

Документ подписан простой электронной подписью

Информация о владельце:

ФИО: Поверинов Игорь Егорович

Должность: Проректор по учебной работе

Дата подписания: 11.06.2025 09:57:19

Уникальный программный ключ:

6d465b936eef331cede482bdc0012ab98210692401b461b33072a2ea00de102

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 общей, неорганической и аналитической химии

Утверждены в составе основной
профессиональной образовательной
программы подготовки специалистов
среднего звена

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ К ЛАБОРАТОРНЫМ ЗАНЯТИЯМ

по дисциплине

ОП. 08 АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

для специальности

33.02.01 Фармация

Форма обучения: **очная**

Год начала подготовки: **2025**

РАССМОТРЕНО и ОДОБРЕНО
на заседании предметной (цикловой) комиссии общепрофессионального и
профессионального циклов «28» марта 2025 г., протокол № 7.

Председатель комиссии

О.Е. Насакин

Методические указания к лабораторным занятиям по дисциплине ОП.08 «Аналитическая химия» для реализации основной профессиональной образовательной программы среднего профессионального образования для специальности:

33.02.01. Фармация.

Составитель:

Лыщиков Анатолий Николаевич, преподаватель кафедры общей, неорганической и аналитической химии

СОДЕРЖАНИЕ

Пояснительная записка	4
Лабораторная работа № 1	5
Лабораторная работа № 2	8
Лабораторная работа № 3	12
Лабораторная работа № 4	16
Лабораторная работа № 5	21
Лабораторная работа № 6	22
Лабораторная работа № 7	24
Лабораторная работа № 8	25
Лабораторная работа № 9	26
Лабораторная работа № 10	28
Лабораторная работа № 11	29

ПОЯСНИТЕЛЬНАЯ ЗАПИСКА

Методические указания по выполнению лабораторных занятий по дисциплине ОП.08 «Аналитическая химия» предназначены для обучающихся по специальности 33.02.01 Фармация.

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

- ОК 01 Выбирать способы решения задач профессиональной деятельности, применительно к различным контекстам;
- ОК 02 Использовать современные средства поиска, анализа и интерпретации информации, и информационные технологии для выполнения задач профессиональной деятельности;
- ОК 04 Эффективно взаимодействовать и работать в коллективе и команде;
- ОК 07 Содействовать сохранению окружающей среды, ресурсосбережению, применять знания об изменении климата, принципы бережливого производства, эффективно действовать в чрезвычайных ситуациях;
- ОК 09 Пользоваться профессиональной документацией на государственном и иностранном языках;
- 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.
- ЛР 8 Признающий ценность непрерывного образования, ориентирующийся в изменяющемся рынке труда, избегающий безработицы; управляющий собственным профессиональным развитием; рефлексивно оценивающий собственный жизненный опыт, критерии личной успешности.
- ЛР 14 Способный ставить перед собой цели под возникающие жизненные задачи, подбирать способы решения и средства развития, в том числе с использованием цифровых средств; содействующий поддержанию престижа своей профессии и образовательной организации.
- ЛР 21 Готовый к профессиональной конкуренции и конструктивной реакции на критику.
- ЛР 34 Мотивированный к освоению функционально близких видов профессиональной деятельности, имеющих общие объекты (условия, цели) труда, либо иные схожие характеристики.

Всего на лабораторные занятия – 44 часа.

РАЗДЕЛ 2. КАЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ

Тема 2.2. Катионы I - VI аналитических групп Лабораторная работа № 1

Название: Качественные реакции на катионы I и II аналитических групп.

Цель: Изучение общих характеристик катионов первой аналитической группы согласно кислотно-основной классификации, их частных реакций, знакомство со свойствами катионов второй аналитической группы и их специфическими реакциями.

Количество часов: 4 часа

Коды формируемых компетенций: ОК 01, ОК 02, ОК 04, ОК 07, ОК 09, ПК 2.3, ПК 2.5

Коды личностных результатов: ЛР 8, ЛР 14, ЛР 21, ЛР 34

Ход занятия:

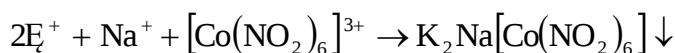
- 1) Инструктаж по технике безопасности
- 2) Краткое изложение учебного материала.
- 3) Самостоятельная работа студентов:

Проведите эксперименты:

ОБНАРУЖЕНИЕ КАТИОНОВ I ГРУППЫ

Реакции K^+ - ионов

1. Важнейшей реакцией ионов K^+ является его взаимодействие с гексанитрокобальтатом натрия $Na_3[Co(NO_2)_6]$; в результате образуется желтый осадок $K_2Na[Co(NO_2)_6]$:



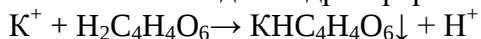
Для выполнения реакции к 2-3 каплям раствора соли калия прибавляют 3-4 капли реагента и, если осадок не выпадает, дают постоять. Последний растворим в минеральных кислотах, но нерастворим в уксусной кислоте, поэтому к кислым растворам следует прибавлять ацетат натрия, pH раствора при этом должен оставаться в пределах 4-5. Щелочная реакция (pH > 7) совершенно недопустима, так как при действии щелочей реагент разлагается с образованием темно-бурого осадка $Co(OH)_3$.

Примечания:

1. Раствор $Na_3[Co(NO_2)_6]$ сравнительно быстро разлагается при стоянии, поэтому следует пользоваться свежеприготовленным раствором реагента.

2. Ион NH_4^+ дает с раствором аналогичный желтый осадок $(NH_4)_2Na[Co(NO_2)_6]$. Для устранения мешающего влияния NH_4^+ раствор перед обнаружением ионов K^+ подкисляют концентрированной соляной кислотой, выпаривают и прокаливают до полного удаления NH_4^+ (проба с реактивом Несслера).

2. Винная кислота $H_2C_4H_4O_6$ образует с растворами солей калия белый кристаллический осадок гидротартрата калия:



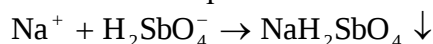
Для выполнения реакции берут в пробирку 4-5 капель раствора соли калия и прибавляют столько же раствора винной кислоты. Перемешивают содержимое пробирки стеклянной палочкой, и если осадок сразу не выпадает, то слегка протирают ею стенки пробирки. Трение и подобные механические воздействия ускоряют образование осадка из пересыщенных растворов.

Условия реакции обнаружения K^+ с помощью $H_2C_4H_4O_6$ таковы:

- 1) достаточно большая концентрация K^+ в растворе;
- 2) ведение реакции на холоду;
- 3) слабокислая или нейтральная среда раствора (pH 4 - 7).

Реакции Na^+ - ионов

Дигидроантимонат калия KH_2SbO_4 дает с растворами солей натрия белый кристаллический осадок дигидроантимоната натрия:



Для выполнения реакции к 2-3 каплям раствора соли натрия нужно прибавить равный объем раствора реагента и потереть стенки пробирки стеклянной палочкой.

При выполнении реакции должны соблюдаться следующие условия:

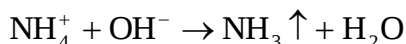
а) достаточно большая концентрация соли натрия. Реакция ионов Na^+ с KH_2SbO_4 малочувствительная, поэтому разбавленные растворы необходимо предварительно концентрировать выпариванием. Если осадок сразу не выпадает, содержимое пробирки следует оставить на некоторое время и только после этого можно делать заключение об отсутствии Na^+ ;

б) нейтральная реакция исследуемого раствора ($\text{pH} \sim 7$). В кислой среде ($\text{pH} < 7$) происходит разложение реагента с образованием белого аморфного осадка метасурьмяной кислоты HSbO_3 . Щелочи растворяют осадок NaH_2SbO_4 вследствие образования растворимой средней соли Na_3SbO_4 ;

в) ведение реакции на холоду (пробирку охлаждают холодной проточной водой), так как растворимость NaH_2SbO_4 сильно возрастает с повышением температуры.

Реакции NH_4^+ - ионов

1. Едкие щелочи NaOH и KOH выделяют из растворов солей аммония при нагревании газообразный аммиак:



Для выполнения реакции в пробирку или фарфоровую чашку помещают 1-2 капли раствора соли аммония, 3-4 капли раствора щелочи и слегка нагревают. Выделившийся аммиак можно обнаружить по запаху или с помощью смоченной водой индикаторной бумажки, которая в присутствии аммиака посинеет или подержать бумажку над горлышком пробирки (*ни в коем случае не касаться индикаторной бумажкой стенок пробирки*).

2. Реактив Несслера, т.е. раствор комплексной соли $\text{K}_2[\text{HgI}_4]$ в KOH , образует с растворами солей аммония характерный красно-бурый осадок:

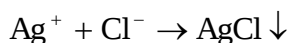
$\text{NH}_4^+ + 2[\text{HgI}_4]^{2-} + 4\text{OH}^- \rightarrow [\text{O}(\text{Hg}_2)\text{NH}_2] \downarrow + 7\text{I}^- + 3\text{H}_2\text{O}$ Очень малые количества (следы) солей аммония вместо красно-бурого осадка дают желтое окрашивание. Реакция чрезвычайно чувствительна. Для проведения ее прибавляют к капле разбавленного раствора соли аммония 1-2 капли раствора реактива Несслера (реактив берут в избытке по сравнению с количеством соли аммония, так как в избытке последний осадок растворим).

Примечание: Реактив Несслера содержит щелочь, которая с большинством катионов металлов образует осадки малорастворимых гидроксидов, многие из которых окрашены. Выпадение таких осадков может мешать наблюдению окраски осадка, образующегося в присутствии NH_4^+ . В этом случае для обнаружения этих ионов следует воспользоваться реакцией с NaOH или KOH .

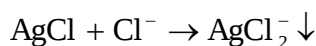
ОБНАРУЖЕНИЕ КАТИОНОВ II ГРУППЫ

Реакции Ag^+ - ионов

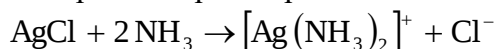
1. Разбавленная соляная кислота (а также растворы хлоридов) осаждает ионы Ag^+ в виде белого творожистого осадка:



На свету осадок темнеет (разложение). В разбавленных кислотах (HNO_3 , H_2SO_4), хлорид серебра, как соль сильной кислоты, нерастворим. Но в концентрированных растворах HCl или хлоридов осадок частично растворяется вследствие образования комплексного соединения:

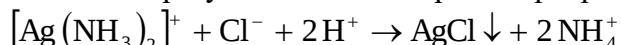


Хлорид серебра хорошо растворяется в растворе аммиака:

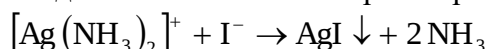


Эта реакция используется для отделения AgCl от других нерастворимых хлоридов. Разрушение аммиачного комплекса серебра с помощью азотной кислоты или иодида калия позволяет обнаружить ионы Ag^+ .

Для выполнения реакции к 2-3 каплям раствора нитрата серебра в пробирке прибавить 2 капли 2 М раствора HCl . Получив осадок, добавить в ту же пробирку концентрированный раствор аммиака до полного растворения осадка. Прозрачный раствор разделить на 2 части. К одной добавить каплю фенолфталеина и затем азотную кислоту до исчезновения малиновой окраски, при этом снова образуется осадок хлорида серебра:

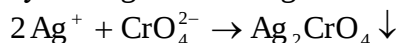


К другой части раствора аммиачного комплекса прибавить иодид калия. Иодид серебра, как менее растворимое соединение в аммиаке не растворяется:



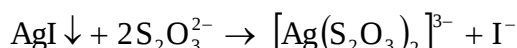
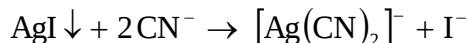
2. Растворы щелочей NaOH и KOH образуют с Ag^+ бурый осадок Ag_2O , растворимый в аммиаке. При действии NH_4OH на растворы солей серебра может также выпасть осадок Ag_2O , который растворяется в избытке реагента.

3. Хромат калия K_2CrO_4 образует с Ag^+ осадок Ag_2CrO_4 кирпично-красного цвета:



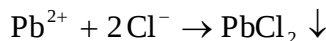
Реакцию следует проводить при pH 7. В щелочной среде выпадает осадок оксида серебра Ag_2O . В аммиачной и сильноокислой среде осадок не образуется.

4. Растворы бромидов и иодидов дают с Ag^+ бледно-желтый осадок AgBr и желтый AgI . В отличие от AgCl , иодид серебра нерастворим в аммиаке, а бромид серебра растворяется в нем незначительно. Но в присутствии цианид- и тиосульфат-ионов, с которыми ионы серебра образуют более прочные комплексы, чем с аммиаком, растворяются и указанные малорастворимые соединения (AgBr и AgCl):



Реакции Pb^{2+} - ионов

1. Разбавленный раствор HCl (а также хлориды) осаждает ионы Pb^{2+} в виде осадка белого цвета.



Осадок растворим в избытке Cl^- - ионов и в горячей воде. Это свойство используется для отделения PbCl_2 от AgCl .

2. Серная кислота и растворимые сульфаты осаждают Pb^{2+} в виде белого осадка PbSO_4 . Сульфат свинца заметно растворим в сильных кислотах вследствие образования кислой соли

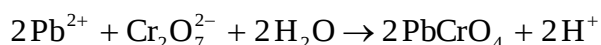
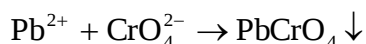


и хорошо растворяется при нагревании в 30 %-ном растворе ацетата аммония:

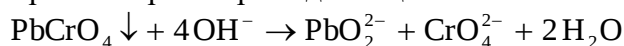
$2\text{PbSO}_4 + 4\text{CH}_3\text{COONH}_4 \rightarrow (\text{NH}_4)_2 [\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_4] + (\text{NH}_4)_2 \text{SO}_4$ Последняя реакция используется в систематическом анализе катионов для отделения сульфата свинца от нерастворимых сульфатов катионов III аналитической группы.

3. Щелочи NaOH и KOH с Pb^{2+} образуют белый осадок гидроксида свинца. Осадок обладает амфотерными свойствами, т.е. растворяется в кислотах и щелочах. В аммиаке осадок $\text{Pb}(\text{OH})_2$ не растворяется.

4. Хромат калия K_2CrO_4 и дихромат калия $K_2Cr_2O_7$ образуют малорастворимый хромат свинца желтого цвета:



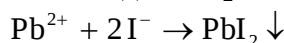
Осадок легко растворяется в растворах едких щелочей



и практически нерастворим в аммиаке, уксусной кислоте и ацетате аммония.

Реакция ионов Pb^{2+} с хромат- или дихромат-ионами является одной из наиболее важных реакций Pb^{2+} .

5. Иодид калия KI дает с Pb^{2+} желтый осадок PbI_2 :



Получив осадок, прибавить в пробирку несколько капель воды, 2 М раствор CH_3COOH и нагреть. При этом осадок растворяется, но при погружении пробирки в холодную воду PbI_2 снова выпадает.

Критерии оценки:

«Зачтено» ставится в случае, если выполнено более 50% заданий, в освещении вопросов не содержится грубых ошибок, работа выполнена самостоятельно, выполнены требования к оформлению работы и срокам её сдачи.

«Не зачтено» ставится, если обучающихся не справился с заданием (выполнено менее 50% задания), нераскрыто основное содержание вопросов, имеются грубые ошибки в выполнении задания, а также работа выполнена несамостоятельно.

Лабораторная работа № 2

Название: Качественные реакции на катионы III и IV аналитических групп.

Цель: Изучение общих характеристик катионов третьей аналитической группы согласно кислотно-основной классификации, их частных реакций, знакомство со свойствами катионов четвертой аналитической группы и их специфическими реакциями.

Количество часов: 4 часа

Коды формируемых компетенций: ОК 01, ОК 02, ОК 04, ОК 07, ОК 09, ПК 2.3, ПК 2.5

Коды личностных результатов: ЛР 8, ЛР 14, ЛР 21, ЛР 34

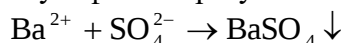
Ход занятия:

- 1) Краткое изложение учебного материала.
- 2) Самостоятельная работа студентов:

ОБНАРУЖЕНИЕ КАТИОНОВ III ГРУППЫ

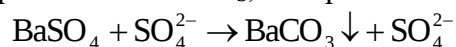
Реакции Ba^{2+} - ионов

1. Серная кислота и растворимые сульфаты образуют с Ba^{2+} белый осадок $BaSO_4$:



Аналогичным образом действует на растворы солей бария и гипсовая вода (насыщенный раствор $CaSO_4$).

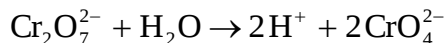
Сульфат бария - малорастворимая соль сильной кислоты, в кислотах нерастворим. $BaSO_4$ переводят в раствор, превратив его в $BaCO_3$, который затем растворяют в кислоте:



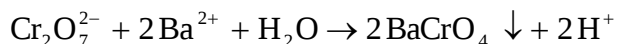
$BaCO_3 \downarrow + 2CH_3COOH \rightarrow Ba^{2+} + CH_3COO^- + CO_2 \uparrow + H_2O$ Практически это превращение осуществляют путем нагревания $BaSO_4$ с насыщенным раствором Na_2CO_3 . Но поскольку $BaSO_4$ менее растворим, чем образующийся при реакции $BaCO_3$, эта реакция обратима и может быть доведена до конца лишь при многократной обработке осадка раствором Na_2CO_3 .

При такой обработке раствор содержит образовавшиеся при реакции SO_4^{2-} - ионы, сливают с осадка и заменяют его свежей порцией раствора Na_2CO_3 и т.д.

2. Дихромат калия $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ образует с Ba^{2+} желтый осадок BaCrO_4 , а не BaCr_2O_7 , как можно было бы ожидать. Причина образования осадка BaCrO_4 заключается в том, что в растворах дихроматов кроме $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ -ионов имеется небольшое количество ионов CrO_4^{2-} , образующихся при взаимодействии $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ с водой:



Однако концентрация CrO_4^{2-} достаточна для образования осадка BaCrO_4 , что приводит к смещению указанного равновесия вправо и появлению новых порций CrO_4^{2-} -ионов.

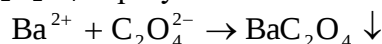


Осадок BaCrO_4 растворим в сильных кислотах, но нерастворим в уксусной кислоте, поэтому для связывания образующихся в ходе реакции H^+ -ионов в раствор необходимо добавить достаточно большой избыток ацетата натрия; при этом сильная кислота заменяется слабой - уксусной.

Осадок BaCrO_4 образуется также при действии на растворы солей бария хроматом калия. Однако K_2CrO_4 дает желтый осадок также с ионами Sr^{2+} , отличающихся от BaCrO_4 лишь растворимостью в уксусной кислоте. Поэтому для предупреждения образования SrCrO_4 реакцию ведут в присутствии CH_3COOH или ацетатной буферной смеси.

Реакция ионов Ba^{2+} с $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (в присутствии CH_3COONa используется не только для обнаружения Ba^{2+} , но и для отделения его от ионов Sr^{2+} и Ca^{2+}).

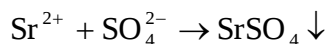
3. Оксалат аммония $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ образует с Ba^{2+} белый осадок BaC_2O_4 :



Осадок растворяется в HCl , HNO_3 и – при нагревании – в концентрированной CH_3COOH .

Реакции Sr^{2+} - ионов

1. Серная кислота и растворимые сульфаты образуют белый осадок SrSO_4 , практически нерастворимый в кислотах.

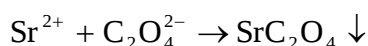


В раствор его можно перевести так же, как и BaSO_4 , но вследствие меньшей растворимости SrCO_3 по сравнению с SrSO_4 перевести осадок SrSO_4 в карбонат значительно легче, чем BaSO_4 .

2. Гипсовая вода, т.е. насыщенный водный раствор гипса $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, также образует с Sr^{2+} осадок (муть) SrSO_4 . Объясняется это большей растворимостью CaSO_4 по сравнению с SrSO_4 . Поскольку концентрация SO_4^{2-} - ионов в растворе гипса очень мала, в результате реакции появляется не обильный осадок, а лишь незначительное помутнение, которое появляется не сразу (образование пересыщенного раствора). Нагревание раствора ускоряет образование муты.

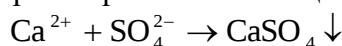
Соли бария также образуют с гипсовой водой осадок BaSO_4 , причем осадок образуется сразу. Следовательно, реакция с CaSO_4 может применяться для обнаружения Sr^{2+} лишь после отделения Ba^{2+} .

3. Оксалат аммония $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ осаждает Sr^{2+} в виде белого осадка SrC_2O_4 , растворимого в минеральных кислотах, а при нагревании и в концентрированной уксусной кислоте.



Реакции Ca^{2+} - ионов

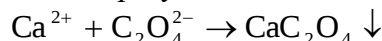
1. Серная кислота и растворимые сульфаты осаждают белый осадок CaSO_4 только из сравнительно концентрированных растворов солей кальция:



В разбавленных растворах осадок не образуется. Однако, если к такому прозрачному раствору добавить этиловый спирт, существенно понижающий растворимость сульфата кальция, осадок через некоторое время образуется. Для ускорения процесса осаждения раствор нагревают или протирают стеклянной палочкой стенку пробирки.

Осадок CaSO_4 растворим в $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ (отличие от BaSO_4 и SrSO_4 !) вследствие образования комплексной соли $(\text{NH}_4)_2[\text{Ca}(\text{SO}_4)_2]$, чем пользуются для отделения Sr^{2+} от Ca^{2+} .

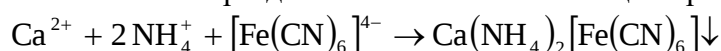
2. Оксалат аммония $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ образует с Ca^{2+} белый осадок CaC_2O_4 :



растворимый в минеральных кислотах, но не растворимый в уксусной кислоте.

Этой наиболее важной реакции Ca^{2+} мешает присутствие Ba^{2+} и Sr^{2+} (см. реакции Ba^{2+} и Sr^{2+} -ионов).

3. Гексацианоферрат (II) калия $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ дает возможность обнаружения Ca^{2+} в присутствии Sr^{2+} , а также позволяет разделить эти катионы. Реакция протекает по уравнению



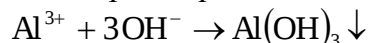
Реакцию ведут при $\text{pH} \sim 9$, т.е. в присутствии аммонийной буферной смеси. Поэтому при выполнении ее к 1-2 каплям исследуемого раствора прибавляют по 1 капле растворов NH_4Cl и NH_3 , нагревают и осаждают примерно равным объемом насыщенного раствора $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. Выпадает белый кристаллический осадок, *нерастворимый в уксусной кислоте*. Это позволяет отличить его от SrCO_3 , который может образоваться в присутствии $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, содержащемся в аммиаке, применяемом при реакции.

Ион Ba^{2+} при значительной концентрации может также дать осадок с $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$.

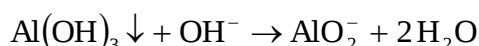
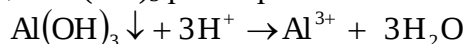
ОБНАРУЖЕНИЕ КАТИОНОВ IV ГРУППЫ

Реакции Al^{3+} - ионов

1. Едкие щелочи NaOH и KOH . В пробирку помещают 5-6 капель раствора соли алюминия и прибавляют одну каплю 2н. раствора NaOH .

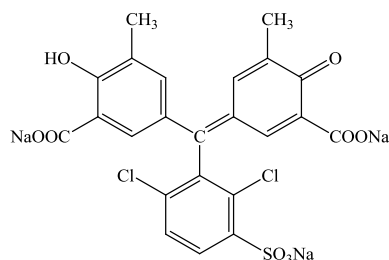


Образующийся белый осадок $\text{Al}(\text{OH})_3$ растворяется в кислотах и щелочах:



2. Аммиак осаждают Al^{3+} в виде $\text{Al}(\text{OH})_3$, который нерастворим в солях аммония.

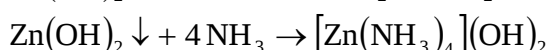
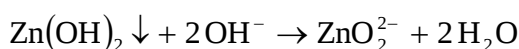
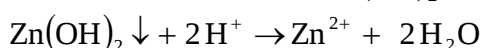
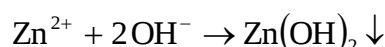
3. Хромазуrol S.



В пробирку помещают 1 каплю раствора соли алюминия, 1-2 капли хромазуrola S, 5-10 капель ацетатного буферного раствора с $\text{pH} 6$ и перемешивают. Раствор окрашивается в малиновый цвет.

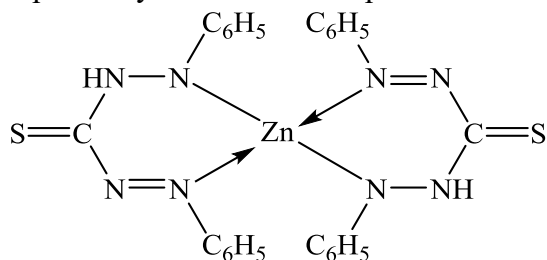
Реакции Zn^{2+} - ионов

1. Едкие щелочи NaOH и KOH образуют с Zn^{2+} белый осадок $\text{Zn}(\text{OH})_2$, растворимый в кислотах, щелочах, избытке аммиака и солях аммония.



2. Сероводород H_2S . В пробирку помещают 1-2 капли раствора соли цинка и прибавляют несколько капель свежеприготовленной сероводородной воды. Выпадает белый осадок ZnS , растворимый в сильных минеральных кислотах, но не растворимый в CH_3COOH .

3. Дитизон, применяемый в виде раствора в CHCl_3 или CCl_4 , образует с Zn^{2+} внутрикомплексную соль, окрашенную в малиново-красный цвет.

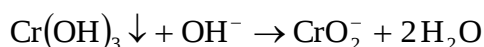
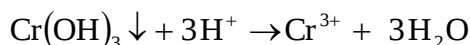
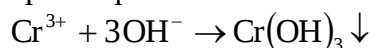


В отличие от аналогичных соединений (дитизонатов) других элементов, дитизонат цинка окрашивает в щелочной среде не только органический слой, но и водный слой.

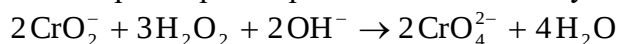
На фильтровальную бумагу помещают 1-2 капли раствора соли цинка. Влажное пятно обводят по периферии капилляром с раствором дитизона. Появление малинового кольца свидетельствует о присутствии Zn^{2+} . Если Zn^{2+} отсутствует, образуется кольцо оранжевого цвета, свойственное дитизону в щелочной среде.

Реакции Cr^{3+} - ионов

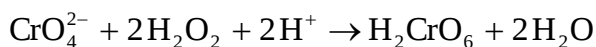
1. Едкие щелочи NaOH и KOH образуют с Cr^{3+} серо-зеленый осадок $\text{Cr}(\text{OH})_3$, растворимый в кислотах, щелочах, нерастворимый в аммиаке и солях аммония.



2. Окисление Cr (III) до Cr (VI) в щелочной среде. К 2-3 каплям раствора соли Cr^{3+} прибавляют 4-5 капель 2 н. раствора NaOH , 2-3 капли 3 %-ного раствора H_2O_2 и нагревают несколько минут до перехода окраски раствора из зеленой в желтую.

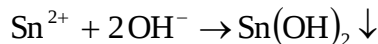


К полученному раствору, содержащему CrO_4^{2-} , прибавляют по 2-3 капли концентрированной серной кислоты, пероксида водорода и несколько капель амилового спирта или диэтилового эфира. При встряхивании раствора органическая фаза окрашивается в синий цвет вследствие образования надхромовой кислоты.

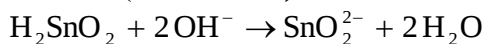


Реакции Sn^{2+} - ионов

1. Едкие щелочи и аммиак дают с ионом Sn^{2+} белый осадок $\text{Sn}(\text{OH})_2$:



Осадок амфотерен, т.е. растворим как в кислотах, так и в щелочах (испытайте!). В последнем случае образуются станниты (ион SnO_2^{2-}):

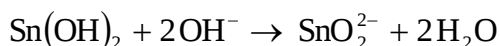
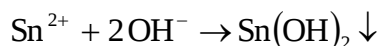


Осадок $\text{Sn}(\text{OH})_2$ нерастворим в избытке NH_4OH .

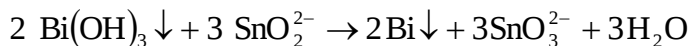
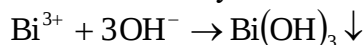
2. Реакция восстановления, производимые Sn^{2+} . Стандартный потенциал пары $\text{Sn}^{4+}/\text{Sn}^{2+}$ равен +0,15 В. Соответственно этому Sn^{2+} -ион является довольно сильным восстановителем, способным восстанавливать многие окислители с большим окислительным потенциалом.

Восстановление Bi^{3+} . Для выполнения реакции к 2 каплям раствора SnCl_2 прибавляют (на холоду) 8-10 капель 2 н. раствора NaOH или KOH , чтобы первоначально выпавший

осадок $\text{Sn}(\text{OH})_2$ растворился с образованием станнита:



К полученному щелочному раствору прибавляют каплю раствора соли висмута. При этом выпадает черный осадок металлического висмута:



Образующиеся при реакции Na_2SnO_3 или K_2SnO_3 называются станнатами. Они представляют собой соли метаоловянной кислоты H_2SnO_3 , отвечающий оксиду SnO_2 .

Реакция удастся и со щелочным раствором комплексного соединения висмута с глицерином, поскольку при диссоциации этого соединения создается достаточная концентрация Bi^{3+} .

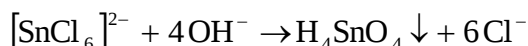
Выполняя реакцию, необходимо избегать прибавления концентрированной щелочи и нагревания, так как в этих условиях может выпасть черный осадок металлического олова вследствие разложения станнита:



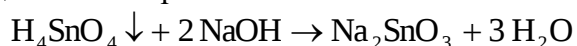
Если избыток щелочи слишком мал, то при стоянии может образоваться черный осадок оксида олова (II) SnO .

Реакция ионов Sn^{4+} - ионов

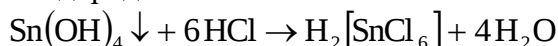
Едкие щелочи и аммиак образуют белый студенистый осадок ортооловянной кислоты $\text{Sn}(\text{OH})_4$, или H_4SnO_4 :



Осадок растворяется в щелочах с образованием станнатов:



Растворяется он также и при действии концентрированной HCl , причем образуется комплексная оловохлористоводородная кислота:



Критерии оценки:

«Зачтено» ставится в случае, если выполнено более 50% заданий, в освещении вопросов не содержится грубых ошибок, работа выполнена самостоятельно, выполнены требования к оформлению работы и срокам её сдачи.

«Не зачтено» ставится, если обучающихся не справился с заданием (выполнено менее 50% задания), нераскрыто основное содержание вопросов, имеются грубые ошибки в выполнении задания, а также работа выполнена несамостоятельно.

Лабораторная работа № 3

Название: Качественные реакции на катионы V и VI аналитических групп.

Цель: Изучение общих характеристик катионов пятой аналитической группы согласно кислотно-основной классификации, их частных реакций, знакомство со свойствами катионов шестой аналитической группы и их специфическими реакциями.

Количество часов: 4 часа

Коды формируемых компетенций: ОК 01, ОК 02, ОК 04, ОК 07, ОК 09, ПК 2.3, ПК 2.5

Коды личностных результатов: ЛР 8, ЛР 14, ЛР 21, ЛР 34

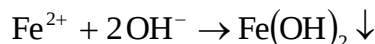
Ход занятия:

- 1) Краткое изложение учебного материала.
- 2) Самостоятельная работа студентов:

ОБНАРУЖЕНИЕ КАТИОНОВ V ГРУППЫ

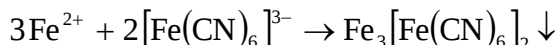
Реакции Fe^{2+} - ионов

1. Едкие щелочи NaOH и KOH осаждают Fe^{2+} в виде $\text{Fe}(\text{OH})_2$, растворимого в кислотах, но нерастворимого в щелочах.



2. Аммиак также осаждают Fe^{2+} в виде $\text{Fe}(\text{OH})_2$, но осаждение это неполное. В присутствии солей аммония осадок не образуется.

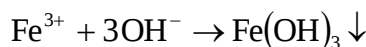
3. Гексацианоферрат (III) калия $\text{K}_3(\text{Fe}(\text{CN})_6)$ образует с Fe^{2+} синий осадок «турнбулевой сини».



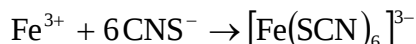
Осадок нерастворим в кислотах, но растворяется в щелочах с образованием $\text{Fe}(\text{OH})_2$.

Реакции Fe^{3+} - ионов

1. Едкие щелочи NaOH, KOH и аммиак образуют с Fe^{3+} красно-бурый осадок $\text{Fe}(\text{OH})_3$, растворимый в кислотах.

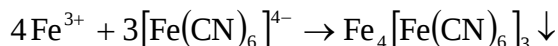


2. Роданид аммония NH_4SCN образует с Fe^{3+} комплексные соединения, окрашивающие раствор в кроваво-красный цвет.



Определению мешают фосфорная, винная, лимонная, щавелевая кислоты и соли фтористоводородной кислоты.

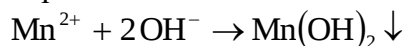
3. Гексацианоферрат (II) калия $\text{K}_4(\text{Fe}(\text{CN})_6)$ образует с Fe^{3+} темно-синий осадок «берлинской лазури».



Осадок растворяется в кислотах и разлагается щелочами с выделением $\text{Fe}(\text{OH})_3$.

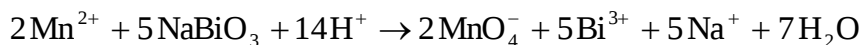
Реакции Mn^{2+} - ионов

1. Едкие щелочи NaOH, KOH и аммиак образуют с Mn^{2+} белый осадок $\text{Mn}(\text{OH})_2$, растворимый в кислотах, но нерастворимый в щелочах:



Осаждение аммиаком не полное.

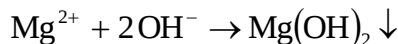
2. Окисление Mn^{2+} до MnO_4^- висмутатом натрия NaBiO_3 . К 1-2 каплям раствора соли марганца прибавляют 3-4 капли 6 М раствора HNO_3 и 5-6 капель воды, после чего вносят в раствор стеклянной палочкой немного порошка NaBiO_3 , перемешивают и центрифугируют. Раствор окрашивается в малиновый цвет.



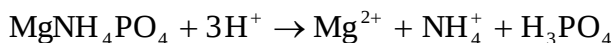
Следует избегать присутствия в растворе хлоридов.

Реакции Mg^{2+} - ионов

1. Едкие щелочи NaOH и KOH образуют с Mg^{2+} белый аморфный осадок $\text{Mg}(\text{OH})_2$, растворимый в кислотах и солях аммония.



2. Гидрофосфат натрия Na_2HPO_4 образует с солями магния в присутствии аммиака и хлорида аммония белый кристаллический осадок магнийаммонийфосфата, растворимый в кислотах.

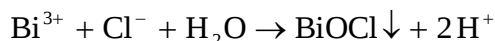


Смешивают в пробирке 1-3 капли раствора соли магния с 2-3 каплями 2 М раствора

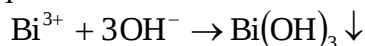
соляной кислоты и 1-2 каплями раствора Na_2HPO_4 . К полученному раствору прибавляют по каплям 2 М раствор аммиака до резкого запаха, перемешивая содержимое пробирки после добавления каждой капли. Трение стенок пробирки стеклянной палочкой ускоряет образование осадка. При отсутствии осадка содержимое пробирки выдерживают некоторое время.

Реакции Bi^{3+} - ионов

1. Действие воды (гидролиз). Раствор BiCl_3 сильно разбавляют водой. При этом выпадает белый осадок основной соли BiOCl .



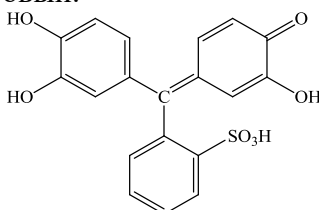
2. Едкие щелочи NaOH и KOH образуют белый осадок гидроксида висмута, растворимый в кислотах и нерастворимый в щелочах:



3. Аммиак NH_4OH выделяет белый осадок основной соли, состав которой меняется в зависимости от концентрации и температуры раствора.

4. Станниты калия и натрия восстанавливают Bi^{3+} до металлического висмута (осадок черного цвета).

5. Пирокатехиновый фиолетовый.



Висмут взаимодействует с пирокатехиновым фиолетовым в кислой среде при pH 2 – 3 с образованием комплексного соединения, окрашенного в синий цвет. В этих условиях с пирокатехиновым фиолетовым реагируют только Bi^{3+} , $\text{Sn}(\text{IV})$, Fe^{3+} . Влияние Fe^{3+} можно устранить восстановлением его до Fe^{2+} , которое не реагирует с пирокатехиновым фиолетовым при pH 2 -3. Ионы Al^{3+} и Cu^{2+} также образуют с пирокатехиновым фиолетовым окрашенные в синий цвет комплексы, но только в среде, близкой к нейтральной. Раствор реагента в отсутствие висмута при pH 2 -3 желтого цвета.

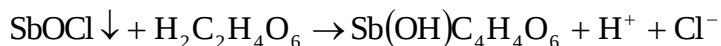
Реакцию проводят следующим образом. К 1 капле анализируемого раствора добавляют немного восстановителя (аскорбиновой кислоты или гидроксилламин), вводят 2 – 3 капли раствора пирокатехинового фиолетового и перемешивают. В присутствии Bi^{3+} раствор окрашивается в синий цвет.

Реакции Sb^{3+}

1. Действие воды (гидролиз). Несколько капель раствора соли сурьмы (III) сильно разбавляют водой. Выпадает белый осадок основной соли SbOCl :



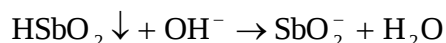
Реакция аналогично соответствующей реакции Bi^{3+} . При нагревании с избытком HCl осадок SbOCl растворяется. В отличие от BiOCl , он растворяется также в винной кислоте с образованием комплексного соединения:



2. Едкие щелочи и аммиак дают белый осадок метасурьмянистой кислоты:

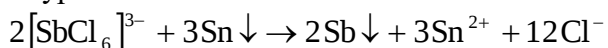


Разделив выпавший осадок на две части, на одну из них действуют какой-либо сильной кислотой, а на другую – щелочью. В обоих случаях осадок растворяется. (О чем это свидетельствует?) Уравнения реакций:



3. Восстановление Sb^{3+} до металлической сурьмы.

1) Восстановление оловом. На кусочек оловянной фольги (станиоля) помещают каплю солянокислого раствора соли сурьмы (III) и оставляют на некоторое время. Образуется черное пятно металлической сурьмы:



В отличие от мышьяка, пятно сурьмы не исчезает при обработке его каплей свежеприготовленного раствора NaBrO. Перед выполнением этого испытания необходимо удалить промыванием оставшийся на поверхности олова кислый исследуемый раствор, так как в присутствии кислоты может исчезнуть и пятно сурьмы. Присутствие ионов олова обнаружению сурьмы данной реакцией не мешает.

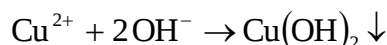
2) Восстановление цинком. На платиновую пластинку помещают 1-2 капли раствора соли сурьмы (III) и опускают в этот раствор кусочек цинка так, чтобы цинк и платина соприкасались. При этом образуется гальваническая пара, в которой отрицательным полюсом является Zn, а положительным – Pt. Получая электроны, отдаваемые цинком, платина передает их ионам сурьмы, которые восстанавливаются до металла. Вследствие этого на платиновой пластинке появляется черное пятно металлической сурьмы. В отличие от олова, сурьма нерастворима в HCl, но растворяется в HNO₃.

Сурьма (III) восстанавливается в кислом растворе до металлической сурьмы также и многими другими металлами, стоящими в ряду напряжений левее Sb, например Mg, Fe и т.д.

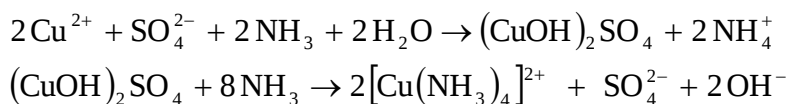
ОБНАРУЖЕНИЕ КАТИОНОВ VI ГРУППЫ

Реакции Cu^{2+} - ионов

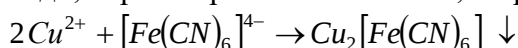
1. Едкие щелочи NaOH и KOH образуют с Cu^{2+} голубой осадок $\text{Cu}(\text{OH})_2$, растворимый в кислотах:



2. Аммиак, прибавленный в небольшом количестве, осаждает основную соль зеленоватого цвета, легкорастворимую в избытке реагента. Образуется аммиачный комплекс меди синего цвета.

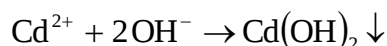


3. Гексацианоферрат (II) калия $\text{K}_4(\text{Fe}(\text{CN})_6)$ при $\text{pH} < 7$ образует с Cu^{2+} красно-бурый осадок гексацианоферрата (II) меди, нерастворимый в кислотах, но растворимый в аммиаке:

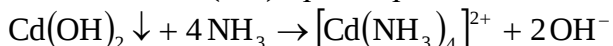


Реакции Cd^{2+} - ионов

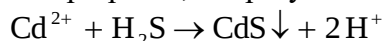
1. Едкие щелочи NaOH и KOH образуют с Cd^{2+} белый осадок $\text{Cd}(\text{OH})_2$, растворимый в кислотах:



2. Аммиак образует с Cd^{2+} осадок $\text{Cd}(\text{OH})_2$, растворимый в избытке реагента:



3. При действии сероводорода при $\text{pH} > 0,5$ образуется желтый осадок CdS :

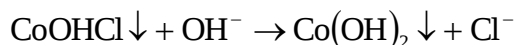


Реакции Co^{2+} - ионов

1. Едкие щелочи NaOH и KOH образуют с Co^{2+} синий осадок основной соли:



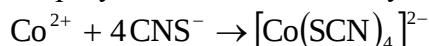
При дальнейшем прибавлении щелочи и нагревании основная соль превращается в $\text{Co}(\text{OH})_2$ розового цвета.



2. Аммиак образует с ионами кобальта синий осадок основной соли, растворимый в избытке реагента или соли аммония:



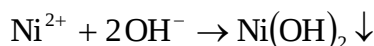
3. Роданид аммония NH_4SCN образует с Co^{2+} комплексную соль:



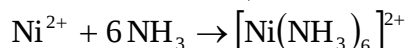
К 1-2 каплям раствора соли кобальта (II) добавляют 8-10 капель насыщенного раствора роданида аммония и 5-6 капель амилового спирта. Органическая фаза окрашивается в синий цвет. Определению Co^{2+} мешает железо (III), поэтому Fe^{3+} связывают в комплекс $[\text{FeF}_6]^{3-}$, прибавляя фторид натрия или аммония.

Реакции Ni^{2+} - ионов

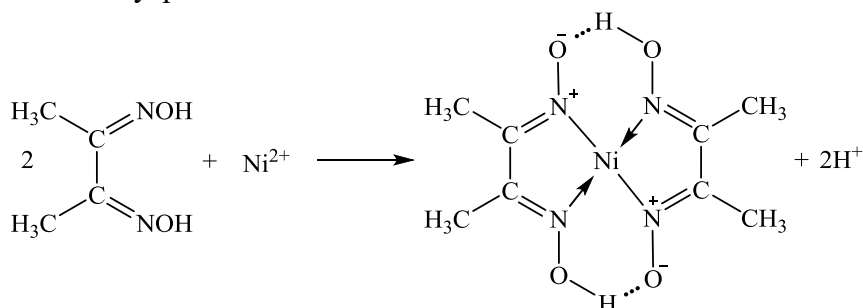
1. Едкие щелочи NaOH и KOH образуют с Ni^{2+} зеленый осадок $\text{Ni}(\text{OH})_2$, растворимый в кислотах, аммиаке и солях аммония.



2. Аммиак образует зеленый осадок основной соли, который растворяется в избытке реагента с образованием комплексной соли синего цвета:



3. Диметилглиоксим (реактив Чугаева) образует с ионами никеля в аммиачной среде красный осадок внутрикомплексной соли.



Для выполнения реакции на каплю раствора соли никеля действуют каплей раствора диметилглиоксима и каплей разбавленного раствора аммиака.

Критерии оценки:

«Зачтено» ставится в случае, если выполнено более 50% заданий, в освещении вопросов не содержится грубых ошибок, работа выполнена самостоятельно, выполнены требования к оформлению работы и срокам её сдачи.

«Не зачтено» ставится, если обучающихся не справился с заданием (выполнено менее 50% задания), нераскрыто основное содержание вопросов, имеются грубые ошибки в выполнении задания, а также работа выполнена несамостоятельно.

Тема 2.3. Анионы I – III аналитических групп

Лабораторная работа № 4

Название: Качественные реакции на анионы I – III аналитических групп.

Цель: Изучение общих характеристик анионов согласно кислотно-основной классификации, их частных реакций, знакомство со свойствами и их специфическими реакциями.

Количество часов: 4 часа

Коды формируемых компетенций: ОК 01, ОК 02, ОК 04, ОК 07, ОК 09, ПК 2.3, ПК 2.5

Коды личностных результатов: ЛР 8, ЛР 14, ЛР 21, ЛР 34

Ход занятия:

- 1) Краткое изложение учебного материала.
- 2) Самостоятельная работа студентов:

ОБНАРУЖЕНИЕ АНИОНОВ I ГРУППЫ

Реакции SO_4^{2-} – ионов

1. Хлорид бария BaCl_2 образует белый осадок BaSO_4 , нерастворимый в кислотах. Этим BaSO_4 отличается от солей бария всех других анионов, чем и пользуются при обнаружении SO_4^{2-} . Некоторое осложнение при обнаружении вносят ионы $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ или смесь SO_3^{2-} и S^{2-} , так как в обоих случаях при подкислении выделяется белый осадок серы.

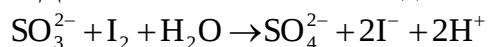
2. Соли свинца образуют белый осадок PbSO_4 , растворимый в едких щелочах и в ацетате аммония.

Реакции SO_3^{2-} - ионов

1. Хлорид бария BaCl_2 образует белый осадок BaSO_3 , растворимый в кислотах.
2. Минеральные кислоты разлагают все сульфиты с выделением SO_2 , легко распознаваемого по запаху.

3. Соли стронция образуют с растворами сульфитов белый осадок SrSO_4 (отличие от $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$), растворимый в кислотах.

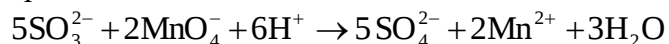
3. Действие окислителей. Иод восстанавливается растворами сульфитов:



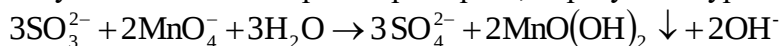
При этом раствор иода обесцвечивается и приобретает кислую среду.

Перманганат также восстанавливается сульфатами, причем реакцию можно проводить и в кислой, и в щелочной среде.

Если к раствору соли сульфита, подкисленному серной кислотой, прибавить по каплям раствор KMnO_4 , последний обесцвечивается:



При восстановлении в щелочной среде сначала малиновая окраска перманганата переходит в зеленую вследствие образования аниона марганцевой кислоты. Если полученный зеленый раствор нагреть, образуется бурый осадок марганцоватистой кислоты.



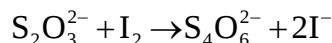
Реакции $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ - ионов

1. Хлорид бария BaCl_2 , прибавленный в избытке, образует с $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ белый осадок BaS_2O_3 . При выполнении реакции следует потирать стенки пробирки стеклянной палочкой.

2. Нитрат серебра AgNO_3 , прибавленный в избытке, выделяет белый осадок $\text{Ag}_2\text{S}_2\text{O}_3$, который быстро желтеет, затем буреет и становится черным вследствие превращения его в сульфид серебра Ag_2S . Нагревание ускоряет процесс.

3. Кислоты выделяют из растворов тиосульфатов свободную $\text{H}_2\text{S}_2\text{O}_3$, которая разлагается на H_2O , SO_2 и S .

4. Раствор иода обесцвечивается растворами тиосульфатов с образованием тетраионатов



Реакции CO_3^{2-} - ионов

1. Хлорид бария BaCl_2 образует белый осадок BaCO_3 , растворимый в минеральных кислотах с выделением CO_2 .

2. Нитрат серебра AgNO_3 образует белый осадок Ag_2CO_3 , растворимый в кислотах.

3. Кислоты разлагают карбонаты с выделением CO_2 . Выделение CO_2 можно обнаружить по помутнению известковой воды.

Реакции PO_4^{3-} - ионов

1. Хлорид бария BaCl_2 образует с раствором Na_2HPO_4 белый осадок BaHPO_4 , растворимый в кислотах.

2. Нитрат серебра AgNO_3 образует желтый осадок растворимый в азотной кислоте и аммиаке.

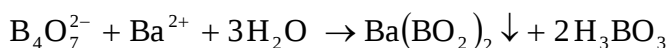
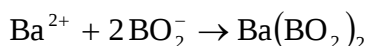
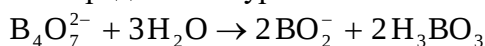
Реакции $C_2O_4^{2-}$ - ионов

1. Хлорид бария $BaCl_2$ образует белый осадок BaC_2O_4 , растворимый в минеральных кислотах и (при кипячении) в уксусной кислоте.
2. Соли кальция осаждают $C_2O_4^{2-}$ в виде белого осадка CaC_2O_4 , растворимого в минеральных кислотах, но нерастворимого в уксусной кислоте, что отличает его от солей кальция других анионов 1 группы (кроме CaF_2 и $CaSO_4$).
3. Перманганат калия в кислой среде окисляет $C_2O_4^{2-}$ до CO_2 . Реакцию проводят при 70-80 °С с добавлением в качестве катализатора 1-2 капель раствора $MnSO_4$.
4. Нитрат серебра $AgNO_3$ образует белый творожистый осадок растворимый в азотной кислоте и аммиаке.

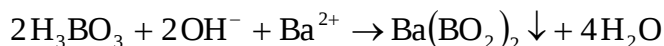
Реакции $B_4O_7^{2-}$ и BO_2^- -ионов

1. Хлорид бария $BaCl_2$ образует с не слишком разбавленным раствором $Na_2B_4O_7$ белый осадок метабората бария $Ba(BO_2)_2$, растворимый в кислотах.

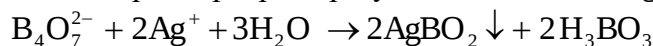
Образование его можно представить уравнениями:



Как видно из уравнения реакции, в осадок выделяется лишь половина присутствующего в растворе метаборат-иона. Для полного осаждения его реакцию следует проводить в щелочной среде:

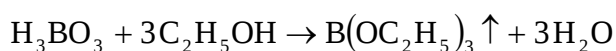
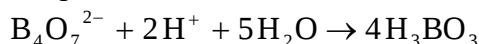


2. Нитрат серебра образует белый осадок $AgBO_2$, растворимый в HNO_3 и аммиаке.



Окрашивание пламени. Летучие соединения бора окрашивают бесцветное пламя горелки в зеленый цвет. Вследствие нелетучести боратов реакцию проводят следующим способом.

В тигле выпаривают 4-5 капель раствора $Na_2B_4O_7$. Сухой остаток после охлаждения обрабатывают 3-4 каплями концентрированной H_2SO_4 , 5-6 каплями этилового (или метилового) спирта, хорошо перемешивают и зажигают. Реакция идет по уравнению:



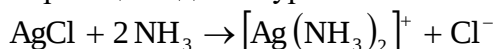
Образующийся борно-этиловый эфир $B(OC_2H_5)_3$ является весьма летучим соединением и окрашивает пламя в характерный зеленый цвет.

ОБНАРУЖЕНИЕ АНИОНОВ II ГРУППЫ

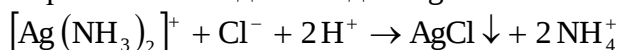
Реакции Cl^- - ионов

1. Нитрат серебра $AgNO_3$ образует с Cl^- белый творожистый осадок $AgCl$. На свету осадок становится серо-фиолетовым, а затем чернеет (разложение).

Как малорастворимая соль сильной кислоты хлорид серебра нерастворим в кислотах, например, азотной; однако легко растворяется при действии веществ, способных связывать Ag^+ в комплекс, в случае аммиака реакция идет по уравнению:

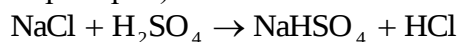


При подкислении раствора снова выпадает осадок $AgCl$



2. Концентрированная серная кислота при действии на сухие хлориды, например $NaCl$ или KCl , выделяет газообразный HCl (запах и покраснение влажной синей лакмусовой

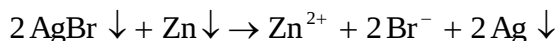
бумаги, поднесенной к отверстию пробирки):



Реакции Br^- - ионов

1. Нитрат серебра AgNO_3 образует с растворами бромидов бледно-желтый осадок AgBr , нерастворимый в азотной кислоте. Осадок плохо растворим в аммиаке и практически нерастворим в $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$.

Бромид серебра легко разлагается при действии цинковой пыли в присутствии 2 н раствора H_2SO_4 :



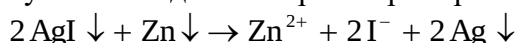
Образующееся серебро выпадает в виде черного осадка, а Br^- - ионы переходят в раствор, где и могут быть обнаружены.

2. Действие окислителей. Из-за меньшего стандартного потенциала пары $\text{Br}_2/2\text{Br}^-$ по сравнению со стандартным потенциалом пары $\text{Cl}_2/2\text{Cl}^-$ Br^- - ионы являются более сильными восстановителями, т.е. легче окисляются, чем Cl^- - ионы.

В пробирку помещают 1-2 капли раствора NaBr и, подкислив его несколькими каплями 2 н. раствора серной кислоты, прибавляют 1-2 капли хлорной воды или раствора NaClO . Раствор буреет при выделении свободного брома. Если в пробирку прибавить несколько капель хлороформа CHCl_3 , в котором Br_2 растворим лучше, чем в воде, и взболтать, слой растворителя окрашивается в оранжевый цвет. При избытке хлорной воды окраска переходит в желтоватую, образуется BrCl . Это важная реакция на бромид-ион.

Реакции I^- - ионов

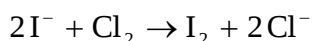
1. Нитрат серебра AgNO_3 образует с I^- - ионом желтый осадок AgI , нерастворимый в азотной кислоте и в аммиаке (отличие от AgCl). AgI , так же, как и AgBr , разлагается при действии цинковой пыли в присутствии воды и 2 н. раствора серной кислоты:



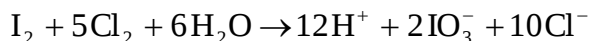
2. Соли свинца образуют с иодид-ионом желтый или золотистый осадок PbI_2 .

3. Действие хлора и NaClO . Подобно концентрированной серной кислоте, действуют на иодиды и многие другие окислители. Часто применяют для обнаружения хлорную воду или раствор гипохлорита натрия. Этой реакцией обнаруживают I^- и Br^- при совместном присутствии.

Для этого смешивают по капле растворов KI и KBr , разбавленных водой в 2-3 раза, и, прибавив 2-3 капли 2 н. раствора и несколько капель хлороформа, прибавляют по одной капле хлорную воду, каждый раз хорошо взбалтывая содержимое пробирки. Сначала окисляются I^- -ионы, которые являются более сильными восстановителями, чем Br^- - ионы:

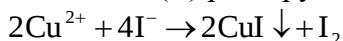


Реакция сопровождается появлением характерной для I_2 фиолетовой окраски хлороформного слоя. При дальнейшем прибавлении хлорной воды окраска исчезает вследствие окисления I_2 до иодноватой кислоты:



В присутствии Br^- - ионов вслед за исчезновением фиолетовой окраски I_2 появляется оранжевая окраска, которая сменяется желтой, характерной для BrCl .

3. Соли меди (II) реагируют с I^- :

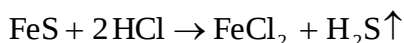
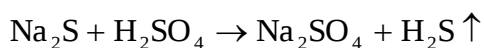


При этом выпадает осадок иодида меди (I) цвета слоновой кости.

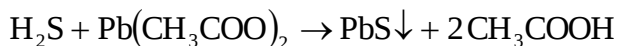
Реакции S^{2-} - ионов

1. Нитрат серебра AgNO_3 образует с S^{2-} - ионами черный осадок, нерастворимый в аммиаке, но при нагревании растворимый в разбавленной азотной кислоте.

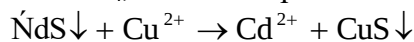
2. Разбавленные кислоты и разлагают сульфиды с образованием газообразного H_2S :



Выделение сероводорода можно обнаружить по запаху тухлых яиц и по почернению бумаги, смоченной ацетатом свинца:

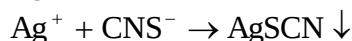


3. Соли кадмия образуют с S^{2-} - ионами ярко-желтый осадок. Если его после отделения от раствора обработать 1-2 каплями CuSO_4 , то он почернеет:



Реакции CNS^- - ионов

1. Нитрат серебра AgNO_3 осаждает SCN^- в виде белого осадка:



Осадок нерастворим в разбавленной азотной кислоте, незначительно растворяется в аммиаке.

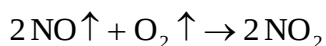
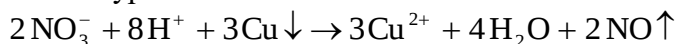
2. Соли железа (III) Fe^{3+} образуют с SCN^- - ионами красную или розовую (при малых концентрациях CNS^-) окраску вследствие образования роданида железа (III). При выполнении реакции раствор следует подкислять, чтобы подавить гидролиз $\text{Fe}(\text{SCN})_3$. При малых концентрациях слабую окраску можно усилить, экстрагируя $\text{Fe}(\text{SCN})_3$ органическими растворителями, например амиловым спиртом, в котором он лучше растворяется, чем в воде.

3. Соли кобальта образуют с роданидами комплексные соединения, растворимые в амиловом спирте с образованием окрашенного в синий цвет кольца. При выполнении реакции необходимо применять разбавленный раствор $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ и добавлять его по одной капле, так как комплекс $(\text{Co}(\text{SCN})_4)^{2-}$ образуется только в присутствии большого избытка CNS^- .

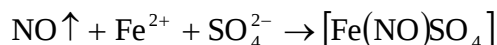
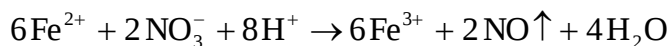
ОБНАРУЖЕНИЕ АНИОНОВ III ГРУППЫ

Реакции NO_3^- - ионов

1. Медь и серная кислота. К 2-3 каплям раствора нитрата прибавляют несколько капель концентрированной серной кислоты и кусочек металлической меди. Содержимое пробирки нагревают. Выделяется бурый газ NO_2 , который легче заметить, если поместить пробирку над листом белой бумаги и смотреть на нее сверху. Предварительно необходимо убедиться в том, что реакция идет не очень бурно.



2. Сульфат железа (II). В каплю исследуемого раствора нитрата, помещенную на капельную пластинку или часовое стекло, вносят кристалл FeSO_4 размером с булавочную головку и прибавляют каплю концентрированной серной кислоты. В присутствии NO_3^- - иона вокруг кристалла появляется бурое кольцо вследствие образования комплексного соединения $[\text{Fe}(\text{NO})\text{SO}_4]$:

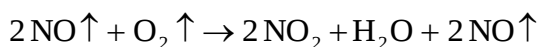
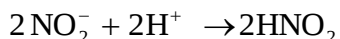


2. Дифениламин $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{NH}$. На вымытое и досуха вытертое часовое стекло помещают 4-5 капель раствора дифениламина в концентрированной серной кислоте, (если стекло недостаточно чистое, будет наблюдаться посинение раствора). Вносят туда же на кончике стеклянной палочки очень немного испытуемого раствора нитрата и перемешивают. В присутствии NO_3^- появляется интенсивная синяя окраска вследствие окисления дифениламина образующейся азотной кислотой. Эту же реакцию дают NO_2^- , CrO_4^{2-} , MnO_4^- , Fe^{3+} , $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$ и другие окислители.

Реакции NO_2^- - ионов

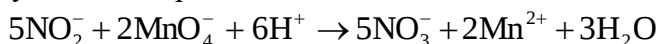
Все описанные выше реакции NO_3^- характерны также и для нитритов. Отличить нитрит от нитрата можно при помощи следующих реакций.

1. Кислоты разлагают все нитриты с образование бурого газа NO_2 .



2. Иодид калия в присутствии разбавленной минеральной кислоты или уксусной кислоты окисляется нитритами до I_2 .

3. Перманганат калия в сернокислой среде при нагревании обесцвечивается в присутствии нитритов.

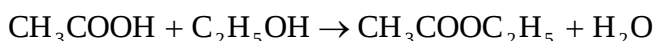
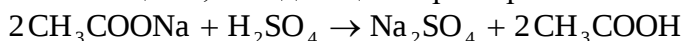


В щелочной среде перманганат калия нитритами не восстанавливается.

Реакции CH_3COO^- - ионов

1. Серная кислота при действии на ацетаты вытесняет из них свободную уксусную кислоту, которая, улетучиваясь при нагревании, может быть обнаружена по характерному запаху. Та же реакция происходит при растирании твердого ацетата в ступке с NaHSO_4 или KHSO_4 .

2. Образование этилацетата и амилацетата. К нескольким каплям раствора ацетата прибавляют по 3-4 капли концентрированной серной кислоты и этилового спирта, смесь нагревают 1-2 мин на водяной бане, после чего выливают содержимое пробирки в стакан с холодной водой. Образуется этилацетат, обладающий характерным запахом:



При замене этилового спирта амиловым спиртом образуется амилацетат $\text{CH}_3\text{COOC}_5\text{H}_{11}$, называемый грушевой эссенцией.

3. Действие хлорида железа (III). К раствору ацетата натрия прибавляют немного FeCl_3 , появляется красно-бурая окраска вследствие образования комплекса. При разбавлении водой и нагревании выпадает осадок основной соли $[\text{Fe}_3(\text{CH}_3\text{COO})_6\text{O}]\text{OH}$.

Критерии оценки:

«Зачтено» ставится в случае, если выполнено более 50% заданий, в освещении вопросов не содержится грубых ошибок, работа выполнена самостоятельно, выполнены требования к оформлению работы и срокам её сдачи.

«Не зачтено» ставится, если обучающихся не справился с заданием (выполнено менее 50% задания), нераскрыто основное содержание вопросов, имеются грубые ошибки в выполнении задания, а также работа выполнена несамостоятельно.

Лабораторная работа № 5

Название: Анализ химического соединения (соли).

Цель: установить формулу неизвестного вещества

Количество часов: 4 часа

Коды формируемых компетенций: ОК 01, ОК 02, ОК 04, ОК 07, ОК 09, ПК 2.3, ПК 2.5

Коды личностных результатов: ЛР 8, ЛР 14, ЛР 21, ЛР 34

Ход занятия:

- 1) Инструктаж по технике безопасности
- 2) Краткое изложение учебного материала.
- 3) Самостоятельная работа студентов:

АНАЛИЗ ХИМИЧЕСКОГО СОЕДИНЕНИЯ (СОЛИ)

Анализ сводится к открытию катиона и аниона. Анализ следует начинать с перевода соли в раствор. Соль может быть растворима или нерастворима в воде.

1. Соль растворима в воде. Растворить пробу в небольшом количестве воды. При необходимости раствор нагреть на водяной бане.

2. Перевод в раствор веществ, растворимых в кислотах. Небольшую порцию вещества обрабатывают в пробирке 2 н. раствором соляной кислоты при перемешивании. При необходимости нагревают раствор на водяной бане. Отметить, выделяются ли газы (CO_2 , SO_2 , H_2S , NO_2), чтобы учесть при открытии анионов. Если вещество не растворяется в 2 н. растворе соляной кислоты, разбавленную кислоту слить и заменить концентрированной. Отдельную порцию пробы нагреть с 6 н. раствором азотной кислоты.

3. Перевод в раствор веществ, нерастворимых в кислотах. Это могут быть галогениды серебра или сульфаты бария, стронция, кальция (частично), свинца. Испытать осадок на растворимость в аммиаке. Хлорид серебра растворяется с образованием комплексной соли. Если растворяется, то исследовать раствор на наличие ионов серебра. Иодид и бромид серебра можно разложить, действуя на них металлическим цинком и серной кислотой при нагревании. Далее испытать осадок, действуя на него 30%-ным раствором ацетата аммония. Если осадок не растворяется в указанных реактивах, перевести сульфаты в карбонаты и исследовать раствор на присутствие катионов III группы.

4. Открытие катионов. Анализ следует начинать с открытия катионов, так как вопрос о присутствии или отсутствии некоторых анионов решается попутно с обнаружением катионов. Перед анализом раствора обратить внимание на его окраску и определить с помощью индикаторной бумажки pH, если соль растворима в воде. По окраске можно судить о наличии или отсутствии ионов Cu^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Fe^{3+} , Cr^{3+} , CrO_4^{2-} , $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$, MnO_4^- .

Определение pH дает предварительное представление о присутствии некоторых ионов. Низкое значение pH может быть обусловлено присутствием в растворе сильно гидролизующихся катионов. Если pH больше 7, возможно присутствие в растворе анионов слабых кислот. Действуя групповыми реагентами, определить принадлежность катиона к той или иной аналитической группе. После этого открытие катиона провести дробным методом, используя характерные реакции на катионы данной аналитической группы (следует иметь в виду, что катионы 4 группы при действии группового реагента остаются в растворе).

5. Открытие аниона. Исходя из растворимости анализируемой соли в соответствующем растворителе (вода, кислоты, аммиак и т.д.) и результатов по обнаружению катиона, исключить анионы, присутствие которых в данной соли невозможно. Провести предварительные испытания на принадлежность аниона к аналитической группе, а также на присутствие анионов окислителей, восстановителей, выделения газов. С учетом предварительных испытаний анионы открывают дробным методом.

Критерии оценки:

«Зачтено» ставится в случае, если выполнено более 50% заданий, в освещении вопросов не содержится грубых ошибок, работа выполнена самостоятельно, выполнены требования к оформлению работы и срокам её сдачи.

«Не зачтено» ставится, если обучающихся не справился с заданием (выполнено менее 50% задания), нераскрыто основное содержание вопросов, имеются грубые ошибки в выполнении задания, а также работа выполнена несамостоятельно.

РАЗДЕЛ 3. КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ

Тема 3.1 Введение в количественный анализ. Титриметрические методы анализа. Лабораторная работа № 6

Название: Приготовление стандартного раствора соляной кислоты.

Цель: научиться готовить растворы для титриметрического анализа методом разбавления на примере раствора соляной кислоты.

Количество часов: 4 часа

Коды формируемых компетенций: ОК 01, ОК 02, ОК 04, ОК 07, ОК 09, ПК 2.3, ПК 2.5

Коды личностных результатов: ЛР 8, ЛР 14, ЛР 21, ЛР 34

Ход занятия:

- 1) Инструктаж по технике безопасности
- 2) Краткое изложение учебного материала.
- 3) Самостоятельная работа студентов:

Сущность работы: необходимо приготовить 500 мл 0,1 М раствора соляной кислоты. Нужно количество соляной кислоты в приготовленном растворе можно рассчитать по формуле:

$$m_{\text{HCl}} = C_{\text{н}} \cdot V \cdot M_{\text{э}}(\text{HCl}) = 0,1 \cdot 0,5 \cdot 36,5 = 1,825 \text{ г}$$

Таким образом, для приготовления 0,5 л 0,1 М раствора нужно взять 1,825 г соляной кислоты. Для приготовления ~0,1 М раствора HCl используют раствор концентрированной соляной кислоты. Плотность раствора определяют *ареометром*. Для этого концентрированную соляную кислоту наливают в цилиндр емкостью 50 мл, опускают ареометр и записывают показания ареометра, соответствующие верхнему уровню жидкости в цилиндре. Зная плотность раствора, по справочнику определяют массовую долю (ω , %) и рассчитывают массу концентрированного раствора HCl:

$$\omega = \frac{m}{m_1} \cdot 100\% \Rightarrow m_1 = \frac{m \cdot 100}{\omega}.$$

Используя зависимость между объемом V , массой m и плотностью ρ : $V = \frac{m}{\rho}$ находят объем раствора концентрированной соляной кислоты, необходимой для приготовления 500 мл 0,1 М раствора.

Реактивы и приборы.

1. Концентрированный раствор соляной кислоты.
2. Дистиллированная вода.
3. Ареометр, 1,120-1,180 г/мл.
4. Мерные цилиндры вместимостью 50,25, 500 мл.
5. Воронка.
6. Слянка вместимостью 500 мл с пробкой.

Ход работы. В мерный цилиндр вместимостью 500 мл наливают 250÷300 мл дистиллированной воды и добавляют рассчитанный объем концентрированной соляной кислоты из другого мерного цилиндра. Раствор доводят до метки водой, переливают в склянку через воронку и, закрыв пробкой, тщательно перемешивают. Полученный раствор хранят для работы на следующих занятиях.

Критерии оценки:

«Зачтено» ставится в случае, если выполнено более 50% заданий, в освещении вопросов не содержится грубых ошибок, работа выполнена самостоятельно, выполнены требования к оформлению работы и срокам её сдачи.

«Не зачтено» ставится, если обучающихся не справился с заданием (выполнено менее 50% задания), нераскрыто основное содержание вопросов, имеются грубые ошибки в выполнении задания, а также работа выполнена несамостоятельно.

Тема 3.2 Кислотно-основное титрование

Лабораторная работа № 7

Название: Стандартизация 0,1 М раствора соляной кислоты по стандартному раствору буры.

Цель: получить навыки приготовления рабочего раствора, проведения титрования и обработки результатов анализа. Установить точную концентрацию приготовленной соляной кислоты по стандартному раствору тетрабората натрия.

Количество часов: 4 часа

Коды формируемых компетенций: ОК 01, ОК 02, ОК 04, ОК 07, ОК 09, ПК 2.3, ПК 2.5

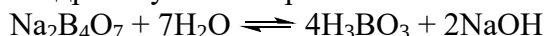
Коды личностных результатов: ЛР 8, ЛР 14, ЛР 21, ЛР 34

Ход занятия:

- 1) Инструктаж по технике безопасности
- 2) Краткое изложение учебного материала.
- 3) Самостоятельная работа студентов:

Сущность работы: Приготовленный в первой работе раствор соляной кислоты не будет точно 0,1 М, так как измерение объема и определение плотности кислоты связаны с заметными ошибками. Следовательно, мы получаем приблизительно 0,1 М раствор. Точную концентрацию полученного раствора можно установить, используя в качестве стандартных растворы буры или соды. Наиболее удобен тетраборат натрия $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ (бура), так как он при хранении не меняет своего состава.

В водных растворах бура гидролизуеться с образованием ионов OH^- :



При титровании кислотой процесс гидролиза протекает до конца. Таким образом, буру можно рассматривать как основание. Взаимодействие, буры с соляной кислотой можно описать уравнением:



Молярная масса эквивалента буры равна 1/2 молярной массы, т.е. $381,4/2=190,7$ г/моль.

Лабораторная работа сводится к приготовлению 0,1 М раствора буры и титрованию его ранее приготовленным раствором соляной кислоты.

Реактивы и приборы:

1. Соляная кислота, ~ 0,1 М раствор.
2. Бура, ~ 0,1 М ($f_{\text{экв}}=1/2$) раствор или сухой препарат.
3. Индикатор - метиловый оранжевый, 0,1 % раствор.
4. Бюретка вместимостью 25 мл; пипетка Мора вместимостью 20-25 мл; коническая колба вместимостью 250-300 мл; воронка.

Ход работы. Необходимую навеску буры рассчитывают по формуле:

$$m_{\text{буры}} = C_{\text{H}} \cdot V \cdot M_{\text{э}}(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7) = 0,1 \cdot 0,25 \cdot 190,7 = 4,7680 \text{ г.}$$

В мерную колбу вместимостью 250 мл помещают навеску буры 4,5-5,0 г, взятую на аналитических весах с точностью до 0,0001 г, приливают 50-80 мл горячей воды и перемешивают до полного растворения навески. Затем раствор охлаждают, под струей холодной воды и разбавляют водой до метки, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают.

Молярную концентрацию эквивалента (нормальность) приготовленного раствора буры

$$\text{рассчитывают по формуле: } C_{\text{H}} = \frac{m \cdot 1000}{V \cdot M_{\text{э}}(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7)},$$

где m – навеска буры, г; V – объем мерной колбы, мл; $M_{\text{э}}$ – молярная масса эквивалента буры, г/моль; 1000 – коэффициент перевода литра в миллилитры.

В лабораторный журнал вносят исходные данные и подготавливают страницу для записи результатов титрования (табл. 1).

Таблица 1.

Результаты титрования					
$V_{\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7}$, мл	$C_{\text{H}}(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7)$, моль/л	V_{HCl} , мл	$\bar{V}_{\text{HCl}}$, мл	$\bar{C}_{\text{H}}(\text{HCl})$, моль/л	F

После этого приступают к титрованию. Бюретку заполняют приготовленным на предыдущем занятии раствором соляной кислоты, предварительно сполоснув ее этим же раствором. В коническую колбу отбирают пипеткой 20 или 25 мл приготовленного раствора буры, прибавляют 2 или 3 капли раствора индикатора метилового оранжевого и титруют раствором соляной кислоты до изменения окраски раствора из желтой в желто-оранжевую.

Титруют три раза и берут средний результат. В отдельных титрованиях объемы титранта могут различаться между собой не более чем на 0,1 мл. Если результаты сильно различаются, то необходимо повторить титрование до получения трех сходимых результатов.

Вычисление результатов. 1) Концентрацию соляной кислоты рассчитывают по формуле:

$$\bar{C}_{\text{H}}(\text{HCl}) = \frac{C_{\text{H}}(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7) \cdot V(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7)}{\bar{V}(\text{HCl})},$$

где $C_{\text{H}}(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7)$ – молярная концентрация эквивалента буры, моль/л; $V(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7)$ – объем отобранного пипеткой раствора буры, мл; $\bar{V}(\text{HCl})$ – средний объем соляной кислоты, израсходованный на титрование, мл.

2) Вычисляют *поправочный коэффициент* – число, выражающее отношение действительной (практической) концентрации вещества $C_{\text{пр}}$ к его заданной теоретической концентрации $C_{\text{теор}}$:

$$F = \frac{C_{\text{пр.}}}{C_{\text{теор.}}}$$

Критерии оценки:

«Зачтено» ставится в случае, если выполнено более 50% заданий, в освещении вопросов не содержится грубых ошибок, работа выполнена самостоятельно, выполнены требования к оформлению работы и срокам её сдачи.

«Не зачтено» ставится, если обучающихся не справился с заданием (выполнено менее 50% задания), нераскрыто основное содержание вопросов, имеются грубые ошибки в выполнении задания, а также работа выполнена несамоостоятельно.

Тема 3.3 Окислительно-восстановительное титрование

Лабораторная работа № 8

Название: Определение массовой доли перекиси водорода в растворе.

Цель: определить содержание перекиси водорода в растворе.

Количество часов: 4 часа

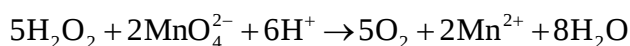
Коды формируемых компетенций: ОК 01, ОК 02, ОК 04, ОК 07, ОК 09, ПК 2.3, ПК 2.5

Коды личностных результатов: ЛР 8, ЛР 14, ЛР 21, ЛР 34

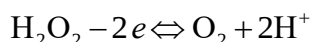
Ход занятия:

- 1) Инструктаж по технике безопасности
- 2) Краткое изложение учебного материала.
- 3) Самостоятельная работа студентов:

Сущность работы. Определение основано на реакции:



Как видно из уравнения, H_2O_2 в этой реакции играет роль восстановителя она окисляется до O_2 :



$$\text{Следовательно, } M_{\text{Э}}(\text{H}_2\text{O}_2) = \frac{M}{2} = \frac{34,02}{2} = 17,01 \text{ г/моль}$$

Реактивы и приборы:

1. Бurette 25 мл.
2. Пипетка Мора 10,00 мл.
3. Мерный цилиндр.
4. Раствор перманганата калия $\sim 0,02$ моль/л ($f_{\text{экв}}=1/5$).
5. Раствор серной кислоты, 1 моль/л.
6. Вода дистиллированная.

Ход работы. Исследуемый раствор, содержащий H_2O_2 , в мерной колбе разбавляют дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Аликвотную часть анализируемого раствора переносят пипеткой в коническую колбу для титрования, добавляют 5 мл раствора H_2SO_4 и титруют стандартным раствором KMnO_4 до появления бледно-розовой окраски, не исчезающей 1 мин.

Вычисление результатов. Содержание перекиси водорода в исследуемом растворе рассчитывают по формуле

$$m(\text{H}_2\text{O}_2) = \frac{C_{\text{H}}(\text{KMnO}_4) \cdot V(\text{KMnO}_4) \cdot M_{\text{Э}}(\text{H}_2\text{O}_2)}{1000} \cdot \frac{V_{\text{м.к.}}}{V_{\text{а.ч.}}},$$

где $C_{\text{H}}(\text{KMnO}_4)$ - молярная концентрация эквивалента раствора KMnO_4 , моль/л; $V(\text{KMnO}_4)$ - объем раствора KMnO_4 , $M_{\text{Э}}(\text{KMnO}_4)$ - молярная масса эквивалента, г/моль; $V_{\text{м.к.}}$ - объем мерной колбы, мл; $V_{\text{а.ч.}}$ - объем аликвотной части, мл.

Критерии оценки:

«Зачтено» ставится в случае, если выполнено более 50% заданий, в освещении вопросов не содержится грубых ошибок, работа выполнена самостоятельно, выполнены требования к оформлению работы и срокам её сдачи.

«Не зачтено» ставится, если обучающихся не справился с заданием (выполнено менее 50% задания), нераскрыто основное содержание вопросов, имеются грубые ошибки в выполнении задания, а также работа выполнена несамостоятельно.

Тема 3.4 Осадительное титрование

Лабораторная работа № 9

Название: Определение массовой доли хлорида натрия по методу Мора.

Цель: ознакомиться с методом осаждения, освоить методику argentометрического определения массы хлоридов по методу Мора

Количество часов: 4 часа

Коды формируемых компетенций: ОК 01, ОК 02, ОК 04, ОК 07, ОК 09, ПК 2.3, ПК 2.5

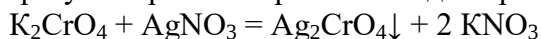
Коды личностных результатов: ЛР 8, ЛР 14, ЛР 21, ЛР 34

Ход занятия:

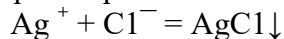
- 1) Инструктаж по технике безопасности
- 2) Краткое изложение учебного материала.
- 3) Самостоятельная работа студентов:

Сущность метода. Метод Мора предназначен для определения хлоридов и бромидов. Иодида и тиоцианаты этим методом не определяют, так как осадки AgI и AgSCN способны

адсорбировать индикатор – хромат калия. И поэтому они окрашиваются до точки эквивалентности и имеют нечеткую окраску. Определение ионов хлора основано на прямом титровании навески анализируемого вещества или его раствора стандартным раствором AgNO_3 в присутствии индикатора – хромата калия или адсорбционного индикатора. Хромат калия с нитратом серебра образует кирпично-красный осадок хромата серебра:



Титрование проводят в нейтральном растворе:



Реактивы:

1. Нитрат серебра, 0,05 н. титрованный раствор;
2. Хлорид натрия, 0,1 н. титрованный раствор; 5 %-ный раствор хромата калия;

Ход определения. Рассчитанную навеску хлорида или его раствор переносят в мерную колбу, доводят объем до метки и перемешивают. В коническую колбу для титрования отбирают пипеткой аликвотную часть полученного раствора (2 – 10 мл), раствор немного разбавляют водой (примерно до 10 мл). К раствору прибавляют 3 – 5 капель 5 %-ного раствора хромата калия и титруют при энергичном перемешивании раствором AgNO_3 до тех пор, пока не появится первое не исчезающее окрашивание суспензии в слабый красноватокоричневый цвет (до перехода окраски содержимого колбы от лимонножелтой окраски до темно-розовой окраски). Титрование повторите 3 раза. Рассчитайте содержание хлорида натрия в исследуемом растворе.

$$\nu(1/z \cdot \text{AgNO}_3) = \nu(1/z \cdot \text{NaCl});$$

$$m(\text{NaCl}) = \frac{C(1/z \cdot \text{AgNO}_3) \cdot V(\text{AgNO}_3) \cdot M(1/z \cdot \text{NaCl})}{1000} \cdot \frac{V_{\kappa}}{V_n};$$

$$\text{или } m(\text{NaCl}) = \frac{T(\text{AgNO}_3) \cdot V(\text{AgNO}_3) \cdot M(1/z \cdot \text{NaCl})}{M(1/z \cdot \text{AgNO}_3)} \cdot \frac{V_{\kappa}}{V_n};$$

где V_n – объем аликвотной части раствора определяемого вещества, V_{κ} – общий объем исследуемого раствора.

Таблица 1. Экспериментальные данные определения ионов хлора по методу Мора

Номер пробы	Общий объем исследуемого раствора	Объем аликвотной части исследуемого раствора	Объем раствора AgNO_3	Концентрация раствора AgNO_3	Титр раствора AgNO_3	Масса NaCl
	мл	мл	мл	моль/л	г/мл	г
1						
2						
3						

Этот метод неприменим в кислых растворах и сильно-щелочных растворах. Так как в кислотах хромат калия переходит в дихромат калия, который образует с ионами серебра красный осадок, растворимый в кислотах. В сильнощелочном растворе образуется оксид серебра. Поэтому pH раствора должен быть не меньше 6,5 и не больше 10. Если раствор кислый, то его предварительно нейтрализуют раствором буры или раствором бикарбоната натрия, или оксидом магния.

Критерии оценки:

«Зачтено» ставится в случае, если выполнено более 50% заданий, в освещении вопросов не содержится грубых ошибок, работа выполнена самостоятельно, выполнены требования к оформлению работы и срокам её сдачи.

«Не зачтено» ставится, если обучающихся не справился с заданием (выполнено менее 50% задания), нераскрыто основное содержание вопросов, имеются грубые ошибки в выполнении задания, а также работа выполнена самостоятельно.

Тема 3.5 Комплексометрическое титрование Лабораторная работа № 10

Название: Стандартизация раствора трилона Б. Определение содержания меди в растворе.

Цель: освоить методику комплексометрического определения меди. Определить точную концентрацию комплексона III.

Количество часов: 4 часа

Коды формируемых компетенций: ОК 01, ОК 02, ОК 04, ОК 07, ОК 09, ПК 2.3, ПК 2.5

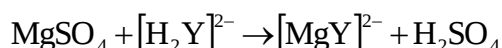
Коды личностных результатов: ЛР 8, ЛР 14, ЛР 21, ЛР 34

Ход занятия:

- 1) Инструктаж по технике безопасности
- 2) Краткое изложение учебного материала.
- 3) Самостоятельная работа студентов:

Стандартизация раствора комплексона по сульфату магния

Сущность работы. Концентрация комплексона III может быть определена по стандартному раствору соли магния. Ионы магния взаимодействуют с комплексом III по следующей реакции:



Реакция протекает в щелочной среде (аммиачный буферный раствор с $\text{pH} = 9$). Для фиксирования точки эквивалентности используется индикатор эриохром черный Т.

Реактивы и приборы:

1. Бюретка 25 мл.
2. Пипетка Мора 10,00 мл.
3. Мерный цилиндр.
4. Стандартный раствор MgSO_4 , 0,005М
5. Раствор ЭДТА 0,005 моль/л.
6. Аммиачный буферный раствор с $\text{pH}=9,0$.
7. Эриохром черный Т.

Ход работы. В коническую колбу для титрования пипеткой отбирают 10 – 15 мл стандартного раствора MgSO_4 , добавляют 10 мл аммиачного буферного раствора, небольшое количество индикатора эриохром черного Т и тщательно перемешивают. Содержимое колбы титруют раствором комплексона III до перехода винно-красной окраски в чисто синюю, без оттенка фиолетового. По результатам титрования рассчитывают концентрацию раствора комплексом III в моль/л.

Вычисление результатов.

$$C(\text{ЭДТА}) = \frac{C(\text{MgSO}_4) \cdot V(\text{MgSO}_4)}{\bar{V}}$$

где $C(\text{ЭДТА})$ – молярная концентрация раствора комплексона III, моль/л; $C(\text{MgSO}_4)$ – молярная концентрация стандартного раствора MgSO_4 , моль/л; $V(\text{MgSO}_4)$ – объем раствора MgSO_4 , мл; $\bar{V}$ – средний объем раствора комплексона III, затраченный на титрование, мл.

Комплексометрическое определение меди

Сущность работы. Ионы меди образуют с ЭДТА комплексы слабо-голубого цвета с константой устойчивости $6,3 \cdot 10^{18}$ (ионная сила 0,1; 20°C). Условия прямого титрования меди определяются выбранным металлоиндикатором. В присутствии мурексида, образующего комплекс с медью зеленовато-желтого цвета, титрование можно проводить на холоду при pH 6. Окраска раствора в конечной точке изменяется из зеленовато-желтой (цвет комплекса

меди с мурексидом) в фиолетовую (окраска мурексида).

Реактивы и приборы:

1. Бюретка 25 мл.
2. Пипетка Мора 10,00 – 15,00 мл.
3. Мерная колба, 250 мл.
4. Мерный цилиндр.
5. Аналитические весы.
6. Раствор ЭДТА, 0,05 М.
7. Мурексид (смесь с хлоридом натрия в соотношении 1:100)
8. Ацетатный буферный раствор, pH= 6.

Ход работы. Навеску образца помещают в мерную колбу емкостью 250 мл, растворяют и разбавляют дистиллированной водой до метки.

После перемешивания отбирают аликвотную часть 10-15 мл в колбу для титрования, прибавляют 20 мл дистиллированной воды, 5 мл буферного раствора, на кончике шпателя 20-30 мг индикаторной смеси, растворяют ее и титруют при постоянном перемешивании 0,05 М раствором ЭДТА до изменения окраски раствора из желто-зеленой в чисто фиолетовую.

Вычисление результатов. Процентное содержание меди в анализируемом образце рассчитывают по формуле.

$$p(\text{Cu}) = \frac{C(\text{ЭДТА}) \cdot V(\text{ЭДТА}) \cdot A(\text{Cu})}{10 \cdot a} \cdot \frac{V_{\text{м.к.}}}{V_{\text{а.ч.}}}$$

где $C(\text{ЭДТА})$ – молярная концентрация раствора комплексона III, моль/л; $V(\text{ЭДТА})$ – объем раствора ЭДТА, пошедший на титрование, мл; $A(\text{Cu})$ – атомная масса меди; a – масса навески, г; $V_{\text{м.к.}}$ – объем мерной колбы, мл; $V_{\text{а.ч.}}$ – объем аликвотной части, мл.

Критерии оценки:

«Зачтено» ставится в случае, если выполнено более 50% заданий, в освещении вопросов не содержится грубых ошибок, работа выполнена самостоятельно, выполнены требования к оформлению работы и срокам её сдачи.

«Не зачтено» ставится, если обучающихся не справился с заданием (выполнено менее 50% задания), нераскрыто основное содержание вопросов, имеются грубые ошибки в выполнении задания, а также работа выполнена несамостоятельно.

Тема 3.6 Инструментальные методы анализа
Лабораторная работа № 11

Название: Рефрактометрия однокомпонентных растворов.

Цель: определение показателя преломления вещества с помощью рефрактометра и по калибровочному графику находить неизвестную концентрацию раствора, определять с помощью рефрактометра концентрацию раствора глюкозы.

Количество часов: 4 часа

Коды формируемых компетенций: ОК 01, ОК 02, ОК 04, ОК 07, ОК 09, ПК 2.3, ПК 2.5

Коды личностных результатов: ЛР 8, ЛР 14, ЛР 21, ЛР 34

Ход занятия:

- 1) Инструктаж по технике безопасности
- 2) Краткое изложение учебного материала.
- 3) Самостоятельная работа студентов:

Сущность работы. Для определения неизвестной концентрации глюкозы с помощью рефрактометра получают сначала показатель преломления растворов известной концентрации (0% - 10%), а затем - исследуемого раствора. После этого строится калибровочный график зависимости показателя преломления от известных концентрации

0%, 20%, 40% и 60% (рис. 1). По калибровочному графику по измеренным значениям показателя преломления исследуемых растворов находят их концентрации.

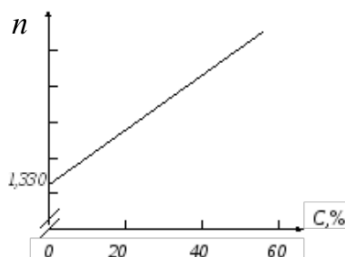


Рис. 5 Калибровочный график зависимости показателя преломления (n) от концентрации (C)

Ход работы.

На аналитических весах взвесить 10 навесок сахара массой 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7; 0,8; 0,9 и 1,0 г поместить их в разные пробирки (способ отдельно взятых навесок). В каждую пробирку прилить 10 мл дистиллированной воды, отмерив пипеткой, содержимое пробирки тщательно перемешать. Поместить 1-2 капли исследуемого раствора между призмами рефрактометра. По результатам строят калибровочный график зависимости показателя преломления (n) от концентрации (C).

Далее измеряют показатель преломления анализируемого раствора. По калибровочному графику находят концентрацию раствора.

Критерии оценки:

«Зачтено» ставится в случае, если выполнено более 50% заданий, в освещении вопросов не содержится грубых ошибок, работа выполнена самостоятельно, выполнены требования к оформлению работы и срокам её сдачи.

«Не зачтено» ставится, если обучающихся не справился с заданием (выполнено менее 50% задания), нераскрыто основное содержание вопросов, имеются грубые ошибки в выполнении задания, а также работа выполнена несамостоятельно.

УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ И ИНФОРМАЦИОННОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ

Рекомендуемая основная литература

№	Наименование
1.	Саенко, О.Е. Аналитическая химия / О.Е. Саенко. – Ростов-на-Дону: Феникс, 2021. – 288 с.
2.	Харитонов, Ю.Я. Аналитическая химия: учебник [Текст] / Ю. Я. Харитонов. – Москва: ГЭОТАР-Медиа, 2021. – 320 с.
3.	Александрова, Э. А. Аналитическая химия в 2 книгах. Книга 1. Химические методы анализа: учебник и практикум для среднего профессионального образования / Э. А. Александрова, Н. Г. Гайдукова. – 3-е изд., испр. И доп. – Москва: Издательство Юрайт, 2020. – 537 с. – (Профессиональное образование). – ISBN 978-5-534-10489-9. – Режим доступа: www.urait.ru/book/analiticheskaya-himiya-v-2-knigah-kniga-1-himicheskie-metody-analiza-43066
4.	Александрова, Э. А. Аналитическая химия в 2 книгах. Книга 2. Физико-химические методы анализа: учебник и практикум для среднего профессионального образования / Э. А. Александрова, Н. Г. Гайдукова. – 3-е изд., испр. И доп. – Москва: Издательство Юрайт, 2020. – 344 с. – (Профессиональное образование). – ISBN 978-5-534-10946-7. – Режим доступа: www.urait.ru/book/analiticheskaya-himiya-v-2-knigah-kniga-2-fiziko-himicheskie-metody-analiza-432754
5.	Борисов, А. Н. Аналитическая химия. Расчеты в количественном анализе: учебник и практикум для среднего профессионального образования / А. Н. Борисов, И.Ю. Тихомирова. – 2-е изд., испр. И доп. – Москва: Издательство Юрайт, 2020. – 119 с. – (Профессиональное образование). – ISBN 978-5-534-08850-2. – Режим доступа: www.urait.ru/book/analiticheskaya-himiya-raschety-v-kolichestvennom-analize-437141
6.	Егоров, В. В. Аналитическая химия: учебник для спо / В. В. Егоров, Н. И. Воробьева, И. Г. Сильвестрова. — Санкт-Петербург: Лань, 2022. — 144 с. — ISBN 978-5-8114-8882-7. — Текст: электронный // Лань: электронно-библиотечная система. — URL: https://e.lanbook.com/book/183250
7.	Гайдукова, Б. М. Техника и технология лабораторных работ: учебное пособие / Б. М. Гайдукова, С. В. Харитонов. — 5-е изд., стер. — Санкт-Петербург: Лань, 2020. — 128 с. — ISBN 978-5-8114-4964-4. — Текст: электронный // Лань: электронно-библиотечная система. — URL: https://e.lanbook.com/book/129227

Рекомендуемая дополнительная литература

№	Наименование
1.	Никитина, Н. Г. Аналитическая химия: учебник и практикум для среднего профессионального образования / Н. Г. Никитина, А. Г. Борисов, Т. И. Хоханина; под редакцией Н. Г. Никитиной. – 4-е изд., перераб. и доп. – Москва: Издательство Юрайт, 2020. – 394 с.
2.	Глубоков, Ю. М. Аналитическая химия: учебник для студ. учреждений сред. проф. образования / Ю. М. Глубоков, В. А. Головачева, Ю.А. Ефимова и др., под. Ред. А.А. Ищенко. – 12 изд. – Москва: Академия, 2017. – 464с.
3.	Вершинин, В. И. Аналитическая химия: учебник для вузов [Текст] / В. И. Вершинин, И. В. Власова, И. А. Никифорова. – 4-е изд., стер. – Санкт-Петербург: Лань, 2022. – 428 с.

№	Наименование
1.	Пакет офисных программ Microsoft Office
2.	Операционная система Windows
3.	Научная библиотека ЧувГУ [Электронный ресурс]. – Режим доступа:

	http://library.chuvsu.ru
4.	Электронно-библиотечная система IPRBooks [Электронный ресурс]. – Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru
5.	Электронная библиотечная система «Юрайт»: электронная библиотека для вузов и ссузов [Электронный ресурс]. – Режим доступа: https://www.biblio-online.ru
6.	ЭБС «Издательство «Лань» [Электронный ресурс]. – Режим доступа: https://e.lanbook.com/