли аммония.
	Hg ²⁺	KOH или NaOH	1 кап. соли ртути поместите в пробирку, добавьте 1-2 кап. NaOH или KOH.	Выпадает черный осадок.
	Hg ²⁺	K ₂ CrO ₄ хромат калия	К 2 кап. соли ртути прибавьте 2 кап. K ₂ CrO ₄ .	Выпадает красный осадок.
	Hg ²⁺	SnCl ₂ , хлорид олова (II) в щелочной среде.	Каплю соли ртути обработайте 2-3 кап. SnCl ₂ и 1-2 кап. NaOH.	Образуется белый осадок, темнеющий при стоянии.

Приложение 3.

Анализ смеси катионов первой группы

Работа оформляется в виде таблицы.

Ход работы	Наблюдения и выводы
<p>1 Катион NH₄⁺ можно открыть в присутствии катионов K⁺ и Na⁺ реактивом Несслера или реакцией с гидроксидом натрия.</p> <p>Открытию катионов K⁺ и Na⁺ мешает катион NH₄. Поэтому, если в исследуемом растворе обнаружен катион NH₄, перед открытием катионов K⁺ и Na⁺ его следует удалить из раствора.</p> <p>Для этого возьмите 15-20 капель исследуемого раствора, поместите в тигель или фарфоровую чашку и выпарьте досуха. Остаток в тигле прокалите до полного прекращения выделения белого “дыма”. Охладите содержимое тигля и обработайте 8-10 каплями дистиллированной воды, тщательно перемешайте, после этого проверьте на полноту удаления солей аммония. Только после отрицательной реакции на реактив Несслера можно приступить к открытию катионов.</p> <p>2 Обнаружение катиона K⁺.</p> <p>На 2-3 капли исследуемого раствора подействуйте 3-4 каплями раствора гексанитро-(111) кобальтата натрия, дайте постоять. Желтый осадок гексанитро-(111) кобальтата калия-натрия K₂ Na[Co(NO₂)₆] укажет на присутствие катиона K.</p> <p>Проверьте реакцию на катион K гексанитро-(11) купрата натрия-свинца Na₂Pb [Cu(NO₂)₆] и рассмотрите осадок под микроскопом.</p>	

3. Na^+ обнаруживается дигидроантимонатом калия KH_2SbO_4 в присутствии катионов K^+ .

Возьмите 3-4 капли сконцентрированного путем выпаривания исследуемого раствора, прибавьте в пробирку такое же количество дигидроантимоната калия KH_2SbO_4 и потрите о стенки пробирки стеклянной палочкой. Убедитесь, что осадок кристаллический. Не забудьте соблюсти все условия открытия катиона Na^+ .

Две капли исследуемого раствора выпарьте досуха на предметном стекле, дайте им остыть и обработайте каплей раствора уранилацета $\text{UO}_2(\text{CH}_3\text{COO})_2$. Рассмотрите под микроскопом выпавшие кристаллы. Следовательно, катионы NH_4^+ и Na^+ можно открыть в отдельных паробах анализируемого раствора в присутствии катиона K^+ .

Необходимо иметь в виду, что катион K^+ при больших концентрациях также может образовывать кристаллы уранилацетата, имеющие вид игл. Рекомендуется в таких случаях выполнять реакцию открытия катионов Na^+ уранилацетатом в разбавленных растворах.

После проведения работы сделайте вывод о присутствии катионов первой группы в исследуемом растворе.

Анализ смеси катионов второй группы.

Работа оформляется в виде таблицы.

Ход работы	Наблюдения и выводы
------------	---------------------

Необходимо применить систематический ход анализа, т.е. последовательно выделить каждый катиона из этой смеси и затем открывать их.

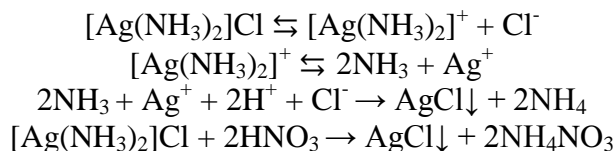
В коническую колбу поместите 20-30 капель исследуемого раствора и, помешивая добавьте 2 н. раствор хлороводородной кислоты. Через 1-2 мин осадок отцентрифугируйте и промойте холодной водой, содержащей несколько капель 2 н. раствора хлороводородной кислоты. Центрифугат и промывные воды не используются. Осадок обработайте 2-3 раза горячей водой и центрифугируйте. При этом хлорид свинца PbCl_2 переходит в раствор, а хлорид серебра AgCl и хлорид ртути Hg_2Cl_2 остаются в осадке.

В центрифугате открывают катион Pb^{2+} , а в осадке – катионы Ag^+ и $[\text{Hg}_2]^{2+}$.

1. **Открытие катиона Pb^{2+} .** К 3-5 каплям центрифугата добавьте такое же количество раствора йодида калия – образуется жёлтый осадок йодида свинца PbI_2 , который при нагревании растворяется, а при охлаждении вновь выпадает в виде золотисто-жёлтых кристаллов.

2. **Открытие катиона $[\text{Hg}_2]^{2+}$.** К оставшемуся осадку в пробирке (или на фильтре) прилейте 5-7 капель раствора аммиака и перемешайте. Если присутствует катион $[\text{Hg}_2]^{2+}$, то осадок чернеет. Хлорид серебра под действием раствора аммиака переходит в раствор в виде комплексной соли, а соль $[\text{HgNH}_2]\text{Cl}$ и ртуть остаются. Отделите осадок.

3. **Открытие катиона Ag^+ .** Центрифугат разделите на две части и к одной из них прилейте раствор йодида калия KI , а к другой – азотной кислоты. При наличии катиона Ag^+ в первой пробирке выпадет жёлтый осадок йодида серебра AgI , во второй – белый осадок хлорида серебра AgCl . В том и в другом случае происходит разрушение комплекса:



Ещё более чувствительной реакцией является реакция с $(\text{NH}_4)_4\text{S}$.

Схема систематического хода анализа смеси катионов группы хлороводородной кислоты

1. Анализируемый раствор обрабатывают на холоде 2 н. раствором HCl , центрифугируют.

2. Центрифугат (I) отбрасывают.	3. Осадок (I) AgCl , Hg_2Cl_2 , PbCl_2 промывают горячей водой.
4. Центрифугат (II) Pb^{2+} . Открывают Pb^{2+} раствором KI или K_2CrO_4 в CH_3COOH .	5. Осадок (II) AgCl , Hg_2Cl_2 обрабатывают 2 н. раствором NH_3
6. Центрифугат (III) $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$. Ионы Ag^+ открывают с KI или HNO_3	7. Осадок (III) $[\text{NH}_2\text{Hg}]\text{Cl} + \text{Hg}$ (чёрного цвета)

Тема 2.3. Катионы III аналитической группы. Катионы IV аналитической группы
Практическое занятие № 2. Качественные реакции на катионы III и IV аналитических групп.

Опыт 1. Действие группового реагента на III группу катионов (Ba^{2+} , Ca^{2+}):

а). действие растворов серной кислоты или растворимых сульфатов (на часовом стекле или в микропробирке);

б). действие растворимых карбонатов (на часовом стекле или в микропробирке).

Опыт 2. Частные реакции ионов Ca^{2+} : действие оксалата аммония $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ (на часовом стекле или в микропробирке).

Опыт 3. Частные реакции ионов Ba^{2+} : действие хромата и бихромата калия (на часовом стекле или в микропробирке).

Опыт 4. Действие группового реагента на IV группу катионов (Al^{3+} , Cr^{3+} , Zn^{2+}): действие растворов щелочей (NaOH , KOH).

Опыт 5. Частные реакции ионов Cr^{3+} : окисление пероксидом водорода H_2O_2 или пероксидом натрия Na_2O_2 в щелочной среде (в микропробирке).

Тема 2.4. Катионы V аналитической группы. Катионы VI аналитической группы
Практическое занятие № 3. Качественные реакции на катионы V и VI аналитических групп.

Частные реакции катионов пятой аналитической группы

Катион Fe^{2+}

1. Действие едких щелочей

К 2 каплям раствора сульфата железа (II) прибавляют 2 капли раствора щелочи. Наблюдают изменение окраски спустя некоторое время.

2. Действие аммиака

К 3 каплям раствора сульфата железа (II) добавляют по каплям концентрированный раствор аммиака. При встряхивании наблюдают увеличение осадка и изменение его цвета.

3. Действие гексацианоферрата (III) калия (красная кровяная соль) $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$

2 капли раствора сульфата железа (II) подкисляют 1 каплей разбавленной серной кислоты и добавляют 1 каплю раствора красной кровяной соли.

4. Действие сульфида аммония $(\text{NH}_4)_2\text{S}$

В пробирку помещают 2 капли раствора сульфата железа (II) и 2 капли раствора сульфида аммония.

5. Действие перманганата калия KMnO_4 и других окислителей.

К 3 каплям раствора сульфата железа (II) добавляют 2 капли серной кислоты (1:8), затем 2-3 капли 0,1н раствора KMnO_4 и перемешивают. Наблюдают обесцвечивание раствора перманганата калия. Образовавшиеся ионы Fe^{3+} можно обнаружить при помощи роданида калия (см. опыт 2 для катиона Fe^{3+}).

Катион Fe^{3+}

1. Действие едких щелочей и аммиака

К 2 каплям раствора хлорида железа (III) добавляют 2 капли раствора щелочи.

2. Действие роданида калия KSCN

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

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

К 2 каплям хлорида железа (III) добавляют 1 каплю раствора желтой кровяной соли.

4. Действие сульфида аммония $(NH_4)_2S$

В пробирку помещают 2 капли раствора хлорида железа (III), затем 2 капли раствора сульфида аммония.

5. Действие йодида калия или натрия

На фильтровальную бумагу наносят последовательно по 1 капле хлорида железа (III), соляной кислоты и йодида калия. Наблюдают появление бурого пятна. При добавлении 1 капли крахмала пятно становится темно-синим. О чем это свидетельствует?

6. Действие ацетата натрия CH_3COONa

К 3-4 каплям хлорида железа (III) добавляют 8 капель ацетата натрия. Наблюдают изменение цвета раствора. Добавляют 1,5 мл горячей воды, нагревают, выпадает красно-бурый осадок.

Катион Mn^{2+}

1. Действие едких щелочей

К 2 каплям раствора соли марганца добавляют 2 капли раствора щелочи. Наблюдают изменение белой окраски осадка при стоянии на бурую.

2. Действие пероксида водорода H_2O_2 в присутствии щелочей

К 2 каплям раствора соли марганца добавляют 4 капли раствора щелочи и 2 капли раствора перекиси водорода.

3. Действие диоксида свинца PbO_2 в присутствии концентрированной азотной кислоты при нагревании

В пробирку вносят стеклянным шпателем немного диоксида свинца, а затем 5 капель концентрированной азотной кислоты HNO_3 и нагревают смесь на кипящей водяной бане. В нагретую смесь добавляют 1 каплю раствора сульфата марганца (II) и снова нагревают 10-15 мин., встряхивая время от времени содержимое пробирки. Дают избытку диоксида свинца осесть и наблюдают малиновую окраску образовавшейся марганцевой кислоты.

4. Действие висмутата натрия $NaBiO_3$

При окислении висмутатом натрия реакцию проводят следующим образом. В пробирку помещают 1-2 капли раствора сульфата марганца (II) и 4 капли бн азотной кислоты, добавляют несколько крупинок висмутата натрия и встряхивают. Наблюдают появление малиновой окраски раствора.

5. Действие сульфида аммония $(NH_4)_2S$

В пробирку помещают 2 капли раствора соли марганца (II) и добавляют 2 капли раствора сульфида аммония. В пробирку помещают 2 капли раствора сульфата железа (II) и 2 капли раствора сульфида аммония. Наблюдают появление осадка телесной окраски.

Катион Mg^{2+}

1. Действие едких щелочей

К 2 каплям раствора соли магния добавляют 2 капли раствора щелочи. Наблюдают выпадение белого студенистого осадка.

2. Действие гидрофосфата натрия Na_2HPO_4 (фармакопейная реакция)

В пробирку помещают 2 капли раствора хлорида магния, 2 капли аммиака и раствора хлорида аммония до полного растворения осадка $Mg(OH)_2$. Затем к полученному раствору добавляют 1-2 капли раствора гидрофосфата натрия. Белый кристаллический осадок можно получить и другим способом: на предметном стекле смешивают по одной

капле растворов хлорида магния, аммиака и хлорида аммония. Рядом наносят каплю гидрофосфата натрия Na_2HPO_4 . Соединяют их все стеклянной палочкой, потирая по стеклу. Смесь подсушивают над огнем, затем охлаждают. Выпавшие кристаллы рассматривают под микроскопом.

3. Действие 8-оксихинолина $\text{HC}_9\text{H}_6\text{NO}$

К 2 каплям раствора соли магния прибавляют 1 каплю раствора хлорида аммония, 2 капли 5% спиртового раствора 8-оксихинолина и 2 капли раствора аммиака. Наблюдают появление осадка зеленовато-желтого цвета.

4. Реакция Петрашеня

К 2 каплям йодной воды добавляют при помешивании по каплям раствор щелочи до обесцвечивания. Затем прибавляют 1 каплю раствора соли магния и наблюдают образование красно-бурого осадка. Реакцию удобнее выполнять на предметном стекле.

Катион Bi^{3+}

1. Действие едких щелочей и аммиака

К 2 каплям раствора соли висмута прибавляют 2 капли гидроксида калия или натрия

2. Гидролиз солей висмута

К 2-3 каплям раствора хлорида висмута добавляют 10 капель воды и наблюдают образование белого осадка хлорида гидроксида висмута (III). К образовавшемуся осадку по каплям добавляют концентрированную хлороводородную кислоту до растворения осадка.

3. Действие йодида калия

К 3 каплям раствора соли висмута добавляют 1 каплю раствора йодида калия. К полученному черному осадку добавляют по каплям реактив Драгендорфа $\text{K}[\text{BiI}_4]$ до растворения осадка и появления темно-оранжевого окрашивания.

4. Действие сульфида натрия Na_2S

К 3 каплям соли висмута прибавляют 1 каплю сульфида натрия. Наблюдают, как выпадает темно-коричневый осадок, растворимый в концентрированной соляной кислоте и при кипячении в азотной кислоте.

5. Действие стannита натрия $\text{Na}_2[\text{Sn}(\text{OH})_4]$ или калия $\text{K}_2[\text{Sn}(\text{OH})_4]$

В пробирке к 3 каплям раствора хлорида олова (II) прибавляют 2 Н раствор гидроксида натрия до растворения первоначально образовавшегося осадка. К полученному раствору стannита натрия добавляют 2 капли раствора соли висмута. Выпадает черный металлический висмут.

Частные реакции катионов VI аналитической группы

Катион Hg^{2+}

1. Действие сероводорода H_2S и растворимых сульфидов (фармакопейная реакция)

В пробирку помещают 2 капли соли ртути (II) и добавляют 2 капли раствора сульфида натрия. Выпадает черный осадок сульфида ртути (II), растворимый только в «царской водке»

2. Действие едких щелочей (фармакопейная реакция)

К 2 каплям раствора соли ртути (II) добавляют 2 капли раствора щелочи. Наблюдают выпадение желтого осадка оксида ртути (II), который легко растворим в кислотах.

3. Действие йодида калия

В пробирку помещают 2 капли раствора нитрата ртути (II) $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$, добавляют к нему сначала 2 капли раствора йодида калия, а затем избыток. Наблюдается выпадение красного осадка йодида ртути (II) и его последующее растворение и обесцвечивание.

4. Действие хлорида олова (II) SnCl_2

К двум каплям раствора соли ртути (II) добавляют 1-2 капли SnCl_2 до появления белого осадка каломели Hg_2Cl_2 , если прилить избыток раствора хлорида олова (II), то образуется металлическая ртуть.

5. Действие раствора аммиака

К 2 каплям раствора хлорида ртути (II) прибавляют 2 капли раствора аммиака. Наблюдают выпадение белого осадка HgNH_2Cl хлорид-амида ртути (II) и его последующее растворение при прибавлении избытка реактива с образованием $[\text{Hg}(\text{NH}_3)_4]\text{Cl}_2$.

Катион Cu^{2+}

1. Действие едких щелочей

К 2 каплям раствора соли меди (II) добавляют 2 капли раствора щелочи и наблюдают выпадение голубого осадка.

2. Действие раствора аммиака

К 2 каплям раствора соли меди (II) добавляют избыток раствора аммиака с образованием комплексного соединения $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4$.

3. Действие гексацианоферрата (II) калия (желтая кровяная соль) $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$

К 2 каплям раствора соли меди добавляют 2 капли раствора желтой кровяной соли и наблюдают выпадение красно-бурого осадка.

4. Действие йодида калия или натрия

К 2 каплям раствора сульфата меди (II) добавляют 2 капли раствора йодида калия. Наблюдают выделение свободного йода и белого осадка йодида меди (I).

Тема 2.5. Катионы I-VI аналитических групп

Практическое занятие № 4. Систематический анализ смеси катионов I-VI группы.

1. Определение группы катиона

Проводят пробы:

1. К 2-3 каплям испытуемого раствора добавляют 3-4 капли хлороводородной кислоты HCl . Выпадение осадка указывает на то, что катион относится ко второй группе.

2. К 2-3 каплям испытуемого раствора добавляют 5 капель этилового спирта и 3 капли 2н серной кислоты H_2SO_4 . Выпадение осадка указывает на то, что катион относится к третьей группе.

3. К 2-3 каплям испытуемого раствора добавляют 2 капли раствора NaOH . В случае образования осадка добавляют еще 3-4 капли, перемешивают и наблюдают, не растворится ли осадок. Если осадок растворится, то катион относится к четвертой группе.

Если осадок в избытке щелочи не растворится, проводят дополнительную пробу: к 2 каплям испытуемого раствора добавляют 3-4 капли концентрированного раствора аммиака.

Если выпавший вначале осадок сразу же растворился, то катион относится к шестой группе. Если осадок не растворился к пятой группе.

Если ни с одним групповым реактивом испытуемый раствор не дает осадка, то катион принадлежит к первой группе.

2. Определение катиона

Определив группу катиона, определяют какой именно катион входит в состав соли. Присутствие того или иного катиона проверяют наиболее характерной для него реакцией.

Во избежание ошибки необходимо помнить о последовательности определения катионов, если определяемый катион относится к первой или третьей группам. При несоблюдении последовательности открытия легко ошибиться.

Для открытия каждого катиона применяют наиболее характерную реакцию. Необходимо по возможности делать проверку с другими реактивами. Производить пробы на другие катионы не нужно, так как индивидуальное вещество содержит один катион.

Тема 2.6. Анионы I- III аналитических групп

Практическое занятие № 5-6. Качественные реакции на анионы I-III аналитических групп. Анализ смеси анионов I – III групп. Анализ неизвестного вещества.

Цель: выработать практические навыки выполнения качественных реакций на анионы 1,2,3 аналитических групп, анализа их смеси и уметь применять их в сочетании с теоретическими знаниями для решения конкретных задач.

Вопросы для самоподготовки:

1. Деление анионов на аналитические группы.
2. Групповые реагенты и условия их применения.
3. Аналитические реакции на анионы.
4. Назначение и приготовление специального раствора для анализа анионов («содовая вытяжка»).
5. Пробы на анионы-окислители и анионы-восстановители.
6. Анализ смеси анионов.
7. Какие соединения называются комплексными?
8. Состав комплексных соединений.
9. Механизм образования координационной связи.
10. Что называется координационным числом комплексообразователя?
11. Что называется дентантностью лигандов?
12. Классификация комплексных соединений.
13. Область применения комплексных соединений.
14. Константы устойчивости и нестойкости комплексных соединений.
15. Факторы, влияющие на комплексообразование.
16. Применение органических реагентов в аналитической химии.
17. В каком случае комплексное соединение экстрагируется в органическую среду?
18. В каком случае комплексы не растворяются в органических растворителях?
19. Наиболее часто применяемые в анализе органические реагенты.

В настоящей работе необходимо проделать качественные реакции на отдельные анионы. Для этого в вашем распоряжении имеется набор необходимых химических реактивов, набор пробирок. Реактивы после проведения опыта необходимо ставить на место.

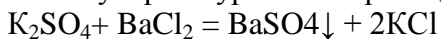
Опыты 1-3. Качественные реакции на анионы I группы.

Опыт 1. Качественная реакция на сульфат-анионы

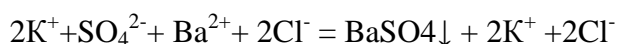
Проведем самую известную качественную реакцию на анионы SO_4^{2-}

Для этого поместите в пробирку 3-5 капель раствора сульфата калия K_2SO_4 и добавьте в эту же пробирку 3-5 капель раствора хлорида бария BaCl_2 . Образуется белый осадок сульфата бария. После отстаивания слейте с осадка жидкость и добавьте к осадку 2-3 капли раствора соляной кислоты. Убедитесь в том, что белый осадок BaSO_4 в ней не растворяется. Написать уравнения выполненных реакций в молекулярном и ионном (полное и сокращенное) виде.

Молекулярное уравнение реакции:



Полное ионное уравнение реакции:



Сокращенное ионное уравнение реакции: $\text{SO}_4^{2-} + \text{Ba}^{2+} = \text{BaSO}_4\downarrow$

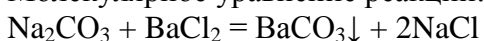
Вывод: обнаружить сульфат-анион можно прибавлением солей бария. Выпадает белый осадок сульфата бария, нерастворимого даже в сильных кислотах

Опыт 2. Качественная реакция на карбонат-анионы

При выполнении реакции к 3-5 каплям раствора карбоната натрия Na_2CO_3 добавьте 3-5 капель раствора BaCl_2 , наблюдая образование осадка BaCO_3 . После отстаивания слить с осадка жидкость и подействовать на осадок соляной (2-3 капли) или азотной кислотой, наблюдая выделение CO_2 .

Уравнения реакции привести в молекулярном и ионном (полное и сокращенное) виде.

Молекулярное уравнение реакции:



Полное ионное уравнение реакции:

Сокращенное ионное уравнение реакции:

Растворяем карбонат бария в кислотах:



Полное ионное уравнение реакции:

Сокращенное ионное уравнение реакции:

Вывод: Хлорид бария BaCl_2 осаждает ионы CO_3^{2-} в виде белого осадка BaCO_3 , который растворяется в соляной, азотной и уксусной кислотах с выделением углекислого газа.

Опыт 3. Качественная реакция на фосфат-анионы

Опыт проделывают аналогично двум предыдущим, добавлением 3-5 капель раствора хлорида бария BaCl_2 к 3-5 каплям раствора соли фосфата натрия Na_3PO_4 . Наблюдаемый эффект, уравнения реакций (молекулярное, полное и сокращенное ионное), вывод напишите самостоятельно.

ВЫВОД по опытам 1-3

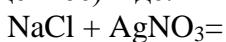
Хлорид бария является групповым реагентом на анионы первой группы. Об их присутствии можно судить по образованию белого осадка соответствующих солей бария, обладающих различной растворимостью.

Опыты 4-5. Качественные реакции на анионы II аналитической группы.

Опыт 4. Качественные реакции на хлорид-анионы Cl^- , Br^- , I^- обнаруживаются с помощью нитрата серебра.

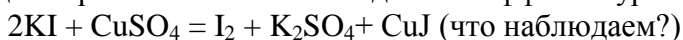
Нитрат серебра AgNO_3 образует с галогенид-анионами белый творожистый осадок AgCl , желтоватый осадок AgBr и желтый осадок AgI .

При выполнении реакции к 3-5 каплям раствора хлорида натрия NaCl добавьте 3-5 капель раствора нитрата серебра AgNO_3 наблюдая образование белого творожистого осадка AgCl . Уравнения реакции привести в молекулярном и ионном (полное и сокращенное) виде.

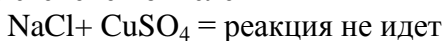


Опыт 5. Действие специфических реагентов на иодид-анион

Ионы меди окисляют иодид-анион до свободного йода, но не окисляют хлорид-анион. Чтобы убедиться в этом, в две пробирки налейте по несколько капель раствора сульфата меди и добавьте в одну пробирку раствор иодида калия, и а в другую – раствор хлорида натрия. Запишите наблюдаемый эффект и уравнение реакции:



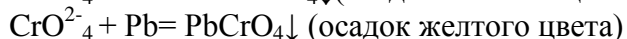
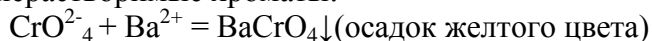
Это окислительно-восстановительная реакция, поэтому ионное уравнение здесь не требуется. Рассмотрите эту реакцию как ОВР, укажите окислитель и восстановитель и баланс степеней окисления



ВЫВОД по опытам 4-5 сделайте самостоятельно

Опыт 6. Обнаружение ионов CrO_4^{2-} и $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$

Образование нерастворимых солей. Ионы CrO_4^{2-} образуют с катионами Ba^{2+} , Pb^{2+} и с Ag^+ нерастворимые хроматы:



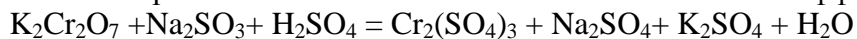
Выполните любой из этих трех опытов. Растворы солей этих катионов (хлорид бария, нитрат свинца, нитрат серебра - одной на выбор или по заданию преподавателя) вы найдете в штативе с реактивами, и 3-5 капель раствора добавите к 3 каплям раствора хромата калия K_2CrO_4 . При проведении реакций раствор необходимо подкислять уксусной кислотой для более полного протекания реакций.

Уравнения реакции привести в молекулярном и ионном (полное и сокращенное) виде, описать наблюдаемые эффекты.

Вывод:

Опыт 7. Обнаружение ионов $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$

Бихромат – анион $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ обнаружим с помощью окислительно-восстановительной реакции. При выполнении реакции в раствор $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (5-6 капель), подкисленный серной кислотой (3-4 капли), внести 1 ложечку кристаллического сульфита натрия Na_2SO_3 (стоит отдельно!). Описать опыт и привести уравнение окислительно-восстановительной реакции. Рассмотреть баланс степеней окисления. Расставить коэффициенты.



Аналитическим признаком реакции является изменение окраски раствора: растворы хроматов имеют желтую окраску, растворы дихроматов – оранжевую, а растворы солей трехвалентного хрома – зеленую или фиолетовую.

В выводе ответьте на вопросы:

1. Что вы наблюдаете в ходе этой реакции?
2. По каким внешним признакам можно судить об образовании сульфата трехвалентного хрома?

Опыт 8. Качественные реакции на нитрит-ионы

Нитриты в кислой среде восстанавливают перманганат калия. О наличии или отсутствии нитритов в растворе можно судить по обесцвечиванию.

Для проведения опыта в пробирку добавить в указанной последовательности растворы перманганата калия, серной кислоты (по 3 капли) и затем только 1 каплю раствора нитрита натрия и слегка взболтать смесь. Что наблюдаем?

Описать опыт и привести уравнение окислительно-восстановительной реакции. Рассмотреть баланс степеней окисления. Расставить коэффициенты



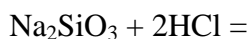
Вывод:

Опыт 9. Обнаружение силикат-анионов:

Силикат-анионы обнаруживают при добавлении к растворам его солей концентрированных кислот: при этом выпадает характерный осадок кремневой кислоты гелеобразного вида. Конц кислоты хранятся отдельно, не в штативе, будьте осторожны при выполнении этого и следующего опыта.

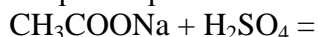
Налейте в пробирку силикатный клей – это раствор силиката натрия Na_2SiO_3 и добавьте несколько капель конц. соляной кислоты HCl до образования геля.

Закончите уравнение реакции. Уравнения реакции привести в молекулярном и ионном (полное и сокращенное) виде. Опишите внешний вид и агрегатное состояние геля кремневой кислоты



Опыт 10. Обнаружение ацетат-анионов:

К раствору ацетата натрия добавьте 2-3 капли конц. серной кислоты. По характерному запаху выделяющейся уксусной кислоты можно судить о наличии ацетат-анионов в растворе.



Закончите уравнение реакции. Уравнения реакции привести в молекулярном и ионном (полное и сокращенное) виде. Опишите наблюдаемый эффект.

Сделайте общий вывод по работе. Он может быть примерно таким: мы познакомились с некоторыми общими и характерными качественными реакциями на основные анионы, присутствующие, как правило, в природных водах, наблюдали их внешние проявления и усвоили суть химических процессов, протекающих при выполнении качественных реакций.

Раздел 3. Количественный анализ

Тема 3.1. Титриметрические методы анализа

Практическое занятие № 7-8. Титриметрические методы анализа. Работа с мерной посудой, с аналитическими весами. Решение задач по количественному анализу.

Цели: ознакомить студентов с основными видами химического оборудования и посуды, используемыми в количественном анализе, освоить их область использования, принцип и технику работы, отработать умения производить расчеты в титриметрическом методе анализа.

Оборудование: раздаточный материал, таблицы.

Ход занятия:

1. Инструктаж по технике безопасности

2. Краткое изложение учебного материала.

1. Ознакомьтесь с примерами задач и расчетов в объемном анализе

1. Какова масса двухводного кристаллогидрата щавелевой кислоты, необходимая для приготовления 200 мл раствора с молярной концентрацией эквивалента 0,1500 моль/л? Каков титр этого раствора?

Решение:

$$1) M(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 126,07 \text{ г/моль}$$

$$2) Z = 2, 1/z = 1/2 = 0,5$$

$$3) m(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = C(1/2\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) \cdot M(1/2\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) \cdot V(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4)$$

$$m(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0,1500 \text{ моль/л} \cdot 1/2 \cdot 126 \text{ г/моль} \cdot 0,2 \text{ л} = 1,8900 \text{ г.}$$

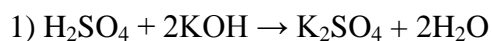
$$4) T(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = m(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) / V(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4)$$

$$T(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 1,8900 \text{ г/200 мл} = 0,009450 \text{ г/мл}$$

Ответ: $m(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 1,8900 \text{ г.}$, $T(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0,009450 \text{ г/мл.}$

2. Каковы титр и нормальная концентрация раствора серной кислоты, если на титрование 15,0 мл его затрачено 13,7 мл титрованного раствора гидроксида калия с молярной концентрацией 0,1304 моль/л?

Решение:



$$Z(\text{H}_2\text{SO}_4) = 2, 1/z = 1/2 = 0,5$$

$$Z(\text{KOH}) = 1$$

По закону эквивалентов:

$$V(\text{H}_2\text{SO}_4) / V(\text{KOH}) = C(\text{KOH}) / C(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)$$

$$C(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1304 \text{ моль/л} \cdot 13,7 \text{ мл} / 15,0 \text{ мл} = 0,1191 \text{ моль/л}$$

$$2) T(\text{H}_2\text{SO}_4) = C(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) \cdot M(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) / 1000,$$

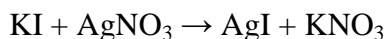
$$M(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 1/2 \cdot 98,078 = 49,039 \text{ г/моль}$$

$$T(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1191 \text{ моль/л} \cdot 49,03 \text{ г/моль} / 1000 \text{ мл} = 0,005836 \text{ г/мл}$$

Ответ: $C(\frac{1}{2}H_2SO_4) = 0,1191$ моль/л, $T(H_2SO_4) = 0,005836$ г/мл

3. Из навески 0,6172 г иодида калия приготовили 100 мл раствора. На титрование 15,0 мл этого раствора затрачено 25,0 мл раствора нитрата серебра, молярная концентрация которого равна 0,0204 моль/л. Вычислите массовую долю иода в иоиде калия по результатам титрования и теоретическую (для сравнения).

Решение:



$$1) T(AgNO_3/I) = C(AgNO_3) \cdot M(I-)/1000 T(AgNO_3/I-) = 0,0204 \text{ моль/л} \cdot 127 \text{ г/моль} / 1000 \text{ мл} = 0,002591 \text{ г/мл}$$

$$2) m(I-) = T(AgNO_3/I-) \cdot V(AgNO_3) \cdot V_1(KI)/V_2(KI)$$

$$m(I-) = 0,002591 \text{ г/мл} \cdot 25 \text{ мл} \cdot 100 \text{ мл} / 15 \text{ мл} = 0,4318 \text{ г.}$$

$$3) W(I-) = m(I-) / m(KI)$$

по результатам титрования:

$$W(I-)\text{прак.} = 0,4318 \text{ г} / 0,6172 \text{ г} = 0,6996 \text{ или } 69,96 \%$$

$$W(I-)\text{теор.} = M(I-) / M(KI)$$

$$W(I-)\text{теор.} = 127 \text{ г/моль} / 166 \text{ г/моль} = 0,7651 \text{ или } 76,51 \%$$

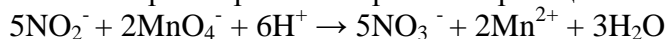
Ответ: $W(I-)\text{прак.} = 0,6996$ или 69,96%, $W(I-)\text{теор.} = 0,7651$ или 76,51%

2. Решите задачи самостоятельно:

А. Какова молярная концентрация раствора хлорида натрия, если для приготовления 500 мл раствора была взята на аналитических весах навеска 0,5850 NaCl х.ч.? Каков титр этого раствора? Какова нормальная концентрация этого раствора?

Б. Какова масса сульфата меди в 2,5 л раствора с молярной концентрацией эквивалента 0,25 моль/л? Вычислите для безводной соли и пятиводного кристаллогидрата.

В. Каковы титр и молярная концентрация эквивалента раствора нитрита натрия, если при титровании его в кислой среде на 10,0 мл раствора нитрита натрия затрачено 12,5 мл раствора перманганата калия, молярная концентрация эквивалента которого равна 0,0800 моль/л? При титровании протекает реакция:



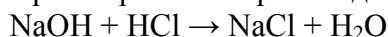
Тема 3.2. Методы кислотно-основного титрования

Практическое занятие № 9-10. Методы кислотно-основного титрования. Метод ацидиметрии. Определение массовой доли гидрокарбоната натрия в растворе. Метод алкалометрии. Определение массовой доли раствора кислоты хлороводородной.

Определение точной концентрации раствора едкого натра

Раствор стандарт-титра 0,1н едкого натра количественно перенести в мерную колбу на 1 л и доводят дистиллированной водой до метки. Тщательно перемешивают. Затем пипеткой отбирают 5 мл приготовленного раствора, прибавляют 1-2 капли индикатора фенолфталеина и титруют 0,1н раствором соляной кислоты до обесцвечивания. Титрование повторяют 2-3 раза.

При титровании происходит следующая реакция:



Расчет:

1. Средний объем 0,1н раствора соляной кислоты, пошедший на титрование, мл:

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

2. Молярную концентрацию эквивалента и титра раствора едкого натра определяют

по формуле:

$$C(1/z \cdot aOH) = C(1/z HCl) \cdot V_{\text{ср.}}(HCl), \text{ моль/л (1)}$$

где:

z- значение эквивалента щелочи /кислоты

$$T(\text{NaOH}) = C(1/z^* \text{NaOH}) \cdot M(1/z^* \text{NaOH}) / 1000 \text{ г/мл} \quad (2)$$

$$3. \text{ Рассчитать массу NaOH: } m(\text{NaOH}) = T(\text{NaOH}) \cdot V(\text{мерной колбы}). \quad (3)$$

Сделайте выводы.

Ответьте на контрольные вопросы:

1. Какие требования предъявляют к реакциям, используемым в титриметрическом анализе?
2. Что такое стандартные растворы? Каковы требования, предъявляемые к исходным стандартным веществам для установки эквивалентной концентрации раствора?
3. В чем сущность методов пипетирования и отдельных навесок?
4. Дайте определения понятий: титр, нормальная концентрация, титр по определяемому веществу.
5. Что называется кривой титрования?
6. Что такое точка эквивалентности? В какой области рН (кислой, нейтральной, щелочной) расположена точка эквивалентности при титровании раствора: а) сильной кислоты сильным основанием; б) слабой кислоты сильным основанием; в) слабого основания сильной кислотой?
7. Что называется скачком титрования?
8. Что называют интервалом перехода индикатора? Приведите примеры.
9. Приведите формулы определения рН растворов слабых кислот и слабых оснований.
10. Что такое аналитический сигнал?
11. Приведите примеры использования реакций гидролиза в аналитической химии

Тема 3.3. Методы окислительно-восстановительного титрования

Практическое занятие № 11-12. Методы окислительно-восстановительного титрования.

Определение массовой доли пероксида водорода в растворе. Определение массовой доли йода в растворе.

Цели: освоение методики количественного определения содержания разных веществ методом перманганатометрии и иодометрии с помощью титрантов, отработка техники выполнения правил титрования, закрепить умения в проведении расчетов при определении массовой доли вещества, в установлении точки конца титрования, проводить титрование веществ методом перманганатометрии и иодометрии, делать выводы из результатов анализа и оформлять их в виде протокола.

Перманганатометрия:

1. Приготовление 0,1н раствора калия перманганата

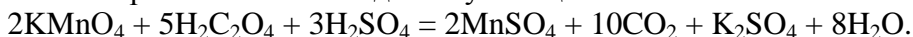
Для приготовления 1 дм³ 0,1н раствора навеска равняется:

$$m = 31,61 \cdot 0,1 = 3,1610 \text{ г.}$$

Взвешивают на аналитических весах 3,1610 г KMnO₄, растворяют навеску в горячей воде и доводят объем раствора холодной водой до 1 дм³. Раствору дают отстояться, затем отфильтровывают и устанавливают его титр по исходному веществу - щавелевой кислоте или ее соли. Сосуд с приготовленным раствором калия перманганата закрывают стеклянной пробкой и ставят на хранение в темное место.

2. Приготовление исходного раствора щавелевой кислоты и стандартизация раствора перманганата калия.

Калия перманганат взаимодействует с щавелевой кислотой в кислой среде:



молярная масса эквивалента щавелевой кислоты равна:

Для приготовления 100 см³ 0,1н раствора необходимо взять навеску:

На весах взвешивают 0,6304 г щавелевой кислоты и количественно переносят в мерную колбу на 100 см³. Растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора до метки.

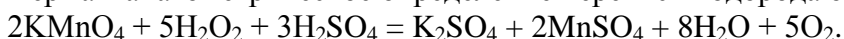
В колбу для титрования пипеткой Мора переносят 20-25 см³ раствора щавелевой кислоты, прибавляют 20-25 см³ 1М раствора серной кислоты. Раствор калия перманганата наливают в бюретку и устанавливают мениск на нуле. Нижний край мениска плохо видно вследствие темной окраски раствора, поэтому все подсчеты ведут за верхним краем мениска. Раствор из бюретки приливают по каплям, причем каждую каплю прибавляют после того, как исчезнет розовая окраска. Первые капли обесцвечиваются медленно. Но, как только образуется немного ионов Mn^{2+} , которые катализируют эту реакцию, дальнейшее обесцвечивание проходит практически мгновенно. Титрование заканчивают, когда одна добавленная капля раствора калия перманганата окрасит раствор в бледно-розовый цвет, который не исчезает на протяжении 30 секунд.

Титрование проводят не меньше трех раз (если разность между ними не превышает 0,1 см³) и определяют среднее арифметическое.

Концентрацию раствора $KMnO_4$ рассчитывают по формуле:

3. Определение массовой доли перекиси водорода в растворе.

Перманганатометрическое определение перекиси водорода основано на реакции:



Молярная масса эквивалента перекиси водорода равна:

Навеску перекиси водорода берут с таким расчетом, чтобы получить 100 см³ приблизительно 0,1н раствора:

Навеску, которую следует взять для анализа, рассчитывают из соотношения:

35 г H_2O_2 содержится в 100 г 35%-го раствора H_2O_2

0,17 г H_2O_2 содержится в x г 35%-го раствора H_2O_2 .

Навеску взвешивают на аналитических весах и затем количественно переносят в мерную колбу емкостью 100 см³, доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают.

Отбирают пипеткой определенный объем приготовленного раствора в коническую колбу, прибавляют к раствору равный объем 2н раствора серной кислоты. Затем содержимое колбы титруют 0,1н раствором калия перманганата до появления бледно-розовой окраски, не исчезающей в течение 30 секунд. Титрование повторяют еще 2-3 раза и берут среднее арифметическое значение.

Массовую долю перекиси водорода определяют по формуле:

$$\omega(H_2O_2) = 0,0017 \cdot V_{\text{титр}} \cdot K \cdot V_{\text{колбы}} \cdot 100 / m \cdot a, \%$$

где:

0,0017 – масса перекиси водорода, соответствующая 1 см³ раствора калия перманганат концентрации точно $C(1/5 KMnO_4) = 0,1н, г;$

$V_{\text{титр}}$ – объем раствора перманганата калия 0,1н концентрации, пошедший на титрование;

K- поправочный коэффициент для 0,1 н раствора перманганата калия, установленный по щавелевой кислоте.

Иодометрия:

1. Определение массовой доли иода I_2 в спиртовом растворе иода:

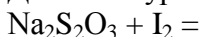
В колбу для титрования поместить 1 мл 5 % спиртового раствора иода, 5 мл 10 % раствора калия иодида и 15 мл дистиллированной воды. Титровать 0,1н раствором тиосульфата натрия без индикатора до соломенно-жёлтого цвета, затем добавить 1 мл 1 % раствора крахмала и титровать до полного обесцвечивания раствора. Титровать до трёх сходящихся результатов.

Ход работы:

определить массовую долю иода по формуле, используя данные эксперимента:

$$\omega(I_2) = 0,006345 \cdot V_{\text{титр}} \cdot K \cdot V_{\text{колбы}} \cdot 100 / m \cdot a, \%$$

Дописать уравнение реакции, составить электронный баланс и уравнять:



Оформить отчет в виде таблицы.

Ответьте на контрольные вопросы:

1. Какие могут быть ошибки в методе перманганатометрического титрования?
2. Какие существуют способы выражения концентрации растворов?
3. В чем суть метода перманганатометрии? Выбор основного уравнения и возможности метода.
4. Почему для приготовления титрованного раствора калия перманганата берут большее.
5. Молярная концентрация эквивалента калия перманганата в кислой среде равняется $0,02200$ моль/дм³. Чему равен титр этого раствора по: а) $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$; б) H_2O_2 .
6. Какую кислоту используют для подкисления при перманганатометрическом титровании?
7. Использование перманганатометрии в анализе лечебных веществ.

Тема 3.4. Методы осаждения

Практическое занятие № 13-14. Методы аргентометрии. Определение массовой доли натрия хлорида – вариантом Мора. Определение массовой доли калия иодида – вариантом Фаянса. Определение массовой доли калия бромида вариантом Фольгарда.

Цели: освоение методики количественного определения бромида калия и иодид-ионов, хлорида натрия отработка техники выполнения данных методик, закрепление умений в проведении расчетов, сделать выводы и расчеты из результатов анализа и оформлять их в виде протокола.

Метод Мора

Навеску исследуемого препарата $0,2000$ г (взятую на аналитических весах), предварительно высушенную до постоянной массы, растворяют в 20 см³ дистиллированной воды и оттитровывают $0,1\text{M}$ раствором нитрата серебра до оранжево-желтого окрашивания.

В качестве индикатора используют хромат калия.

Процентное содержание калия бромида в препарате вычислить по формуле:

$$\omega \text{ KBr} = V \text{ AgNO}_3 \cdot T (\text{AgNO}_3/\text{KBr}) \cdot 100 / m_{\text{навески}}, \%$$

где: $m_{\text{навески}}$ – навеска препарата, г

1 см³ $0,1\text{M}$ раствора AgNO_3 соответствует $0,01190$ г KBr , которого в высушенном препарате должно быть не менее $99,0$ %. Итоги расчетов и отчет оформить в тетради.

2. Метод Фаянса

Навеску исследуемого препарата в количестве $0,1000$ г, взятую на аналитических весах, растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе на 25 мл, отбирают из полученного раствора аликвоту 1 мл, добавляют 1 мл дистиллированной воды, 1 каплю раствора эозина в уксусной кислоте и титруют $0,1\text{M}$ раствором нитрата серебра до окрашивания осадка в интенсивно-красный или розовый цвет (аналитический сигнал).

Рассчитать массу иодид-ионов в анализируемом растворе по формуле:

$$m\text{I}^- = C \text{ AgNO}_3 \cdot V (\text{AgNO}_3) \cdot M\text{I}^- \cdot 25 / 1, \text{ г}$$

Итоги расчетов и отчет оформить в тетради.

4) Контроль знаний, усвоенных во время практического занятия.

4. Ответьте на контрольные вопросы:

1. Классификация методов количественного анализа, общая их характеристика.
2. Основные понятия количественного анализа: титрование, титр, титрант, нормальная концентрация, масса эквивалента, фактор эквивалентности, точка эквивалентности, средняя проба, навеска, стандартные и стандартизированные растворы. Определения, формулы для расчетов.
3. Методы осаждения. Общая характеристика, классификация, особенности каждого метода, условия титрования, практическое применение.
4. Виды титрования в объемном анализе, их особенности, области применения

Вариант Фольгарда.

1. Навеску исследуемого препарата в количестве 0,5000 г, взятую на аналитических весах, помещают в мерную колбу вместительностью 100 мл, прибавляют 30 мл дистиллированной воды, растворяют и доводят объем раствора водой до метки, перемешивают. Из полученного раствора отбирают аликвоту 10 мл и количественно переносят ее в колбу для титрования, прибавляют 15 мл 0,1н раствора AgNO_3 , 5 мл разбавленной азотной кислоты, 0,5-10 мл раствора железоммонийных квасцов (индикатор Фольгарда). Оттитровать в растворе избыток нитрата серебра 0,1н раствором роданида аммония (NH_4SCN) до появления красной окраски раствора над осадком.

Объем роданида аммония, эквивалентный взятому количеству хлорида натрия, соответствует разности объемов добавленного AgNO_3 и израсходованного на титрование NH_4SCN .

1.1. Рассчитать содержание (в %) хлорида натрия в исследуемом препарате по формуле:

$$\omega(\text{NaCl}) = V(\text{NH}_4\text{SCN}) \cdot C(\text{NH}_4\text{SCN}) \cdot \text{Э}(\text{Ag}) \cdot f \cdot 100 \cdot 100 / m_{\text{навески}} \cdot 10, \%$$

где:

$V(\text{NH}_4\text{SCN})$ – объем роданида, пошедший на титрование, мл;

$C(\text{NH}_4\text{SCN})$ – концентрация раствора роданида, моль/л;

$\text{Э}(\text{Ag})$ – молярная масса эквивалента серебра, равная 169,9 г/моль;

f – фактор эквивалентности;

$m_{\text{н}}$ – масса навески препарата, г;

10 – аликвота, мл;

1000 – объем мерной колбы.

Итоги расчетов и отчет оформить в тетради.

Тема 3.5. Метод комплексонометрии

Практическое занятие № 15-16. Метод комплексонометрии. Определение содержания хлорида кальция (магния сульфата) и цинка сульфата в растворе.

Цели: овладение навыками титриметрического анализа методом комплексонометрии, отработка техники выполнения данной методики, закрепление умений в проведении расчетов, сделать выводы и расчеты из результатов анализа и оформить их в виде протокола.

Определение точной концентрации Трилона Б

Массу трилона Б, необходимую для приготовления 100 см³ 0,05н раствора, рассчитывают по формуле:

$$m_{\text{Тр.Б}} = M \cdot 0,05 \cdot 100 / 1000, \text{ г}$$

где:

M – молекулярная масса Трилона Б, г/моль.

Стандартизация раствора трилона Б

Стандартизацию раствора Трилона Б проводят по 0,05 н раствору сульфата магния, приготовленному из фиксанала. Для этого пипеткой отбирают в коническую колбу 10 см³ раствора сульфата магния, добавляют 90 см³ дистиллированной воды, 10 см³ аммиачной буферной смеси и 2–3 капли индикатора Эриохром черный Т. Пробу оттитровывают до момента перехода вишнево-красной окраски в синюю.

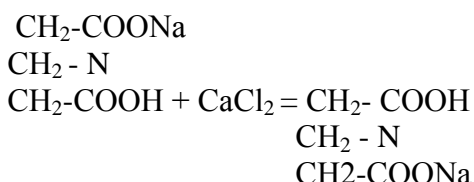
Нормальную концентрацию Трилона Б вычисляют по формуле:

$$C(\text{Трилон Б}) = C(\text{сульфат магния}) \cdot V(\text{сульфат магния}) / V(\text{Трилон Б})$$

Определение содержания кальция хлорида в лекарственном препарате

В колбу для титрования поместить 1 мл раствора кальция хлорида, 1 мл аммиачного буферного раствора, несколько крупинок индикатора кислотного хрома темно-синего и оттитровать до момента перехода окраски из красной-фиолетовой в сине-фиолетовую.

Дописать уравнение реакции происходящей при титровании:



3. Определение содержания цинка сульфата в растворе

В колбу для титрования поместить 1 мл раствора сульфата цинка, 5 мл дистиллированной воды, 2 мл аммиачного буферного раствора и несколько крупинок индикатора кислотного хрома темно-синего. Пробу оттитровать 0,1М раствором Трилона Б до момента перехода окраски раствора из красной-фиолетовой в сине-фиолетовую.

Дописать уравнение реакции происходящей при титровании:



Ответить на контрольные вопросы:

1. Какие химические соединения называют комплексными?
2. В чем разница между комплексными соединениями и двойными солями?
3. Дайте определения: комплексообразователь, лиганд, координационное число.
4. Как вычислить заряд комплексного иона? Приведите примеры.
5. Как количественно характеризуют устойчивость комплексного соединения?
6. Какое значение имеют комплексные соединения для анализа?
7. Способы обнаружения конечной точки при комплексонометрическом титровании.
8. Как определить содержание SO_4^{2-} -ионов в растворе с помощью ЭДТА?
9. Стандартные вещества, используемые для установления концентрации ЭДТА.
10. Приведите формулу комплексного соединения Ca^{2+} с Трилоном Б.

Тема 3.6. Инструментальные методы анализа

Практическое занятие № 17-18. Инструментальные методы анализа. Определение массовой доли однокомпонентных растворов методом рефрактометрии.

Цели: приобрести практический навык определения фактора показателя преломления и использование его для расчета содержания веществ; усвоить навыки рефрактометрического определения однокомпонентного вещества; научиться оформлять отчетную документацию

1. Рассмотрите примеры расчета задач:

Задача №1: Измеренный показатель преломления раствора кальция хлорида 1,3442. Ближайшие табличные значения 1,3434 и 1,3445, соответствующие концентрациям 9% и 10%. Разность табличных показателей преломления соответствует одному проценту концентрации. $1,3445 - 1,3434 = 0,0011$. Разность найденного показателя преломления и одного из табличных значений (например, для 10%-го раствора) $1,3445 - 1,3442 = 0,0003$ соответствует x %.

Отсюда: $0,0011 - 1$ %
 $0,0003 - x$,

тогда $x = 0,27$ %

Концентрация исследуемого раствора составит: $10 - 0,27 = 9,73$ %.

Можно взять разность между табличным значением для 9 % раствора и найденным показателем преломления: $1,3442 - 1,3434 = 0,0008$ Тогда по аналогии $x = 0,73$ % Конечный результат получается тот же самый: $9 + 0,73 = 9,73$ %

Задача №2: При анализе установлено, что концентрация раствора калия бромида 23 % вместо 20 %. Рассчитать количество воды, необходимое для разбавления раствора.

Решение: $X = 1000 \cdot (23 - 20) / 20 = 150$ мл, т.е. к 1 л 23 % раствора калия бромида следует добавить 150 мл очищенной воды для получения 20 % раствора.

Задача №3: При анализе установлено, что концентрация раствора калия бромида составляет 18 % вместо 20 %. Рассчитать количество калия бромида, необходимое для укрепления раствора.

Решение: $X = 1000 \cdot (20 - 18) / 100 \cdot 1,144 - 20 = 21,19$ г, т.е. для укрепления раствора к 1 л 18 % раствора следует добавить 21,19 г калия бромида для получения 20 % раствора.

Задача №4: На анализ поступили растворы глюкозы 41 % и 38 % (стандартный раствор 40 % - 1 л). Рассчитать отклонения, допускаемые в концентрате, количество воды, необходимое для разбавления раствора, количество глюкозы, которое необходимо добавить для укрепления раствора.

Решение: 4.1) Если содержание ЛВ до 20 % - отклонение составляет не более ± 2 % от обозначенного процента, если содержание ЛВ свыше 20 % - отклонение составляет не более ± 1 % от обозначенного процента. Раствор глюкозы 40 %, следовательно, норма отклонения (Н.О.) ± 1 %

40 % - 100 %

X - 1 %,

тогда $x = 0,4\%$ Отсюда отклонение в концентрации $39,6\% \div 40,4\%$

4.2) Количество воды, необходимое для разбавления 41 % раствора равно: $X = 1000 \cdot (41 - 40) / 40 = 25$ мл

4.3) Количество глюкозы, которое необходимо добавить для укрепления 38% раствора равно: $X = 1000 \cdot (40 - 38) / 100 \cdot 1,15 - 40 = 26,7$ г.

2. Решите самостоятельно.

Задание №1. Определить фактор показателя преломления одного из предложенных препаратов: Магния сульфат 5, 10, 15, 20 % ; Натрия хлорид 3, 4, 5, 6 % ; Калия йодид 3, 4, 5, 6 % ; Натрия гидрокарбонат 3, 4, 5, 6 % ; Гексаметиленetetрамин 3, 4, 5, 6 % ; Натрия салицилат 2, 3, 4, 5 %. Измерить показатели преломления растворов вещества 4-5 точных концентраций. Для каждой концентрации рассчитать значение фактора показателя преломления. Результаты оформить в виде отчета.

Практическое занятие № 19. Инструментальные методы анализа. Применение инструментальных методов анализа в анализе лекарственных средств.

Фотоколориметрическое определение содержания меди и железа

Цель работы: применение теоретических знаний по молекулярной спектроскопии для освоения методик работы на фотоэлектроколориметре. Использование основного закона поглощения для экспериментального определения содержания меди, железа, фосфора в растворах.

Приборы и реактивы: фотоколориметр КФК-3, КФК-2МП; колбы мерные вместимостью 50, 100, 500 см³, 1 дм³; пипетки вместимостью 1,0; 5,0; 10,0; 25,0 см³; CuSO₄ · 5H₂O; FeNH₄(SO₄)₂ · 12H₂O; CH₃COOH; CH₃COONa; сульфосалициловая кислота.

Растворы: рабочий раствор соли меди, содержащий 1 мг меди в 1 см³; 3,9310 г CuSO₄ · 5H₂O (х.ч.) растворяют в 25 см³ 2 М раствора H₂SO₄ и доводят объём раствора до 1 дм³ дистиллированной водой; раствор аммиака (ω = 5 %). Рабочий раствор FeNH₄(SO₄)₂ · 12H₂O, содержащий 0,1 мг железа в 1 см³. Навеску 0,8636 г соли (х.ч.) растворяют в 25 см³ 2 М раствора H₂SO₄, доводят объём раствора до 1 дм³; сульфосалициловая кислота (х.ч.) 0,01 М раствор; ацетатный буферный раствор, pH = 4,0.

О п ы т 1. Определение содержания меди. Метод основан на образовании аммиачного комплекса меди, обладающего интенсивной сине-фиолетовой окраской. Определению меди мешают кобальт и никель, образующие окрашенные аммиакаты, а также железо, алюминий и свинец, образующие малорастворимые гидроксиды. Для устранения мешающего влияния этих ионов применяют маскирующие комплексообразователи.

Порядок выполнения

1. Приготовление стандартных растворов. Для приготовления шести стандартных растворов в мерные колбы вместимостью 100 см³ переносят рабочий раствор соли меди, содержащий 5; 10; 15; 20; 25 и 30 мг меди. Добавляют в каждую колбу 20 см³ раствора аммиака и доводят объём каждого раствора до 100 см³ дистиллированной водой. Через 10 мин приступают к измерениям.

2. Выбор кюветы. Выбор кюветы производится визуально, соответственно интенсивности окраски раствора. Если раствор окрашен интенсивно, то следует пользоваться кюветами $l = 10 \dots 30$ мм. В случае слабой окраски растворов следует пользоваться кюветами $l = 30 \dots 50$ мм.

3. Выбор светофильтра. Кювету ($l = 30$ мм) с раствором № 1 помещают в дальнее гнездо кюветодержателя. Другую кювету ($l = 30$ мм) с 64 раствором № 6 помещают в ближнее гнездо кюветодержателя. Фотометрируют растворы со всеми светофильтрами поочередно, записывая результаты всех измерений в виде таблицы.

Порядок измерения оптической плотности на фотометрах: КФК-3:

- 1) при закрытой крышке повернуть ручку до упора влево;
- 2) нажать клавишу «Г»;
- 3) нажать клавишу «Е»;
- 4) при открытой крышке нажать клавишу «нуль»;
- 5) при закрытой крышке нажать клавишу «Е»;
- 6) повернуть ручку до упора вправо;
- 7) снять показания оптической плотности.

КФК-2МП:

- 1) при открытой крышке нажать клавишу «пуск»;
- 2) перевести ручку в положение «1» при закрытой крышке;
- 3) нажать клавишу «К(1)» и перевести ручку в положение «2»;
- 4) нажать клавишу «Г(2)»;
- 5) нажать клавишу «Д(5)»;
- 6) снять показания.

Для работы выбирают светофильтр, соответствующий наибольшей оптической плотности исследуемого раствора. λ , нм 400 440 490 540 590 640 А

4. Построение градуировочного графика.

С выбранным светофильтром фотометрируют все стандартные растворы относительно раствора сравнения. Каждое измерение повторяют два раза. Результаты измерений по средним величинам заносят в таблицу. По этим данным строят график зависимости $A = f(c)$, где c – содержание меди в растворе, мг/см³ или моль/дм³. № раствора 1 2 3 4 5 6 7(к.р-р) А

Контрольная задача

Анализируемый раствор, содержащий Cu^{2+} -ионы, помещают в мерную колбу (100 см³), добавляют 20 см³ раствора аммиака, доводят до метки и фотометрируют. По градуировочному графику определяют содержание Cu^{2+} -ионов в контрольном растворе. Определяют абсолютную и относительную погрешности опыта.

Опыт 2. Определение содержания железа. Метод основан на реакции образования окрашенного комплекса Fe(III) с сульфосалициловой кислотой.

Порядок выполнения

1. Приготовление стандартных растворов. Готовят пять стандартных растворов, содержащих 100, 200, 300, 400, 500 мкг железа в 50 см³. Для этого в мерные колбы вместимостью 50 см³ переносят 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ рабочего раствора соли железа(III), добавляют по 30 см³ 0,01 М раствора сульфосалициловой кислоты и 5 см³ ацетатного буферного раствора. Объём каждого раствора доводят до 50 см³ дистиллированной водой и через 10 мин приступают к измерениям. Фотометрирование проводят по отношению к раствору сравнения № 1. 2.

Выбор светофильтра, кюветы и построение градуировочного графика производят по методикам, описанным в опыте 1.

Контрольная задача

К анализируемому раствору, содержащему соль Fe(III), приливают 30 см³ раствора сульфосалициловой кислоты и 5,0 см³ ацетатного буферного раствора. Потом доводят объём раствора до 50 см³ дистиллированной водой. Приготовленный раствор фотометрируют с выбранным светофильтром через 10 мин относительно раствора сравнения. Измерение повторяют пять раз и по средним значениям поглощения, пользуясь графиком, находят содержание Fe(III) в анализируемом растворе. Расчёт содержания железа(III) можно произвести по градуировочному графику.

Контрольные вопросы

1. Что называется коэффициентом пропускания и оптической плотностью? В каких пределах изменяются эти величины?
2. Каким уравнением выражается основной закон светопоглощения Бугера – Ламберта – Бера?
3. Каким уравнением выражается закон аддитивности?
4. Какие факторы могут привести к нарушению линейной зависимости оптической плотности от концентрации раствора?
5. Каков физический смысл молярного коэффициента поглощения ϵ ? От каких факторов он зависит?
6. Какие факторы необходимо учитывать при выборе толщины светопоглощающего слоя (кюветы)?
7. Как определяют концентрацию вещества фотометрическим методом, используя среднее значение молярного коэффициента поглощения?
8. Как определяют концентрацию вещества фотометрическим методом с помощью одного стандартного раствора? Указать недостатки и достоинства этого метода.
9. В чём сущность метода градуировочного графика и каковы его особенности?
10. Вывести формулу для расчёта концентрации определяемого вещества методом добавок.
11. Как выбрать длину волны (светофильтр) для фотометрических определений?
12. Какой интервал значений A рекомендуется при фотоколориметрических определениях?
13. Привести примеры использования в фотометрическом анализе реакций: а) комплексообразования; б) окисления-восстановления.

Критерии выставления оценок за практические занятия

Оценка	Критерии
5	Практическая работа осуществлена согласно правилам техники безопасности при работе с химическими веществами и оборудованием и плану занятия. Самостоятельно собрано и подготовлено оборудование для проведения практического занятия; Все опыты проведены согласно методическим рекомендациям в полном объеме; Научно грамотно, логично описаны наблюдения и сформулированы выводы из опыта. В представленном отчете правильно и аккуратно выполнил все записи, таблицы, рисунки, уравнения химических реакций, вычисления и сделаны выводы
4	если студент выполнил все критерии к оценке «5», но при этом: не было обеспечено точности измерений; или допущены небольшие неточности в проведении эксперимента; или допущена одна негрубая ошибка;

	или представленные выводы неполные, существенно не искажающие суть практической работы;
3	<p>Практическая работа осуществлена согласно правилам техники безопасности при работе с химическими веществами, оборудованием и плану занятия;</p> <p>Студент испытывает затруднения в подготовке оборудования для проведения практического занятия;</p> <p>Опыты проведены согласно методическим рекомендациям не менее, чем наполовину;</p> <p>Допущены ошибки при описании опыта и наблюдений, выводы по ключевым задачам работы сформулированы верно;</p> <p>В представленном отчете допущены ошибки в химических уравнениях или вычислениях, допущена небрежность в оформлении графиков, таблиц и схем.</p>
2	<p>Практическая работа не выполнена (студент не смог начать или не выполнил работу, не подготовил нужное оборудование), грубо нарушает технику безопасности при работе в химической лаборатории;</p> <p>Объем выполненной части работы не позволяет сделать правильных выводов;</p> <p>Допущены более трех принципиальных ошибок в ходе практической работы, вычислениях, неправильно написаны уравнения химических реакций или они полностью отсутствуют.</p> <p>Допускает нарушения правил техники безопасности при работе с химическими веществами и оборудованием по плану занятий, которые студент не в состоянии исправить по рекомендации преподавателя.</p>