

Федеральное агентство по образованию

Сыктывкарский лесной институт – филиал государственного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Санкт-Петербургская государственная лесотехническая академия имени С. М. Кирова»

Технологический факультет

Кафедра химии

АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ
И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

СБОРНИК ОПИСАНИЙ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

*для подготовки дипломированного специалиста по направлению
655000 «Химическая технология органических веществ и топлива»,
специальности 240406 «Технология химической переработки древесины»*

СЫКТЫВКАР 2007

УДК 543
ББК 24.4
А64

Сборник описаний лабораторных работ составлен в соответствии с Государственным образовательным стандартом высшего профессионального образования по направлению 655000 «Химическая технология органических веществ и топлива» специальности 240406 «Технология химической переработки древесины» от 27.03.2000 № гос.рег. 222 тех/дс.

Рассмотрен и рекомендован к изданию кафедрой химии Сыктывкарского лесного института 13 декабря 2006 г., протокол № 2.

Рассмотрен и одобрен советом технологического факультета Сыктывкарского лесного института 14 декабря 2006 г., протокол № 4.

С о с т а в и т е л ь : ст. преподаватель **В. М. Гляд**

А64 **Аналитическая химия и физико-химические методы анализа** : сборник описаний лабораторных работ для подготовки дипломированного специалиста по направлению 655000 «Химическая технология органических веществ и топлива», специальности 240406 «Технология химической переработки древесины» / сост. В. М. Гляд ; Сыкт. лесн. ин-т. — Сыктывкар : СЛИ, 2007. — 40 с.

УДК 543
ББК 24.4

В сборнике приведены описания лабораторных работ, посвященных различным разделам изучаемого курса (дисциплина обязательная). Помещены вопросы для проверки знаний и самоконтроля и список необходимой для изучения темы литературы.

Для студентов указанной специальности.

Темплан 2006/07 учеб. г. Изд. № 341_1.

© В. М. Гляд, составление, 2007
© СЛИ, 2007

Оглавление

Введение	4
Правила техники безопасности при работе в химической лаборатории	5
1. Лабораторные занятия, их наименование, содержание и объем в часах	6
1.1. Описание лабораторных работ	7
Лабораторная работа № 1. Качественные реакции катионов I - III аналитических групп	7
Лабораторная работа № 2. Анализ смеси катионов I – III аналитических групп	10
Лабораторная работа № 3. Качественные реакции катионов IV – VI аналитических групп	13
Лабораторная работа № 4. Анализ смеси катионов IV – VI аналитических групп	20
Лабораторная работа № 5. Качественные реакции анионов I – III групп	24
Лабораторная работа № 6. Анализ смеси анионов I – III групп	25
Лабораторная работа № 7. Гравиметрическое определение железа	26
Лабораторная работа № 8. Кислотно-основное титрование. Приготовление и стандартизация соляной кислоты	27
Лабораторная работа № 9. Кислотно-основное титрование. Определение NaOH и Na ₂ CO ₃ при совместном присутствии	29
Лабораторная работа № 10. Комплексометрическое титрование. Определение жесткости воды	31
Лабораторная работа № 11. Окислительно-восстановительное титрование. Иодометрическое определение меди	34
Лабораторная работа № 12. Осадительное титрование. Определение хлорид-ионов в едком натре роданометрическим методом	36
2. Материально-техническое обеспечение дисциплины	39
3. Библиографический список	39

Введение

Аналитическая химия является фундаментальной химической наукой, занимающей видное место в ряду других химических дисциплин. Цель курса «Аналитическая химия и физико-химические методы анализа» – ознакомить студентов специальности «Технология химической переработки древесины» с методами анализа веществ и материалов. Особое внимание уделяется практическим основам методов обнаружения и определения. Лабораторные работы проводятся параллельно с лекционным курсом в течение всего периода обучения студентов аналитической химии. Усвоение теоретических основ улучшается и углубляется с помощью практических экспериментальных работ и способствует более прочному усвоению материала.

При составлении сборника использованы материалы из различных учебников и учебных пособий для химико-технологических специальностей вузов [1-3]

Основная задача данного практикума – детальное описание лабораторных работ, относящихся к важнейшим разделам аналитической химии – качественного, количественного анализа и ФХМА. Каждый раздел содержит краткое теоретическое введение и контрольные вопросы, которые могут быть использованы студентами при подготовке к защите лабораторных работ, к промежуточному и итоговому тестированию.

Правила техники безопасности при работе в химической лаборатории

При выполнении практикума по аналитической химии и физико-химическим методам анализа студенты приобретают основные навыки в области химического эксперимента и с самого начала работы в лаборатории должны усвоить правила техники безопасности.

1. Студент допускается к работе в лаборатории только после инструктажа по технике безопасности, что подтверждается росписью студента и лица, проводившего инструктаж, в специальном журнале.
2. Перед началом выполнения лабораторной работы студент должен предварительно ознакомиться с теорией по данной теме по учебникам, рекомендуемым программой. Следует уяснить цель данной работы, составить ее план и лишь после этого приступить к анализу.
3. Во время работы в лаборатории необходимо соблюдать чистоту, тишину, порядок и правила техники безопасности, так как поспешность, неряшливость часто приводят к несчастным случаям.
4. Каждый работающий должен знать, где находятся в лаборатории средства противопожарной защиты и аптечка, содержащая все необходимое для оказания первой помощи.
5. Категорически запрещается в лаборатории курить, принимать пищу, пить воду.
6. Опыты нужно проводить только в чистой посуде. После окончания работы посуду следует мыть сразу же.
7. В процессе работы необходимо следить, чтобы вещества не попадали на кожу лица и рук, так как многие вещества вызывают раздражение кожи и слизистых оболочек.
8. Никаких веществ в лаборатории не пробовать на вкус. Чтобы определить запах раствора, легким движением руки направляют струю воздуха от сосуда к себе.
9. На всех банках и другой посуде, где хранятся реактивы, должны быть этикетки с указанием названия веществ.
10. Категорически запрещается затягивать растворы в пипетки ртом.
11. Реактивы, дистиллированную воду и электричество нужно расходовать экономно.
12. Категорически запрещается выливать в раковину концентрированные растворы кислот и щелочей, различные органические растворители, остатки соединений ртути, серебра, йода. Все эти отходы сливают в специально предназначенную для этой цели посуду.
13. Все работы с веществами, образующими дымы, туманы, вредные или неприятно пахнущие пары и газы (например, аммиак, концентрированные кислоты и т. п.), следует проводить под тягой.
14. В лаборатории необходимо иметь средства противопожарной защиты: ящик с песком и совком к нему, противопожарное одеяло, заряженный огнетушитель.
15. Студент должен изучить правила пожарной безопасности и строго соблюдать их в своей работе.
16. На доступном месте в лаборатории должны находиться медикаменты для оказания первой помощи: растворы перманганата калия, борной кислоты, гидрокарбоната натрия, йод, вата, бинт, пластырь.
17. При ожоге пламенем, кислотами, щелочами и при отравлении реактивами или газами следует немедленно обратиться к преподавателю или лаборанту для получения первой помощи. В более тяжелых случаях пострадавшего нужно тотчас же направить к врачу.
18. По окончании работы студент обязан привести в порядок рабочее место, отключить имеющиеся на нем электрические приборы.

1. Лабораторные занятия, их наименование, содержание и объем в часах

Согласно учебному плану специальности на проведение лабораторных работ отводится 102 часа по очной форме обучения и 26 часов по заочной форме обучения.

Наименование тем лабораторных занятий и объем в часах

Раздел «Аналитическая химия»:

1. **Лабораторная работа № 1.** Общие правила работы и техника безопасности в лаборатории аналитической химии. Ведение лабораторного журнала. Качественные реакции катионов I - III аналитических групп (6 часов)
2. **Лабораторная работа № 2.** Анализ смеси катионов I – III аналитических групп (6 часов).
3. **Лабораторная работа № 3.** Качественные реакции катионов IV – VI аналитических групп (6 часов).
4. **Лабораторная работа № 4.** Анализ смеси катионов IV – VI аналитических групп (6 часов).
5. **Лабораторная работа № 5.** Качественные реакции анионов I – III групп (6 часов).
6. **Лабораторная работа № 6.** Анализ смеси анионов I – III групп (6 часов).
7. **Лабораторная работа № 7.** Гравиметрическое определение железа (6 часов).
8. **Лабораторная работа № 8.** Кислотно-основное титрование. Приготовление и стандартизация соляной кислоты (4 часа).
9. **Лабораторная работа № 9.** Кислотно-основное титрование. Определение NaOH и Na₂CO₃ при совместном присутствии (4 часа).
10. **Лабораторная работа № 10.** Комплексометрическое титрование. Определение жесткости воды (6 часов).
11. **Лабораторная работа № 11.** Окислительно-восстановительное титрование. Иодометрическое определение меди (6 часов).
12. **Лабораторная работа № 12.** Осадительное титрование. Определение хлорид-ионов в едком натре роданометрическим методом (6 часов).

Раздел «Физико-химические методы анализа»:

13. **Лабораторная работа № 15.** Спектрофотометрическое определение KMnO₄ и K₂Cr₂O₇ при совместном присутствии (4 часа).
14. **Лабораторная работа № 16.** Дифференциально-фотометрическое определение Cu²⁺ в виде аммиаката (4 часа).
15. **Лабораторная работа № 17.** Фотометрическое титрование цинка раствором ЭДТА с индикатором эриохромовым черным Т (4 часа).
16. **Лабораторная работа № 18.** ИК-спектроскопия органических соединений (4 часа).
17. **Лабораторная работа № 19.** Рефрактометрическое определение галогенидов (2 часа).
18. **Лабораторная работа № 20.** Потенциометрическое определение HCl и H₃BO₃ в смеси (4 часа).
19. **Лабораторная работа № 21.** Ионообменная хроматография Na₂HPO₄ и NaCl в их смеси (4 часа).
20. **Лабораторная работа № 22.** Газохроматографическое определение воды в спиртеректификате (4 часа).
21. **Лабораторная работа № 23.** Определение ионов никеля методом бумажной хроматографии (4 часа).

Всего лабораторных занятий 102 часа.

1.1. Описание лабораторных работ

Подробное описание лабораторных работ № 1-4, 7-12 по разделу «Аналитическая химия» приводится ниже. Описание работ № 13-21 по разделу «Физико-химические методы анализа» приводится в лабораторном практикуме [4], который имеется в библиотеке СЛИ. Описание лабораторных работ № 5, 6 находится в практическом руководстве [1], копии необходимых страниц из которого имеются на кафедре химии в лаборатории аналитической химии и ФХМА (ауд.504-2).

Лабораторная работа № 1. **Качественные реакции катионов I – III аналитических групп** (6 часов)

Цель работы: Изучение качественных реакций и свойств катионов I – III аналитических групп.

Задачи работы:

1. Составление уравнений аналитических реакций в молекулярном и ионном видах.
2. Изучение действия аналитических реагентов на катионы I – III аналитических групп.
3. Умение фиксировать аналитические сигналы.
4. Приобретение навыков проведения различных типов аналитических реакций (пробирочных, микрокристаллоскопических, окрашивания пламени)

Обеспечивающие средства:

1. Набор реактивов для полумикроанализа.
2. Набор пробирок.
3. Штатив для пробирок
4. Предметные стекла.
5. Спиртовка.
6. Водяная баня.
7. Микроскоп
8. Комплект наглядных таблиц по аналитическим реакциям катионов I – III групп.

Задание: Осуществить аналитические реакции ионов I – III групп. Выделить аналитические реагенты и сигналы. Составить молекулярные и ионные уравнения аналитических реакций с указанием аналитических сигналов.

Требования к отчету: Итоги лабораторной работы представить в виде молекулярных и ионных уравнений с названиями аналитических реагентов и полученных продуктов.

Технология работы. При проведении качественных реакций обычно фиксируют появление аналитического сигнала - образование осадка, изменение окраски и т.д. Для получения сигнала в аналитической химии используют химические реакции разных типов (кислотно-основные, окислительно-восстановительные, комплексообразования), разные процессы, например, осаждение, а также разнообразные химические и физические свойства веществ. Реакции проводят преимущественно в пробирках и результат наблюдают визуально.

Аналитическая классификация катионов связана с их разделением на аналитические группы при последовательном действии групповыми реагентами. В основу классификации ионов положено различие в растворимости образуемых ими соединений, позволяющее отделять одни группы ионов от других.

Кислотно-щелочная классификация катионов I-III групп:

Номер группы	Катионы
I	$\text{NH}_4^+, \text{Na}^+, \text{K}^+$
II	$\text{Ca}^{2+}, \text{Sr}^{2+}, \text{Ba}^{2+}$
III	$\text{Ag}^+, \text{Hg}^+, \text{Pb}^{2+}$

При изучении аналитических реакций катионов все этапы работы следует фиксировать в лабораторном журнале. Форма записи приведена ниже:

Реакции обнаружения ионов аммония

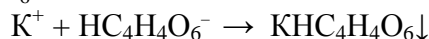
Реагент	Уравнение реакции	Наблюдения	Условия проведения реакции
NaOH	$\text{NH}_4^+ + \text{OH}^- = \text{NH}_3\uparrow + \text{H}_2\text{O}$	Выделяется газообразный аммиак, красная лакмусовая бумага синееет	Реакцию следует проводить в газовой камере

Ход эксперимента

Реакции катионов I группы

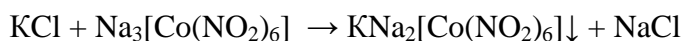
Реакции K^+ -ионов

- Винная кислота $\text{H}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$** дает с растворами солей калия белый кристаллический осадок гидротартрата калия $\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$:



Выполнение реакции. К 2–3 каплям раствора, содержащего ионы калия, прибавляют 2–3 капли раствора винной кислоты и 2–3 капли раствора CH_3COONa . Для ускорения образования осадка протирают стеклянной палочкой по стенкам пробирки. Выпадает белый кристаллический осадок.

- Гексанитрокобальтат (III) натрия $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$** образует с ионами калия желтый осадок $\text{K}_2\text{Na}[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$:



Выполнение реакции. К 2–3 каплям раствора, содержащего ионы калия, прибавляют 2–3 капли раствора реагента и слегка нагревают на водяной бане. Образуется желтый осадок.

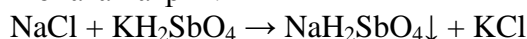
- Окрашивание пламени.** Летучие соли калия окрашивают пламя в бледно-фиолетовый цвет.

Выполнение реакции. Берут нихромовую проволочку, один конец которой загнут в ушко, убеждаются прежде всего в том, что проволочка чистая, т.е. при прокаливании не окрашивает несветящееся пламя горелки. Если окрашивание возникает, смачивают проволочку раствором HCl и прокаливают до тех пор, пока окрашивание не исчезнет.

После этого раскаленную проволочку окунают в насыщенный раствор соли калия, вносят в несветящуюся часть пламени и рассматривают характерное бледно-фиолетовое окрашивание.

Реакции Na^+ -ионов

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



Выполнение реакции. К 2–3 каплям раствора, содержащего ионы натрия, прибавляют 2–3 капли раствора реагента. Для ускорения образования осадка протирают стеклянной палочкой по стенкам пробирки. Выпадает белый кристаллический осадок.

- Микрокристаллоскопическая реакция с цинкуранилацетатом**, который образует с нейтральным или уксуснокислым раствором соли натрия желтоватый кристаллический осадок состава $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Zn} \cdot \text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{UO}_2 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$.

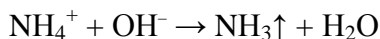
Выполнение реакции. Поместив на предметное стекло каплю исследуемого раствора соли натрия, осторожно выпаривают ее досуха. Сухой остаток после охлаждения обрабатывают каплей раствора цинкуранилацетата и через несколько минут рассматривают под микроскопом желтоватые кристаллы. Они представляют собой правильные тетраэдры или октаэдры.

- Окрашивание пламени.** Летучие соли натрия окрашивают пламя в ярко-желтый цвет.

Выполнение реакции. Реакцию проводят так же, как аналогичную реакцию калия.

Реакции NH_4^+ -ионов

- Едкие щелочи NaOH, KOH** выделяют из растворов солей аммония при нагревании газообразный аммиак:



Выполнение реакции. На часовое стекло помещают 1–2 капли раствора соли аммония, 2–3 капли раствора щелочи и накрывают другим часовым стеклом, с прикрепленной к его вогнутой стороне влажной индикаторной лакмусовой бумажкой. В полученной таким образом газовой камере индикаторная бумага синее, так как выделяющийся при реакции аммиак, растворяясь в воде, образует гидроксид аммония.

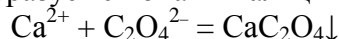
2. **Реактив Несслера**, т.е. раствор комплексной соли $K_2[HgI_4]$ в KOH , образует с ионами аммония оранжевый осадок:



Реакции катионов II группы

Реакции Ca^{2+} -ионов

1. **Оксалат аммония** $(NH_4)_2C_2O_4$ образует с ионами кальция кристаллический осадок CaC_2O_4 :

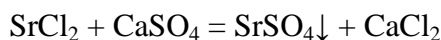


2. **Серная кислота (микрорекристаллоскопическая реакция).** В разбавленных растворах ион кальция образует с серной кислотой характерные игольчатые кристаллы (снежинки) $CaSO_4 \cdot 2H_2O$. *Выполнение реакции.* На предметное стекло помещают каплю раствора соли кальция, рядом помещают каплю серной кислоты. Стеклопалочкой соединяют капли, дают постоять и рассматривают под микроскопом кристаллы (главным образом по краям капли).

3. **Окрашивание пламени.** Летучие соли кальция окрашивают пламя горелки кирпично-красный цвет.

Реакции Sr^{2+} -ионов

1. **Гипсовая вода** (насыщенный водный раствор $CaSO_4 \cdot 2H_2O$) образует с ионами стронция белый кристаллический осадок:

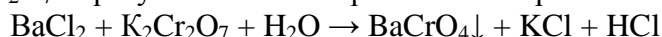


Выполнение реакции. К нескольким каплям раствора, содержащего ионы стронция, прибавляют равный объем гипсовой воды и потирая стеклопалочкой по стенкам пробирки, нагревают на водяной бане 10 мин. Образуется муть.

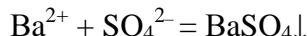
2. **Окрашивание пламени.** Летучие соли стронция окрашивают пламя горелки карминово-красный цвет.

Реакции Ba^{2+} -ионов

1. **Дихромат калия** $K_2Cr_2O_7$ образует с ионами бария желтый кристаллический осадок:



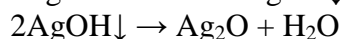
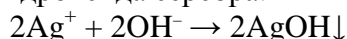
2. **Серная кислота и ее соли** образуют с ионами бария белый кристаллический осадок $BaSO_4$, нерастворимый в разбавленных сильных кислотах:



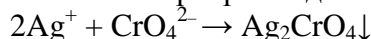
Реакции катионов III группы

Реакции Ag^+ -ионов

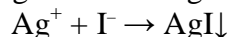
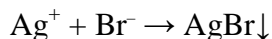
1. **Щелочи $NaOH$ и KOH** дают с ионами серебра бурый осадок Ag_2O , который образуется вследствие распада неустойчивого гидроксида серебра:



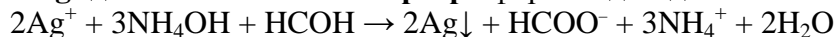
2. **Хромат калия K_2CrO_4** образует с ионами серебра осадок Ag_2CrO_4 кирпично-красного цвета:



3. **Растворы бромидов и иодидов** (ионы Br^- , I^-) дают с ионами серебра бледно-желтый осадок $AgBr$ и желтый AgI :



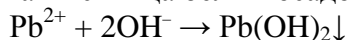
4. **Восстановление Ag^+ до металлического серебра** формальдегидом $HCOH$:



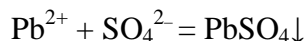
Выполнение реакции. К нескольким каплям раствора, содержащего ионы серебра, прибавляют 10 капель воды, 8–10 капель раствора NH_4OH и несколько капель раствора формальдегида (формалина). При погружении пробирки в горячую водяную баню на ее стенках образуется блестящее зеркало металлического серебра.

Реакции Pb^{2+} -ионов

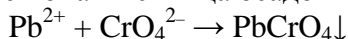
1. **Щелочи NaOH и KOH** дают с ионами свинца белый осадок гидроксида свинца:



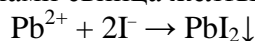
2. **Серная кислота и ее растворимые соли** образуют с ионами свинца белый кристаллический осадок PbSO_4 :



3. **Хромат калия K_2CrO_4** образует с ионами свинца осадок PbCrO_4 желтого цвета:

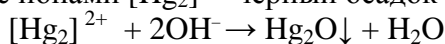


4. **Раствор иодида калия KI** дает с ионами свинца желтый осадок PbI_2 :



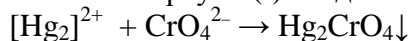
Реакции $[\text{Hg}_2]^{2+}$ -ионов

1. **Щелочи NaOH и KOH** дают с ионами $[\text{Hg}_2]^{2+}$ черный осадок оксида ртути (I):

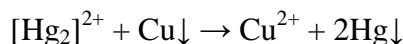


2. **Аммиак NH_4OH** взаимодействует с нитратом ртути (I) с образованием черного осадка металлической ртути и соли основания Милона.

3. **Хромат калия K_2CrO_4** образует с ионами ртути (I) осадок Hg_2CrO_4 красного цвета:



4. **Восстановление $[\text{Hg}_2]^{2+}$ до металлической ртути.** Если пометстить каплю раствора ртути (I) на блестящую медную монету и дать постоять, то на пластинке образуется серое пятно металлической ртути:



Контрольные вопросы:

1. На чем основан кислотно-щелочной метод анализа?
2. Какие групповые реагенты применяют для осаждения катионов I–III групп?
3. Какие виды реакций применяют при изучении качественных реакций катионов? Приведите примеры.

Рекомендуемая литература: [2,13].

Лабораторная работа № 2.

Анализ смеси катионов I – III аналитических групп

(6 часов)

Цель работы: Определение катионов I – III аналитических групп при их совместном присутствии в растворе.

Задачи работы:

1. Изучение схемы анализа раствора неизвестного состава.
2. Изучение методов дробного и систематического анализа.
3. Приобретение навыков работы с лабораторной центрифугой

Обеспечивающие средства:

1. Набор реактивов для полумикроанализа.
2. Центрифуга лабораторная.
3. Пробирки центрифужные.
4. Спиртовка.
5. Водяная баня.
6. Микроскоп.

7. Комплект наглядных таблиц по аналитическим реакциям катионов I – III групп.

Задание: Провести дробный и систематический анализ раствора, содержащего катионы I – III групп и определить его состав. Составить схему анализа раствора с написанием уравнений качественных реакций.

Требования к отчету: Лабораторную работу представить в виде схемы разделения катионов на аналитические группы, четко выделяя групповые реагенты и условия проведения реакций. Написать качественные реакции идентифицированных катионов в молекулярном и ионном виде.

Технология работы: Обнаружение элементов в смеси – трудная аналитическая задача, поскольку обнаруживаемые ионы могут вступать в реакции со сходным внешним эффектом. Для разделения катионов на аналитические группы используют специальные *групповые, селективные и специфические* реагенты.

Групповой реактив вступает в реакцию со всеми ионами данной группы. С помощью этого реактива ионы данной группы можно отделить от ионов других групп.

Избирательные, или селективные, реактивы реагируют с несколькими ионами, которые могут принадлежать к одной или к разным группам.

Специфические реактивы образуют характерный осадок или окрашивание только с определенным ионом. Например, реактив $K_3[Fe(CN)_6]$ образует темно-синий осадок только с ионами Fe^{2+} .

На применении специфических и селективных реагентов основан метод *дробного обнаружения* ионов.

Последовательное разделение ионов на отдельные аналитические группы методом осаждения групповыми реагентами является первым и более вероятным этапом *систематического качественного химического анализа* исследуемого образца. Для получения осадка к нескольким каплям исследуемого раствора, обычно в центрифужной пробирке, прибавляют пипеткой указанное число капель реагента. Реакции осаждения могут иметь двоякую цель: обнаружение веществ или отделение одних веществ от других. Осадок от раствора чаще всего отделяют центрифугированием с помощью электрической центрифуги. При центрифугировании осадки собираются в коническом конце пробирки. Прозрачный раствор сливают с осадка или отбирают пипеткой.

При проведении многих реакций требуется нагревание. Нагревать растворы в пробирках на открытом пламени горелки нельзя. Поэтому пробирки с раствором нагревают в водяной бане, т. е. в сосуде, заполненном кипящей водой.

Ход эксперимента

Анализируемый раствор содержит 3 катиона, по одному из каждой группы.

Для анализа исследуемого раствора используют сочетание дробного и систематического хода анализа. При изложении систематического хода анализа описаны операции разделения смеси катионов на аналитические группы и внутри каждой группы, указаны реакции обнаружения катионов. Приведена общая схема (схема 1) хода анализа смеси катионов. Состав и нумерация осадков и растворов в схеме и нижеприведенном тексте совпадают.

Обнаружение иона аммония NH_4^+ дробным методом. Для обнаружения NH_4^+ используют специфическую реакцию выделения аммиака при действии щелочи (см. Лабораторную работу № 1).

Систематический ход анализа. К 2–3 мл анализируемого раствора в пробирке добавляют 5–6 капель 2М HCl, перемешивают и центрифугируют. Отделяют *осадок 1* (хлориды катионов III группы) от *раствора 1* (катионы I–II группы).

Анализ осадка 1

Осадок 1, содержащий хлориды катионов III группы, обрабатывают горячей дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Отделяют *осадок 2* от *раствора 2* центрифугированием.

Анализ раствора 2

Обнаружение Pb(II). Если в *осадке 1* присутствовал $PbCl_2$, то при обработке горячей водой он растворяется и переходит в *раствор 2*. К *раствору 2* добавляют K_2CrO_4 , в присутствии Pb(II) выпадает желтый осадок $PbCrO_4$.

Анализ осадка 2

Обнаружение $[\text{Hg}_2]^{2+}$ и Ag^+ . К осадку 2, содержащему Hg_2Cl_2 и AgCl добавляют 2М NH_4OH . В присутствии ионов ртути выпадает черный осадок, содержащий металлическую ртуть и соль основания Милона. Если образования черного осадка не наблюдается, то к осадку добавляют 6М азотную кислоту, которая разрушает образовавшийся аммиачный комплекс серебра с образованием белого студенистого осадка AgCl .

Анализ раствора 1

Отделение катионов II группы от катионов I группы. К раствору 1 добавляют при перемешивании насыщенный раствор Na_2CO_3 . Отделяют раствор 3, содержащий катионы I группы от осадка 3 (карбонаты II группы) центрифугированием.

Анализ осадка 3

Осадок 3, содержащий карбонаты II группы растворяют в 2М уксусной кислоте. Разделяют раствор на три порции и обнаруживают Ca(II) , Ba(II) , Sr(II) , используя качественные реакции обнаружения, приведенные в Лабораторной работе № 1.

Анализ раствора 3

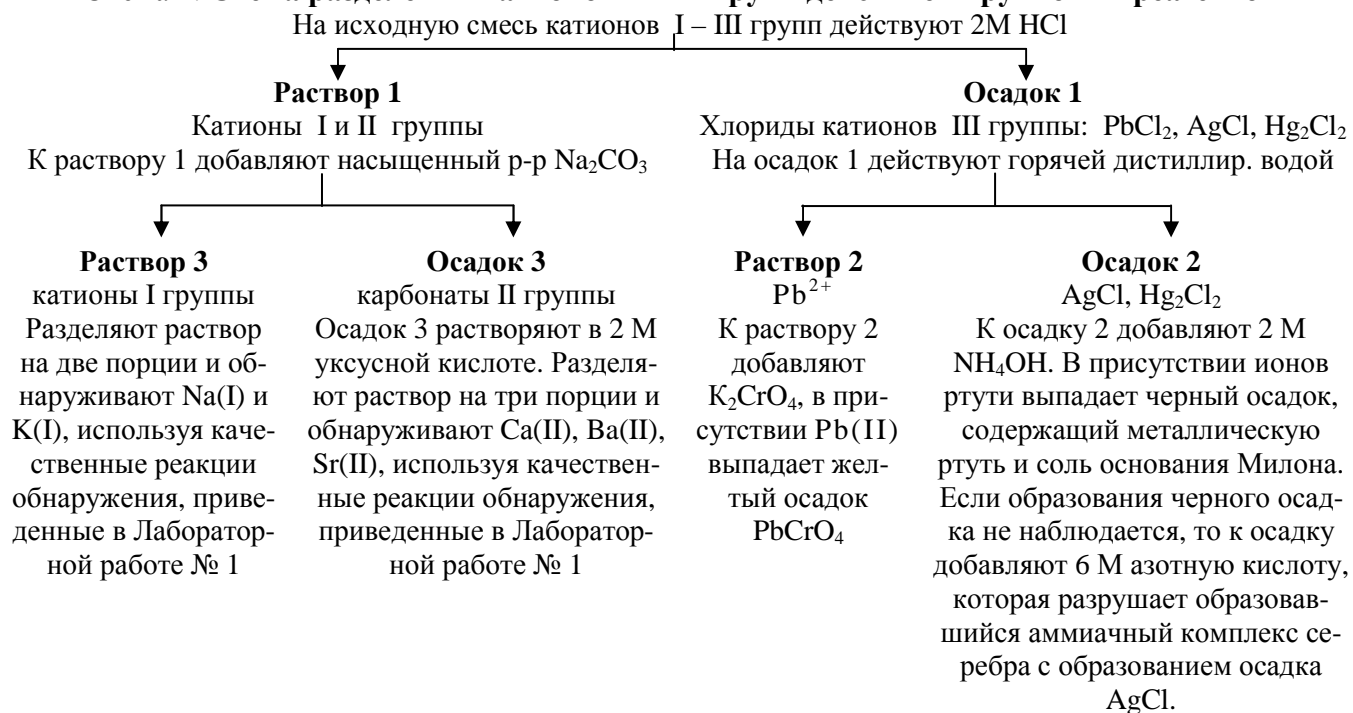
Разделяют раствор на две порции и обнаруживают Na(I) и K(I) , используя качественные реакции обнаружения, приведенные в Лабораторной работе № 1.

Результаты исследований смеси катионов оформляют, как показано в таблице.

Анализ смеси катионов

Исследуемый объект	Реагент	Наблюдения	Вывод	Состав фазы после разделения	
				Осадок	Раствор
Исходный раствор	NaOH	красная лакмусовая бумага синее	Присутствует NH_4^+		
Исходный раствор	HCl	Выпадает осадок	Содержатся хлориды катионов III группы	Осадок 1. Катионы III группы PbCl_2 , AgCl , Hg_2Cl_2	Раствор 1. Катионы I и II группы

Схема 1. Схема разделения катионов I – III групп действием групповых реагентов



Контрольные вопросы:

1. Какие реагенты называются групповыми, специфическими, селективными?
2. Как осуществляется разделение фаз (осадка от раствора)?
3. Что такое дробный анализ? Приведите пример.
4. Что такое систематический анализ?
5. Укажите групповые реагенты на катионы I–III групп.

Рекомендуемая литература: [1, 3].

Лабораторная работа № 3.

Качественные реакции катионов IV – VI аналитических групп

(6 часов)

Цель работы: Изучение аналитических реакций и свойств катионов IV–VI аналитических групп.

Задачи работы:

1. Составление уравнений аналитических реакций в молекулярном и ионном видах.
2. Изучение действия аналитических реагентов на катионы IV –VI аналитических групп.
3. Умение фиксировать аналитические сигналы.
4. Приобретение навыков проведения различных типов аналитических реакций (пробирочных, микрокристаллоскопических, окрашивания пламени)

Обеспечивающие средства:

1. Набор реактивов для полумикроанализа.
2. Набор пробирок.
3. Штатив для пробирок
4. Предметные стекла.
5. Спиртовка.
6. Водяная баня.
7. Микроскоп
8. Комплект наглядных таблиц по аналитическим реакциям катионов IV –VI групп.

Задание: Осуществить аналитические реакции ионов IV –VI групп. Выделить аналитические реагенты и сигналы. Составить молекулярные и ионные уравнения аналитических реакций с указанием аналитических сигналов.

Требования к отчету: Итоги лабораторной работы представить в виде молекулярных и ионных уравнений с названиями аналитических реагентов и полученных продуктов.

Технология работы аналогична Лабораторной работе № 1.

Кислотно-щелочная классификация катионов IV –VI групп:

Номер группы	Катионы
IV	$Zn^{2+}, Al^{3+}, Cr^{3+}$
V	$Mn^{2+}, Fe^{3+}, Fe^{2+}, Mg^{2+}$
VI	$Co^{2+}, Ni^{2+}, Cu^{2+}, Cd^{2+}, Hg^{2+}$

При изучении аналитических реакций катионов все этапы работы следует фиксировать в лабораторном журнале. Форма записи приведена ниже:

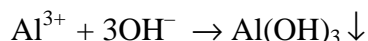
Реакции обнаружения ионов цинка

Реагент	Уравнение реакции	Наблюдения	Условия проведения реакции
Na_2S	$Zn^{2+} + S^{2-} = ZnS\downarrow$	Образуется белый осадок	Реакцию следует проводить в кислой среде

Ход эксперимента

Реакции Al^{3+} -ионов

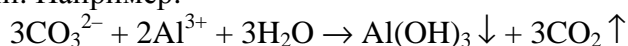
1. **Едкие щелочи NaOH и KOH** при осторожном прибавлении осаждают Al^{3+} в виде белого осадка $Al(OH)_3$:



$Al(OH)_3$ – типичный амфотерный гидроксид, растворимый в кислотах и щелочах.

2. **Аммиак NH_4OH** также осаждает Al^{3+} в виде $Al(OH)_3$, нерастворимого в солях аммония.

3. **Соли слабых кислот и сильных оснований**, например Na_2CO_3 , Na_2SO_3 , KNO_2 , осаждают Al^{3+} в виде $Al(OH)_3$, так как растворы этих солей вследствие гидролиза содержат ионы OH^- в достаточной концентрации. Например:



4. **Ацетат натрия CH_3COONa** дает с растворами солей алюминия белый хлопьевидный осадок.

Точный состав этого соединения не установлен. Для усиления гидролиза раствор следует сильно разбавить и кипятить.

5. **Ализарин** дает с гидроксидом алюминия малорастворимое соединение ярко-красного цвета, называемое «алюминиевым лаком».

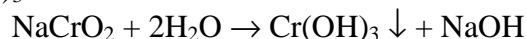
6. **Алюминон** – аммонийная соль ауриINTRИКАРБОНОВОЙ кислоты $C_{22}H_{11}O_9(NH_4)_3$ образует с $Al(OH)_3$ соединение красного цвета. Для выполнения реакции к 2 каплям раствора соли алюминия, содержащего немного уксусной кислоты, прибавляют 1–2 капли 0,01% раствора алюминона и нагревают на водяной бане. Затем прибавляют раствор NH_4OH (до появления запаха) и 2–3 капли раствора $(NH_4)_2CO_3$. Красные хлопья алюминиевого лака доказывают присутствие Al^{3+} .

7. **8-Оксихинолин** выделяет из ацетатного буферного раствора соли алюминия при pH ~ 5 (отличие от магния) зеленовато-желтый кристаллический осадок оксихинолята алюминия, растворимого в минеральных кислотах.

Реакции Cr^{3+} -ионов

1. **Едкие щелочи** дают с Cr^{3+} осадок $Cr(OH)_3$ серо-фиолетового или серо-зеленого цвета, обладающий амфотерными свойствами. Уравнения аналогичны уравнениям соответствующих реакций Al^{3+} .

Образующиеся при действии щелочей на $Cr(OH)_3$ хромиты $NaCrO_2$ и $KCrO_2$ окрашены в ярко-зеленый цвет. В отличие от алюминатов, они необратимо разлагаются при кипячении (гидролиз) с образованием $Cr(OH)_3$:



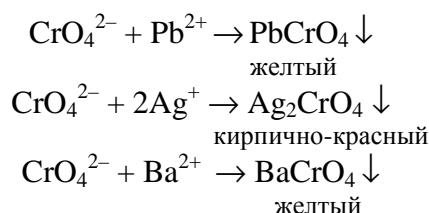
2. **Окисление хрома (III) до хрома (VI)** может быть осуществлено действием различных окислителей, например H_2O_2 , Na_2O_2 , Cl_2 , Br_2 , $KMnO_4$, $(NH_4)_2S_2O_8$ и т. п. В щелочной среде образуются CrO_4^{2-} -ионы. Окисление в щелочной среде проводят пероксидом водорода. В щелочной среде хром (III) находится в виде хромитов, например $KCrO_2$, поэтому реакцию можно представить уравнением:



К 2–3 каплям раствора соли хрома прибавляют 4–5 капель 2н раствора KOH, 2–3 капли 3 % раствора H_2O_2 и нагревают до тех пор, пока зеленая окраска не перейдет в желтую.

Реакции CrO_4^{2-} и $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ -ионов

1. **Образование малорастворимых солей.** Ион CrO_4^{2-} дает малорастворимые соли с Pb^{2+} , Ag^+ и Ba^{2+} , что может быть использовано для его обнаружения и отделения. Реакции идут по уравнениям:

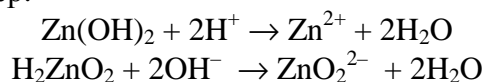


Реакции следует проводить в присутствии ацетатной буферной смеси.

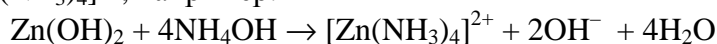
2. **Бензидин $\text{C}_{12}\text{H}_8(\text{NH}_2)_2$** окисляется ионами хрома (VI) в присутствии уксусной кислоты с образованием продукта, окрашенного в синий цвет. Эта реакция проводится капельным методом после окисления Cr^{3+} до CrO_4^{2-} действием H_2O_2 . Каплю полученного при реакции с H_2O_2 раствора наносят на полоску фильтровальной бумаги и действуют на нее каплей раствора ацетата бензидина. Пятно синее.

Реакции Zn^{2+} -ионов

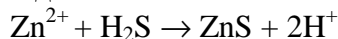
1. **Едкие щелочи NaOH и KOH** дают с Zn^{2+} белый осадок, растворимый и в кислотах и в щелочах (амфотерность), например:



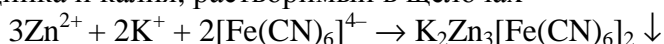
2. **Аммиак NH_4OH** образует осадок $\text{Zn}(\text{OH})_2$, который растворяется в избытке NH_4OH вследствие образования $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$, например:



3. **Сероводород H_2S** дает белый осадок ZnS



4. **Гексацианоферрат (II) калия $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$** образует с Zn^{2+} белый осадок двойной соли – гексацианоферрата (II) цинка и калия, растворимый в щелочах



5. **Гексацианоферрат (III) калия $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$** образует с Zn^{2+} коричневато-желтый осадок $\text{Zn}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]_2$, растворимый в HCl и NH_4OH .

6. **Дитизон**, применяемый в виде раствора в хлороформе (CHCl_3) или четыреххлористом углероде (CCl_4), образует с ионами цинка внутрикомплексную соль, окрашенную в малиново-красный цвет.

7. **Микрокристаллоскопическая реакция.** К капле раствора цинка, подкисленного CH_3COOH и нагретого, прибавляют на предметном стекле каплю раствора $(\text{NH}_4)_2[\text{Hg}(\text{SCN})_4]$ и рассматривают образовавшиеся кристаллы $\text{Zn}[\text{Hg}(\text{SCN})_4]$ под микроскопом. Они имеют вид характерных крестов и дендритов.

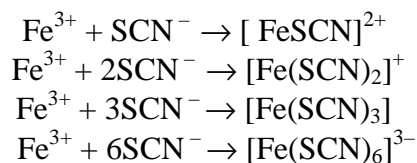
Реакции Fe^{3+} -ионов

1. Едкие щелочи **NaOH**, **KOH** и аммиак **NH₄OH** дают с Fe^{3+} красно-бурый осадок $Fe(OH)_3$. В отличие от $Al(OH)_3$ и $Cr(OH)_3$ гидроксид железа практически не обладает амфотерными свойствами и потому нерастворим в избытке щелочи.

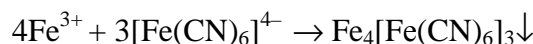
2. Ацетат натрия **CH₃COONa** дает с Fe^{3+} холоду растворимое в воде комплексное соединение красного цвета $[Fe(CH_3COO)_6O]^+$. При нагревании это соединение выделяется в осадок (отличие от Cr^{3+}). Алюминий в тех же условиях дает осадок основной соли белого цвета.

3. Тиоцианаты аммония **NH₄SCN** и калия **KSCN** дают с Fe^{3+} тиоцианаты железа, окрашивающие раствор в кроваво-красный цвет.

В зависимости от концентрации тиоцианат-иона могут образоваться комплексы различного состава:



4. Гексацианоферрат (II) калия **K₄[Fe(CN)₆]** образует с Fe^{3+} темно-синий осадок «берлинской лазури»:



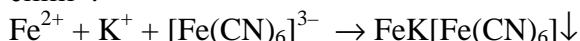
Течению этой реакции благоприятствует умеренное подкисление.

Реакции Fe^{2+} -ионов

1. Едкие щелочи **NaOH** и **KOH** осаждают Fe^{2+} в виде $Fe(OH)_2$. Если осаждение вести без доступа воздуха, то выпадает осадок белого цвета. В обычных условиях в результате частичного окисления он имеет грязно-зеленую окраску.

2. Аммиак **NH₄OH** также осаждают $Fe(OH)_2$, но осаждение это не полное. В присутствии солей аммония $Fe(OH)_2$ совсем не осаждается.

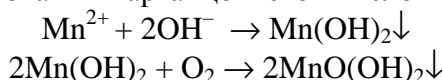
3. Гексацианоферрат (III) калия **K₃[Fe(CN)₆]** образует с Fe^{2+} синий осадок «турнбулевой сини»:



4. Диметилглиоксим (реактив Чугаева) с Fe^{2+} дает растворимые в воде внутрикомплексные соли красного цвета. Реакцию ведут в аммиачной среде в присутствии винной кислоты, прибавляемой для связывания в комплекс Fe^{3+} -ионов, которые дали бы с аммиаком осадок $Fe(OH)_3$. Реакцию проводят при отсутствии ионов никеля.

Реакции Mn^{2+} -ионов

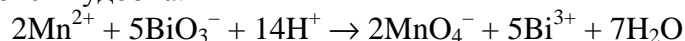
1. Едкие щелочи **NaOH** и **KOH** образуют с Mn^{2+} белый осадок $Mn(OH)_2$, растворимый в кислотах, но нерастворимый в щелочах. Осадок буреет на воздухе вследствие окисления до марганца (IV), т. е. вследствие образования марганцовистой кислоты $MnO(OH)_2$.



2. Карбонаты щелочных металлов и аммония образуют белый осадок $MnCO_3$, растворимый в кислотах.

3. Гидрофосфат натрия Na_2HPO_4 выделяет белый осадок $Mn_3(PO_4)_2$, растворимый в минеральных кислотах и уксусной кислоте (в отличие от Al^{3+} , Cr^{3+} , Fe^{3+}).

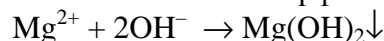
4. Окисление Mn^{2+} до MnO_4^- , имеющее большое значение для обнаружения Mn^{2+} , может быть осуществлено действием различных окислителей, в том числе висмутатом натрия $NaBiO_3$. Для выполнения реакции к 1–2 каплям раствора соли марганца (II) прибавляют 3–4 капли бн раствора азотной кислоты и 5–6 капель воды, после чего вносят в раствор стеклянной палочкой немного порошка реагента и рассматривают окраску (малиновую) раствора. Эта реакция чрезвычайно чувствительна и очень удобна.



5. Бензидин $C_{12}H_8(NH_2)_2$ окисляется соединениями марганца (IV) с образованием окрашенного в синий цвет продукта. Реакцию удобно проводить капельным методом. Каплю раствора соли марганца (II) помещают на полоску фильтровальной бумаги и обрабатывают парами аммиака. Образующийся $Mn(OH)_2$ быстро окисляется кислородом воздуха до $MnO(OH)_2$; пятно буреет. Если затем подействовать на него каплей раствора уксусного бензидина, то $MnO(OH)_2$ окислит его, и пятно посинеет.

Реакции Mg^{2+} -ионов

1. Едкие щелочи образуют с ионами магния белый аморфный осадок:

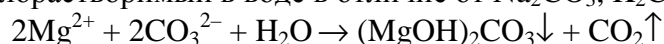


2. Гидрофосфат натрия Na_2HPO_4 образует с солями магния в присутствии гидроксида аммония и хлорида аммония белый кристаллический осадок:

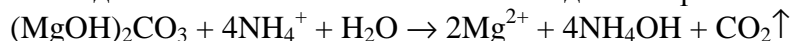


Соль аммония прибавляют для того, чтобы при действии аммиака не образовался осадок $Mg(OH)_2$.

3. Растворимые карбонаты. CO_3^{2-} -ион образует белый аморфный осадок основного карбоната магния $(MgOH)_2CO_3$, малорастворимый в воде в отличие от Na_2CO_3 , K_2CO_3 и $(NH_4)_2CO_3$:



Осадок растворим в кислотах и солях аммония, поэтому если вместо Na_2CO_3 в качестве реагента взять $(NH_4)_2CO_3$, то осаждение не может быть полным вследствие протекания реакции:



4. Оксихинолин C_9H_7ON образует с аммиачными растворами солей магния зеленовато-желтый кристаллический осадок оксихинолята магния $Mg(C_9H_7O)_2$, представляющий собой малорастворимое внутрикомплексное соединение. Для выполнения реакции к капле раствора соли магния прибавляют по капле растворов NH_4Cl и NH_4OH , действуют каплей 5 % спиртового или аммиачного раствора реагента.

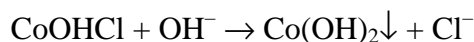
5. Микрокристаллоскопическая реакция. Обнаружение Mg^{2+} микрокристаллоскопическим путем проводят, пользуясь реакцией образования $MgNH_4PO_4$, которая была рассмотрена выше. Каплю аммиачного раствора соли магния, содержащего немного NH_4Cl , помещают на предметное стекло. Затем вводят в каплю кристаллик дигидрофосфата натрия и рассматривают образовавшиеся кристаллы под микроскопом (форма кристаллов - звездочки).

Реакции Co^{2+} -ионов

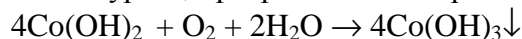
1. **Едкие щелочи** образуют с Co^{2+} синий осадок основной соли:



При дальнейшем прибавлении щелочи и нагревании осадок превращается в гидроксид кобальта (II) розового цвета:

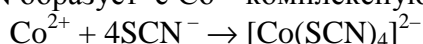


На воздухе осадок Co(OH)_2 постепенно буреет, превращаясь в гидроксид кобальта (III).



2. **Аммиак** также дает с Co^{2+} синий осадок основной соли, который при большом избытке аммиака или соли аммония растворяется с образованием комплексного соединения грязно-желтого цвета.

3. **Тиоцианат аммония NH_4SCN** образует с Co^{2+} комплексную соль состава $(\text{NH}_4)_2[\text{Co}(\text{SCN})_4]$:

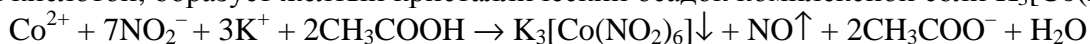


Если прибавить к раствору амиловый спирт и взболтать, то образовавшееся комплексное соединение переходит в слой растворителя, окрашивая его в синий цвет.

4. **α -Нитрозо- β -нафтол (реактив Ильинского)** окисляет Co^{2+} до Co^{3+} с образованием объемистого красно-бурого осадка внутрикомплексной соли $[\text{C}_{10}\text{H}_6(\text{NO})\text{O}]_3\text{Co}$. Для выполнения реакции 2–3 капли нейтрального или слабокислого раствора соли кобальта (II) разбавляют несколькими каплями воды и, прибавив 2–3 капли реагента, нагревают.

5. **Тетрароданомеркуриат аммония $(\text{NH}_4)_2[\text{Hg}(\text{SCN})_4]$** при действии на Co^{2+} дает синий осадок $\text{Co}[\text{Hg}(\text{SCN})_4]$. Прибавление небольшого количества соли цинка ускоряет его выпадение; при этом осадок из синего становится голубым.

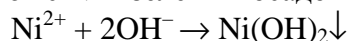
6. **Нитрит калия KNO_2** , прибавленный в избытке к раствору соли кобальта (II), подкисленному уксусной кислотой, образует желтый кристаллический осадок комплексной соли $\text{K}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$:



7. **Микрокристаллоскопическая реакция.** Под микроскопом Co^{2+} обнаруживают с помощью рассмотренной выше реакции образования кристаллов $\text{Co}[\text{Hg}(\text{SCN})_4]$ ярко-синего цвета. Для выполнения реакции каплю нейтрального или слабокислого раствора соли кобальта (II) выпаривают досуха на предметном стекле и после охлаждения обрабатывают каплей реагента.

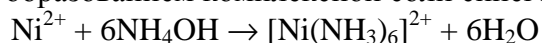
Реакции Ni^{2+} -ионов

1. **Едкие щелочи NaOH и KOH** образуют с Ni^{2+} зеленый осадок Ni(OH)_2 :



Осадок растворим в кислотах, аммиаке и солях аммония.

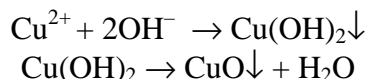
2. **Аммиак NH_4OH** образует сначала зеленый осадок основной соли $(\text{NiOH})_2\text{SO}_4$, который затем растворяется в избытке NH_4OH с образованием комплексной соли синего цвета:



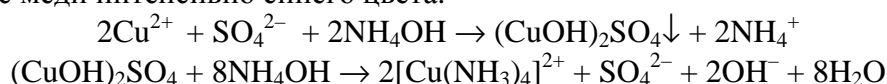
3. **Диметилглиоксим (реактив Чугаева)** образует с ионами никеля в аммиачной среде характерный красный осадок внутрикомплексной соли.

Реакции Cu^{2+} -ионов

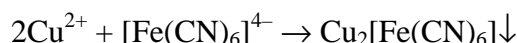
1. Едкие щелочи $NaOH$ и KOH образуют с Cu^{2+} голубой осадок, чернеющий при нагревании вследствие образования оксида меди:



2. Аммиак NH_4OH , прибавленный в небольшом количестве, осаждает основную соль зеленоватого цвета, например $(CuOH)_2SO_4$, легко растворимую в избытке реагента. При этом образуется аммиачный комплекс меди интенсивно синего цвета.

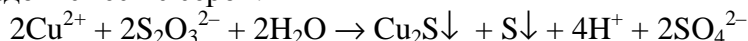


3. Гексацианоферрат (II) калия $K_4[Fe(CN)_6]$ образует с Cu^{2+} красно-бурый осадок гексацианоферрата меди:

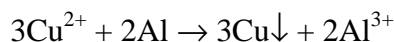


Осадок нерастворим в разбавленных кислотах, но растворяется в аммиаке (образование комплексного соединения).

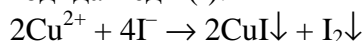
4. Тиосульфат натрия $Na_2S_2O_3$, прибавленный к подкисленному раствору соли меди, обесцвечивает его вследствие образования комплексной соли. Если полученный раствор нагреть, образуется темно-бурый осадок смеси с серой.



5. Металлические алюминий, железо и цинк восстанавливают Cu^{2+} до Cu , выпадающего в виде красной губчатой массы:



6. Иодид калия KI окисляется солями меди (II) с выделением свободного иода. Одновременно выпадает малорастворимый осадок иодида меди (I):

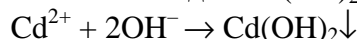


7. Микрокристаллоскопическая реакция. К капле исследуемого раствора, слабо подкисленного уксусной кислотой, прибавляют каплю раствора $(NH_4)_2[Hg(SCN)_4]$. Выпадают характерные желто-зеленые кристаллы $Cu[Hg(SCN)_4]$ в форме снежинок.

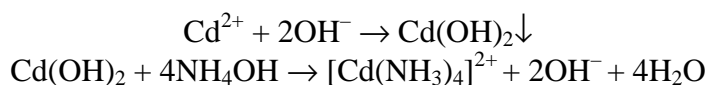
8. Реакция окрашивания пламени. Соли меди окрашивают бесцветное пламя газовой горелки в синий или зеленый цвет.

Реакции Cd^{2+} -ионов

1. Едкие щелочи $NaOH$ и KOH образуют белый осадок $Cd(OH)_2$, растворимый в кислотах.



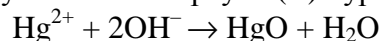
2. Аммиак дает осадок, растворимый в избытке реагента с образованием аммиачного комплекса:



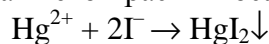
3. Сероводород H_2S образует желтый осадок CdS , нерастворимый в едких щелочах.

Реакции Hg^{2+} -ионов

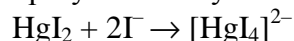
1. Едкие щелочи **NaOH** и **KOH** образуют с солями ртути (II) бурый осадок HgO :



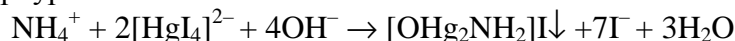
2. **Иодид калия KI** образует с Hg^{2+} оранжево-красный осадок:



В избытке реагента осадок растворяется, образуя весьма устойчивый комплексный ион:



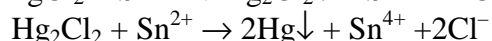
Если к полученному раствору прибавить каплю раствора аммиака или какой-либо соли аммония и несколько капель концентрированного раствора щелочи, то выпадает характерный красно-бурый осадок иодида меркураммония:



Эту реакцию под названием реакции Несслера применяют также для обнаружения NH_4^+ .

3. **Хромат калия K_2CrO_4** образует желтый осадок $HgCrO_4$, краснеющий при стоянии (вероятно, вследствие образования основной соли).

4. **Восстановление Hg^{2+} до $[Hg_2]^{2+}$ и металлической ртути.** При действии $SnCl_2$ на растворы солей ртути (II) сначала образуется белый осадок Hg_2Cl_2 , который в избытке реагента постепенно сереет, восстанавливаясь до металлической ртути:



5. **Дифенилкарбазид** образует с растворами солей ртути осадки фиолетового или синего цвета. Состав осадков не установлен.

Контрольные вопросы:

1. Что такое аналитический сигнал, аналитическая реакция?
2. Какие общие аналитические реакции характерны для катионов IV – VI аналитических групп?
3. Какие виды анализа различают в качественном анализе?
4. Что такое микрокристаллоскопическая реакция? Приведите пример.
5. Назовите аналитические реакции, проводимые капельным и сухим методами.

Рекомендуемая литература: [1, 3].

Лабораторная работа № 4.

Анализ смеси катионов IV – VI аналитических групп

(6 часов)

Цель работы: Определение катионов IV – VI аналитических групп при их совместном присутствии в растворе.

Задачи работы:

1. Изучение схем анализа растворов неизвестного состава.
2. Изучение методов дробного и систематического анализа.
3. Приобретение навыков работы с лабораторной центрифугой

Обеспечивающие средства:

8. Набор реактивов для полумикроанализа.
9. Центрифуга лабораторная.
10. Пробирки центрифужные.
11. Спиртовка.
12. Водяная баня.
13. Микроскоп.

14. Комплект наглядных таблиц по аналитическим реакциям катионов IV –VI групп.

Задание: Провести дробный и систематический анализ раствора, содержащего катионы IV –VI групп и определить его состав. Составить схему анализа раствора с написанием уравнений качественных реакций.

Требования к отчету: Лабораторную работу представить в виде схемы разделения катионов на аналитические группы, четко выделяя групповые реагенты и условия проведения реакций. Написать качественные реакции идентифицированных катионов в молекулярном и ионном виде.

Технология работы аналогична лабораторной работе № 2.

Ход эксперимента

Для анализа исследуемого раствора используют сочетание дробного и систематического хода анализа. При изложении систематического хода анализа описаны операции разделения смеси катионов на аналитические группы и внутри каждой группы, указаны реакции обнаружения катионов. Приведена общая схема (схема 2) хода анализа смеси катионов. Состав и нумерация осадков и растворов в схеме и нижеприведенном тексте совпадают.

Предварительные испытания. Обращают внимание на окраску образца и делают предварительные выводы о возможном присутствии или отсутствии окрашенных катионов.

Обнаружение катионов Fe^{3+} и Fe^{2+} дробным методом. Ионы Fe^{3+} и Fe^{2+} необходимо обнаружить в исходном растворе, поскольку степень окисления их в ходе анализа изменяется. Для обнаружения Fe(II) используют реакцию с $K_3[Fe(CN)_6]$, для обнаружения Fe(III) - реакцию с $K_4[Fe(CN)_6]$ (см. Лабораторную работу № 1).

Систематический ход анализа. К 2–3 мл анализируемого раствора в пробирке добавляют 2М NaOH до щелочной реакции (по универсальной индикаторной бумаге) и еще 10 капель избытка. Постепенно при перемешивании добавляют 4 – 5 капель 3 % H_2O_2 . После прекращения бурной реакции нагревают на водяной бане несколько минут. Центрифугируют и отделяют *осадок 1* (гидроксиды катионов V, VI групп – $Fe(OH)_3$, $Mg(OH)_2$, $MnO(OH)_2$, $Co(OH)_3$, $Ni(OH)_2$, $Cd(OH)_2$, $Cu(OH)_2$, $Hg(OH)_2$) от *раствора 1* (катионы IV группы в виде $[Al(OH)_4]^-$, $[Zn(OH)_4]^{2-}$, CrO_4^{2-}).

Анализ раствора 1

Отделение гидроксида алюминия. К раствору 1 добавляют при перемешивании твердый NH_4Cl до насыщения и нагревают. Отделяют *раствор 2*, содержащий $[Zn(NH_3)_4]^{2+}$ и CrO_4^{2-} , от *осадка 2* центрифугированием.

Анализ осадка 2

Обнаружение Al(III). К *осадку 2*, содержащему $Al_2O_3 \cdot nH_2O$, добавляют 2М HCl при нагревании до полного растворения осадка, избегая избытка кислоты. В полученном растворе обнаруживают Al(III), используя реакции с алюминоном или ализарином (см. Лабораторную работу № 1).

Анализ раствора 2

Обнаружение Cr(III), Zn(II). Если в исходном растворе присутствовал Cr(III), то центрифугат, содержащий $[Zn(NH_3)_4]^{2+}$ и CrO_4^{2-} будет окрашен в желтый цвет. Центрифугат (*раствор 2*) разделяют на 2 части. В одной порции раствора для доказательства присутствия CrO_4^{2-} используют реакцию образования желтого осадка с $BaCl_2$. Во второй части раствора проводят обнаружение ионов цинка с Na_2S или с дитизоном (см. Лабораторную работу № 1).

Анализ осадка 1

Осадок 1, содержащий гидроксиды катионов V, VI групп, обрабатывают 2 М раствором HNO_3 и тщательно перемешивают. Если в исходном растворе присутствовал Mn(II), то в пробирке останется нерастворимый в азотной кислоте бурый осадок $MnO(OH)_2$. Отделяют *осадок 3* от *раствора 3* центрифугированием.

Анализ раствора 3

Для отделения катионов V группы от катионов VI группы к *раствору 3* добавляют концентрированный раствор NH_3 до щелочной реакции, перемешивают, нагревают, отделяют *осадок 4* ($\text{Fe}(\text{OH})_3$, $\text{Mg}(\text{OH})_2$) от *раствора 4* (аммиачные комплексные соединения катионов VI группы).

Анализ осадка 4

Отделение $\text{Fe}(\text{OH})_3$ от $\text{Mg}(\text{OH})_2$ и обнаружение $\text{Mg}(\text{II})$. Осадок 4, содержащий гидроксиды магния и железа, обрабатывают раствором NH_4Cl . Ионы магния переходят в раствор, в осадке остается $\text{Fe}(\text{OH})_3$. Отделяют *осадок 5* от *раствора 5* центрифугированием. К центрифугату 5 добавляют немного Na_2HPO_4 и водный раствор NH_3 . Если в исходном растворе присутствовали катионы $\text{Mg}(\text{II})$, выпадает белый кристаллический осадок MgNH_4PO_4 .

Анализ раствора 4

Аммиачные комплексные соединения меди и никеля окрашены в синий цвет, кобальта (III) – в бурый. По цвету раствора можно определить наличие указанных катионов.

Отделение $\text{Cu}(\text{II})$ и $\text{Hg}(\text{II})$ от других катионов VI группы. К *раствору 4* добавляют 2М H_2SO_4 и 2М $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, нагревают на водяной бане. Отделяют *осадок 6* (Cu_2S , Hg_2S) от *раствора 6*, содержащего $\text{Cd}(\text{II})$, $\text{Ni}(\text{II})$, $\text{Co}(\text{II})$.

Анализ осадка 6

Осадок сульфидов обрабатывают 5–6 каплями 2М HNO_3 при нагревании. Отделяют *осадок 7* (Hg_2S) от *раствора 6*. В *растворе 6* обнаруживают $\text{Cu}(\text{II})$ реакцией с аммиаком, а *осадок 7* обрабатывают 5–6 каплями царской водки и выпаривают раствор на водяной бане для удаления кислот. Разбавляют сухой остаток несколькими каплями воды и обнаруживают $\text{Hg}(\text{II})$ реакцией с дифенилкарбазидом.

Анализ раствора 6

Разделяют *раствор 6* на три порции и обнаруживают $\text{Cd}(\text{II})$, $\text{Ni}(\text{II})$, $\text{Co}(\text{II})$.

Обнаружение $\text{Cd}(\text{II})$. К центрифугату 6 прибавляют 2М H_2SO_4 до сильноокислой реакции и 1–2 капли раствора Na_2S . По каплям добавляют 10 % NH_3 до pH 0,5–1,0. В присутствии $\text{Cd}(\text{II})$ выпадает желтый осадок CdS .

Обнаружение $\text{Ni}(\text{II})$. Используют реакцию с диметилглиоксимом.

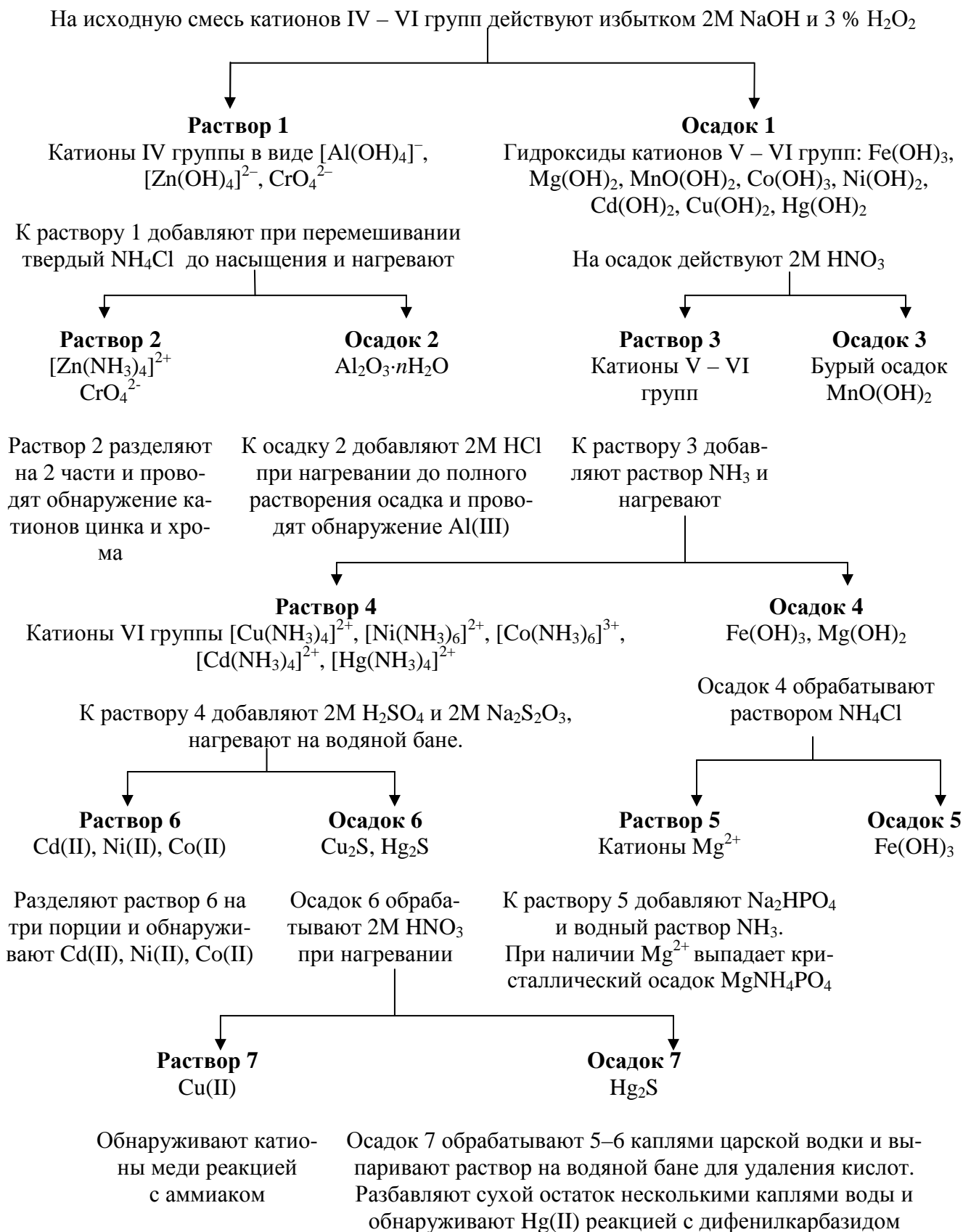
Обнаружение $\text{Co}(\text{II})$. К центрифугату добавляют уксусную кислоту и твердый нитрит калия. В присутствии ионов кобальта выпадает желтый осадок $\text{K}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$.

Примечание. Результаты исследований смеси катионов оформляют, как показано в таблице.

Анализ смеси катионов

Исследуемый объект	Реагент	Наблюдения	Вывод	Состав фазы после разделения	
				Осадок	Раствор
Исходный раствор	$\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$	Синий осадок	Присутствует $\text{Fe}(\text{II})$		
Исходный раствор	$\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$	Синий осадок не выпадает	Отсутствует $\text{Fe}(\text{III})$		
Исходный раствор	$\text{NaOH} + \text{H}_2\text{O}_2$	Выпадает осадок	Содержатся гидроксиды катионов V и VI групп	<i>Осадок 1.</i> $\text{Fe}(\text{OH})_3$, $\text{Mg}(\text{OH})_2$, $\text{MnO}(\text{OH})_2$, $\text{Co}(\text{OH})_3$, $\text{Ni}(\text{OH})_2$, $\text{Cd}(\text{OH})_2$, $\text{Cu}(\text{OH})_2$, $\text{Hg}(\text{OH})_2$	<i>Раствор 1.</i> Катионы IV группы в виде $[\text{Al}(\text{OH})_4]^-$, $[\text{Zn}(\text{OH})_4]^{2-}$, CrO_4^{2-}

Схема 2. Разделение катионов на группы действием групповых реагентов



Контрольные вопросы:

1. Какие реагенты называются групповыми, специфическими, селективными?
2. Как осуществляется разделение фаз (осадка от раствора)?
3. Что такое дробный анализ? Приведите пример.
4. Что такое систематический анализ?
5. Укажите групповые реагенты на катионы IV-VI групп.

Рекомендуемая литература: [1, 3].

Лабораторная работа № 5.
Качественные реакции анионов I – III групп
(6 часов)

Цель работы: Изучение качественных реакций и свойств анионов I – III аналитических групп.

Задачи работы:

1. Составление уравнений аналитических реакций в молекулярном и ионном видах.
2. Изучение действия аналитических реагентов на анионы I – III аналитических групп.
3. Умение фиксировать аналитические сигналы.

Обеспечивающие средства:

1. Набор реактивов для полумикроанализа.
2. Набор пробирок.
3. Штатив для пробирок
4. Спиртовка.
5. Водяная баня.
6. Комплект наглядных таблиц по аналитическим реакциям анионов I – III групп.

Задание: Осуществить аналитические реакции анионов I – III групп. Выделить аналитические реагенты и сигналы. Составить молекулярные и ионные уравнения аналитических реакций с указанием аналитических сигналов.

Требования к отчету: Итоги лабораторной работы представить в виде молекулярных и ионных уравнений с названиями аналитических реагентов и полученных продуктов.

Технология работы. Общепринятой классификации анионов не существует. Разными авторами предложены различные системы их классификации.

В наиболее часто применяемой классификации все анионы делятся на три аналитические группы в зависимости от растворимости их бариевых и серебряных солей. В данном случае групповыми реагентами являются растворимые соли бария и серебра.

Группа	Анионы	Групповой реагент	Характеристика группы
1	SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , CO_3^{2-} , PO_4^{3-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$	Хлорид бария BaCl_2 в нейтральном или слабощелочном растворе	Соли бария практически нерастворимы в воде
2	Cl^- , Br^- , I^- , S^{2-}	Нитрат серебра AgNO_3 в присутствии HNO_3	Соли серебра практически нерастворимы в воде и разбавленной кислоте
3	NO_3^- , NO_2^- , CH_3COO^-	Группового реагента нет	Соли бария и серебра растворимы в воде

При проведении качественных реакций обычно фиксируют появление аналитического сигнала – образование осадка, изменение окраски и т.д. Для получения сигнала в аналитической химии используют химические реакции разных типов (кислотно-основные, окислительно-восстановительные, комплексообразования), разные процессы, например, осаждение, а также разнообразные химические и физические свойства веществ. Реакции проводят преимущественно в пробирках и результат наблюдают визуально.

При изучении аналитических реакций анионов все этапы работы следует фиксировать в лабораторном журнале. Форма записи приведена ниже:

Реакции обнаружения сульфат ионов

Реагент	Уравнение реакции	Наблюдения	Условия проведения реакции
BaCl ₂	$Ba^{2+} + SO_4^{2-} = BaSO_4 \downarrow$	Выпадает белый осадок	

Ход эксперимента

Аналитические реакции обнаружения анионов подробно приведены в практическом руководстве [13] на стр. 72-100.

Контрольные вопросы:

1. Что такое аналитический сигнал, аналитическая реакция?
2. Какие аналитические реакции характерны для анионов?
3. На какие группы разделяют анионы? По каким признакам?

Рекомендуемая литература: [1].

Лабораторная работа № 6. Анализ смеси анионов I - III групп (6 часов)

Цель работы: Определение анионов I – III аналитических групп при их совместном присутствии в растворе.

Задачи работы:

1. Изучение схемы анализа раствора неизвестного состава.
2. Применение методов дробного и систематического анализа.

Обеспечивающие средства:

1. Набор реактивов для полумикроанализа.
2. Набор пробирок.
3. Штатив для пробирок
4. Спиртовка.
5. Водяная баня.
6. Комплект наглядных таблиц по аналитическим реакциям анионов I – III групп.

Задание: Провести дробный и систематический анализ раствора, содержащего анионы I – III групп и определить его состав. Составить схему анализа раствора с написанием уравнений качественных реакций.

Требования к отчету: Лабораторную работу представить в виде схемы разделения анионов на аналитические группы, четко выделяя групповые реагенты и условия проведения реакций. Написать качественные реакции идентифицированных анионов в молекулярном и ионном виде.

Технология работы. Обнаружение элементов в смеси – трудная аналитическая задача, поскольку обнаруживаемые ионы могут вступать в реакции со сходным внешним эффектом. Для разделения анионов на аналитические группы используют специальные *групповые, селективные и специфические* реагенты.

При проведении качественных реакций обычно фиксируют появление аналитического сигнала - образование осадка, изменение окраски и т.д. Для получения сигнала в аналитической химии используют химические реакции разных типов (кислотно-основные, окислительно-восстановительные, комплексообразования), разные процессы, например, осаждение, а также разнообразные химические и физические свойства веществ. Реакции проводят преимущественно в пробирках и результат наблюдают визуально.

Ход эксперимента

Анализ смеси анионов приведен в практическом руководстве [13] на стр. 135-142.

Контрольные вопросы:

1. Какие анионы можно обнаружить дробным методом?

2. Какие анионы обнаруживают систематическим анализом?
3. На какие группы разделяют анионы? По каким признакам?

Рекомендуемая литература: [1].

Лабораторная работа № 7. **Гравиметрическое определение железа**

(6 часов)

Цель работы: Научиться определять концентрацию железа в растворах гравиметрическим методом.

Задачи работы:

1. Знакомство с техникой количественного определения веществ гравиметрическим методом;
2. Усвоение методики вычисления результатов гравиметрических определений.

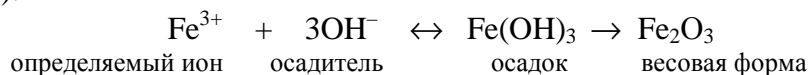
Обеспечивающие средства:

1. Аналитические весы
2. Муфельная печь
3. Бюретка на 25 мл или пипетка на 1 мл
4. Стакан на 100 мл, 2 шт.
5. Мерный цилиндр на 10 мл
6. Воронка
7. Тигель
8. Часовое стекло
9. Фильтр обеззоленный (белая лента)
10. FeCl₃, насыщенный раствор
11. NH₄OH, 10 %
12. NH₄Cl, 1%
13. AgNO₃, 10 %

Задание: Получить осадок гидроксида железа. Отфильтровать и промыть осадок до полного удаления ионов хлора. Промытый осадок подсушить и прокалить до постоянной массы. По массе осадка и его химической формуле рассчитать содержание железа.

Требования к отчету: Дать краткую характеристику метода гравиметрии. Описать проделанную экспериментальную работу по анализу содержания железа, приложить к отчету математические расчеты. Сделать выводы по работе.

Технология работы: Гравиметрическим анализом называют метод количественного химического анализа, основанный на точном измерении массы определяемого компонента пробы, выделенного либо в элементарном виде, либо в виде соединения определенного состава. При гравиметрическом определении железа (III) в растворах действием водного раствора аммиака осаждают железо в виде гидроксида. При прокаливании осадок теряет воду и превращается в безводный оксид железа (III):



По массе прокаленного осадка рассчитывают содержание железа, пользуясь фактором пересчета.

Ход эксперимента

Заполняют бюретку насыщенным раствором FeCl₃. 1 мл раствора помещают в стакан вместимостью 100 мл, добавляют 10 мл хлорида аммония (для лучшей коагуляции осадка), 20 мл дистиллированной воды и нагревают содержимое стакана почти до кипения (но не кипятят). Затем добавляют в раствор осадитель (NH₄OH) до появления явного запаха аммиака, раствор с осадком оставляют на 5 мин и приступают к фильтрованию. Слив на фильтр жидкость с осадка, промывают фильтр несколько раз горячей водой. После того переносят осадок на фильтр, оставшиеся в стакане и на палочке частицы осадка снимают кусочками обеззоленного фильтра. Промывают осадок на фильтре до полного удаления ионов хлора, т. е. до тех пор, пока помещенная на часовое стекло порция промывных вод, подкисленная азотной кислотой, не перестанет давать

мути с нитратом серебра. Промытый осадок подсушивают, и еще слегка влажным вместе с фильтром переносят в прокаленный до постоянной массы взвешенный тигель. Тигель с осадком прокаливают в муфельной печи при 800-900°C до постоянной массы и взвешивают на аналитических весах.

Найдя массу осадка, рассчитывают содержание железа в исходном насыщенном растворе хлорида железа. Результаты анализа заносят в таблицу.

Масса тигля с осадком, г	Масса пустого тигля, г	Масса осадка, г $m(\text{Fe}_2\text{O}_3)$	Гравиметрический фактор F	Масса железа, г $m(\text{Fe})=F \cdot m(\text{Fe}_2\text{O}_3)$

Контрольные вопросы:

1. В чем сущность гравиметрического анализа?
2. Какие требования предъявляются к осаждаемой форме и к весовой форме?
3. Как осуществляются расчеты результатов анализа в гравиметрии?
4. Что такое гравиметрический фактор пересчета?
5. Опишите основные приемы работы при гравиметрическом определении железа.

Рекомендуемая литература: [5–8].

Лабораторная работа № 8

Кислотно-основное титрование. Приготовление и стандартизация соляной кислоты.
(4 часа)

Цель работы: Научиться рассчитывать количество концентрированной кислоты, необходимое для приготовления стандартного раствора заданной концентрации.

Задачи работы:

1. Знакомство с техникой количественного определения веществ титриметрическим методом.
2. Приобретение навыков приготовления растворов заданной концентрации.
3. Приобретение навыков работы на аналитических весах.
4. Усвоение методики расчета и обработки результатов титриметрических определений.

Обеспечивающие средства:

1. Аналитические весы
2. Бюретка на 25 мл
3. Пипетка на 10 мл
4. Колба коническая на 250 мл, 3 шт.
5. Мерные колбы на 100 и 250 мл
6. Воронка
7. Ареометр
8. Часовое стекло
9. Бура $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, хч
10. HCl конц.
11. Метиловый оранжевый

Задание: Приготовить рабочий раствор HCl из концентрированного раствора. Рассчитать навеску и взвесить на аналитических весах тетраборат натрия (буру). Провести стандартизацию раствора кислоты по стандартному раствору буры. Провести статистическую обработку аналитических данных.

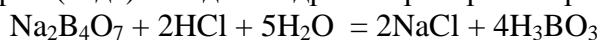
Требования к отчету: Дать краткую характеристику метода кислотно-основного титрования. Описать проделанную экспериментальную работу по приготовлению растворов, ход анализа определения точной концентрации соляной кислоты. Приложить к отчету математические расчеты. Сделать выводы по работе.

Технология работы: Титриметрический анализ основан на точном измерении количества реактива, израсходованного на реакцию с определяемым веществом. В методах кислотно-основного титрования основной является реакция передачи протона от титранта титруемому веществу или от титруемого вещества титранту. Реакции кислотно-основного взаимодействия характеризуются высокой скоростью, протекают строго стехиометрически. В основе кислотно-основного титрования лежит реакция:



В качестве рабочих растворов используют растворы сильных кислот (HCl , H_2SO_4 и т.д.) концентрации от 0,05 до 1 моль/л или сильных оснований (NaOH , KOH и т.д.) той же концентрации. Растворы кислот устойчивы и могут долго храниться без изменения. Растворы щелочей также устойчивы, однако их следует хранить в парафинированной или фторопластовой посуде, чтобы не допустить взаимодействия со стеклом. Необходимо также учитывать, что растворы щелочей поглощают углекислый газ из воздуха.

Точную концентрацию титрованных растворов кислот и щелочей устанавливают по одному из первичных стандартных (установочных) веществ. Для стандартизации раствора кислоты часто используется карбонат натрия (сода) или декагидрат тетрабората натрия (бура).



Таким образом, на 1 моль буры при титровании расходуется 2 моль H^+ и молярная масса эквивалента буры равна:

$$M_3(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = 1/2 M(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = 381,4/2 = 190,7 \text{ г/моль}.$$

Раствор щелочи стандартизируют по гидрофталату калия, щавелевой кислоте, бензойной кислоте и т.д.

Если молярная концентрация эквивалента кислоты точно известна, этот раствор можно использовать для установления концентрации щелочи и наоборот.

Точку эквивалентности определяют экспериментально при помощи индикаторов.

Ход эксперимента

1) Приготовление 250 мл рабочего раствора 0,1н HCl .

Вычисляют массу кислоты, которая необходима для приготовления раствора:

$$m(\text{HCl}) = C_3(\text{HCl}) \cdot M_3(\text{HCl}) \cdot V$$

Рабочий раствор готовят из концентрированной соляной кислоты. Измеряют плотность концентрированной кислоты ареометром и по справочнику находят массовую долю кислоты в растворе при соответствующей плотности. Вычисляют массу раствора кислоты, необходимую для приготовления рабочего раствора:

$$m_{\text{р-ра}}(\text{HCl}) = \frac{m(\text{HCl})}{\omega(\text{HCl})} \cdot 100\%$$

Пересчитывают найденную массу раствора на объем:

$$V = \frac{m_{\text{р-ра}}}{\rho}$$

Отмерив вычисленный объем концентрированной кислоты пипеткой, разбавляют кислоту дистиллированной водой в мерной колбе на 250 мл. Для определения точной концентрации кислоты готовят стандартный раствор буры.

2) Приготовление 100 мл стандартного раствора 0,1н тетрабората натрия (буры).

Рассчитывают величину навески, необходимой для приготовления данного раствора:

$$m(\text{буры}) = C_3(\text{буры}) \cdot M_3(\text{буры}) \cdot V$$

Предварительно взвешивают сначала на технических весах, а затем на аналитических часовое стекло. Вычисленное количество буры (приблизительно) помещают на часовое стекло и взвешивают на аналитических весах. По разности массы часового стекла с навеской и без навески находят точную массу буры. Далее осторожно пересыпают тетраборат натрия через сухую воронку в мерную колбу на 100 мл. Струей воды хорошо смывают буру из воронки в колбу. Запол-

няют колбу водой на 2/3 объема, вынимают воронку, перемешивают содержимое колбы и подогревают для полного растворения буры. После этого раствор охлаждают до комнатной температуры и разбавляют его до метки дистиллированной водой. Приготовленный раствор тщательно перемешивают, много раз перевертывая и встряхивая колбу, предварительно закрыв ее пробкой.

Вычисляют титр и нормальность приготовленного раствора буры:

$$T_6 = m_6/V \text{ (г/мл)}, \quad C_3 = v_3/V = \frac{m}{M_3 \cdot V} = \frac{T \cdot 1000}{M_3} \text{ (моль/л)},$$

3) Стандартизация раствора соляной кислоты.

Приготовив нужные растворы приступают к установлению титра и нормальности кислоты по тетраборату натрия. Бюретку для титрования заполняют приготовленным раствором кислоты, затем подставив под нее стакан и приоткрыв зажим, заполняют нижнюю часть бюретки так, чтобы в ней не осталось пузырьков воздуха. После этого устанавливают уровень раствора в бюретке на нуле.

Далее в чистую коническую колбу переносят пипеткой 10 мл приготовленного раствора буры и добавляют одну каплю раствора метилового оранжевого. Колбу с раствором буры ставят под бюретку на лист белой бумаги и понемногу приливают из бюретки раствор HCl, непрерывно помешивая жидкость плавным круговым движением колбы. Нужно уловить момент, когда *от одной капли соляной кислоты первоначально чисто-желтый раствор приобретет чуть розоватый оттенок*. Добившись перемены окраски от одной капли соляной кислоты, делают отсчет по бюретке и записывают его. *При отсчете необходимо, чтобы глаза наблюдателя были на уровне мениска.*

Точное титрование следует повторить не менее трех раз, каждый раз беря новую порцию раствора буры и устанавливая уровень жидкости в бюретке на нуле. Результаты титрования заносят в таблицу, рассчитывают концентрацию кислоты.

Объем раствора HCl, ушедший на титрование, мл	Опыт 1	Опыт 2	Опыт 3
Средний объем HCl, ушедший на титрование, мл			
Молярная концентрация эквивалента раствора кислоты $C_3(\text{HCl})$, моль/л	$C_3(\text{HCl}) = \frac{C_3(\text{бура}) \cdot V_{\text{бура}}}{V_{\text{сп}}} =$		
Титр раствора соляной кислоты T_{HCl} , г/мл	$T_{\text{HCl}} = \frac{C_3 \cdot M_3}{1000} =$		

Контрольные вопросы:

1. В чем сущность титриметрического анализа?
2. Какие требования предъявляются к реакциям, используемым в титриметрии?
3. Перечислите способы выражения концентрации веществ в титриметрическом анализе.
4. Как осуществляются расчеты результатов анализа в титриметрии?

Рекомендуемая литература: [5–8].

Лабораторная работа № 9. **Кислотно-основное титрование.** **Определение NaOH и Na₂CO₃ при совместном присутствии** (4 часа)

Цель работы: Научиться определять концентрацию NaOH и Na₂CO₃ при совместном присутствии титриметрическим методом.

Задачи работы:

1. Знакомство с техникой количественного определения веществ титриметрическим методом.

2. Определение содержания щелочи и соды методом фиксирования двух точек эквивалентности.
3. Усвоение методики расчета и обработки результатов титриметрических определений.

Обеспечивающие средства:

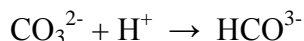
1. Аналитические весы
2. Бюретка на 25 мл
3. Пипетка на 10 мл
4. Колба коническая на 250 мл, 3 шт.
5. Мерные колбы на 100 и 250 мл
6. Воронка
7. Ареометр
8. Часовое стекло
9. Стандартный раствор HCl
10. Метилоранжевый
11. Фенолфталеин

Задание: Оттитровать смесь щелочи и соды с применением фенолфталеина и метилоранжа. Рассчитать содержание щелочи и соды в анализируемой смеси. Провести статистическую обработку аналитических данных.

Требования к отчету: Дать краткую характеристику метода кислотно-основного титрования. Описать ход анализа определения NaOH и Na₂CO₃. Приложить к отчету математические расчеты. Сделать выводы по работе.

Технология работы:

Содержание различных щелочей в растворе можно определить в присутствии таких солей, как Na₂CO₃, K₂CO₃, растворы которых вследствие гидролиза имеют резко выраженную щелочную реакцию. Метод основан на фиксировании двух точек эквивалентности на кривой титрования Na₂CO₃. Эта соль различно титруется с фенолфталеином и с метиловым оранжевым. С фенолфталеином титрование заканчивается в тот момент, когда весь Na₂CO₃ превратится в NaHCO₃:



При титровании Na₂CO₃ с метиловым оранжевым порозовение индикатора происходит только после того, как вся взятая соль будет оттитрована до H₂CO₃:



При титровании Na₂CO₃ с фенолфталеином затрачивается вдвое меньше кислоты, чем с метиловым оранжевым. Поэтому, можно сказать, что с фенолфталеином оттитровывается лишь половина Na₂CO₃, а с метиловым оранжевым – весь Na₂CO₃. NaOH оттитровывается полностью, независимо от того, какой из этих индикаторов применяется. С фенолфталеином будет оттитрована вся щелочь и половина Na₂CO₃, с метиловым оранжевым будет оттитрована вся щелочь и весь карбонат натрия.

Ход эксперимента

Анализируемую смесь NaOH и Na₂CO₃ объемом 5 мл помещают в мерную колбу емкостью 50 мл, разбавляют до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Отмеривают пипеткой 10 мл полученного раствора и, прибавив к нему 5–6 капель раствора фенолфталеина, оттитровывают рабочим раствором HCl до исчезновения малиновой окраски от одной капли. Отсчет записывают.

Прибавляют затем к оттитрованному раствору 1–2 капли метилового оранжевого (при этом раствор окрасится в желтый цвет) и продолжают титрование до не исчезающей розовой окраски раствора. Снова делают отсчет по бюретке. Точное титрование повторяют еще 2–3 раза и из полученных отсчетов для каждого индикатора берут среднее. Результаты заносят в таблицу.

Объем раствора HCl, ушедший на титрование с фенолфталеином (V_1), мл	Опыт 1		Опыт 2		Опыт 3	
	Среднее значение V_1					
Объем раствора HCl, ушедший на титрование с метиловым оранжевым (V_2), мл	Опыт 1		Опыт 2		Опыт 3	
	Среднее значение V_2					
Объем раствора HCl, затраченный на титрование соли $V_{\text{HCl/сол.}} = 2(V_2 - V_1)$, мл						
Молярная концентрация эквивалента раствора Na_2CO_3 , $C_3(\text{Na}_2\text{CO}_3)$, моль/л						
Содержание Na_2CO_3 в анализируемом растворе, г						
Объем раствора HCl, затраченный на титрование щелочи $V_{\text{HCl/щел.}} = V_2 - 2(V_2 - V_1)$, мл						
Молярная концентрация эквивалента раствора щелочи $C_3(\text{NaOH})$, моль/л						
Содержание NaOH в анализируемом растворе, г						

Контрольные вопросы:

1. В чем сущность титриметрического анализа?
2. Какие требования предъявляются к реакциям, используемым в титриметрии?
3. Как осуществляются расчеты результатов анализа в титриметрии?
4. На чем основано определение NaOH и Na_2CO_3 при совместном присутствии в растворе?

Рекомендуемая литература: [5–8].

Лабораторная работа № 10.

Комплексонометрическое титрование. Определение жесткости воды

(6 часов)

Цель работы: Научиться определять жесткость воды методом комплексонометрии.

Задачи работы:

1. Знакомство с техникой количественного определения веществ методом комплексонометрии.
2. Определение общей жесткости воды.
3. Усвоение методики расчета и обработки результатов титриметрических определений.

Обеспечивающие средства:

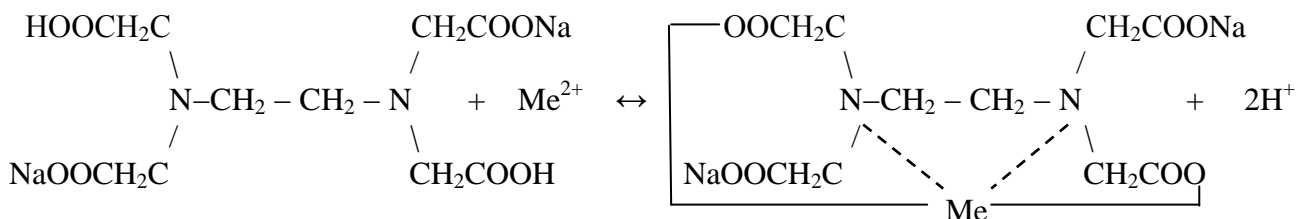
1. Аналитические весы.
2. Бюретка на 25 мл.
3. Мерный цилиндр на 100 мл.
4. Мерный цилиндр на 10 мл.
5. Колба коническая на 250 мл, 3 шт.
6. Мерная колба на 100 мл.
7. Воронка.
8. Трилон Б, хч.
9. Эриохром черный Т.
10. Мурексид.
11. Аммиачный буфер, 0,1М.

Задание: Приготовить стандартный раствор трилона Б. Оттитровать образцы исследуемой воды с применением эриохрома черного Т и мурексида. Рассчитать содержание ионов кальция и магния в анализируемой воде. Провести статистическую обработку аналитических данных.

Требования к отчету: Дать краткую характеристику метода комплексонометрического титрования. Описать проделанную экспериментальную работу по приготовлению растворов, ход анализа определения жесткости воды. Приложить к отчету математические расчеты. Сделать выводы по работе.

Технология работы: К методу комплексонометрического титрования относят определения, в основе которых лежит реакция образования комплексных соединений.

Широкое распространение получили органические титранты, среди которых чаще всего применяют аминополикарбоновые кислоты и их соли, получившие название комплексоны. Комплексон III – двунариевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты (сокращенно ЭДТА, торговая марка «Трилон Б»). Большим преимуществом комплексонов перед другими титрантами является то, что практически со всеми катионами они дают комплексы с соотношением 1:1. Катион металла связывается с лигандом (ЭДТА), образуя внутрикомплексную соль.



В образующихся комплексах ионы металла замещают водородные ионы карбоксильных групп реагента. Поэтому при титровании комплексоном III имеет большое значение pH раствора. Для титрования катионов, образующих малоустойчивые комплексы (например, ионов кальция и магния), требуется щелочная среда. Для титрования катионов, образующих более устойчивые комплексы (например, цинка или никеля), можно провести титрование в умеренно кислой среде. Учитывая зависимость от pH, титрование раствором ЭДТА обычно проводят в буферных растворах с постоянным значением pH.

Точку эквивалентности определяют экспериментально при помощи металлоиндикаторов. Металлоиндикаторы – органические красители, образующие окрашенные комплексные соединения с ионами металла, менее прочные, чем комплекс металла с комплексоном. Такими свойствами, например, обладают эриохром черный Т, мурексид.

Жесткость воды зависит от присутствия в ней растворимых солей кальция и магния. Катионы кальция и магния образуют внутрикомплексные соли с ЭДТА. Исследуемую воду подщелачивают аммиачной буферной смесью и титруют раствором комплексона III.

Ход эксперимента

1) Приготовление 100 мл стандартного раствора 0,1н трилона Б (комплексона III).

Рассчитывают величину навески, необходимую для приготовления данного раствора:

$$m(\text{трилона Б}) = C_3(\text{трилона Б}) \cdot M_3(\text{трилона Б}) \cdot V$$

Предварительно взвешивают сначала на технических весах, а затем на аналитических часовое стекло. Вычисленное количество трилона Б (приблизительно) помещают на часовое стекло и взвешивают на аналитических весах. По разности массы часового стекла с навеской и без навески находят точную массу трилона Б. Далее осторожно пересыпают трилон Б через сухую воронку в мерную колбу на 100 мл. Струей воды хорошо смывают трилон Б из воронки в колбу. Заполняют колбу водой на 2/3 объема, вынимают воронку, перемешивают содержимое колбы до полного растворения трилона Б. После этого раствор разбавляют до метки дистиллированной водой. Приготовленный раствор тщательно перемешивают, много раз перевертывая и встряхивая колбу, предварительно закрыв ее пробкой. Вычисляют титр и нормальность приготовленного раствора трилона Б:

$$T_{\text{трилона Б}} = m_{\text{трилона Б}}/V \text{ (г/мл)},$$

$$C_{\text{э(трилона Б)}} = v_{\text{э(трилона Б)}}/V = \frac{m}{M_{\text{э(трилона Б)}} \cdot V} = \frac{T \cdot 1000}{M_{\text{э(трилона Б)}}} \text{ (моль/л)}.$$

2) Определение общей жесткости воды.

Приготовив стандартный раствор трилона Б, приступают к установлению концентрации ионов кальция и магния в образцах воды.

Бюретку для титрования заполняют приготовленным раствором трилона Б, затем подставив под нее стакан и приоткрыв зажим, заполняют нижнюю часть бюретки так, чтобы в ней не осталось пузырьков воздуха. После этого устанавливают уровень раствора в бюретке на нуле.

Для определения суммарного содержания ионов кальция и магния в чистую коническую колбу отмеряют мерным цилиндром 100 мл анализируемого образца, добавляют 5 мл аммиачного буферного раствора и на кончике шпателя несколько кристалликов эриохромового черного. Содержимое колбы перемешивают и оттитровывают раствором трилона Б до момента, когда *от одной капли трилона Б первоначально винно-розовый раствор приобретет синюю окраску с чуть зеленоватым оттенком*. Добившись перемены окраски от одной капли трилона Б, делают отсчет по бюретке и записывают его. *При отсчете необходимо, чтобы глаза наблюдателя были на уровне мениска*.

Точное титрование следует повторить не менее трех раз, каждый раз беря новую порцию воды и устанавливая уровень жидкости в бюретке на нуле.

Для того, чтобы определить отдельно содержание ионов кальция титруют новую порцию воды трилоном Б, применяя в качестве индикатора мурексид. К 100 мл анализируемой воды добавляют 5 мл 2н раствора NaOH и несколько кристалликов мурексида. Содержимое колбы перемешивают и титруют раствором трилона Б до момента, когда *от одной капли трилона Б первоначально розовый раствор приобретет фиолетово-сиреневый цвет*. Титрование следует повторить не менее трех раз. Результаты заносят в таблицу.

Зная объем раствора, израсходованного на титрование кальция и магния с эриохромовым черным Т, и объем раствора, пошедший на титрование кальция, находят объем раствора трилона Б, который расходуется на титрование магния. Вычисляют содержание кальция и магния в анализируемой воде.

Объем раствора трилона Б, ушедший на титрование с эриохромовым черным Т ($V_{\text{общ.}}$), мл	1.		2.		3.	
	Среднее значение $V_{\text{общ}}$					
Объем раствора трилона Б, ушедший на титрование ионов кальция с мурексидом ($V_{\text{трилона Б/Са}}$), мл	1.		2.		3.	
	Среднее значение $V_{\text{трилона Б/Са}}$					
Объем раствора трилона Б, ушедший на титрование ионов магния ($V_{\text{трилона Б/Мг}} = V_{\text{общ}} - V_{\text{трилона Б/Са}}$), мл	1.		2.		3.	
	Среднее значение $V_{\text{трилона Б/Мг}}$					
Молярная концентрация эквивалента кальция $C_3(\text{Ca}^{2+})$, моль/л	$C_3(\text{Ca}^{2+}) = \frac{C_3(\text{трилона Б}) \cdot V(\text{трилона Б} / \text{Са})}{V(\text{пробы})}$					
Содержание Ca^{2+} в анализируемой воде, г	$m(\text{Ca}^{2+}) = C_3(\text{Ca}^{2+}) \cdot M_3(\text{Ca}^{2+}) \cdot V(\text{пробы}) =$					
Молярная концентрация эквивалента магния $C_3(\text{Mg}^{2+})$, моль/л	$C_3(\text{Mg}^{2+}) = \frac{C_3(\text{трилона Б}) \cdot V(\text{трилона Б} / \text{Mg})}{V(\text{пробы})}$					
Содержание Mg^{2+} в анализируемой воде, г	$m(\text{Mg}^{2+}) = C_3(\text{Mg}^{2+}) \cdot M_3(\text{Mg}^{2+}) \cdot V(\text{пробы}) =$					
Общая жесткость воды (суммарная концентрация ионов кальция и магния)	$\text{ОЖ} = m(\text{Ca}^{2+}) + m(\text{Mg}^{2+}) =$					

Контрольные вопросы:

1. В чем сущность комплексометрического анализа?
2. Что такое комплексоны и для чего они применяются?
3. Какие индикаторы используются в комплексонометрии, какими свойствами они обладают?
4. Как осуществляются расчеты результатов анализа в комплексонометрии?
5. На чем основано определение жесткости воды с помощью трилона Б?

Рекомендуемая литература: [5–8].

Лабораторная работа № 11.
Окислительно-восстановительное титрование.
Йодометрическое определение меди.
(4 часа)

Цель работы: Научиться определять содержание меди методом редоксметрии.

Задачи работы:

1. Знакомство с методом йодометрического окислительно-восстановительного титрования.
2. Определение содержания меди в растворе соли меди.
3. Усвоение методики вычисления результатов титриметрических определений.

Обеспечивающие средства:

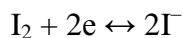
1. Аналитические весы
2. Бurette на 25 мл
3. Мерный цилиндр на 100 мл
4. Колба коническая на 250 мл, 3 шт
5. Пипетка на 10 мл
6. Воронка
7. Крахмал, 1 %
8. KI, 20 %
9. H₂SO₄, 2н.
10. Na₂S₂O₃
11. Анализируемый раствор CuSO₄

Задание: Установить концентрацию тиосульфата натрия по бихромату калия. Оттитровать образцы исследуемого раствора сульфата меди методом заместительного йодометрического титрования. Рассчитать содержание ионов меди в анализируемом растворе. Провести статистическую обработку аналитических данных.

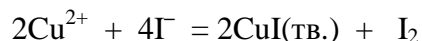
Требования к отчету: Дать краткую характеристику методов окислительно-восстановительного титрования. Описать проделанную экспериментальную работу по приготовлению растворов, ход анализа определения меди. Приложить к отчету математические расчеты. Сделать выводы по работе.

Технология работы: К методам окислительно-восстановительного титрования относят определения, в основе которых лежат реакции окисления-восстановления, связанные с переходом электронов от одного иона (молекулы) к другому. Вещество, теряющее электроны, в этих реакциях является восстановителем, а приобретающее – окислителем.

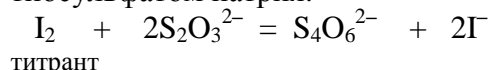
Йодометрический метод анализа основан на окислительно-восстановительных процессах, связанных с восстановлением I₂ до I⁻-ионов или с окислением I⁻-ионов до I₂:



Йодометрически можно определять окислители, восстановители, кислоты и вещества, не обладающие окислительно-восстановительными свойствами, но взаимодействующие с окислительно-восстановительными системами. Йодометрическое определение меди основано на реакции:



В результате реакции образуется эквивалентное содержанию меди количество иода. Выделившийся иод оттитровывают тиосульфатом натрия:



Таким образом, Cu²⁺ замещают на иод, который оттитровывают и, тем самым, определяют содержание меди. Существенное значение для протекания реакции имеет концентрация иодида, которая в 4–5 раз должна превышать требуемую по стехиометрии, и кислотность раствора. Необходимо создание слабокислой среды, так как в нейтральных растворах ионы меди гидролизуются.

Точку эквивалентности определяют при помощи индикатора - крахмала, который образует с йодом комплексное соединение ярко-синего цвета.

Ход эксперимента

1) Установка титра рабочего раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ по стандартному раствору $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$

Бюретку для титрования заполняют раствором $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ и устанавливают уровень раствора в бюретке на нуле. В коническую колбу для титрования отмеряют мерным цилиндром 5 мл 20 % KI и 10 мл 2н H_2SO_4 . К полученной смеси добавляют пипеткой 10 мл раствора $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, накрывают колбу часовым стеклом и для завершения реакции оставляют смесь на 5 минут в темноте. Затем в колбу прибавляют 50 мл воды и приступают к титрованию раствора тиосульфатом. Сначала титруют без индикатора. Когда окраска раствора из темно-бурой превратится в бледно-желтую прибавляют 5-6 капель крахмала и продолжают титровать до перехода синей окраски в бледно-зеленую от одной капли тиосульфата. Добившись перемены окраски от одной капли тиосульфата, делают отсчет по бюретке и записывают его. При отсчете необходимо, чтобы глаза наблюдателя были на уровне мениска. Точное титрование повторяют не менее трех раз.

Зная объем раствора тиосульфата, израсходованного на титрование бихромата калия, находят нормальность (молярную концентрацию эквивалента) раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

Объем раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, ушедший на титрование, мл	Опыт 1.		Опыт 2.		Опыт 3.	
	Среднее значение $V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$					
Молярная концентрация эквивалента раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, $C_3(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$, моль/л	$C_3(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = \frac{C_3(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) \cdot V(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)}{V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)}$					

2) Определение содержания меди

В коническую колбу для титрования наливают мерным цилиндром 5 мл 20 % KI и 10 мл 2н H_2SO_4 . К полученной смеси добавляют пипеткой 10 мл анализируемого раствора соли меди, накрывают колбу часовым стеклом и для завершения реакции оставляют смесь на 5 минут в темноте. Затем в колбу прибавляют 50 мл воды и приступают к титрованию раствора тиосульфатом, прибавляя по-прежнему раствор крахмала (5–6 капель) в самом конце титрования, когда раствор со взмученным в нем осадком будет иметь бледно-желтую окраску. Синяя окраска жидкости должна исчезнуть от одной капли тиосульфата. Добившись перемены окраски, делают отсчет по бюретке и записывают его. Титрование повторяют не менее 3 раз. Результаты заносят в таблицу. Вычисляют содержание меди в анализируемом растворе.

Объем раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, ушедший на титрование, мл	Опыт 1.		Опыт 2.		Опыт 3.	
	Среднее значение $V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$					
Молярная концентрация эквивалента раствора меди, $C_3(\text{Cu}^{2+})$, моль/л	$C_3(\text{Cu}^{2+}) = \frac{C_3(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)}{V(\text{Cu}^{2+})}$					
Содержание Cu^{2+} в анализируемом растворе, г	$m(\text{Cu}^{2+}) = C_3(\text{Cu}^{2+}) \cdot M_3(\text{Cu}^{2+}) \cdot V(\text{Cu}^{2+})$					

Контрольные вопросы:

1. В чем сущность окислительно-восстановительного титрования?
2. Перечислите методы окисления - восстановления по применяемому титрованному раствору реагента.
3. Какие индикаторы используются в редоксметрии, какими свойствами они обладают?
4. Как осуществляются расчеты результатов анализа в редоксметрии?
5. На каких химических реакциях основано определение меди методом иодометрии?

Рекомендуемая литература: [5–8].

Лабораторная работа № 12.
Осадительное титрование.
Определение хлорид-ионов в едком натре роданометрическим методом.
(6 часов)

Цель работы: Научиться определять концентрацию хлорид ионов методом обратного осадительного титрования.

Задачи работы:

1. Знакомство с техникой количественного определения веществ титриметрическим методом;
2. Определение содержания хлорид-ионов методом обратного осадительного титрования;
3. Усвоение методики вычисления результатов титриметрических определений.

Обеспечивающие средства:

1. Аналитические весы
2. Бюретка на 25 мл, 2 шт.
3. Пипетки на 5 мл, 2 шт.
4. Колба коническая на 250 мл, 3 шт.
5. Мерная колба на 100 мл.
6. NaCl, 0,05 н
7. AgNO₃, ≈0,1н
8. NaOH, ч
9. HNO₃, 2н
10. K₂CrO₄
11. NH₄Fe(SO₄)₂·12H₂O
12. NH₄SCN, 0,1н

Задание: Провести стандартизацию раствора нитрата серебра по титрованному раствору хлорида натрия. Приготовить анализируемый раствор щелочи. Оттитровать хлорид-ионы методом обратного титрования с использованием стандартных растворов нитрата серебра и роданида калия. Рассчитать массовую долю хлорид-ионов в щелочи. Провести статистическую обработку аналитических данных.

Требования к отчету: Дать краткую характеристику метода осадительного титрования. Описать проделанную экспериментальную работу по приготовлению растворов, ход анализа определения хлорид ионов в щелочи. Приложить к отчету математические расчеты. Сделать выводы по работе.

Технология работы: К методу осадительного титрования относят определения, в основе которых лежат реакции с образованием каких-либо малорастворимых соединений.

Наиболее важное значение имеют методы, основанные на реакциях осаждения малорастворимых солей серебра:



В качестве индикаторов применяют растворы хромата калия или железоммонийных квасцов.

На титровании в присутствии хромата калия основан аргентометрический метод титрования (метод Мора). Титрование заканчивают в момент перехода окраски суспензии от чисто-желтой в красновато-бурую. Причиной изменения окраски является начало выпадения красного осадка Ag₂CrO₄, которое происходит вблизи точки эквивалентности.

Более широкое применение имеет роданометрический метод (метод Фольгарда), где в качестве индикатора применяют раствор железоммонийных квасцов. Ионы Fe³⁺ способны давать с SCN⁻ растворимые в воде комплексные ионы, окрашенные в интенсивно красный цвет.

Ход эксперимента:

1) Стандартизация раствора нитрата серебра

Установление нормальности раствора нитрата серебра, имеющегося в лаборатории, проводят по титрованному раствору 0,05н хлорида натрия.

Бюретку для титрования заполняют раствором нитрата серебра, затем подставив под нее стакан и приоткрыв зажим, заполняют нижнюю часть бюретки так, чтобы в ней не осталось пузырьков воздуха. После этого устанавливают уровень раствора в бюретке на нуле.

В чистую коническую колбу переносят пипеткой 5 мл стандартного раствора хлорида натрия, добавляют 20 мл дистиллированной воды и затем 5–6 капель раствора хромата калия. Колбу с раствором ставят под бюретку на лист белой бумаги и понемногу приливают из бюретки раствор нитрата серебра, энергично помешивая жидкость в колбе. Нужно уловить момент, когда от одной капли титранта первоначально желтый раствор приобретет красновато-бурый оттенок. Делают отсчет по бюретке и записывают его. Точное титрование следует повторить не менее трех раз, каждый раз беря новую порцию раствора хлорида натрия и устанавливая уровень жидкости в бюретке на нуле. Из результатов высчитывают средний объем кислоты.

Объем раствора AgNO ₃ ушедший на титрование, мл			
1.		2.	
Средний объем AgNO ₃ , ушедший на титрование, мл			
Молярная концентрация эквивалента раствора C ₃ (AgNO ₃), моль/л			

2) Приготовление 100 мл 4 % NaOH.

Вычисляют массу щелочи, которая необходима для приготовления раствора:

$$m(\text{NaOH}) = m_{p-pa}(\text{NaOH}) \omega(\text{NaOH})$$

Предварительно взвешивают на технических весах, а затем на аналитических часовое стекло. Вычисленное количество щелочи (приблизительно) помещают на часовое стекло и взвешивают на аналитических весах. По разности массы часового стекла с навеской и без навески находят точную массу щелочи.

Далее осторожно пересыпают гидроксид натрия через сухую воронку в мерную колбу на 100 мл. Струей воды хорошо смывают соль из воронки в колбу. Заполняют колбу водой на 2/3 объема, вынимают воронку, перемешивают содержимое колбы до полного растворения щелочи. После этого раствор остужают и разбавляют до метки дистиллированной водой. Приготовленный раствор тщательно перемешивают, много раз перевертывая и встряхивая колбу, предварительно закрыв ее пробкой.

3) Ход определения хлорид ионов в NaOH

Отмеривают пипеткой 10 мл раствора щелочи в колбу для титрования, добавляют 3–4 капли фенолфталеина и нейтрализуют щелочь раствором 2н азотной кислоты до обесцвечивания индикатора, после чего добавляют еще 1–2 капли избытка кислоты. Приливают к содержимому колбы из бюретки точно 5 мл раствора нитрата серебра, добавляют индикатор – 5–6 капель раствора железоаммиачных квасцов и титруют содержимое колбы стандартным раствором NH₄SCN при постоянном перемешивании до появления не исчезающей красной окраски роданидных комплексов железа. Отсчет записывают. Точное титрование повторяют еще 2–3 раза. Результаты заносят в таблицу. Вычисляют среднее арифметическое и стандартное отклонение при определении массовой доли хлорид ионов.

Данные по титрованию	Номер опыта		
	1	2	3
V(AgNO ₃), л			
v (AgNO ₃) = C ₃ (AgNO ₃) · V(AgNO ₃), моль			
V(NH ₄ SCN), л			
v (NH ₄ SCN) = C ₃ (NH ₄ SCN) · V(NH ₄ SCN), моль			
v (Cl ⁻) = v (AgNO ₃) – v (NH ₄ SCN), моль			
m(Cl ⁻) = v (Cl ⁻) M (Cl ⁻), г			
ω (Cl ⁻) = m(Cl ⁻) · 100 % / m (NaOH), %			

Контрольные вопросы:

1. В чем сущность осадительного титриметрического анализа?
2. Какие требования предъявляются к реакциям в данном методе титрования?
3. Какие индикаторы применяются в аргентометрии и роданометрии?
4. Опишите основные приемы работы при определении хлорид ионов в едком натре.
5. Как осуществляются расчеты результатов анализа при обратном титровании?

Рекомендуемая литература: [5–8].

2. Материально-техническое обеспечение дисциплины

На кафедре химии имеются специальные лаборатории «Аналитическая химия и физико-химические методы анализа» и «Весовая» (504 и 505 ауд., II корпус СЛИ). В данных лабораториях имеются необходимые для выполнения лабораторных работ: химическая посуда, реактивы, материалы, приборы и установки (технические и аналитические весы, ИК-спектрометр, газовый хроматограф, фотоколориметры, спектрофотометры, потенциометры и др.).

3. Библиографический список

1. **Алексеев, В. Н.** Курс качественного химического полумикроанализа [Текст] / В. Н. Алексеев. – М. : Химия, 1973. – 584 с.
2. **Васильев, В. П.** Аналитическая химия. Лабораторный практикум [Текст] : пособие для вузов / В. П. Васильев, Р. П. Морозова, Л. А. Кочергина. – 2-е изд., перераб. и доп. – М. : Дрофа, 2004. – 416 с.
3. **Основы аналитической химии. Практическое руководство** [Текст] : учеб. пособие для вузов / В. И. Фадеева [и др.] ; под ред. Ю. А. Золотова. – 2-е изд., испр. – М. : Высш. шк., 2003. – 463 с.
4. **Сборник описаний лабораторных работ** по дисциплине: «Аналитическая химия и физико-химические методы анализа». *Раздел:* Физико-химические методы анализа [Текст] : лабораторный практикум для студентов специальностей 260300 «Технология химической переработки древесины», 320700 «Охрана окружающей среды и рациональное использование природных ресурсов» всех форм обучения / сост. В. М. Гляд ; Сыктывкарский лесн. ин-т. – Сыктывкар, 2005. – 40 с.
5. **Васильев, В. П.** Аналитическая химия [Текст] : учеб. для студентов химико-технол. спец. вузов : в 2 ч. / В. П. Васильев. – М. : Высш. шк., 1989.
Ч. 1 : Гравиметрический и титриметрический методы анализа. – 320 с.
6. **Основы аналитической химии** [Текст] : учеб. для вузов : в 2 кн. / Ю. А. Золотов [и др.] ; под ред. Ю. А. Золотова. – 2-е изд., перераб. и доп. – М. : Высш. шк., 2002.
Кн. 1 : Общие вопросы. Методы разделения. – 351 с.
7. **Основы аналитической химии** [Текст] : учеб. для вузов : в 2 кн. / Ю. А. Золотов [и др.] ; под ред. Ю. А. Золотова. – 2-е изд., перераб. и доп. – М. : Высш. шк., 2002.
Кн. 2 : Методы химического анализа. – 494 с.
8. **Пилипенко, А. Т.** Аналитическая химия [Текст] : в 2 кн. / А. Т. Пилипенко, И. В. Пятницкий – М. : Химия, 1990.
Кн. 1: 480 с.

Учебное издание

Составитель **Гляд** Валентина Макаровна

Аналитическая химия и физико-химические методы анализа

Сборник описаний лабораторных работ
для подготовки дипломированного специалиста по направлению
655000 «Химическая технология органических веществ и топлива»,
специальности 240406 «Технология химической переработки древесины»

Сыктывкарский лесной институт – филиал государственного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Санкт-Петербургская государственная лесотехническая академия имени С. М. Кирова» (СЛИ)
167982, г. Сыктывкар, ул. Ленина, 39
institut@sfi.komi.com, www.sli.komi.com

Подписано в печать 29.12.07. Формат 60 × 90 1/16. Усл. печ. л. 2,5. Тираж 55. Заказ № .

Редакционно-издательский отдел СЛИ.
Отпечатано в типографии СЛИ