

**МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«СЕВЕРО-КАВКАЗСКИЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

Методические указания

по выполнению лабораторных работ
по дисциплине «**АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ
АНАЛИЗА**»

для студентов направления подготовки
19.03.03 Продукты питания животного происхождения
направленность (профиль) «Биоинженерия и технологии»

Ставрополь, 2026 г.

СОДЕРЖАНИЕ

Лабораторная работа 1. Способы выполнения качественных реакций. Маскирование ионов

Лабораторная работа 2. Качественные реакции катионов в растворах индивидуальных солей

Лабораторная работа 3. Качественные реакции анионов в растворах индивидуальных солей

Лабораторная работа 4. Качественный анализ состава смеси неизвестных солей

Лабораторная работа 5. Расчет и приготовление рабочих растворов HCl и NaOH

Лабораторная работа 6. Стандартизация титрованного раствора HCl

Лабораторная работа 7. Стандартизация рабочего раствора NaOH

Лабораторная работа 8. **Определение содержания** органической кислоты в растворе способом прямого титрования

Лабораторная работа 9. Определение содержания ионов металлов в растворе фотоколориметрическим методом

Список рекомендуемой литературы

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 1

СПОСОБЫ ВЫПОЛНЕНИЯ КАЧЕСТВЕННЫХ РЕАКЦИЙ.

МАСКИРОВАНИЕ ИОНОВ

1 Цель и содержание

Ознакомиться со способами проведения качественных реакций; научиться определять аналитические признаки реакций.

2 Теоретическое обоснование

Качественный химический анализ представляет собой процесс открытия ионов в веществе с помощью химических реакций без количественной оценки результатов. Его применяют для предварительного определения состава неизвестного вещества, а также для проведения тест-контроля на превышение предельной концентрации какого-либо соединения в продукте. Для идентификации в анализируемом веществе того или иного компонента на пробу (небольшую порцию вещества) воздействуют специальными реактивами – реагентами.

Если в анализируемом веществе имеется определяемый компонент, то между ним и реагентом протекает химическая реакция, сопровождающаяся внешним изменением или **аналитическим признаком**. К таким признакам относят образование осадка, выделение характерного газа или изменение цвета раствора. Если под воздействием реагента ожидаемый для данного иона аналитический признак не наблюдается, то в пробе этот ион отсутствует.

При работе с достаточным количеством раствора анализируемого вещества применяют пробирки (**пробирные реакции**). Для этого отбирают 0,5–2 мл раствора и добавляют в него несколько капель или кристаллы реагента. Реакция должна протекать быстро и однозначно.

При работе с малым количеством вещества применяют капельные, микрокристаллоскопические и экстракционные реакции.

Капельные реакции выполняют на фильтровальной бумаге, на которую наносят в определённой последовательности капли растворов анализируемого вещества и реагента. О присутствии исследуемого иона судят по образованию пятна определённого цвета.

Микрокристаллоскопические реакции проводятся на предметном стекле при выпаривании раствора. Ионы идентифицируют по цвету и форме образующихся кристаллов, которые наблюдают под микроскопом.

Экстракционные реакции выполняют в пробирках с плотно закрывающимися пробками. От пробирных они отличаются тем, что дополнительно вносят экстрагент – органический растворитель, не смешивающийся с водой. Содержимое пробирки тщательно перемешивают и дают фазам расслоиться. Изменение окраски фазы экстрагента свидетельствует о наличии определяемого иона.

Предварительные исследования неизвестного вещества обычно начинают с **пирохимической реакции**, проводя идентификацию ионов по изменению окраски пламени горелки. Эта реакция характерна в первую очередь для щелочных и щелочноземельных металлов (табл. 1.1). При проведении анализа каплю исходного раствора или сухое вещество помещают в чистую петлю из нихромовой проволоки и вносят в пламя горелки.

Проводя ту или иную аналитическую реакцию, необходимо создавать определённые условия для её протекания, так как иначе результат реакции окажется не достоверным. Одним из важнейших условий является кислотность среды, которая в случае необходимости регулируется добавлением к раствору кислоты, щёлочи или буферов. Другим важным фактором является температура раствора, так как некоторые реакции протекают только при нагревании.

Таблица 1.1 – Окраска пламени при пирохимическом определении

ионов

Ион	Окраска пламени	Ион	Окраска пламени
Li	кармино-красная	Ca^{2+}	кирпично-красная, интенсивная
Na	желтая, интенсивная	Sr^{2+}	кармино-красная, интенсивная
K	лиловая, слабая	Ba^{2+}	бледно-зеленая
Cs	красно-фиолетовая	Pb^{2+}	характерная, зеленая
Pb^{2+}	красно-фиолетовая	In^{3+}	сине-фиолетовая

При подборе реагентов и способов проведения анализа необходимо учитывать **селективность**. Реагенты делят на высоко-, малоселективные и специфические. Высокоселективные или избирательные реакции дают сходный внешний эффект с небольшим количеством ионов. Селективность реакции тем больше, чем меньше число ионов, с которыми она протекает. Реакции, где идет взаимодействие только с одним единственным ионом называют **специфическими**. Примером специфической реакции является действие щёлочи на ион аммония, в результате которой выделяется газообразный аммиак. К малоселективной реакции относится действие нитрата серебра на группу анионов. Так с хлорид-, цианид-, иодат- и роданидионами $AgNO_3$ образует белые творожистые осадки схожие по внешнему виду.

Реально анализируемые объекты представляют собой многокомпонентные системы. Поэтому при выборе аналитической реакции на интересующий ион, необходимо учитывать мешающее действие других ионов или примесей. В специфических реакциях влияние примесей обычно не мешает определению, однако таких реакций сравнительно мало. На практике приходится увеличивать селективность аналитических реакций,

используя специальные приёмы. Для этой цели применяют маскирование мешающих ионов, избирательное распределение ионов между двумя фазами (твёрдая – жидкая, жидкая – газообразная и т. д.).

3 Приборы и реактивы

Штатив с пробирками, держатель пробирок, фильтровальная бумага, индикаторная бумага, микроскоп биологический, нихромовая проволока, газовая горелка.

Растворы солей, содержащих следующие ионы: Na , Ca^{2+} , NH_4^+ , Zn^{2+} , Mn^{2+} . Сухие реактивы: соли, содержащие ионы: Na , K^+ , Sr^{2+} , Ba^{2+} , Fe^{2+} , NaF , $KSCN$ (или NH_4SCN). Жидкие реактивы: $NaOH$ (2 н.), NH_4OH , CH_3COOH , CH_3COONa , $AgNO_3$, Na_2SO_4 , $Zn(UO_2)_3(CH_3COO)_8$, дитизон.

4 Указания по технике безопасности

1. При работе в химической лаборатории необходимо соблюдать правила безопасной работы, порядок и чистоту на рабочем месте. При любых выявленных нарушениях техники безопасной работы или ее необеспечения на рабочем месте немедленно поставить в известность преподавателя или лаборанта.

2. Верхняя одежда и личные вещи во время работы в аудитории должны находиться в специально отведенном для этих целей месте.

3. Запрещено выполнять работы в лаборатории, если в аудитории менее 3-х человек или в отсутствии преподавателя (лаборанта). При несчастном случае необходимо немедленно поставить в известность преподавателя и оказать первую помощь пострадавшему.

4. К работе допускаются студенты, имеющие конспект выполняемой работы и знающие правила и приемы безопасного ее выполнения.

5. Работать нужно в халате, избегая попадания в глаза, на руки или одежду химических реактивов. По окончании работы тщательно убрать рабочее место, вымыть посуду и руки.

6. Категорически запрещено принимать как в аудитории, так и во время выполнения работы какую-либо пищу.

7. Все работы с концентрированными кислотами, щелочами, летучими веществами проводить только в вытяжном шкафу. Не сливать в раковины концентрированные растворы, а собирать их в специальную посуду.

8. При разливе кислот и щелочей их надо немедленно нейтрализовать, а место – тщательно промыть.

9. При попадании на стол растворов реактивов, солей или воды необходимо протереть его сначала влажной тряпкой, а потом сухой. Затем тщательно вымыть руки и убедиться, что растворы не попали на одежду.

10. При работе со стеклянной посудой (колбы, пипетки, мензурки и т. д.) во избежание порезов обращать внимание на их целостность. Мытье пробирок и колб выполнять с использованием ершиков.

11. Стеклянные пробки для склянок ставить только на торец, чтобы исключить попадания реактивов на стол. При отборе пробы не допускать попадания капель на внешние стенки склянок, колб, пробирок и другой посуды.

12. Работать надо только на исправном электрооборудовании и газовых горелках, строго соблюдая правила их эксплуатации. В случае обнаружения повреждений немедленно прекратить работу, поставить в известность преподавателя и отключить электроприборы или подачу газа.

13. При нагреве жидкостей на газовой горелке использовать треногу с сеткой, применять для этих целей только специальную термостойкую посуду (маркировка в виде матового квадрата или круга и буквы **ТС**). Не допускать бурного кипения и разбрызгивания растворов.

14. При нагреве пробирок использовать специальный держатель, а заполнять их не более чем на $1/3$ объема. В ходе нагрева держать отверстие пробирки так, чтобы пары не попадали на соседей или студентов напротив. В случае термического ожога – удалить с поверхности кожи химические реактивы и оказать первую медицинскую помощь.

15. При возникновении пожара немедленно прекратить работу и поставить в известность преподавателя. Затем выключить все газовые приборы и электрооборудование, вынести по-возможности из аудитории горючие и легко воспламеняющиеся жидкости. При тушении использовать песок, кошму, порошковый огнетушитель. Летучие жидкости с малой плотностью нельзя тушить водой.

5 Методика и порядок выполнения работы

Опыт 1. Способы выполнения качественных реакций

Выполните качественные реакции различными способами. В соответствии с указанной методикой, опишите наблюдаемые аналитические признаки и приведите соответствующие реакции в ионной и молекулярной формах.

При выполнении пробирного анализа отбирайте не более $0,5 \text{ мл}$ испытуемого раствора и вносите в него реагент с помощью пипетки, не касаясь ею края пробирки.

Запись данных опыта. Данные опыта занести в следующую табл. 1.2. В графу 2 записать цвет анализируемого раствора, а в графу 4 занести наблюдаемые аналитические признаки и уравнения реакций катионов с реагентами. Для микрокристаллоскопической реакции зарисовать и описать цвет и форму кристаллов.

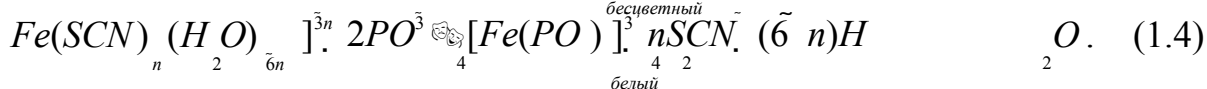
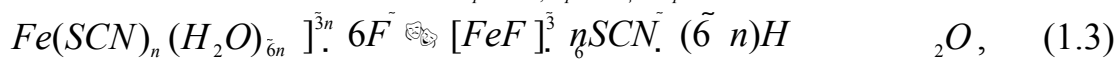
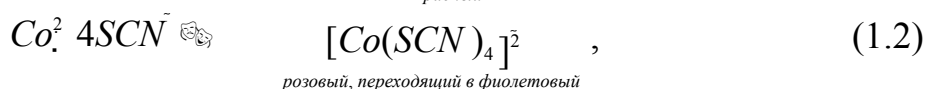
Таблица 1.2 – Способы проведения качественных реакций

Способ проведения реакции	Определяемый ион	Порядок выполнения	Аналитический признак, уравнение реакции
1	2	3	4
Капельный	Mn^{2+}	В центр фильтровальной бумаги нанести 1–2 капли раствора NH_4OH и 1–2 капли реагента $AgNO_3$. В центр образовавшегося пятна внести 1 каплю раствора, содержащего ионы Mn^{2+} .	Цвет пятна:
Экстракционный	Zn^{2+}	К 1 мл раствора, содержащего Zn^{2+} , добавить ацетатный буфер (внести по 10 к. реактивов CH_3COOH и CH_3COONa), а затем 5 к. дитизона (реагент). Пробирку закрыть и сильно встряхнуть. Дать расслоиться фазам.	Цвет фазы экстрагента (CCl_4):
Микросталлопический	Na^+	На предметное стекло поместить 2–3 к. раствора соли натрия, подсушить и после охлаждения добавить 1 к. раствора уранилацетата цинка: $Zn(UO_2)_3(CH_3COO)_8$ (реагент). Рассмотрите кристаллы под микроскопом и зарисуйте их.	Цвет кристаллов: Форма кристаллов:
	Ca^{2+}	На предметное стекло поместить 2–3 к. раствора соли кальция. Добавить 1–2 к. раствора Na_2SO_4 (реагент) и подсушить. Рассмотреть под микроскопом полученный препарат.	Цвет и форма кристаллов:
Пирокхимический	Na^+	Петлю из нихромовой проволоки промыть дистиллированной водой и прокалить в пламени газовой горелки. Захватить влажной петлёй кристаллик соли и внести его в среднюю горячую часть пламени. Наблюдать появление окраски.	Цвет пламени:
	K^+	Аналогично соли натрия	Цвет пламени:
	Sr^{2+}	Аналогично соли натрия	Цвет пламени:
	Ba^{2+}	Аналогично соли натрия	Цвет пламени:
Пробирный	Fe^{2+}	Аналогично соли натрия	Цвет пламени:
	NH_4^+	1 мл раствора NH_4^+ отобрать в пробирку, добавить туда 4–5 к. 2 н. $NaOH$ и раствор осторожно нагреть на пламени горелки до кипения. Универсальным индикатором определить pH выделившегося газа.	Цвет и запах газа: Цвет индикатора; значение pH

Опыт 2. Маскирование ионов

Определите ионы Fe^{3+} и Co^{2+} при их совместном присутствии с помощью одного реагента. Для обнаружения Co^{2+} выполните маскирование ионов Fe^{3+} с использованием реакции образования фторидного или фосфатного неокрашенного комплекса.

Аналитическое действие SCN^- -группы на ионы Fe^{3+} и Co^{2+} (реакции 1.1 и 1.2) сопровождается образованием характерно окрашенных растворимых комплексов, однако чувствительность реакции на Fe^{3+} значительно выше, чем на Co^{2+} . Таким образом, при обнаружении Co^{2+} реакцией (1.2) в присутствии Fe^{3+} -ионов, последние необходимо маскировать связыванием их в неокрашенные комплексы с фторид- или фосфат-ионами (1.3 и 1.4)*.



Порядок выполнения опыта 2

1. Возьмите четыре пробирки. В первую отберите 0,5 мл раствора, содержащего ионы Fe^{3+} , во вторую – 0,5 мл раствора Co^{2+} , а в третью и четвертую – по 0,5 мл растворов Fe^{3+} и Co^{2+} . Добавьте в каждую пробирку по 2–3 капли раствора $KNCS$ и перемешайте, а во вторую (раствор Co^{2+}) – дополнительно кристаллик $KNCS$ и, не перемешивая, наблюдайте изменение окраски раствора около кристалла.

2. В 1-ю и 3-ю пробирки на кончике шпателя внесите порошок NaF , а в 4-ю 10 капель Na_2HPO_4 . Тщательно перемешайте содержимое пробирок до

* Реакции (3) и (4) являются качественными соответственно на ионы F^- , PO_4^{3-} .

окончания изменения окраски. Чтобы убедиться в присутствии ионов Co^{2+} , добавьте в 3-ю и 4-ю пробирки кристаллик $KNCS$ и наблюдайте изменение окраски.

Запись данных опыта. Запишите цвета исходных растворов и после добавления реагента. Сделайте ссылки на соответствующие реакции.

Опишите изменение окраски растворов вследствие добавления NaF и $Na_2 HPO_4$, в чем выражается маскирующее действие? Приведите соответствующие уравнения реакций, объясните, каким ионом обусловлен цвет раствора в 3-й и 4-й пробирках после маскирования. Опишите признак, доказывающий наличие этого иона в растворе.

6 Содержание отчета и его форма

Каждый студент должен иметь лабораторный журнал, который является документом, отражающим всю его работу.

Все наблюдения и выводы по экспериментальной работе, проделанной в лаборатории, студент заносит в лабораторный журнал непосредственно после ее выполнения.

Рекомендуется следующая схема записи:

1. Дата.
2. Номер и название лабораторной работы.
3. Цель работы.
4. Название и описание хода опытов.
5. Наблюдения.
6. Уравнения химических реакций.
7. Выводы и расчеты (формулы, таблицы, графики).

7 Вопросы для защиты работы

1. Сущность качественного анализа и его применение. Аналитические признаки качественных реакций (определение; примеры).

2. Условия проведения качественных аналитических реакций. Требования к реакциям, применяемым в аналитической химии и в качественном анализе.

3. Как называется способ открытия ионов по окрашиванию пламени? Как он выполняется (примеры)? Какие ионы преимущественно способны окрашивать пламя и почему? Какая реакция протекает в этом случае?

4. Опишите методику проведения: а) капельной; б) экстракционной; в) микрокристаллоскопической реакций. Приведите примеры открытия ионов этими способами. Каково их применение в анализе? Какие факторы влияют на качество проведения микрокристаллоскопической реакции?

5. Чувствительность качественных реакций. Количественная характеристика чувствительности (привести пример).

6. Способы увеличения чувствительности качественных реакций.

7. Селективность качественных реакций. Приёмы повышения селективности. Какие реакции называются специфическими, высокоселективными? Приведите примеры.

8. Маскирование ионов. Сущность и применение.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 2

КАЧЕСТВЕННЫЕ РЕАКЦИИ КАТИОНОВ В РАСТВОРАХ ИНДИВИДУАЛЬНЫХ СОЛЕЙ

1 Цель и содержание

Ознакомиться с принципом построения аналитических классификаций катионов; научиться проводить идентификацию катионов в растворах индивидуальных солей неорганических веществ.

2 Теоретическое обоснование

Для определения катионов разработаны и применяются на практике такие классификации, как: сероводородная (сульфидная); кислотно-основная; гидроксидно-пероксидная; фосфатно-аммиачная и др. Под аналитической классификацией катионов понимают выделение в осадок небольших групп ионов из смеси путем последовательного воздействия системы групповых реагентов.

В основе любой классификации лежит принцип сходства химических свойств элементов: способность ряда ионов образовывать малорастворимые соединения (осадки). В качестве реагентов подбираются вещества, которые в минимальной степени в дальнейшем будут влиять на ход определения, либо легко могут быть удалены. В первую очередь это кислоты, гидроксиды и соли аммония.

Сероводородная классификация одна из самых простых по структуре (таблица 2.1), однако ее применение в настоящее время ограничено из-за использования высокотоксичного сероводорода. Другие методы анализа были разработаны с целью замены токсичных реагентов на более безопасные и состоят обычно из 5 или 6 групп катионов.

В реальной практике анализ выполняется на основе комплексного подхода: выбирают те реактивы, реагенты и схемы его проведения, которые позволяют достичь желаемого результата наиболее экономным путем.

Согласно сероводородной классификации, как видно из таблицы 2.1, все катионы разбиты на **5 аналитических групп**, осаждение которых выполняется с помощью системы групповых реагентов в следующей последовательности:

группа:	V	IV	III	II	I
реагент:	HCl	H_2S	$(NH_4)_2S$	$(NH_4)_2CO_3$	нет
рН:	0,5 ~ 1	~ 1	~ 1	~ 10.	

Определение начинают с выделения и отделения 5-й группы катионов, образующих нерастворимые в воде и кислотах хлориды. Затем в среде HCl (рН= 0,5 ~ 1) проводят осаждение 4-й группы катионов в виде сульфидов, устойчивых как в кислой, так и в нейтральной среде. Для последующих с помощью аммиачного буфера изменяют кислотность среды на щелочную и последовательно выделяют в осадок 3-ю и 2-ю группы катионов в виде соответствующих сульфидов, гидроксидов и карбонатов.

Таким образом, в растворе после воздействия системы групповых реагентов остаются только катионы 1-й аналитической группы, которая не осаждается полностью ни одним из реагентов.

Дальнейшая идентификация катионов в группах основана на различие их растворимости, что позволяет разделить группы на подгруппы. Так в 4-й группе катионов выделяют подгруппу меди и подгруппу мышьяка; в 3-й группе – это подгруппы цинка и алюминия. Определение индивидуальных катионов внутри групп и подгрупп выполняют комбинацией дробного и систематического метода.

Таблица 2.1 – Сероводородная классификация катионов

Аналитическая группа	Катионы	Условия осаждения	Групповой реагент	Соединения, образующие осадок	Характеристика группы
первая	1) подгруппа аммония: K^+ , Na^+ , NH_4^+ 2) подгруппа магния: Mg^{2+} и др.	-	нет	-	Сульфиды и карбонаты растворимы в воде, карбонат магния растворим в растворах солей аммония
вторая	Ca^{2+} , Ba^{2+} , Sr^{2+} Rb^+	$pH \approx 7$ NH_4OH , NH_4Cl	$(NH_4)_2CO_3$	$CaCO_3$, $BaCO_3$, $SrCO_3$	Сульфиды растворимы, а карбонаты нерастворимы в воде
третья	1) подгруппа алюминия: Al^{3+} , Cr^{3+} . 2) подгруппа цинка: Fe^{3+} , Fe^{2+} , Mn^{2+} , Zn^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} и др.	$pH \approx 7$ буфер NH_4OH , NH_4Cl	$(NH_4)_2S$	$Al_2O_3 \cdot H_2O$, ZnS , $Cr_2O_3 \cdot H_2O$, MnS , Fe_2S_3 , FeS , CoS , NiS	Сульфиды (или гидроксиды) нерастворимы в воде и растворимы в разбавленных минеральных кислотах
четвёртая	1) подгруппа меди: Cu^{2+} , Cd^{2+} , Hg^{2+} , Bi^{3+} и др. 2) подгруппа мышьяка: As^{3+} , As^{5+} , Sb^{3+} , Sb^{5+} , Sn^{2+} , Sn^{4+} и др.	$pH \approx 7$ HCl	H_2S	CuS , CdS , HgS , Bi_2S_3 , As_2S_3 , Sb_2S_3 , SnS , SnS_2	Сульфиды нерастворимы в разбавленных кислотах, сульфиды 1-ой подгруппы растворимы в $(NH_4)_2S$ с образованием аммиакатов, сульфиды 2-ой подгруппы растворимы в полисульфидах с образованием тиосолей
пятая	Cu^+ , Ag^+ , Pb^{2+} , $[Hg_2]^{2+}$, Au^+	$pH \approx 7$ HCl	HCl	$AgCl$, $CuCl$, $PbCl_2$, Hg_2Cl_2	Хлориды и сульфиды нерастворимы в воде и разбавленных минеральных кислотах

3 Приборы и реактивы

Штатив с пробирками, держатель пробирок, фильтровальная бумага, газовая горелка, индикаторная бумага.

Растворы солей, содержащие ионы: NH_4^+ , Mg^{2+} , Ba^{2+} , Al^{3+} , Fe^{3+} , Cr^{3+} , Co^{2+} , Fe^{2+} , Ni^{2+} , Zn^{2+} , Cu^{2+} , Pb^{2+} .

Жидкие реактивы: $NaOH$ (2 н. и 6 н.), NH_4OH , NH_4Cl , Na_2HPO_4 , HCl , CH_3COOH , CH_3COONa , $K_4[Fe(CN)_6]$, $K_3[Fe(CN)_6]$, K_2CrO_4 , $K_2Cr_2O_7$, H_2O_2 , ализарин (1,2-диоксиантрахинон), реактивы Неслера (смесь $K_2[HgI_4]$ с KOH), Ильинского (1-нитрозо-2-нафтол), Чугаева (диметилглиоксим).

4 Указания по технике безопасности

Смотрите на стр. 7 (лабораторная работа 1).

5 Методика и порядок выполнения работы

Используя пробирный анализ, выполнить определение катионов в растворах индивидуальных солей согласно методике (табл. 2.2, графы 2 и 3). При необходимости растворы осторожно подогреть на газовой горелке, не допуская выброса жидкости.

Запись данных опыта. Отчет оформить в виде приведенной ниже таблицы 2.2, в которой необходимо указать цвет исходных растворов (графа 2), наблюдаемые Вами аналитические признаки и записать уравнения соответствующих реакций в ионной и молекулярной формах, а окислительно-восстановительные реакции уравнивать методом полуреакции (графа 4).

Таблица 2.2 – Качественные реакции катионов в растворах индивидуальных солей

Определяемый ион, цвет	Условия проведения	Реагент	Аналитический признак, уравнение реакции
NH_4^+	Среда щелочная: 5-6 к. 2н. $NaOH$	Реактив Неслера ($K_2[HgI_4]$)	
Mg^{2+}	Среда щелочная: 2-3 капли NH_4Cl и NH_4OH	Na_2HPO_4	
Ba^{2+}	Среда кислая: 3-4 к. CH_3COONa	$K_2Cr_2O_7$	
Al^{3+}	Внести 2-3 к. 2н раствора NH_4OH (среда) и 1-2 к. ализарина (реагент). Пробирку нагреть. После охлаждения внести несколько капель CH_3COOH (до полного изменения окраски).	ализарин	Укажите цвет раствора до и после добавления CH_3COOH
Fe^{3+}	Среда кислая: 1-2 капли HCl	$K_4[Fe(CN)_6]$	
Cr^{3+}	Среда щелочная: 2-3 к. 6н. $NaOH$, пробирку осторожно нагреть. Затем прибавлять $NaOH$ и H_2O_2 до образования характерной окраски	H_2O_2	
Co^{2+}	Среда кислая: 4-5 капель CH_3COOH	Реактив Ильинского	
Fe^{2+}	Среда кислая: 1-2 капли HCl	$K_3[Fe(CN)_6]$	
Ni^{2+}	Среда щелочная: 2-3 к. NH_4OH	Реактив Чугаева	
Zn^{2+}	Среда нейтральная; пробирку нагреть	$K_4[Fe(CN)_6]$	
Cu^{2+}	среда нейтральная	$K_4[Fe(CN)_6]$	
Pb^{2+}	среда нейтральная	K_2CrO_4	

6 Содержание отчета и его форма

Каждый студент должен иметь лабораторный журнал, который является документом, отражающим всю его работу.

Все наблюдения и выводы по экспериментальной работе, проделанной в лаборатории, студент заносит в лабораторный журнал непосредственно после ее выполнения.

Рекомендуется следующая схема записи:

1. Дата.

2. Номер и название лабораторной работы.
3. Цель работы.
4. Название и описание хода опытов.
5. Наблюдения.
6. Уравнения химических реакций.
7. Выводы и расчеты (формулы, таблицы, графики).

7 Вопросы для защиты работы

1. Приведите основные общепризнанные классификации катионов. Какие групповые реагенты в них используют?
2. Какой принцип положен в основе классификации катионов по группам и подгруппам?
3. На чем основана сероводородная классификация катионов? В чем ее достоинства и недостатки?
4. Охарактеризуйте аналитические группы. В какой последовательности проводится разделение катионов?
5. Какова характерная особенность катионов, входящих в 3-ю группу, в 1-ю и 2-ю группы? Объясните, почему Al^{3+} и Cr^{3+} переводят в осадок групповым реагентом в виде гидроксидов? Напишите соответствующие уравнения реакций.
6. К зеленому раствору смеси катионов добавили $NaOH$ и H_2O_2 и нагрели. Какой катион присутствует в растворе, если его окраска стала желтой? Как изменилась степень окисления этого иона? Приведите уравнение реакции.
7. При добавлении к раствору кристаллического роданида калия или аммония появляется синяя окраска, исчезающая при добавлении NaF . Определите катион, присутствующий в растворе. Напишите уравнение реакции с $KSCN$.

8. Какой катион присутствует в растворе, если выпал осадок синего цвета при добавлении: а) $K_3[Fe(CN)_6]$, б) $K_4[Fe(CN)_6]$? Приведите тривиальные названия образовавшихся соединений.

9. Какие катионы можно открыть действием реагента $K_4[Fe(CN)_6]$? В каких аналитических группах находятся эти ионы? Запишите уравнения протекающих реакций с указанием аналитических признаков.

10. При действии на раствор бихроматом калия ($K_2Cr_2O_7$) выпадает желтый осадок. При добавлении к этому же раствору карбоната аммония образуется белый осадок, растворимый в кислотах. Какой катион присутствует в растворе? Напишите уравнение реакции.

11. Какой катион с солями роданидов дает кроваво красный раствор, который обесцвечивается при добавлении фосфат- или фторид-ионов? Напишите уравнение реакции этого иона с $KSCN$.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 3

КАЧЕСТВЕННЫЕ РЕАКЦИИ АНИОНОВ В РАСТВОРАХ ИНДИВИДУАЛЬНЫХ СОЛЕЙ

1 Цель и содержание

Изучить принцип построения аналитических классификаций анионов; научиться проводить идентификацию анионов в растворах индивидуальных солей неорганических веществ.

2 Теоретическое обоснование

Достаточно строгой аналитической классификации анионов не разработано. Нумерация групп анионов и применяемые реагенты в различных источниках сильно варьируют, как и количество выделяемых групп. Чаще всего их разделяют на три аналитические группы в зависимости от образования осадков с хлоридом бария и нитратом серебра (табл. 3.1).

Таблица 3.1 – Классификация анионов

Аналитическая группа	Анионы	Групповой реагент	Характеристика группы
<i>I</i>	CO_3^{2-} , SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , PO_4^{3-} , $S_2O_3^{2-}$ и др.	$BaCl_2$	Соли бария и серебра нерастворимы в воде, соли серебра растворимы в кислотах
<i>II</i>	Cl^- , Br^- , I^- , SCN^- , S^{2-} и др.	$AgNO_3$ в среде HNO_3	Соли серебра нерастворимы в воде и разбавленных кислотах, соли бария растворимы в воде
<i>III</i>	NO_3^- , NO_2^- , CH_3COO^-	нет	Соли бария и серебра растворимы в воде

В предложенной классификации определение анионов, в отличие от катионов, начинают с 1-й группы, так как некоторые анионы ее способны реагировать с нитратом серебра, образуя неустойчивые осадки. Третья группа может анализироваться совместно как с 1-й, так и со 2-й группой.

Анионы в меньшей степени мешают обнаружению друг друга, поэтому при их анализе чаще используют дробный метод, а к систематическому анализу прибегают только в более сложных случаях, например, при подозрении на присутствие трудно растворимых солей боратов или силикатов. Групповые реагенты используют в основном для предварительного обнаружения групп.

Классификацию анионов по окислительно-восстановительным свойствам широко применяется для их открытия. Эти реакции полезны при совместном определении дробным способом сульфат- и сульфит-ионов; нитрат- и нитрит-ионов в смеси солей. В качестве таких примеров можно привести реакции анионов с перманганатом калия. Так Cl^- и Br^- окисляются KMnO_4 до элементарного хлора и брома соответственно, $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ до CO_2 .

3 Приборы и реактивы

Штатив с пробирками, держатель пробирок, фильтровальная бумага, индикаторная бумага, газовая горелка.

Растворы солей, содержащие ионы: Cl^- , Br^- , I^- , SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , PO_4^{3-} , CO_3^{2-} , NO_2^- , NO_3^- .

Жидкие реактивы: NaOH (2н.), HCl , CH_3COOH , AgNO_3 , KMnO_4 , $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$, BaCl_2 , $\text{Fe}(\text{SCN})_3$.

Порошкообразные реактивы: металлический Zn (или Al), FeSO_4 .

4 Указания по технике безопасности

Смотрите на стр. 7 (лабораторная работа 1).

5 Методика и порядок выполнения работы

Используя пробирный анализ, выполнить качественные реакции определения анионов по предложенной методике (табл. 3.2, графы 3 и 4).

Определить pH выделяющихся газов. Нагревание пробирок выполнять на газовых горелках.

Запись данных опыта. Отчет оформить в виде приведенной ниже таблицы, в которой необходимо указать цвет исходных растворов (графа 1), наблюдаемые Вами аналитические признаки и записать уравнения соответствующих реакций в ионной и молекулярной формах, а окислительно-восстановительные реакции уравнивать методом полуреакции (графа 4).

Таблица 3.2 – Качественные реакции анионов в растворах индивидуальных солей

Определяемый ион, цвет	Условия проведения	Реагент	Аналитический признак, уравнение реакции
1	2	3	4
$\tilde{Cl^-}$	реакция с групповым реагентом (малоселективная) выполняется в кислой (1 – 2 кап. HNO_3) или нейтральной среде	$AgNO_3$	$\tilde{Cl^-}$ – $\tilde{Br^-}$ $\tilde{I^-}$
$\tilde{Br^-}$			
$\tilde{I^-}$			
$\tilde{I^-}$	Среда нейтральная	$Pb(CH_3COO)_2$	
SO_4^{2-}	Среда нейтральная	$BaCl_2$	
SO_3^{2-} (добавить в последнюю очередь)	Среда кислая: 4-5 капель CH_3COOH	$KMnO_4$	
PO_4^{3-}	Среда нейтральная	$Fe(SCN)_3$	
CO_3^{2-}	Среда кислая – создаётся реагентом, пробирку нагреть	HCl	цвет запах pH выделяющегося газа
NO_2^-	Среда кислая: 2-3 капли CH_3COOH	$FeSO_4$ (кристаллический)	
NO_3^-	Среда: щелочная – 1 – 2 кап. $NaOH$, пробирку осторожно нагреть до выделения газа	порошок Al или Zn	цвет запах pH выделяющегося газа

6 Содержание отчета и его форма

Каждый студент должен иметь лабораторный журнал, который является документом, отражающим всю его работу.

Все наблюдения и выводы по экспериментальной работе, сделанной в лаборатории, студент заносит в лабораторный журнал непосредственно после ее выполнения.

Рекомендуется следующая схема записи:

1. Дата.
2. Номер и название лабораторной работы.
3. Цель работы.
4. Название и описание хода опытов.
5. Наблюдения.
6. Уравнения химических реакций.
7. Выводы и расчеты (формулы, таблицы, графики).

7 Вопросы для защиты работы

1. На каком принципе основано определение анионов? В какой последовательности определяются анионы традиционным способом?
2. Какой анион *I* группы определяется по обесцвечиванию перманганата калия в кислой среде?
3. Какие свойства осадков анионов *II* группы позволяют их идентифицировать? Напишите уравнения реакций этих анионов с групповыми реагентами и при их идентификации.
4. Катион какой группы можно использовать для открытия *I* аналитической группы анионов?
5. Каким реактивом можно определить и отделить фосфат-ионы из раствора? Для чего еще можно использовать раствор, содержащий PO_4^{3-} ?
6. При добавлении к сухой соли концентрированной H_2SO_4 выделяется бесцветный газ с резким запахом, который с раствором $AgNO_3$

дает осадок белого цвета, растворимый в NH_4OH . Определите анион.

Напишите уравнения реакций в ионной и молекулярной формах.

7. При добавлении к сухой соли раствора HCl выделяется бесцветный газ, который, пройдя через известковую воду, вызывает ее помутнение или образование осадка белого цвета. Какой анион присутствует в растворе? Напишите уравнения реакций в ионной и молекулярной форме.

8. $AgNO_3$ дает с раствором желтый, нерастворимый в гидроксиде аммония, осадок. С этим же раствором $Pb(CH_3COO)_2$ образует осадок интенсивно желтого цвета. Какой анион присутствует в растворе? Обладает ли этот ион окислительно-восстановительными свойствами? Ответ подтвердите уравнениями соответствующей реакции.

9. При добавлении нитрата серебра в растворе образуется осадок светло-желтого цвета, частично растворимый в NH_4OH . При действии на эту же соль $KMnO_4$ в кислой среде выделяется тяжелый газ с характерным запахом. Какой анион находится в растворе? Напишите уравнения протекающих реакций.

10. При добавлении нитрата серебра к раствору образуется осадок белого цвета, растворимый в гидроксиде аммония. С катионами какой группы он может вступать в реакцию с образованием осадков? Приведите примеры. Какой анион находится в растворе? Напишите уравнения реакций в ионной и молекулярной формах.

11. Какие анионы способны обесцвечивать растворы перманганата калия и иода? Каков в данном случае тип реакций? Приведите уравнение одной из таких реакций в ионной и молекулярной формах?

12. Какие анионы можно определить по выделению газа? Приведите примеры таких реакций. Какими характерными признаками обладает выделившийся газ?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 4

КАЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ СОСТАВА СМЕСИ НЕИЗВЕСТНЫХ
СОЛЕЙ

1 Цель и содержание

Освоить методики дробного и систематического анализов; научиться определять качественный состав неизвестного вещества.

2 Теоретическая часть

*Обнаружение ионов с помощью специфических и высокоселективных реакций в отдельных порциях анализируемого раствора, без предварительного разделения компонентов, называют **дробным методом анализа**. Недостатком этого метода является низкая чувствительность. Если используемые реакции не достаточно селективны, а мешающее действие других ионов устранить не удаётся, то в этом случае применяют систематический ход анализа.*

***Систематический метод** – это определённая последовательность реакций, целью которой является выделение только одного определяемого иона. Для этого сначала на раствор со смесью ионов действуют **групповыми реагентами**, выделяя в осадок сходные по свойствам ионы. Осадок отделяют от раствора, растворяют подходящим растворителем и вновь делят на более мелкие группы, используя различие в растворимости уже других соединений выделенных ионов. Далее операции осаждения, отделения и растворения осадков продолжают до тех пор, пока либо в растворе, либо в осадке не останется только один ион, который идентифицируют любой характерной реакцией.*

Несмотря на высокую чувствительность, такой подход мало продуктивен, поэтому на практике используют комбинацию обоих методов – дробного и систематического, причём дробный метод применяют

преимущественно для определения ионов внутри групп и подгрупп. Таким образом, систематический анализ не следует противопоставлять дробному, так как эти методы на практике взаимно дополняют друг друга.

Для проведения систематического анализа катионов существует несколько общепринятых схем (классификаций). Наиболее тесно связанной с периодическими свойствами элементов является сероводородная классификация (табл. 2.1), в несколько изменённом виде называемая также сульфидной. По этой классификации катионы разделяют на **пять аналитических групп**, при этом анализ начинают проводить с 5-й группы.

Не смотря на то что *ион аммония* относится к первой аналитической группе, он *всегда определяется до начала систематического анализа и в случае обнаружения удаляется*. Эта необходимость вызвана тем, что соединения аммония обладают высокой летучестью, то есть ионы аммония могут быть потеряны в ходе анализа. Так же эти ионы способны образовывать со многими катионами устойчивые комплексные соединения – аммиакаты, и тем самым мешать их определению. Кроме того, он входит в состав ряда групповых реагентов и в аммиачный буфер, и будет всегда присутствовать в конечном растворе вне зависимости от его наличия в испытуемом образце.

Для проведения систематического анализа анионов чаще всего применяют схему, основанную на растворимости солей бария и серебра (табл. 3.1). В отличие от катионов, большинство анионов редко мешают обнаружению друг друга. Обычно определение начинают с 1-й аналитической группы (добавлением $BaCl_2$), так как некоторые бескислородные анионы могут давать осадки с ионами серебра, мешая тем самым идентификации анионов 2-й группы.

После отделения осадка с анионами 1-й группы, анализ раствора можно вести дробным методом в произвольной последовательности, так как 3-я группа практически не мешает определению анионов 2-й группы (за исключением некоторых качественных реакций ОВР).

Схема разделения катионов по сероводородной классификации

Последовательность операций разделения и определения катионов по сероводородной схеме состоит в следующем: пусть имеется анализируемый раствор, в котором могут присутствовать катионы всех пяти аналитических групп. Требуется доказать наличие или отсутствие каждого из них.

Вначале к анализируемому раствору прибавляют водный раствор HCl до полного осаждения хлоридов катионов 5-й аналитической группы. Хлороводородную кислоту прибавляют в избытке, что необходимо для растворения возможной примеси осадков оксохлоридов сурьмы и висмута.

Осадок, представляющий собой смесь хлоридов катионов 5-й аналитической группы ($AgCl$, Hg_2Cl_2 , $PbCl_2$), отделяют от маточника (раствор I) центрифугированием, промывают раствором HCl и открывают каждый из катионов с помощью селективных реакций.

Для отделения 4-й аналитической группы к раствору I прибавляют раствор HCl до $pH \bullet 0,5$ и насыщают при нагревании H_2S , в результате чего из раствора выпадает смесь сульфидов катионов 4-й аналитической группы, не растворимых в минеральных кислотах. Осадок отделяют от раствора II центрифугированием, проверяют полноту осаждения сульфидов пропусканием тока H_2S и затем определяют наличие соответствующих катионов.

В растворе II могут присутствовать катионы 1-й, 2-й и 3-й аналитических групп, соли которых растворимы в минеральных кислотах. Поэтому раствор II нейтрализуют гидроксидом аммония до $pH \bullet 7-9$ и обрабатывают раствором сульфида аммония $(NH_4)_2S$. Гидроксиды или сульфиды катионов 3-й аналитической группы выделяются в осадок, который отделяют от раствора III и в дальнейшем подвергают дробному анализу.

Раствор III может содержать катионы 2-й и 1-й аналитических групп. Его обрабатывают раствором $(NH_4)_2CO_3$ (в аммиачном буфере при

$pH \bullet 9,2$), который осаждает катионы 2-й аналитической группы в виде карбонатов. Осадок карбонатов отделяют от маточного раствора *IV* , растворяют в уксусной кислоте и в дальнейшем открывают каждый из катионов 2-й аналитической группы.

В маточнике *IV* открывают катионы 1-й аналитической группы дробным методом.

3 Приборы и реактивы

Штатив с пробирками, держатель пробирок, фильтровальная бумага, нихромовая проволока, индикаторная бумага, газовая горелка.

Сухие соли: KCl , KBr , KI , $NaCl$, Na_2SO_4 , $NaNO_3$, $NaNO_2$, Na_3PO_4 , Na_2CO_3 , $Mg(NO_3)_2$, $Ba(NO_3)_2$, $Co(NO_3)_2$, $Ni(NO_3)_2$, $Cr(NO_3)_3$, $Al_2(SO_4)_3$, $ZnSO_4$, $CuSO_4$, $FeSO_4$, $FeCl_3$.

Жидкие реактивы: $NaOH$ (2 н. и 6 н.), NH_4OH , NH_4Cl , Na_2HPO_4 , HCl , CH_3COOH , CH_3COONa , $K_4[Fe(CN)_6]$, $K_3[Fe(CN)_6]$, $Fe(SCN)_2$, $K_2Cr_2O_7$, K_2CrO_4 , H_2O_2 , $AgNO_3$, $KMnO_4$, $Pb(CH_3COO)_2$, HNO_3 , $BaCl_2$, $(NH_4)_2S$ (ил Na_2S) , $(NH_4)_2CO_3$ (ил Na_2CO_3) , раствор дитизона в CCl_4 ,
и и

ализарин (1,2-диоксиантрахинон), реактивы Неслера (смесь $K_2[HgI_4]$ с KOH), Ильинского (1-нитрозо-2-нафтол), Чугаева (диметилглиоксим).

Порошкообразные реактивы: металлический Zn (или Al), $KSCN$ (или NH_4SCN), $FeSO_4$, NaF .

4 Указания по технике безопасности

Смотрите на стр. 7 (лабораторная работа 1).

5 Методика и порядок выполнения работы

Опыт 1. Предварительные испытания

1.1. Получить в пробирку у лаборанта пробу неизвестного состава.

1.2. Провести пирохимическую реакцию с кристалликом соли белого цвета на наличие катионов Na , K , Sr^{2+} . Если проба не содержит соль белого цвета, то сделать вывод об отсутствии катионов I и II групп (не выполняются п. 2.6–2.8).

1.3. Определить цвет сухих солей, а затем растворить пробу в небольшом количестве воды. Разбавить полученный раствор до полного объема пробирки и перемешать. Указать цвет раствора и сделать вывод о том, ионы каких аналитических групп могут присутствовать или отсутствовать в пробе.

1.4. Определить кислотность (pH) раствора. Сделать вывод о гидролизуемости солей, его типе и о том, какие ионы могут присутствовать в составе пробы.

Запись данных опыта. Данные опыта занести в таблицу 4.1.

Таблица 4.1 – Предварительные испытания

№ испытания	Определяемый ион или свойство	Реагент, условия проведения реакций	Наблюдения (аналитические признаки реакций)	Выводы; уравнения реакций
1	Na , K , Sr^{2+}	Пирохимическая реакция		
2	Цвет солей и раствора	-		
3	pH	индикаторная бумага		
	Вывод:			

Опыт 2. Дробный анализ катионов с применением групповых реагентов

2.1. Провести определение NH_4 любым методом.

2.2. Действием HCl определить, есть ли в растворе ионы 5-й аналитической группы катионов.

2.3. Провести определение Cu^{2+} , если предварительные испытания указывают на его возможное присутствие. В случае обнаружения меди п. 2.4 не выполнять, а сразу приступить к выполнению п. 2.5.

2.4. Провести общий анализ катионов 3-й группы. Для этого к 1 мл анализируемого раствора добавить по 5 капель NH_4OH и NH_4Cl , а затем 3–4 капли $(NH_4)_2S$ (может быть заменён на Na_2S). Если образовался осадок, то сделать вывод о наличии катионов 3 группы и приступить к выполнению п. 2.5. В противном случае сделать вывод об отсутствии катионов 3 группы и сразу приступить к выполнению п. 2.6.

2.5. С учётом выводов, сделанных в предварительных испытаниях, провести обнаружение катионов 3-й группы (белых или характерно окрашенных).

2.6. Провести общий анализ катионов 2 группы. Для этого к 1 мл анализируемого раствора добавить 5 капель NH_4OH и 5 капель NH_4Cl и затем добавить 3–4 капли $(NH_4)_2CO_3$ (может быть заменён на Na_2CO_3). Если образовался осадок, то сделать вывод о наличии катионов 2 группы и приступить к выполнению п. 2.7. В противном случае сделать вывод об отсутствии катионов 2 группы и сразу приступить к выполнению п. 2.8.

2.7. Провести определение Ba^{2+} . В случае отсутствия ионов бария и стронция (определялся в п. 1.2) сделать вывод о наличии в пробе ионов Ca^{2+} .

2.8. Провести определение Mg^{2+} .

Запись данных опыта. Данные опыта занести в таблицу 4.2.

Таблица 4.2 – Определение катионов

№ испытания	Определяемый ион или свойство	Реагент, условия проведения реакций	Наблюдения (аналитические признаки реакций)	Выводы; уравнения реакций
1	Pb^{2+}	HCl	осадок отсутствует	иона Pb^{2+} нет
...	...	...	...	...
	Вывод:			

Опыт 3. Дробный анализ анионов с применением групповых реагентов

3.1. Провести общий анализ анионов 1-й группы. Для этого к 1 мл анализируемого раствора добавить 3-4 капли $BaCl_2$. Если выпадает осадок, то сделать вывод о наличии анионов 1-й группы и приступить к выполнению п. 3.2. В противном случае сделать вывод об отсутствии анионов 1-й группы и сразу приступить к выполнению п. 3.3.

3.2. Дробным методом провести определение CO_3^{2-} , SO_3^{2-} , PO_4^{3-} . В случае их отсутствия сделать вывод о наличии иона SO_4^{2-} .

3.3. Провести анализ анионов 2-й группы. Для этого к 1 мл анализируемого раствора добавить 5 капель HNO_3 и 3-4 капли $AgNO_3$. Если выпадает осадок, то по его цвету идентифицировать ион (Cl^- , Br^- или I^-).
и

Присутствие I^- подтвердить соответствующей селективной реакцией.

3.4. Выполнить определение ионов NO_2^- и NO_3^- проведя окислительно-восстановительные реакции.

Запись данных опыта. Данные опыта занести в таблицу 4.3.

Таблица 4.3 – Определение анионов

№ испытания	Определяемый ион или свойство	Реагент, условия проведения реакций	Наблюдения (аналитические признаки реакций)	Выводы; уравнения реакций
1	NO_2^-	...	...	...
2	NO_3^-	...	...	...
...	...	...	...	...
	Вывод:			

Проверить результат у лаборанта и при условии правильности определения солей сделать общий вывод по полученным выше данным.

6 Содержание отчета и его форма

Каждый студент должен иметь лабораторный журнал, который является документом, отражающим всю его работу.

Все наблюдения и выводы по экспериментальной работе, проделанной в лаборатории, студент заносит в лабораторный журнал непосредственно после ее выполнения.

Рекомендуется следующая схема записи:

1. Дата.
2. Номер и название лабораторной работы.
3. Цель работы.
4. Название и описание хода опытов.
5. Наблюдения.
6. Уравнения химических реакций.
7. Выводы и расчеты (формулы, таблицы, графики).

7 Вопросы для защиты работы

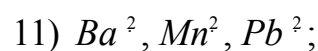
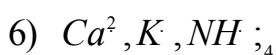
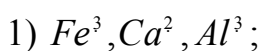
1. Дробный и систематический анализ: сущность этих методов и их взаимосвязь, достоинства и недостатки.

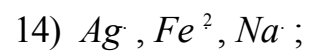
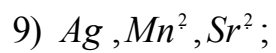
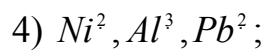
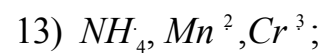
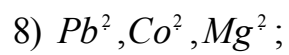
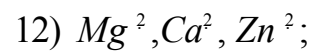
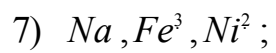
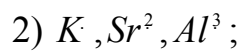
2. Групповой реагент. Требования к реактивам, применяемым в качестве групповых реагентов.

3. Почему в ходе систематического анализа ионы аммония необходимо обнаруживать в первую очередь? Как можно их определить и удалить?

4. На что указывает кислая, щелочная или нейтральная среда растворов солей? Какие предварительные заключения можно сделать на этой основе?

5. Составить схему разделения следующих катионов согласно сероводородной классификации, указывая аналитические группы, групповые реагенты и условия их обнаружения, формы осадков:





- 5) $Fe^{2+}, Fe^{3+}, Zn^{2+}$; 10) $Cu^{2+}, Cr^{3+}, Al^{3+}$; 15) $Co^{2+}, Ba^{2+}, Fe^{3+}$.

6. Напишите качественные реакции обнаружения следующих ионов, указав реагент, аналитический признак и условия проведения:

- | | |
|------------------------------------|-------------------------------------|
| 1) Co^{2+}, Ba^{2+}, NO_2^- ; | 7) $Mn^{2+}, Sr^{2+}, SO_4^{2-}$; |
| 2) $NH_4^+, Cr^{3+}, CO_3^{2-}$; | 8) Co^{2+}, Mg^{2+}, NO_3^- ; |
| 3) $Mg^{2+}, Zn^{2+}, PO_4^{3-}$; | 9) Na^+, Fe^{3+}, NO_2^- ; |
| 4) $Mn^{2+}, Pb^{2+}, SO_3^{2-}$; | 10) $Ca^{2+}, Zn^{2+}, CO_3^{2-}$; |
| 5) $Ni^{2+}, Pb^{2+}, SO_3^{2-}$; | 11) NH_4^+, Ba^{2+}, I^- ; |
| 6) Cr^{3+}, Al^{3+}, I^- ; | 12) Sr^{2+}, Al^{3+}, Br^- . |

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 5

РАСЧЕТ И ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАБОЧИХ РАСТВОРОВ HCl И NaOH

1 Цель и содержание

Ознакомиться с классификацией растворов в титриметрии. Научиться рассчитывать и готовить рабочие растворы кислот и щелочей заданной концентрации методом разбавления вещества.

2 Теоретическое обоснование

Кислотно-основное титрование (протолитометрия) относится к классическим методам химического анализа и основано на протекании в растворе реакции нейтрализации между определяемым веществом и раствором реагента (рабочий раствор). В процессе титрования происходит изменение кислотности среды, что фиксируется по изменению цвета специальных веществ – индикаторов или же путем непосредственного измерения pH среды. В момент резкого изменения кислотности среды (область скачка на кривой титрования) фиксируется расход объема титранта, дальнейшие расчеты проводятся по закону эквивалентов.

Так как расчет основан на законе эквивалентов, то необходимо правильно готовить и определять концентрации применяемых растворов реагентов. В протолитометрии это растворы кислот, щелочей, солей слабых кислот и солей слабых оснований. Любой раствор, концентрация которого точно известна, называют **стандартным титрованным раствором** или просто **титрованным**.

Исходя из способа приготовления, различают растворы с приготовленным титром или **первичные стандарты** и растворы с установленным титром или **стандартизированные**.

Первичные стандарты, например, буру, готовят по точно взятой на аналитических весах навеске или из фиксаналов.

Способов приготовления стандартизированных растворов несколько: по приближенной навеске, методом разбавления из концентрированного раствора, ионным обменом. Концентрация таких растворов подлежит установлению, то есть стандартизации по другим растворам. В зависимости от устойчивости при хранении различают растворы вторичного стандарта и титрованные. Раствор вторичного стандарта, например HCl , устойчив и может длительно храниться, тогда как просто титрованный, например $NaOH$, стандартизируют перед его применением.

Рабочие растворы – это растворы, которые используют непосредственно в ходе анализа. Такие растворы не обязательно должны обладать свойствами стандартов.

При приготовлении растворов с установленным титром используют мерную посуду приближенной точности: мензурки, цилиндры, стаканы, колбы с делениями. Взятие навесок выполняют на технических весах с точностью до $0,01 \div 0,001 \text{ г}$.

Наиболее нестойки при хранении растворы щелочей, так как гидроксиды натрия и калия легко вступают в реакцию карбонизации с диоксидом углерода с образованием гидрокарбонатов. Такие растворы необходимо защищать от воздействия воздуха с помощью затворов, содержащих натронную известь, а стандартизировать желательно в тот же день, что и выполнение анализа с их участием. Щелочи растворяют в свежеперегнанной дистиллированной воде, которую дополнительно кипятят в течение 2 – 3-х часов для удаления содержащихся в ней газов.

3 Приборы и реактивы

Мерные пальчиковые пробирки на 10 мл – 2 шт., мерный цилиндр на 500 мл, посуда для хранения растворов на 500 мл – 2 шт.

Жидкие реактивы: концентрированный раствор HCl с известной плотностью, концентрированный раствор $NaOH$ ($T_{\text{пл}} 0,25 \text{ г / мл}$).

4 Указания по технике безопасности

1. При работе в химической лаборатории необходимо соблюдать правила безопасной работы, порядок и чистоту на рабочем месте. При любых выявленных нарушениях техники безопасной работы или ее необеспечения на рабочем месте немедленно поставить в известность преподавателя или лаборанта.

2. Верхняя одежда и личные вещи во время работы в аудитории должны находиться в специально отведенном для этих целей месте.

3. Запрещено выполнять работы в лаборатории, если в аудитории менее 3-х человек или в отсутствии преподавателя (лаборанта). При несчастном случае необходимо немедленно поставить в известность преподавателя и оказать первую помощь пострадавшему.

4. К работе допускаются студенты, имеющие конспект выполняемой работы и знающие правила и приемы безопасного ее выполнения.

5. Работать нужно в халате, избегая попадания в глаза, на руки или одежду химических реактивов. По окончании работы тщательно убрать рабочее место, вымыть посуду и руки.

6. Категорически запрещено принимать как в аудитории, так и во время выполнения работы какую-либо пищу.

7. Все работы с концентрированными кислотами, щелочами, летучими веществами проводить только в вытяжном шкафу. Не сливать в раковины концентрированные растворы, а собирать их в специальную посуду.

8. При разливе кислот и щелочей их надо немедленно нейтрализовать, а место – тщательно промыть.

9. При попадании на стол растворов реактивов, солей или воды, его необходимо протереть сначала влажной тряпкой, а потом сухой. Затем тщательно вымыть руки и убедиться, что растворы не попали на одежду.

10. При работе со стеклянной посудой (колбы, пипетки, мензурки и т. д.) во избежание порезов обращать внимание на их целостность. Мытье пробирок и колб выполнять с использованием ершиков.

11. Стеклянные пробки для склянок ставить только на торец, чтобы исключить попадания реактивов на стол. При отборе пробы не допускать попадания капель на внешние стенки склянок, колб, пробирок и другой посуды.

12. Работать надо только на исправном электрооборудовании и газовых горелках, строго соблюдая правила их эксплуатации. В случае обнаружения повреждений немедленно прекратить работу, поставить в известность преподавателя и отключить электроприборы или подачу газа.

13. При нагреве жидкостей на газовой горелке использовать треногу с сеткой, применять для этих целей только специальную термостойкую посуду (маркировка в виде матового квадрата или круга и буквы *ТС*). Не допускать бурного кипения и разбрызгивания растворов.

14. При нагреве пробирок использовать специальный держатель, а заполнять их не более, чем на $1/3$ объема. В ходе нагрева держать отверстие пробирки так, чтобы пары не попадали на соседей или студентов напротив. В случае термического ожога – удалить с поверхности кожи химические реактивы и оказать первую медицинскую помощь.

15. При возникновении пожара немедленно прекратить работу и поставить в известность преподавателя. Затем выключить все газовые приборы и электрооборудование, вынести, по-возможности, из аудитории горючие и легко воспламеняющиеся жидкости. При тушении использовать песок, кошму, порошковый огнетушитель. Летучие жидкости с малой плотностью нельзя тушить водой.

5 Методика и порядок выполнения работы

Опыт 1. 500 мл 0,1 моль экв/л раствора HCl
Приготовление

методом разбавления концентрированного раствора

1.1. Выписать значение плотности раствора HCl (измеряется ареометром или задается преподавателем) и по справочнику Лурье определить её массовую концентрацию ($\varnothing$).

1.2. Рассчитать массу кислоты в заданном растворе по формуле (5.1):

$$m = \frac{C_{\text{экв}} \cdot M_{\text{экв}} \cdot V}{1000}, \quad (5.1)$$

где V – объем заданного раствора, мл; $C_{\text{экв}}$ – концентрация моля – эквивалентов (нормальность) заданного раствора, моль экв/л.

Зная $\varnothing$, массу HCl и плотность концентрированного раствора ϱ , определить объем концентрированной кислоты (V_k) по формуле (5.2):

$$V_k = \frac{m \cdot 100\%}{\varnothing \cdot \varrho}. \quad (5.2)$$

1.3. В мерный цилиндр на 500 мл налить половину заданного объема воды. Пальчиковой пробиркой отмерить рассчитанный объем концентрированной кислоты (V_k) и перенести его в мерный цилиндр. Долить дистиллированной воды до метки (500 мл) и перелить полученный рабочий раствор HCl в индивидуальную посуду, поставить в шкаф для хранения.

Запись данных опыта. Отчет оформить на новом листе, где привести все расчеты в общем и численном виде, а результаты занести в таблицу 5.1.

Таблица 5.1 – Приготовление рабочего раствора HCl

Объем раствора HCl , V , мл	Концентрация раствора HCl , $C_{\text{экв}}$, моль экв/л	Масса HCl в растворе m , г	Плотность конц. раствора HCl ϱ , г/см	Массовая доля конц. HCl $\varnothing$, %	Объем конц. раствора HCl , V_k , мл

Опыт 2. Приготовить 500 мл 0,1 моль экв/л раствора NaOH методом разбавления

2.1. Рассчитать массу NaOH в заданном растворе по формуле (5.1).

2.2. По значению титра T концентрированного раствора NaOH (указан на склянке с реактивом) и вычисленной массе вещества в рабочем растворе рассчитать объем ($V_{\text{ц}}$) концентрированного раствора NaOH по формуле:

$$V_{\text{ц}} = \frac{m}{T}, \quad (5.3)$$

где T – титр раствора, m – масса вещества в г, $V_{\text{ц}}$ – объем раствора в мл.

2.3. Для приготовления раствора NaOH взять цилиндр или мерный стакан на 500 мл и налить до половины его объема дистиллированной воды. Отмерить пальчиковой пробиркой рассчитанный объем концентрированного раствора NaOH и перенести его в цилиндр. Объем раствора довести до заданного и перелить в индивидуальную посуду, плотно укупорить и поставить в отведенное место для хранения.

Запись данных опыта. Отчет оформить на новом листе, где необходимо привести все расчеты в общем и численном виде, а результаты занести в таблицу 5.2.

Таблица 5.2 – Приготовление рабочего раствора NaOH

Концентрация раствора NaOH, $C_{\text{экв}}$, моль экв / л	Масса NaOH в растворе, m , г	Титр конц. раствора NaOH, T , г / мл	Объем конц. раствора NaOH, $V_{\text{ц}}$, мл

6 Содержание отчета и его форма

Каждый студент должен иметь лабораторный журнал, который является документом, отражающим всю его работу.

Все наблюдения и выводы по экспериментальной работе, проделанной в лаборатории, студент заносит в лабораторный журнал непосредственно после ее выполнения в виде отчета.

Рекомендуется следующая схема записи:

1. Дата.
2. Номер и название лабораторной работы.
3. Цель работы.
4. Название и описание хода опытов.
5. Наблюдения.
6. Уравнения химических реакций.
7. Выводы и расчеты (формулы, таблицы, графики).

7 Вопросы для защиты работы

1. К какой группе методов и почему относится кислотно-основное титрование?
2. Растворы, применяемые в титриметрии и способы их приготовления.
3. Что понимают под терминами: 1) стандартный титрованный раствор; 2) стандартный раствор, 3) рабочий раствор; 4) раствор с приготовленным титром; 5) раствор с установленным титром?
4. Требования, предъявляемые к рабочим растворам в титриметрии.
5. Перечислите виды посуды, применяемой в количественном анализе.
6. Какую посуду и весы используют при приготовлении растворов:
а) с установленным титром; б) с приготовленным титром? Ответ обосновать.
7. Какой титрованный раствор называют стандартным? Чем он отличается от других титрованных растворов?

8. Укажите, какие из перечисленных ниже веществ: $NaCl$, HCl , $NaOH$, $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$, K_2CrO_7 , CH_3COOH , NH_4OH являются:

а) стандартными; б) растворами с приготовленным титром; в) растворами с установленным титром?

9. Что такое фиксанал? Для чего его применяют? Как правильно готовить раствор из фиксанала? Какую посуду при этом надо применять?

10. Какие реакции могут протекать при хранении щелочей?

11. Почему при приготовлении растворов щелочей используют только свежеприготовленную и прокипяченную дистиллированную воду?

12. Как правильно готовить растворы кислот, щелочей и солей с использованием: цилиндра, мерной колбы?

13. Назовите основные методы классического количественного химического анализа. На чем основано определение веществ в каждом из них?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 6

СТАНДАРТИЗАЦИЯ ТИТРОВАННОГО РАСТВОРА HCl

1 Цель и содержание

Научиться проводить стандартизацию растворов кислот методом пипетирования; освоить методику визуальной фиксации точки эквивалентности.

2 Теоретическое обоснование

Известно, что концентрация кислот и влажность твердых щелочей при хранении может заметно изменяться, поэтому приготовленные из них растворы не могут иметь точную концентрацию, а значит непосредственно использовать их для анализа нельзя. Чтобы определить точную концентрацию рабочих растворов кислот и щелочей, необходимо их отстандартизировать по установочным веществам (стандартным растворам).

Устойчивые при хранении титрованные растворы (например, некоторых кислот, солей) также могут выступать в качестве стандарта (**вторичный стандарт**). Такие растворы стандартизируются и хранятся в тщательно закупоренной посуде.

Растворы фиксаналов готовят в соответствии с методикой, приведенной в паспорте реагента, чаще всего они содержат $0,1 \text{ моль экв}$ вещества и предназначены для приготовления 1 л стандартного раствора.

Такие растворы обычно используют для работы или стандартизации непосредственно сразу после приготовления на правах первичного стандарта.

Под стандартизацией понимают процесс установления точной концентрации растворов реагентов по стандартным веществам с относительной погрешностью не превышающей $\pm 0,1\%$. При этом используют 2 методики: 1) метод отдельных навесок; 2) метод пипетирования.

Процесс стандартизации может проводиться как в одну стадию (по первичному стандарту), так и в несколько по схеме:

первичный стандарт ↔ вторичный стандарт ↔ рабочий раствор.

В *методе отдельных навесок* рассчитывают массу вещества стандарта, на титрование которой расходуется приблизительно $18 \div 20$ мл раствора титранта. Навеску стандарта берут на аналитических весах с точностью до 4-го знака и количественно переносят в колбу для титрования, разводят $20 \div 25$ мл воды, добавляют $1 \div 3$ капли индикатора и титруют до изменения окраски раствора. Измеряют с точностью до $0,1$ мл объем титранта, пошедший на титрование навески стандарта.

Метод пипетирования основан на отборе точного объема раствора для титрования (**аликвотной части**) с помощью пипетки Мора. К аликвоте добавляют $1 \div 3$ капли индикатора и титруют до перехода окраски индикатора (конец титрования). В точке эквивалентности определяют расход титранта. Расчет концентрации стандартизируемого раствора проводят по закону эквивалентов.

В зависимости от устойчивости растворов применяют различные способы титрования: прямое, реверсивное (разновидность прямого), заместительное, обратное. Наиболее просто выполняется прямое титрование, когда в колбу для титрования отбирают пипеткой Мора аликвоту стандартизируемого раствора, а в бюретку помещают раствор стандарта.

Титрование раствора проводят до тех пор, пока не будут получено не менее 3-х сходящихся результатов (допустимая погрешность в определении объема титранта не более $0,2 \div 0,3\%$, т. е. для бюретки объемом 25 мл разброс значений не должен превышать $0,1$ мл). Расчет концентрации раствора проводят по закону эквивалентов, используя его выражение в зависимости от выбранного способа титрования.

Для выбора индикатора необходимо примерно оценить кислотность среды в точке эквивалентности путем теоретического расчета и

воспользоваться справочными данными для определения рТ индикатора. Переход индикатора должен попадать в интервал значений рН для области скачка на кривой титрования, при этом величина индикаторной погрешности не может превышать 0,1 %. Основным требованием при подборе индикатора следует считать отсутствие сопряженных реакций и контрастное изменение окраски индикатора в области скачка кривой титрования от одной капли титранта.

Для стандартизации раствора HCl в качестве первичного стандарта применяют раствор буры. Определение проводят методом пипетирования или отдельных навесок, используя способ реверсивного титрования. Между титрантом (HCl) и титруемым раствором буры протекает реакция:



Исходный раствор буры вследствие гидролиза имеет щелочную реакцию и окрашивает индикатор метилоранж в желтый цвет. В конце титрования от одной капли титранта цвет индикатора должен измениться с желтого на оранжевый без розового оттенка. Вследствие опалесценции определение этой границы затруднительно, поэтому при титровании в качестве раствора сравнения используют специально приготовленную холостую пробу, не содержащую буры, куда добавляют 1-2 капли индикатора.

3 Приборы и реактивы

Бюретка на 25 мл, химический стакан на 50 или 100 мл, пипетки Мора на 20 или 25 мл, колбы для титрования на 200 или 250 мл – 3 шт.

Жидкие реактивы: стандартный раствор буры (приготовленный в лабораторной работе № 6) в мерной колбе, стандартизированный раствор

HCl (индивидуальный), раствор индикатора метилового оранжевого (0,1%).

4 Указания по технике безопасности

Смотрите на стр. 6 (лабораторная работа 5).

5 Методика и порядок выполнения работы

1. Пипетку Мора на 20 или 25 мл тщательно промыть дистиллированной водой и ополоснуть 2-3 раза раствором буры.

2. В колбы для титрования отобрать аликвотную часть (V_a) раствора буры и добавить по 1-2 капли индикатора метилового оранжевого, раствор перемешать.

Порядок операций при отборе аликвоты раствора. При наборе раствора пипетку держать, по возможности, вертикально. Раствор в пипетке удерживать, закрывая ее верхнее отверстие **указательным пальцем**.

~ Набрать раствор в пипетку выше уровня мениска с помощью груши или осторожно всасывая его ртом.

~ Медленно спустить раствор до совпадения нижнего края мениска с риской; положение мениска определяют на уровне глаз. При установке мениска конец пипетки не должен касаться уровня раствора в мерной колбе.

Следите, чтобы раствор не попадал в рот! При необходимости, немедленно прополощите рот и проведите нейтрализацию химического вещества.

~ Перенесите аликвоту в колбу для титрования, для чего, держа пипетку вертикально недалеко от дна, начинайте слив раствора, стараясь избежать его разбрызгивания. **Раствор не выдувать!**

После слива раствора, его остаток снимают следующим образом:

~ колбу слегка наклонить, чтобы освободить от раствора часть дна;
 ~ осторожно прикоснуться кончиком пипетки дна и выдержать 2-4 секунды пока не остановится мениск (часть раствора перейдет в колбу);
 ~ быстро убрать кончик от дна колбы и положить пипетку на подставку или в колбу с раствором. В носике пипетки остается

незначительное количество раствора, которое было учтено при ее калибровке (мертвый объем).

3. Бюретку на 25 мл промыть дистиллированной водой и ополоснуть 2 раза новыми порциями приготовленного раствора HCl , сливая затем его в стакан. Заполнить бюретку раствором HCl , удалив из ее носика воздух, и выставить положение мениска на нуль. Перед титрованием проверить, чтобы в носике бюретки не было пузырьков воздуха.

4. В каждую колбу добавить по 1–2 капли индикатора метилового оранжевого. Оттитровать раствор буры в 1-й колбе рабочим раствором HCl до перехода окраски индикатора от одной капли титранта с желтой на оранжевую. Сопоставьте полученную окраску с окраской раствора сравнения, при необходимости добавьте еще одну каплю титранта.

5. Определить израсходованный объем HCl в этой точке с точностью до 0,05 мл. Повторить титрование раствора буры до получения трёх сходящихся результатов.

6. По результатам титрования рассчитать среднее значение объема HCl [$V_{cp}(HCl)$], пошедшее на титрование аликвоты и вычислить концентрацию рабочего раствора HCl по закону эквивалентов:

$$V_a(\text{буры}) \cdot C_n(\text{буры}) = V_{cp}(\tilde{m} \text{ тл}) \cdot C_n(\tilde{m} \text{ тл}), \quad (7.1)$$

где $V_a(\text{буры})$ – объем аликвоты титруемого раствора (буры), мл;

$C_{\text{экв}}(\text{буры})$ – молярная концентрация эквивалента титруемого раствора (буры), моль экв/л ; $V_{cp}(\tilde{m} \text{ тл})$ – средний объем титранта (HCl), мл;

$C_{\text{экв}}(\tilde{m} \text{ тл})$ – молярная концентрация эквивалента раствора титранта (HCl), моль экв/л .

Запись данных опыта. Отчет оформить на новом листе, где привести все расчеты в общем и численном виде, а результаты занести в таблицу 7.1.

Таблица 7.1 – Стандартизация раствора HCl по буре

Концентрация раствора буры, $C_{э\kappa\text{в}}$, $\text{моль экв} / \text{л}$	Объем аликвоты V_a (бура), мл	Объем раствора HCl , мл				Концентрация раствора HCl , $C_{э\kappa\text{в}}$, $\text{моль экв} / \text{л}$
		V_1	V_2	V_3	V_{cp}	

6 Содержание отчета и его форма

Каждый студент должен иметь лабораторный журнал, который является документом, отражающим всю его работу.

Все наблюдения и выводы по экспериментальной работе, сделанной в лаборатории, студент заносит в лабораторный журнал непосредственно после ее выполнения.

Рекомендуется следующая схема записи:

1. Дата.
2. Номер и название лабораторной работы.
3. Цель работы.
4. Название и описание хода опытов.
5. Наблюдения.
6. Уравнения химических реакций.
7. Выводы и расчеты (формулы, таблицы, графики).

7 Вопросы для защиты работы

1. Как устроена пипетка Мора? К какому виду посуды она относится? Какие еще виды пипеток применяют для отбора пробы?
2. Как правильно работать с пипеткой Мора?
3. Что такое аликвота? Для чего необходимо знать ее точный объем?
4. Перечислите основные виды титрования и приведите формулу закона эквивалентов для каждого из них. В каком случае их применяют?

5. Что понимают под: а) точкой эквивалентности; б) концом титрования; в) скачком кривой титрования?
6. Перечислите основные способы фиксации Т.Э. В чем их достоинства и недостатки?
7. Дайте определение индикатора. Какими свойствами он должен обладать?
8. Какой вид индикаторов применяют в протолитометрии и каким свойством они обладают?
9. Что такое стандартизация? С какой целью необходимо проводить эту операцию?
10. Укажите интервал перехода и цвет индикатора метилового оранжевого в каждом интервале.
11. Какой цвет будет иметь индикатор метиловый оранжевый в растворах HCl , $Na_2C_2O_4$, $NaCl$, KOH , NH_4OH ?
12. Какие растворы называют титрантом и титруемым? Как определяют их объемы?
13. Рассчитайте значения $T(HCl/N_2CO_3)$ и $T(HCl)$ для $0,25 \text{ моль экв / л}$ раствора HCl .
14. Рассчитайте $C_{\text{экв}}(H_2SO_4)$ для раствора серной кислоты с $T \bullet 0,0242 \text{ г / см}^3$.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 7

СТАНДАРТИЗАЦИЯ РАБОЧЕГО РАСТВОРА NaOH

1 Цель и содержание

Научиться проводить стандартизацию растворов щелочей методом пипетирования по вторичному стандарту.

2 Теоретическое обоснование

Стандартизация раствора $NaOH$ выполняется методом пипетирования по вторичному стандарту (HCl). При стандартизации щелочей, чтобы уменьшить контакт стандартизируемого раствора с воздухом, используют реверсивное титрование. Стандартизируемый раствор щелочи помещают в бюретку, снабженную затвором с натронной известью (аскарит), а в колбы для титрования отбирают аликвоты титруемого раствора стандарта с известной концентрацией или же помещают навеску сухого вещества, взятую на аналитических весах с точностью до 4-го знака (метод точных навесок).

Учитывая, что в точке эквивалентности образуется не гидролизующаяся соль, интервал перехода индикатора (pT) должен быть как можно ближе к линии нейтральности. Этим целям удовлетворяют метиловый

оранжевый (pT ● и метиловый красный (pT $\approx$ 6,8). Учитывая, что 3,75)

метиловый оранжевый срабатывает еще в кислой среде (pT $\approx$ 3,3 - 3,4),

титрование $NaOH$ необходимо закончить в конце интервала перехода (при pT $\approx$ 4,4 - 4,6). Этого достигают, принимая за конец титрования смену

окраски метилоранжа с оранжевой на желтую от одной капли титранта. Так как этот переход более четкий, чем розовый в оранжевый, то нет необходимости использовать раствор сравнения.

3 Приборы и реактивы

Бюретка на 25 мл, химический стакан на 50 или 100 мл, пипетка Мора на 10 мл, колбы для титрования на 200 или 250 мл – 3 шт., мерный цилиндр на 25 мл.

Жидкие реактивы: стандартизированные растворы $NaOH$ и HCl (индивидуальные), раствор индикатора метилового оранжевого (0,1%).

4 Указания по технике безопасности

Смотрите на стр. 6 (лабораторная работа 5).

4. Методика и порядок выполнения работы

1. Чистую пипетку Мора на 10 мл промыть титрованным раствором HCl и отобрать три аликвотные части в колбы для титрования. Добавить в каждую колбу по 1–2 капли индикатора метилового оранжевого и 20–25 мл дистиллированной воды, раствор перемешать. Отметьте цвет индикатора.

2. Бюретку промыть 2 раза раствором $NaOH$, сливая его в стакан. Удалить из носика воздух и выполнить титрование HCl до смены окраски индикатора метилоранжа с оранжевой на желтую от одной капли титранта.

3. Оттитровать аликвоты HCl рабочим раствором $NaOH$ до получения трёх сходящихся результатов, которые занести в таблицу 8.1. Объем раствора гидроксида натрия, пошедший на титрование, определяют в момент изменения окраски индикатора от одной капли титранта с оранжевой на желтую.

Запись данных опыта. По результатам титрования определить значение $V_{cp}(NaOH)$ и по формуле (7.1) вычислить нормальность рабочего раствора $NaOH$. Отчет оформить на новом листе, где привести все расчеты в общем и численном видах, а результаты занести в таблицу 8.1.

Таблица 8.1 – Стандартизация раствора $NaOH$ по HCl

Концентрация раствора HCl , $C_{экв}$, моль экв / л	Объем аликвоты $V_a(HCl)$, мл	Объем раствора $NaOH$, мл				Концентрация раствора $NaOH$, $C_{экв}$, моль экв / л
		V_1	V_2	V_3	V_{cp}	

6 Содержание отчета и его форма

Каждый студент должен иметь лабораторный журнал, который является документом, отражающим всю его работу.

Все наблюдения и выводы по экспериментальной работе, сделанной в лаборатории, студент заносит в лабораторный журнал непосредственно после ее выполнения.

Рекомендуется следующая схема записи:

1. Дата.
2. Номер и название лабораторной работы.
3. Цель работы.
4. Название и описание хода опытов.
5. Наблюдения.
6. Уравнения химических реакций.
7. Выводы и расчеты (формулы, таблицы, графики).

7 Вопросы для защиты работы

1. Что понимают под протолитометрией? Какие вещества и системы можно анализировать, используя метод кислотно-основного титрования.
2. Перечислите основные виды ошибок в протолитометрии и причины их возникновения.
3. В чем особенность приготовления и стандартизации растворов щелочей, какие факторы влияют на качество этих растворов.
4. Расчет концентрации и массы вещества по результатам титрования.

5. Дайте определение титриметрического метода анализа, его достоинства и недостатки.
6. Укажите причину изменения окраски индикаторов в протолитометрии.
7. Что понимают под интервалом перехода индикатора и как его рассчитывают в методе нейтрализации? Что такое pT индикатора?
8. Почему при стандартизации щелочей используют реверсивный способ титрования? Дайте его определение. Какое свойство кривых титрования позволяет его применять?
9. Чему равно теоретическое значение pH при титровании HCl раствором $NaOH$? Ответ обоснуйте.
10. Укажите вид ошибки титрования при стандартизации реверсивным способом раствора $NaOH$ по HCl с использованием индикаторов метилового оранжевого и метилового красного. Ответ обосновать.
11. Перечислите факторы, влияющие на точность оценки перехода индикатора. Какие системы сложно или невозможно титровать визуальным способом?
12. Что понимают под визуальным безиндикаторным способом титрования? Какими свойствами должны обладать титрант и титруемый раствор?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 8**ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОРГАНИЧЕСКОЙ КИСЛОТЫ В
РАСТВОРЕ СПОСОБОМ ПРЯМОГО ТИТРОВАНИЯ****1 Цель и содержание**

Освоить методику подготовки и отбора пробы для титриметрического анализа, научиться выполнять расчеты по определению содержания индивидуальных веществ смеси по результатам прямого титрования.

2 Теоретическое обоснование

Метод кислотно-основного титрования применяют для определения содержания как сильных, так и слабых электролитов, например, органических кислот, гидроксида аммония и их солей. Величина скачка и положение точки эквивалентности (ТЭ) определяется типом титруемой системы, поэтому при выборе способа фиксации ТЭ необходимо учитывать силу электролита и его концентрацию.

В системе «сильное-сильное» величина скачка максимальна, а ТЭ совпадает с линией нейтральности. При титровании слабых электролитов рН до ТЭ меняется незначительно из-за буферного действия системы, которое ослабевает вблизи скачка. ТЭ таких систем всегда смещена от линии нейтральности вследствие гидролиза продуктов реакции и расположена либо в слабокислой (рН 1,5-6), либо в слабощелочной (рН $\approx 8-10$) среде. Эти факторы должны учитываться при выборе индикатора, способа фиксации ТЭ и способа титрования.

Протолитометрию применяют и для титрования смеси веществ без их предварительного разделения. Такие системы можно титровать двумя способами.

Способ 1. Для определения состава раствора, содержащего смесь определяемых компонентов, необходимо выполнение ряда условий:

- 1) Определяемые компоненты и продукты их реакции с титрантом не должны вступать во взаимодействие между собой.
- 2) Хотя бы одна из точек должна принадлежать титрованию *только одного компонента*.
- 3) Число точек эквивалентности должно соответствовать количеству титруемых компонентов раствора и эти точки не должны быть близко расположены на кривой титрования (т. е. значимо различаться по pH).

Определение смеси компонентов проводится в этих условиях из одной аликвоты, при этом в ходе титрования должно происходить обесцвечивание первого из индикаторов (например, фенолфталеина).

Способ 2. Титрование смеси сильной и слабой кислоты выполняют в два приема из отдельных аликвот. В этом случае в раствор добавляется только один индикатор. Сначала титруют сразу оба вещества и определяют суммарный объем титранта. При втором титровании в раствор вводят буфер или маскирующий реагент, то есть титруется теперь только один компонент. По разности объемов рассчитывают расход титранта по каждому веществу и определяют их содержание в пробе.

3 Приборы и реактивы

Бюретка на 25 мл, пипетки Мора на 20 или 25 мл, колбы для титрования на 200 или 250 мл – 3 шт., химический стакан на 50 или 100 мл, мерные колбы на 200 или 250 мл, капельница с дистиллированной водой.

Жидкие реактивы: контрольный раствор CH_3COOH , стандартизированный раствор NaOH , индикатор - фенолфталеин (0,1%).

4 Указания по технике безопасности

Смотрите на стр. 6 (лабораторная работа 5).

5 Методика и порядок выполнения работы

1. В чистую мерную колбу на 200 или 250 мл получите у лаборанта аликвотную часть контрольного раствора уксусной кислоты. Дистиллированной водой доведите объем раствора пробы до риски, добавляя последние порции воды по каплям. Раствор тщательно перемешать.

2. Пипетку Мора на 20 или 25 мл промыть дистиллированной водой и 2-3 раза ополоснуть раствором уксусной кислоты. Отобрать в три колбы для титрования аликвотные объемы контрольного раствора и добавить в каждую колбу по 4-6 капель индикатора фенолфталеина. В кислой среде изменения окраски индикатора не происходит.

3. Бюретку на 25 мл промыть дистиллированной водой и 2-3 раза промыть стандартизированным рабочим раствором NaOH , сливая раствор в стаканчик. Стаканчик также ополоснуть раствором NaOH .

4. Заполнить бюретку раствором гидроксида натрия чуть выше нулевой отметки, удалить воздух из носика и выставить положение нуля.

5. Оттитровать колбу с аликвотой контрольного раствора до появления едва заметного розового окрашивания, которое не должно исчезать в течении 30-50 секунд. Запишите полученное значение объема титранта в таблицу 9.1.

Чтобы убедиться, что раствор оттитрован правильно, запишите значение объема NaOH , а затем добавьте в титруемый раствор еще одну каплю титранта. Раствор приобретет длительно не исчезающую интенсивную розовато-малиновую окраску.

6. Вновь заполните бюретку до нулевой отметки и оттитруйте оставшиеся колбы до получения не менее трёх сходящихся результатов.

Запись данных опыта. Запишите все, протекающие в растворе реакции. По результатам титрования вычислите концентрацию и массу уксусной кислоты в контрольном образце, используя формулы (5.1) и (6.2). Проверьте правильность полученного результата у лаборанта или

преподавателя. Вычислите титр HCl по CH_3COOH . Отчет оформить на новом листе, где необходимо привести все расчеты в общем и численном виде, а результаты занести в таблицу 9.1.

Таблица 9.1 – Определение содержания уксусной кислоты в контрольном образце

Объем колбы $V_k, \text{мл}$	Объем аликвоты CH_3COOH $V_a, \text{мл}$	Концентрация $NaOH$, $C_{\text{экв}}$, моль экв / л	Объем титранта $NaOH$, мл				Концентрация раствора CH_3COOH $C_{\text{экв}}$, моль экв / л	Масса CH_3COOH в пробе $m, \text{г}$	Титр $T(HCl/CH_3COOH)$
			V_1	V_2	V_3	$V_{\text{ср}}$			

6 Содержание отчета и его форма

Каждый студент должен иметь лабораторный журнал, который является документом, отражающим всю его работу.

Все наблюдения и выводы по экспериментальной работе, проделанной в лаборатории, студент заносит в лабораторный журнал непосредственно после ее выполнения.

Рекомендуется следующая схема записи:

1. Дата.
2. Номер и название лабораторной работы.
3. Цель работы.
4. Название и описание хода опытов.
5. Наблюдения.
6. Уравнения химических реакций.
7. Выводы и расчеты (формулы, таблицы, графики).

7 Вопросы для защиты работы

1. Какое титрование называют кислотно-основным?
2. Расшифруйте понятия «ацидиметрия» и «алкалиметрия». Для каких целей используют эти методы?
3. Дайте определение кривой титрования (КТ) в протолитометрии и укажите ее особенности.
4. Какие факторы влияют на величину скачка титрования и положение точки эквивалентности?
5. Перечислите особенности КТ при титровании слабых электролитов. В чем причина такого хода кривой? Ответ обоснуйте.
6. Каковы особенности КТ многоосновных кислот и их солей? Почему большинство из них нельзя полностью оттитровать (на примере H_2SO_4 , H_3PO_4 , Na_2CO_3)?
7. Каковы условия титрования смеси веществ?
8. Какие приемы используют при титровании смеси двух солей; соли и основания; смеси двух кислот? Назвать эти приемы и показать применение на примере Na_2CO_3 $NaHCO_3$; $NaOH$ Na_2CO_3 ; HCl CH_3COOH или HCl H_2SO_4 .
9. Почему при титровании CH_3COOH окраска индикатора фенолфталеина неустойчива, о чем это говорит?
10. Каким приемом можно убедиться, что достигнута ТЭ при титровании CH_3COOH ? Объясните, исходя из свойств системы, почему в этом случае окраска фенолфталеина стабилизируется и длительно не исчезает. Какой принцип лежит в основе наблюдаемого явления?
11. Кривая титрования в протолитометрии: ее особенности, характерные области.
12. Факторы, влияющие на положение точки эквивалентности и величину скачка кривой титрования. Приведите вид кривых титрования сильных и слабых электролитов.

13. Буферные растворы и их классификация. Буферная емкость.
14. Применение буферных растворов в анализе. Расчет pH буферных систем. Влияние буферов на ход кривых титрования в протолитометрии.
15. К 25 см^3 муравьиной кислоты с $T(\text{HCOOH}) = 0,0032 \text{ г/мл}$ добавили 15 мл $0,2 \text{ моль/л}$ раствора HCOONa . Назовите вид полученного раствора и рассчитайте значение pH исходных растворов и полученного при их сливании.
16. Титруют 25 мл уксусной кислоты с концентрацией $0,08 \text{ моль экв/л}$ раствором NaOH с титром $3,4 \cdot 10^3 \text{ г/мл}$. Определить значение pH а) в точке эквивалентности; б) при расходе титранта 15 мл ; в) при расходе титранта 28 мл .
17. Вычислите массу CH_3COOH в пробе, которую растворили в мерной колбе на 250 мл , если аликвоту этого раствора объемом 20 мл оттитровали 18 мл раствора HCl с титром $3,64 \cdot 10^3 \text{ г/мл}$.

Таблица А.1 – Плотности и концентрации растворов хлороводородной кислоты HCl

Плотность при 20 [○] С ρ , г / см ³	Концентрация HCl Φ , г / 100г раствора (% масс.)	Плотность при 20 [○] С ρ , г / см ³	Концентрация HCl Φ , г / 100г раствора (% масс.)
1,000	0,3600	1,105	21,36
1,005	1,360	1,110	22,33
1,010	2,364	1,115	23,29
1,015	3,374	1,120	24,25
1,020	4,388	1,125	25,22
1,025	5,408	1,130	26,20
1,030	6,433	1,135	27,18
1,035	7,464	1,140	28,18
1,040	8,490	1,145	29,17
1,045	9,510	1,150	30,14
1,050	10,52	1,155	31,14
1,055	11,52	1,160	32,14
1,060	12,51	1,165	33,16
1,065	13,50	1,170	34,18
1,070	14,49	1,175	35,20
1,075	15,48	1,180	36,23
1,080	16,47	1,185	37,27
1,085	17,45	1,190	38,32
1,090	18,43	1,195	39,37
1,095	19,41	1,198	40,00
1,100	20,39		

Таблица А.2 – Плотности и концентрации растворов гидроксида натрия (едкого натра) NaOH

Плотность при 20° C ρ , г / см ³	Концентрация NaOH ω , г / 100г раствора (% масс.)	Плотность при 20° C ρ , г / см ³	Концентрация NaOH ω , г / 100г раствора (% масс.)
1,000	1,059	1,270	24,645
1,005	0,602	1,275	25,10
1,010	1,045	1,280	25,56
1,015	1,49	1,285	26,02
1,020	1,94	1,290	26,48
1,025	2,39	1,295	26,94
1,030	2,84	1,300	27,41
1,035	3,29	1,305	27,87
1,040	3,745	1,310	28,33
1,045	4,20	1,315	28,80
1,050	4,655	1,320	29,26
1,055	5,11	1,325	29,73
1,060	5,56	1,330	30,20
1,065	6,02	1,335	30,67
1,070	6,47	1,340	31,14
1,075	6,93	1,345	31,62
1,080	7,38	1,350	32,10
1,085	7,83	1,355	32,58
1,090	8,28	1,360	33,06
1,095	8,74	1,365	33,54
1,100	9,19	1,370	34,03
1,105	9,645	1,375	34,52
1,110	10,10	1,380	35,01
1,115	10,555	1,385	35,505
1,120	11,01	1,390	36,00
1,125	11,46	1,395	36,495
1,130	11,92	1,400	36,99
1,135	12,37	1,405	37,49
1,140	12,83	1,410	37,99
1,145	13,28	1,415	38,49
1,150	13,73	1,420	38,99
1,155	14,18	1,425	39,495
1,160	14,64	1,430	40,00

Плотность при 20° С ρ , г / см ³	Концентрация NaOH ω , г / 100г раствора (% масс.)	Плотность при 20° С ρ , г / см ³	Концентрация NaOH ω , г / 100г раствора (% масс.)
1,165	15,09	1,435	40,515
1,170	15,54	1,440	41,03
1,175	15,99	1,445	41,55
1,180	16,44	1,450	42,07
1,185	16,89	1,455	42,59
1,190	17,345	1,460	43,12
1,195	17,80	1,465	43,64
1,200	18,255	1,470	44,17
1,205	18,71	1,475	44,695
1,210	19,16	1,480	45,22
1,215	19,62	1,485	45,75
1,220	20,07	1,490	46,27
1,225	20,53	1,495	46,80
1,230	20,98	1,500	47,33
1,235	21,44	1,505	47,85
1,240	21,90	1,510	48,38
1,245	22,36	1,515	48,905
1,250	22,82	1,520	49,44
1,255	23,275	1,525	49,97
1,260	23,73	1,530	50,50
1,265	24,19		

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 9

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ИОНОВ МЕТАЛЛОВ В РАСТВОРЕ ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

1 Цель и содержание

Изучить основы метода ФЭК, принцип работы и методику измерений оптической плотности растворов с помощью фотоэлектроколориметра. Освоить методику построения градуировочного графика и определения по нему содержания вещества в пробе.

2 Теоретическое обоснование

Фотоколориметрия относится к оптическим методам анализа. В основе расчетов лежит закон Бугера-Ламберта-Бера:

$$A = \epsilon \cdot C \cdot l,$$

где A оптическая плотность, ϵ молярный коэффициент светопоглощения при данной длине волны λ монохроматического излучения, C молярная концентрация раствора, моль/л, l толщина поглощающего слоя в сантиметрах.

Растворы для фотометрирования должны отвечать следующим условиям: иметь интенсивную окраску, быть разбавленными и прозрачными, чтобы исключить рассеяние света; устойчивыми (не расслаиваться), в них не должно протекать фотохимических и других реакций, влияющих на ход анализа.

Аналитическую длину волны ($\lambda_{\text{ан}}$) выбирают путем фотометрирования

одного и того же раствора при разных светофильтрах. Оптимальное значение $\lambda_{\text{ан}}$ соответствует наибольшему светопоглощению анализируемого раствора, при этом цвет светофильтра должен дополнять окраску анализируемого

раствора до белой (принцип дополнительности). При правильном подборе условий анализа градуировочный график представляет собой прямую линию в координатах $\tilde{A} \sim C$, где C – молярная концентрация раствора. Вместо концентрации C по оси абсцисс можно откладывать значение объема аликвоты (V) стандартного раствора или же массы вещества в нем. Вид графика при этом должен сохраняться.

Толщину слоя анализируемого раствора при фотометрировании можно варьировать от 0,2 до 5 см. Оптимальным считается такое значение l , при котором диапазон изменения оптической плотности соответствует интервалу $0,1 \leq A \leq 0,8$; при этом относительная погрешность измерений минимальна и составляет 0,5–1,0%. Наиболее часто используются кюветы с толщиной слоя 1 см.

Определение ионов меди (II) основано на образовании ими комплексного соединения с аммиаком-тетрааммиаката меди с интенсивно голубой окраской по реакции:



Этот метод применим для определения содержания меди в сплавах, лаках, электролитах и объектах окружающей среды.

3 Приборы и реактивы

ФЭК-56М с 3 кюветами толщиной 10 мм; мерные колбы на 25 мл – 6 шт.; градуированная пипетка на 10 мл; мерный цилиндр на 10 мл; фильтровальная бумага; матерчатые салфетки.

Жидкие реактивы: стандартный раствор $CuSO_4$ с концентрацией $T = 6,5 \text{ мг / см}^3$; раствор (NH_4OH) с $\omega = 12,5\%$; дистиллированная аммиака вода.

4 Указания по технике безопасности

Смотрите на стр. 13 (лабораторная работа 18).

5 Методика и порядок выполнения работы

1. Подготовка прибора

Для определения содержания ионов меди (II) в растворе используется фотоэлектроколориметр $\Phi\tilde{Э}К\ 56M$, устройство которого представлено на рис. 19.1.

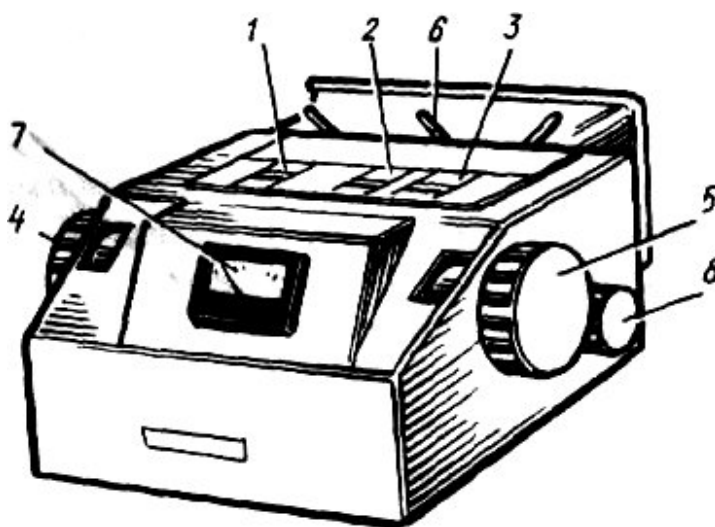


Рисунок 19.1 – Общий вид фотоэлектроколориметра-нефелометра $\Phi\tilde{Э}К\ 56M$:

1, 2 и 3 – кюветодержатели; 4 – левый отчетный барабан; 5 – правый отчетный барабан; 6 – рукоятка переключения шторки; 7 – микроамперметр; 8 – рукоятка перемещения кювет

Прибор перед измерениями должен быть прогрет не менее 10–15 минут для стабилизации работы лампы. Рукояткой устанавливают необходимый светофильтр № 8 (● 610–620 нм).

Параллельно с прогревом прибора готовят серию стандартных растворов и пробу анализируемого вещества.

2. Приготовление серии стандартных растворов

Приготовьте серию стандартных растворов, для чего в мерные колбы (№ 1-5) на 25 мл отмерить по 5 мл воды и последовательно пипеткой внести: 4; 5; 6; 8 и 10 мл стандартного раствора $CuSO_4$ соответственно. С помощью мерного цилиндра на 10 мл или пробирки добавьте по 5 мл аммиака и доведите объем раствора в каждой колбе дистиллированной водой до метки, добавляя последние порции воды по каплям. Раствор тщательно перемешайте.

3. Построение градуировочного графика

Измерьте оптическую плотность стандартных растворов $CuSO_4$, используя в качестве раствора сравнения дистиллированную воду. Измерения начните с раствора наименьшей концентрации (№ 1), а затем последовательно фотометрируйте остальные.

Кюветы необходимо тщательно промыть дистиллированной водой и удалить с поверхности все капли фильтровальной бумагой или салфеткой, измерительную кювету промыть дополнительно 2-3 раза фотометрируемым раствором. При замене пробы кювету следует ополоснуть 2-3 раза **новым раствором**.

***Внимание!** Кюветы можно держать пальцами только за боковые стенки во избежание загрязнения рабочих поверхностей жировой пленкой.*

В кюветодержатели 1 и 2 помещают кюветы с растворителем (рис. 19.1), а кювету с испытуемым раствором – в кюветодержатель 3. При этом кюветы 2 и 3 должны находиться в крайнем левом положении.

Закрыв шторку кюветной камеры, устанавливают показания левого 4 и правого 5 барабанов на «0» по красной шкале. При помощи рукоятки «нуль» устанавливают стрелку микроамперметра на «0».

Рукояткой 6 открывают шторку и отклонившуюся стрелку микроамперметра 7 устанавливают на «0» при помощи левого барабана.

Закрывают шторку и рукояткой перемещения кювет 8 переводят кюветы 2 и 3 в крайнее правое положение.

Снова рукояткой 6 открывают шторку. Стрелку микроамперметра устанавливают на «0» с помощью правого барабана и закрывают шторку.

Отсчитывают значение абсорбционности по красной шкале правого барабана. По черной шкале правого барабана можно сделать отсчет коэффициента светопропускания.

Внимание! При замене испытуемого раствора, прежде чем открыть крышку кюветного отсека, убедитесь в том, что шторка закрыта.

Запись данных опыта. Постройте график зависимости оптической плотности A от объема аликвоты раствора V .

Результаты измерений и расчеты занесите в отчет и таблицу 19.1.

Таблица 19.1 – Данные для построения градуировочного графика

№ колбы	Объем аликвоты стандартного раствора меди, $V, \text{см}^3$	Оптическая плотность растворов, A	масса ионов Cu^{2+} в растворе $m, \text{мкг}$
1			
2			
3			
4			
5			
6*			

4. Определение содержания ионов меди в контрольном образце

3.1. Получите у лаборанта в мерную колбу на 25 см^3 (№ 6), содержащую 5 см^3 дистиллированной воды аликвоту контрольного раствора меди, и подготовьте ее к фотометрированию как описано в пункте 2.

* Колба №6 содержит пробу контрольного раствора, данные для которого получают с помощью градуировочного графика.

3.2. Определите значение оптической плотности контрольного раствора с помощью *ФЭК 56М* и занесите его в табл. 19.1. По градуировочному графику найдите объем аликвоты.

Запись данных опыта. Рассчитайте массу ионов меди в контрольном растворе при концентрации Cu^{2+} $6,5 \text{ мг/см}^3$. Точность полученного результата проверьте у лаборанта или преподавателя.

6 Содержание отчета и его форма

Каждый студент должен иметь лабораторный журнал, который является документом, отражающим всю его работу.

Все наблюдения и выводы по экспериментальной работе, сделанной в лаборатории, студент заносит в лабораторный журнал непосредственно после ее выполнения в виде отчета.

Рекомендуется следующая схема записи:

1. Дата.
2. Номер и название лабораторной работы.
3. Цель работы.
4. Название и описание хода опытов.
5. Наблюдения.
6. Уравнения химических реакций.
7. Выводы и расчеты (формулы, таблицы, графики).

7 Вопросы для защиты работы

1. Классификация спектральных и оптических методов анализа.
Чувствительность методов, определяемые вещества.
2. Понятие спектра вещества, виды спектров.
3. Виды взаимодействия электромагнитного излучения с веществом.

4. Основные оптические характеристики веществ (интенсивность светового потока, относительное пропускание или поглощение света, молярный коэффициент светопоглощения, оптическая плотность) и их суть.
5. Основной закон светопоглощения и условия его применения. Свойства оптической плотности.
6. Чувствительность и точность фотоколориметрических определений. Выбор оптимальных условий фотометрирования.
7. Основные стадии фотометрического анализа.
8. Требования, предъявляемые к фотометрируемым веществам.
9. Холостая проба (раствор), методика его приготовления и назначение.
10. Основные методы определений содержания вещества (метод градуировочных графиков, метод добавок, метод сравнения и др.).
11. Устройство и принципиальная схема фотоэлектроколориметра *ФЭК 56М*.
12. Светофильтры (определение, назначение, правило подбора по спектрам пропускания и цвету раствора).
13. Способы регистрации оптической плотности. Фотоэлемент, его устройство и принцип работы.
14. Молярный коэффициент светопоглощения (ϵ), его физический и графический смысл. Факторы, влияющие на величину ϵ (длина волны проходящего света, концентрация раствора, температура среды).
15. Условия фотометрирования растворов, содержащих несколько компонентов без их предварительного разделения.
16. Приведите примеры использования в фотометрическом анализе для получения окрашенных соединений таких химических реакций, как комплексообразование, ОВР, реакций осаждения, реакций образования или разрушения органических соединений.
17. Будет ли сохраняться линейной зависимость A от C , если:
а) состав анализируемого раствора при разбавлении не изменяется; б) при разбавлении раствора протекает гидролиз определяемого вещества; в) при

разбавлении раствора изменяется степень диссоциации определяемого вещества; г) разбавление раствора приводит к изменению кислотности среды за счет смещения равновесия в растворе; д) при разбавлении показатель преломления раствора существенно изменяется.

СПИСОК РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1 Основная литература:

1. Харитонов, Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика : учебник для вузов : В 2 кн. / Ю. Я. Харитонов, Кн. 2, Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. - Изд. 3-е, испр. - М. : Высшая школа, 2005. - 560 с. : ил. - Предм. указ.: с. 546-551. - Имен. указ.: с. 552. - ISBN 5-06-003965-X(кн.2). - ISBN 5-06-003966-8.
2. Мовчан И. Н. , Горбунова Т. С. , Евгеньева И. И. , Романова Р. Г. Аналитическая химия : физико-химические и физические методы анализа: учебное пособие Казань: Издательство КНИТУ, 2013, 236с. http://biblioclub.ru/index.php?page=book_red&id=259010&sr=1
3. Ткаченко С.В. Аналитическая химия. Химические методы анализа: учебное пособие/ Ткаченко С.В., Соколова С.А.— Электрон. текстовые данные.— Воронеж: Воронежский Государственный Аграрный Университет им. Императора Петра Первого, 2015. — 189 с.— Режим доступа: <http://www.iprbookshop.ru/72650.html>

2 Дополнительная литература:

1. Фарус О. А. , Якушева Г. И. Физические и физико-химические методы анализа : лабораторный практикум: учебно-методическое пособие М., Берлин: Директ-Медиа, 2015, 78с. http://biblioclub.ru/index.php?page=book_red&id=375309&sr=1

3 Интернет-ресурсы:

www.biblioclub.ru – ЭБС «Университетская библиотека ОНЛАЙН», электронная библиотека, обеспечивающая доступ к наиболее востребованным материалам учебной и научной литературы по всем отраслям знаний от ведущих российских издательств
www.elibrary.ru – научная электронная библиотека
www.iprbookshop.ru – ЭБС «IPRbooks», мультидисциплинарная полнотекстовая база электронных изданий
<http://www.koob.ru> – электронная библиотека.
<http://studentam.net> – электронная библиотека учебников.
Лекционные материалы по категории - Химия на сайте Студопедия
[http://studopedia.net/Informatika/Степанов А.Н. Информатика: учебник для вузов. – 4-е изд. – СПб.: Питер, 2016. – 684 с. – Доступно: <http://physics-for-students.ru/bookpc/informatika/stepanov.rar>](http://studopedia.net/Informatika/Степанов_А.Н._Информатика:_учебник_для_вузов._-4-е_изд._-СПб.:_Питер,_2016._-684_с._-Доступно:_http://physics-for-students.ru/bookpc/informatika/stepanov.rar)

4 Перечень информационных технологий, используемых при осуществлении образовательного процесса по дисциплине, включая перечень программного обеспечения и информационных справочных систем

Информационные справочные системы:

- Консультант плюс

Программное обеспечение

1. Операционная система: Microsoft Windows 8, Microsoft Windows 10.
2. Базовый пакет программ Microsoft Office (Word, Excel, PowerPoint).

**МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«СЕВЕРО-КАВКАЗСКИЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

Методические указания

по выполнению практических работ
по дисциплине «**АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ
АНАЛИЗА**»

для студентов направления подготовки
19.03.03 Продукты питания животного происхождения
направленность (профиль) «Биоинженерия и технологии»

Ставрополь, 2024 г.

СОДЕРЖАНИЕ

Практическая *работа 1*. Способы выполнения качественных реакций. Маскирование ионов

Практическая работа 2. Качественные реакции катионов в растворах индивидуальных солей

Практическая работа 3. Качественные реакции анионов в растворах индивидуальных солей

Практическая работа 4. Качественный анализ состава смеси неизвестных солей

Практическая *работа 5*. Расчет и приготовление рабочих растворов HCl и NaOH

Практическая работа 6. Стандартизация титрованного раствора HCl

Практическая работа 7. Стандартизация рабочего раствора NaOH

Практическая работа 8. *Определение содержания* органической кислоты в растворе способом прямого титрования

Практическая работа 9. Определение содержания ионов металлов в растворе фотоколориметрическим методом

Список рекомендуемой литературы

ПРАКТИЧЕСКАЯ РАБОТА 1

СПОСОБЫ ВЫПОЛНЕНИЯ КАЧЕСТВЕННЫХ РЕАКЦИЙ.

МАСКИРОВАНИЕ ИОНОВ

8 Цель и содержание

Ознакомиться со способами проведения качественных реакций; научиться определять аналитические признаки реакций.

9 Теоретическое обоснование

Качественный химический анализ представляет собой процесс открытия ионов в веществе с помощью химических реакций без количественной оценки результатов. Его применяют для предварительного определения состава неизвестного вещества, а также для проведения тест-контроля на превышение предельной концентрации какого-либо соединения в продукте. Для идентификации в анализируемом веществе того или иного компонента на пробу (небольшую порцию вещества) воздействуют специальными реактивами – реагентами.

Если в анализируемом веществе имеется определяемый компонент, то между ним и реагентом протекает химическая реакция, сопровождающаяся внешним изменением или **аналитическим признаком**. К таким признакам относят образование осадка, выделение характерного газа или изменение цвета раствора. Если под воздействием реагента ожидаемый для данного иона аналитический признак не наблюдается, то в пробе этот ион отсутствует.

При работе с достаточным количеством раствора анализируемого вещества применяют пробирки (**пробирные реакции**). Для этого отбирают 0,5–2 мл раствора и добавляют в него несколько капель или кристаллы реагента. Реакция должна протекать быстро и однозначно.

При работе с малым количеством вещества применяют капельные, микрокристаллоскопические и экстракционные реакции.

Капельные реакции выполняют на фильтровальной бумаге, на которую наносят в определённой последовательности капли растворов анализируемого вещества и реагента. О присутствии исследуемого иона судят по образованию пятна определённого цвета.

Микрокристаллоскопические реакции проводятся на предметном стекле при выпаривании раствора. Ионы идентифицируют по цвету и форме образующихся кристаллов, которые наблюдают под микроскопом.

Экстракционные реакции выполняют в пробирках с плотно закрывающимися пробками. От пробирных они отличаются тем, что дополнительно вносят экстрагент – органический растворитель, не смешивающийся с водой. Содержимое пробирки тщательно перемешивают и дают фазам расслоиться. Изменение окраски фазы экстрагента свидетельствует о наличии определяемого иона.

Предварительные исследования неизвестного вещества обычно начинают с **пирохимической реакции**, проводя идентификацию ионов по изменению окраски пламени горелки. Эта реакция характерна в первую очередь для щелочных и щелочноземельных металлов (табл. 1.1). При проведении анализа каплю исходного раствора или сухое вещество помещают в чистую петлю из нихромовой проволоки и вносят в пламя горелки.

Проводя ту или иную аналитическую реакцию, необходимо создавать определённые условия для её протекания, так как иначе результат реакции окажется не достоверным. Одним из важнейших условий является кислотность среды, которая в случае необходимости регулируется добавлением к раствору кислоты, щёлочи или буферов. Другим важным фактором является температура раствора, так как некоторые реакции протекают только при нагревании.

Таблица 1.1 – Окраска пламени при пирохимическом определении

ионов

Ион	Окраска пламени	Ион	Окраска пламени
Li	кармино-красная	Ca^{2+}	кирпично-красная, интенсивная
Na	желтая, интенсивная	Sr^{2+}	кармино-красная, интенсивная
K	лиловая, слабая	Ba^{2+}	бледно-зеленая
Cs	красно-фиолетовая	Pb^{2+}	характерная, зеленая
Pb^{2+}	красно-фиолетовая	In^{3+}	сине-фиолетовая

При подборе реагентов и способов проведения анализа необходимо учитывать **селективность**. Реагенты делят на высоко-, малоселективные и специфические. Высокоселективные или избирательные реакции дают сходный внешний эффект с небольшим количеством ионов. Селективность реакции тем больше, чем меньше число ионов, с которыми она протекает. Реакции, где идет взаимодействие только с одним единственным ионом называют **специфическими**. Примером специфической реакции является действие щёлочи на ион аммония, в результате которой выделяется газообразный аммиак. К малоселективной реакции относится действие нитрата серебра на группу анионов. Так с хлорид-, цианид-, иодат- и роданидионами $AgNO_3$ образует белые творожистые осадки схожие по внешнему виду.

Реально анализируемые объекты представляют собой многокомпонентные системы. Поэтому при выборе аналитической реакции на интересующий ион, необходимо учитывать мешающее действие других ионов или примесей. В специфических реакциях влияние примесей обычно не мешает определению, однако таких реакций сравнительно мало. На практике приходится увеличивать селективность аналитических реакций,

используя специальные приёмы. Для этой цели применяют маскирование мешающих ионов, избирательное распределение ионов между двумя фазами (твёрдая – жидкая, жидкая – газообразная и т. д.).

10 Приборы и реактивы

Штатив с пробирками, держатель пробирок, фильтровальная бумага, индикаторная бумага, микроскоп биологический, нихромовая проволока, газовая горелка.

Растворы солей, содержащих следующие ионы: Na , Ca^{2+} , NH_4^+ , Zn^{2+} , Mn^{2+} . Сухие реактивы: соли, содержащие ионы: Na , K^+ , Sr^{2+} , Ba^{2+} , Fe^{2+} , NaF , $KSCN$ (или NH_4SCN). Жидкие реактивы: $NaOH$ (2н.), NH_4OH , CH_3COOH , CH_3COONa , $AgNO_3$, Na_2SO_4 , $Zn(UO_2)_3(CH_3COO)_8$, дитизон.

11 Указания по технике безопасности

16. При работе в химической лаборатории необходимо соблюдать правила безопасной работы, порядок и чистоту на рабочем месте. При любых выявленных нарушениях техники безопасной работы или ее необеспечения на рабочем месте немедленно поставить в известность преподавателя или лаборанта.

17. Верхняя одежда и личные вещи во время работы в аудитории должны находиться в специально отведенном для этих целей месте.

18. Запрещено выполнять работы в лаборатории, если в аудитории менее 3-х человек или в отсутствии преподавателя (лаборанта). При несчастном случае необходимо немедленно поставить в известность преподавателя и оказать первую помощь пострадавшему.

19. К работе допускаются студенты, имеющие конспект выполняемой работы и знающие правила и приемы безопасного ее выполнения.

20. Работать нужно в халате, избегая попадания в глаза, на руки или одежду химических реактивов. По окончании работы тщательно убрать рабочее место, вымыть посуду и руки.

21. Категорически запрещено принимать как в аудитории, так и во время выполнения работы какую-либо пищу.

22. Все работы с концентрированными кислотами, щелочами, летучими веществами проводить только в вытяжном шкафу. Не сливать в раковины концентрированные растворы, а собирать их в специальную посуду.

23. При разливе кислот и щелочей их надо немедленно нейтрализовать, а место – тщательно промыть.

24. При попадании на стол растворов реактивов, солей или воды необходимо протереть его сначала влажной тряпкой, а потом сухой. Затем тщательно вымыть руки и убедиться, что растворы не попали на одежду.

25. При работе со стеклянной посудой (колбы, пипетки, мензурки и т. д.) во избежание порезов обращать внимание на их целостность. Мытье пробирок и колб выполнять с использованием ершиков.

26. Стеклянные пробки для склянок ставить только на торец, чтобы исключить попадания реактивов на стол. При отборе пробы не допускать попадания капель на внешние стенки склянок, колб, пробирок и другой посуды.

27. Работать надо только на исправном электрооборудовании и газовых горелках, строго соблюдая правила их эксплуатации. В случае обнаружения повреждений немедленно прекратить работу, поставить в известность преподавателя и отключить электроприборы или подачу газа.

28. При нагреве жидкостей на газовой горелке использовать треногу с сеткой, применять для этих целей только специальную термостойкую посуду (маркировка в виде матового квадрата или круга и буквы **ТС**). Не допускать бурного кипения и разбрызгивания растворов.

29. При нагреве пробирок использовать специальный держатель, а заполнять их не более чем на $1/3$ объема. В ходе нагрева держать отверстие пробирки так, чтобы пары не попадали на соседей или студентов напротив. В случае термического ожога – удалить с поверхности кожи химические реактивы и оказать первую медицинскую помощь.

30. При возникновении пожара немедленно прекратить работу и поставить в известность преподавателя. Затем выключить все газовые приборы и электрооборудование, вынести по-возможности из аудитории горючие и легко воспламеняющиеся жидкости. При тушении использовать песок, кошму, порошковый огнетушитель. Летучие жидкости с малой плотностью нельзя тушить водой.

12 Методика и порядок выполнения работы

Опыт 1. Способы выполнения качественных реакций

Выполните качественные реакции различными способами. В соответствии с указанной методикой, опишите наблюдаемые аналитические признаки и приведите соответствующие реакции в ионной и молекулярной формах.

При выполнении пробирного анализа отбирайте не более $0,5 \text{ мл}$ испытуемого раствора и вносите в него реагент с помощью пипетки, не касаясь ею края пробирки.

Запись данных опыта. Данные опыта занести в следующую табл. 1.2. В графу 2 записать цвет анализируемого раствора, а в графу 4 занести наблюдаемые аналитические признаки и уравнения реакций катионов с реагентами. Для микрокристаллоскопической реакции зарисовать и описать цвет и форму кристаллов.

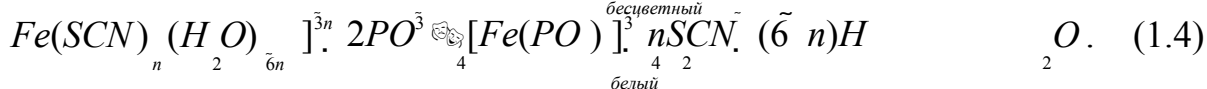
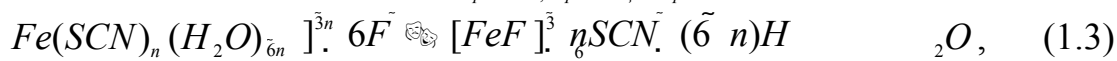
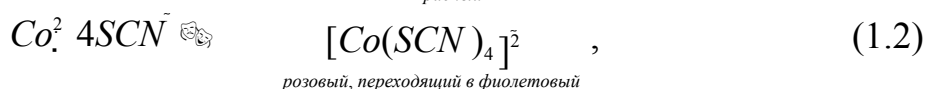
Таблица 1.2 – Способы проведения качественных реакций

Способ проведения реакции	Определяемый ион	Порядок выполнения	Аналитический признак, уравнение реакции
1	2	3	4
Капельный	Mn^{2+}	В центр фильтровальной бумаги нанести 1–2 капли раствора NH_4OH и 1–2 капли реагента $AgNO_3$. В центр образовавшегося пятна внести 1 каплю раствора, содержащего ионы Mn^{2+} .	Цвет пятна:
Экстракционный	Zn^{2+}	К 1 мл раствора, содержащего Zn^{2+} , добавить ацетатный буфер (внести по 10 к. реактивов CH_3COOH и CH_3COONa), а затем 5 к. дитизона (реагент). Пробирку закрыть и сильно встряхнуть. Дать расслоиться фазам.	Цвет фазы экстрагента (CCl_4):
Микросталлопический	Na^+	На предметное стекло поместить 2–3 к. раствора соли натрия, подсушить и после охлаждения добавить 1 к. раствора уранилацетата цинка: $Zn(UO_2)_3(CH_3COO)_8$ (реагент). Рассмотрите кристаллы под микроскопом и зарисуйте их.	Цвет кристаллов: Форма кристаллов:
	Ca^{2+}	На предметное стекло поместить 2–3 к. раствора соли кальция. Добавить 1–2 к. раствора Na_2SO_4 (реагент) и подсушить. Рассмотреть под микроскопом полученный препарат.	Цвет и форма кристаллов:
Пирохимический	Na^+	Петлю из нихромовой проволоки промыть дистиллированной водой и прокалить в пламени газовой горелки. Захватить влажной петлёй кристаллик соли и внести его в среднюю горячую часть пламени. Наблюдать появление окраски.	Цвет пламени:
	K^+	Аналогично соли натрия	Цвет пламени:
	Sr^{2+}	Аналогично соли натрия	Цвет пламени:
	Ba^{2+}	Аналогично соли натрия	Цвет пламени:
Пробирный	Fe^{2+}	Аналогично соли натрия	Цвет пламени:
	NH_4^+	1 мл раствора NH_4^+ отобрать в пробирку, добавить туда 4–5 к. 2 н. $NaOH$ и раствор осторожно нагреть на пламени горелки до кипения. Универсальным индикатором определить pH выделившегося газа.	Цвет и запах газа: Цвет индикатора; значение pH

Опыт 2. Маскирование ионов

Определите ионы Fe^{3+} и Co^{2+} при их совместном присутствии с помощью одного реагента. Для обнаружения Co^{2+} выполните маскирование ионов Fe^{3+} с использованием реакции образования фторидного или фосфатного неокрашенного комплекса.

Аналитическое действие SCN^- -группы на ионы Fe^{3+} и Co^{2+} (реакции 1.1 и 1.2) сопровождается образованием характерно окрашенных растворимых комплексов, однако чувствительность реакции на Fe^{3+} значительно выше, чем на Co^{2+} . Таким образом, при обнаружении Co^{2+} реакцией (1.2) в присутствии Fe^{3+} -ионов, последние необходимо маскировать связыванием их в неокрашенные комплексы с фторид- или фосфат-ионами (1.3 и 1.4)*.



Порядок выполнения опыта 2

1. Возьмите четыре пробирки. В первую отберите 0,5 мл раствора, содержащего ионы Fe^{3+} , во вторую – 0,5 мл раствора Co^{2+} , а в третью и четвертую – по 0,5 мл растворов Fe^{3+} и Co^{2+} . Добавьте в каждую пробирку по 2–3 капли раствора $KNCS$ и перемешайте, а во вторую (раствор Co^{2+}) – дополнительно кристаллик $KNCS$ и, не перемешивая, наблюдайте изменение окраски раствора около кристалла.

2. В 1-ю и 3-ю пробирки на кончике шпателя внесите порошок NaF , а в 4-ю 10 капель Na_2HPO_4 . Тщательно перемешайте содержимое пробирок до

* Реакции (3) и (4) являются качественными соответственно на ионы F^- , PO_4^{3-} .

окончания изменения окраски. Чтобы убедиться в присутствии ионов Co^{2+} , добавьте в 3-ю и 4-ю пробирки кристаллик $KNCS$ и наблюдайте изменение окраски.

Запись данных опыта. Запишите цвета исходных растворов и после добавления реагента. Сделайте ссылки на соответствующие реакции.

Опишите изменение окраски растворов вследствие добавления NaF и $Na_2 HPO_4$, в чем выражается маскирующее действие? Приведите соответствующие уравнения реакций, объясните, каким ионом обусловлен цвет раствора в 3-й и 4-й пробирках после маскирования. Опишите признак, доказывающий наличие этого иона в растворе.

13 Содержание отчета и его форма

Каждый студент должен иметь лабораторный журнал, который является документом, отражающим всю его работу.

Все наблюдения и выводы по экспериментальной работе, проделанной в лаборатории, студент заносит в лабораторный журнал непосредственно после ее выполнения.

Рекомендуется следующая схема записи:

8. Дата.
9. Номер и название лабораторной работы.
10. Цель работы.
11. Название и описание хода опытов.
12. Наблюдения.
13. Уравнения химических реакций.
14. Выводы и расчеты (формулы, таблицы, графики).

14 Вопросы для защиты работы

9. Сущность качественного анализа и его применение. Аналитические признаки качественных реакций (определение; примеры).

10. Условия проведения качественных аналитических реакций. Требования к реакциям, применяемым в аналитической химии и в качественном анализе.

11. Как называется способ открытия ионов по окрашиванию пламени? Как он выполняется (примеры)? Какие ионы преимущественно способны окрашивать пламя и почему? Какая реакция протекает в этом случае?

12. Опишите методику проведения: а) капельной; б) экстракционной; в) микрокристаллоскопической реакций. Приведите примеры открытия ионов этими способами. Каково их применение в анализе? Какие факторы влияют на качество проведения микрокристаллоскопической реакции?

13. Чувствительность качественных реакций. Количественная характеристика чувствительности (привести пример).

14. Способы увеличения чувствительности качественных реакций.

15. Селективность качественных реакций. Приёмы повышения селективности. Какие реакции называются специфическими, высокоселективными? Приведите примеры.

16. Маскирование ионов. Сущность и применение.

ПРАКТИЧЕСКАЯ РАБОТА 2

КАЧЕСТВЕННЫЕ РЕАКЦИИ КАТИОНОВ В РАСТВОРАХ

ИНДИВИДУАЛЬНЫХ СОЛЕЙ

8 Цель и содержание

Ознакомиться с принципом построения аналитических классификаций катионов; научиться проводить идентификацию катионов в растворах индивидуальных солей неорганических веществ.

9 Теоретическое обоснование

Для определения катионов разработаны и применяются на практике такие классификации, как: сероводородная (сульфидная); кислотнo-основная; гидроксидно-пероксидная; фосфатно-аммиачная и др. Под аналитической классификацией катионов понимают выделение в осадок небольших групп ионов из смеси путем последовательного воздействия системы групповых реагентов.

В основе любой классификации лежит принцип сходства химических свойств элементов: способность ряда ионов образовывать малорастворимые соединения (осадки). В качестве реагентов подбираются вещества, которые в минимальной степени в дальнейшем будут влиять на ход определения, либо легко могут быть удалены. В первую очередь это кислоты, гидроксиды и соли аммония.

Сероводородная классификация одна из самых простых по структуре (таблица 2.1), однако ее применение в настоящее время ограничено из-за использования высокотоксичного сероводорода. Другие методы анализа были разработаны с целью замены токсичных реагентов на более безопасные и состоят обычно из 5 или 6 групп катионов.

В реальной практике анализ выполняется на основе комплексного подхода: выбирают те реактивы, реагенты и схемы его проведения, которые позволяют достичь желаемого результата наиболее экономным путем.

Согласно сероводородной классификации, как видно из таблицы 2.1, все катионы разбиты на **5 аналитических групп**, осаждение которых выполняется с помощью системы групповых реагентов в следующей последовательности:

группа:	V	IV	III	II	I
реагент:	HCl	H_2S	$(NH_4)_2S$	$(NH_4)_2CO_3$	нет
рН:	0,5 ~ 1	~ 1	~ 1	~ 10.	

Определение начинают с выделения и отделения 5-й группы катионов, образующих нерастворимые в воде и кислотах хлориды. Затем в среде HCl (рН= 0,5 ~ 1) проводят осаждение 4-й группы катионов в виде сульфидов, устойчивых как в кислой, так и в нейтральной среде. Для последующих с помощью аммиачного буфера изменяют кислотность среды на щелочную и последовательно выделяют в осадок 3-ю и 2-ю группы катионов в виде соответствующих сульфидов, гидроксидов и карбонатов.

Таким образом, в растворе после воздействия системы групповых реагентов остаются только катионы 1-й аналитической группы, которая не осаждается полностью ни одним из реагентов.

Дальнейшая идентификация катионов в группах основана на различие их растворимости, что позволяет разделить группы на подгруппы. Так в 4-й группе катионов выделяют подгруппу меди и подгруппу мышьяка; в 3-й группе – это подгруппы цинка и алюминия. Определение индивидуальных катионов внутри групп и подгрупп выполняют комбинацией дробного и систематического метода.

Таблица 2.1 – Сероводородная классификация катионов

Аналитическая группа	Катионы	Условия осаждения	Групповой реагент	Соединения, образующие осадок	Характеристика группы
первая	3) подгруппа аммония: K^+ , Na^+ , NH_4^+ 4) подгруппа магния: Mg^{2+} и др.	-	нет	-	Сульфиды и карбонаты растворимы в воде, карбонат магния растворим в растворах солей аммония
вторая	Ca^{2+} , Ba^{2+} , Sr^{2+} Rb^+	$pH \approx 7$ NH_4OH , NH_4Cl	$(NH_4)_2CO_3$	$CaCO_3$, $BaCO_3$, $SrCO_3$	Сульфиды растворимы, а карбонаты нерастворимы в воде
третья	3) подгруппа алюминия: Al^{3+} , Cr^{3+} . 4) подгруппа цинка: Fe^{3+} , Fe^{2+} , Mn^{2+} , Zn^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} и др.	$pH \approx 7$ буфер NH_4OH , NH_4Cl	$(NH_4)_2S$	$Al_2O_3 \cdot nH_2O$, ZnS , $Cr_2O_3 \cdot nH_2O$, MnS , Fe_2S_3 , FeS , CoS , NiS	Сульфиды (или гидроксиды) нерастворимы в воде и растворимы в разбавленных минеральных кислотах
четвёртая	3) подгруппа меди: Cu^{2+} , Cd^{2+} , Hg^{2+} , Bi^{3+} и др. 4) подгруппа мышьяка: As^{3+} , As^{5+} , Sb^{3+} , Sb^{5+} , Sn^{2+} , Sn^{4+} и др.	$pH \approx 7$ HCl	H_2S	CuS , CdS , HgS , Bi_2S_3 , As_2S_3 , Sb_2S_3 , SnS , SnS_2	Сульфиды нерастворимы в разбавленных кислотах, сульфиды 1-ой подгруппы растворимы в $(NH_4)_2S$ с образованием аммиакатов, сульфиды 2-ой подгруппы растворимы в полисульфидах с образованием тиосолей
пятая	Cu^+ , Ag^+ , Pb^{2+} , $[Hg_2]^{2+}$, Au^+	$pH \approx 7$ HCl	HCl	$AgCl$, $CuCl$, $PbCl_2$, Hg_2Cl_2	Хлориды и сульфиды нерастворимы в воде и разбавленных минеральных кислотах

10 Приборы и реактивы

Штатив с пробирками, держатель пробирок, фильтровальная бумага, газовая горелка, индикаторная бумага.

Растворы солей, содержащие ионы: NH_4^+ , Mg^{2+} , Ba^{2+} , Al^{3+} , Fe^{3+} , Cr^{3+} , Co^{2+} , Fe^{2+} , Ni^{2+} , Zn^{2+} , Cu^{2+} , Pb^{2+} .

Жидкие реактивы: $NaOH$ (2 н. и 6 н.), NH_4OH , NH_4Cl , Na_2HPO_4 , HCl , CH_3COOH , CH_3COONa , $K_4[Fe(CN)_6]$, $K_3[Fe(CN)_6]$, K_2CrO_4 , $K_2Cr_2O_7$, H_2O_2 , ализарин (1,2-диоксиантрахинон), реактивы Неслера (смесь $K_2[HgI_4]$ с KOH), Ильинского (1-нитрозо-2-нафтол), Чугаева (диметилглиоксим).

11 Указания по технике безопасности

Смотрите на стр. 7 (лабораторная работа 1).

12 Методика и порядок выполнения работы

Используя пробирный анализ, выполнить определение катионов в растворах индивидуальных солей согласно методике (табл. 2.2, графы 2 и 3). При необходимости растворы осторожно подогреть на газовой горелке, не допуская выброса жидкости.

Запись данных опыта. Отчет оформить в виде приведенной ниже таблицы 2.2, в которой необходимо указать цвет исходных растворов (графа 2), наблюдаемые Вами аналитические признаки и записать уравнения соответствующих реакций в ионной и молекулярной формах, а окислительно-восстановительные реакции уравнивать методом полуреакции (графа 4).

Таблица 2.2 – Качественные реакции катионов в растворах индивидуальных солей

Определяемый ион, цвет	Условия проведения	Реагент	Аналитический признак, уравнение реакции
NH_4^+	Среда щелочная: 5-6 к. 2н. $NaOH$	Реактив Неслера ($K_2[HgI_4]$)	
Mg^{2+}	Среда щелочная: 2-3 капли NH_4Cl и NH_4OH	Na_2HPO_4	
Ba^{2+}	Среда кислая: 3-4 к. CH_3COONa	$K_2Cr_2O_7$	
Al^{3+}	Внести 2-3 к. 2н раствора NH_4OH (среда) и 1-2 к. ализарина (реагент). Пробирку нагреть. После охлаждения внести несколько капель CH_3COOH (до полного изменения окраски).	ализарин	Укажите цвет раствора до и после добавления CH_3COOH
Fe^{3+}	Среда кислая: 1-2 капли HCl	$K_4[Fe(CN)_6]$	
Cr^{3+}	Среда щелочная: 2-3 к. 6н. $NaOH$, пробирку осторожно нагреть. Затем прибавлять $NaOH$ и H_2O_2 до образования характерной окраски	H_2O_2	
Co^{2+}	Среда кислая: 4-5 капель CH_3COOH	Реактив Ильинского	
Fe^{2+}	Среда кислая: 1-2 капли HCl	$K_3[Fe(CN)_6]$	
Ni^{2+}	Среда щелочная: 2-3 к. NH_4OH	Реактив Чугаева	
Zn^{2+}	Среда нейтральная; пробирку нагреть	$K_4[Fe(CN)_6]$	
Cu^{2+}	среда нейтральная	$K_4[Fe(CN)_6]$	
Pb^{2+}	среда нейтральная	K_2CrO_4	

13 Содержание отчета и его форма

Каждый студент должен иметь лабораторный журнал, который является документом, отражающим всю его работу.

Все наблюдения и выводы по экспериментальной работе, проделанной в лаборатории, студент заносит в лабораторный журнал непосредственно после ее выполнения.

Рекомендуется следующая схема записи:

8. Дата.

9. Номер и название лабораторной работы.
10. Цель работы.
11. Название и описание хода опытов.
12. Наблюдения.
13. Уравнения химических реакций.
14. Выводы и расчеты (формулы, таблицы, графики).

14 Вопросы для защиты работы

12. Приведите основные общепризнанные классификации катионов. Какие групповые реагенты в них используют?
13. Какой принцип положен в основе классификации катионов по группам и подгруппам?
14. На чем основана сероводородная классификация катионов? В чем ее достоинства и недостатки?
15. Охарактеризуйте аналитические группы. В какой последовательности проводится разделение катионов?
16. Какова характерная особенность катионов, входящих в 3-ю группу, в 1-ю и 2-ю группы? Объясните, почему Al^{3+} и Cr^{3+} переводят в осадок групповым реагентом в виде гидроксидов? Напишите соответствующие уравнения реакций.
17. К зеленому раствору смеси катионов добавили $NaOH$ и H_2O_2 и нагрели. Какой катион присутствует в растворе, если его окраска стала желтой? Как изменилась степень окисления этого иона? Приведите уравнение реакции.
18. При добавлении к раствору кристаллического роданида калия или аммония появляется синяя окраска, исчезающая при добавлении NaF . Определите катион, присутствующий в растворе. Напишите уравнение реакции с $KSCN$.

19. Какой катион присутствует в растворе, если выпал осадок синего цвета при добавлении: а) $K_3[Fe(CN)_6]$, б) $K_4[Fe(CN)_6]$? Приведите тривиальные названия образовавшихся соединений.

20. Какие катионы можно открыть действием реагента $K_4[Fe(CN)_6]$? В каких аналитических группах находятся эти ионы? Запишите уравнения протекающих реакций с указанием аналитических признаков.

21. При действии на раствор бихроматом калия ($K_2Cr_2O_7$) выпадает желтый осадок. При добавлении к этому же раствору карбоната аммония образуется белый осадок, растворимый в кислотах. Какой катион присутствует в растворе? Напишите уравнение реакции.

22. Какой катион с солями роданидов дает кроваво красный раствор, который обесцвечивается при добавлении фосфат- или фторид-ионов? Напишите уравнение реакции этого иона с $KSCN$.

ПРАКТИЧЕСКАЯ РАБОТА 3

КАЧЕСТВЕННЫЕ РЕАКЦИИ АНИОНОВ В РАСТВОРАХ ИНДИВИДУАЛЬНЫХ СОЛЕЙ

8 Цель и содержание

Изучить принцип построения аналитических классификаций анионов; научиться проводить идентификацию анионов в растворах индивидуальных солей неорганических веществ.

9 Теоретическое обоснование

Достаточно строгой аналитической классификации анионов не разработано. Нумерация групп анионов и применяемые реагенты в различных источниках сильно варьируют, как и количество выделяемых групп. Чаще всего их разделяют на три аналитические группы в зависимости от образования осадков с хлоридом бария и нитратом серебра (табл. 3.1).

Таблица 3.1 – Классификация анионов

Аналитическая группа	Анионы	Групповой реагент	Характеристика группы
<i>I</i>	CO_3^{2-} , SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , PO_4^{3-} , $S_2O_3^{2-}$ и др.	$BaCl_2$	Соли бария и серебра нерастворимы в воде, соли серебра растворимы в кислотах
<i>II</i>	Cl^- , Br^- , I^- , SCN^- , S^{2-} и др.	$AgNO_3$ в среде HNO_3	Соли серебра нерастворимы в воде и разбавленных кислотах, соли бария растворимы в воде
<i>III</i>	NO_3^- , NO_2^- , CH_3COO^-	нет	Соли бария и серебра растворимы в воде

В предложенной классификации определение анионов, в отличие от катионов, начинают с 1-й группы, так как некоторые анионы ее способны реагировать с нитратом серебра, образуя неустойчивые осадки. Третья группа может анализироваться совместно как с 1-й, так и со 2-й группой.

Анионы в меньшей степени мешают обнаружению друг друга, поэтому при их анализе чаще используют дробный метод, а к систематическому анализу прибегают только в более сложных случаях, например, при подозрении на присутствие трудно растворимых солей боратов или силикатов. Групповые реагенты используют в основном для предварительного обнаружения групп.

Классификацию анионов по окислительно-восстановительным свойствам широко применяется для их открытия. Эти реакции полезны при совместном определении дробным способом сульфат- и сульфит-ионов; нитрат- и нитрит-ионов в смеси солей. В качестве таких примеров можно привести реакции анионов с перманганатом калия. Так Cl^- и Br^- окисляются KMnO_4 до элементарного хлора и брома соответственно, $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ до CO_2 .

10 Приборы и реактивы

Штатив с пробирками, держатель пробирок, фильтровальная бумага, индикаторная бумага, газовая горелка.

Растворы солей, содержащие ионы: Cl^- , Br^- , I^- , SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , PO_4^{3-} , CO_3^{2-} , NO_2^- , NO_3^- .

Жидкие реактивы: NaOH (2н.), HCl , CH_3COOH , AgNO_3 , KMnO_4 , $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$, BaCl_2 , $\text{Fe}(\text{SCN})_3$.

Порошкообразные реактивы: металлический Zn (или Al), FeSO_4 .

11 Указания по технике безопасности

Смотрите на стр. 7 (лабораторная работа 1).

12 Методика и порядок выполнения работы

Используя пробирный анализ, выполнить качественные реакции определения анионов по предложенной методике (табл. 3.2, графы 3 и 4).

Определить pH выделяющихся газов. Нагревание пробирок выполнять на газовых горелках.

Запись данных опыта. Отчет оформить в виде приведенной ниже таблицы, в которой необходимо указать цвет исходных растворов (графа 1), наблюдаемые Вами аналитические признаки и записать уравнения соответствующих реакций в ионной и молекулярной формах, а окислительно-восстановительные реакции уравнивать методом полуреакции (графа 4).

Таблица 3.2 – Качественные реакции анионов в растворах индивидуальных солей

Определяемый ион, цвет	Условия проведения	Реагент	Аналитический признак, уравнение реакции
1	2	3	4
$\tilde{Cl^-}$	реакция с групповым реагентом (малоселективная) выполняется в кислой (1 – 2 кап. HNO_3) или нейтральной среде	$AgNO_3$	$\tilde{Cl^-}$ – $\tilde{Br^-}$ $\tilde{I^-}$
$\tilde{Br^-}$			
$\tilde{I^-}$			
$\tilde{I^-}$	Среда нейтральная	$Pb(CH_3COO)_2$	
SO_4^{2-}	Среда нейтральная	$BaCl_2$	
SO_3^{2-} (добавить в последнюю очередь)	Среда кислая: 4-5 капель CH_3COOH	$KMnO_4$	
PO_4^{3-}	Среда нейтральная	$Fe(SCN)_3$	
CO_3^{2-}	Среда кислая – создаётся реагентом, пробирку нагреть	HCl	цвет запах pH выделяющегося газа
NO_2^-	Среда кислая: 2-3 капли CH_3COOH	$FeSO_4$ (кристаллический)	
NO_3^-	Среда: щелочная – 1 – 2 кап. $NaOH$, пробирку осторожно нагреть до выделения газа	порошок Al или Zn	цвет запах pH выделяющегося газа

13 Содержание отчета и его форма

Каждый студент должен иметь лабораторный журнал, который является документом, отражающим всю его работу.

Все наблюдения и выводы по экспериментальной работе, сделанной в лаборатории, студент заносит в лабораторный журнал непосредственно после ее выполнения.

Рекомендуется следующая схема записи:

8. Дата.
9. Номер и название лабораторной работы.
10. Цель работы.
11. Название и описание хода опытов.
12. Наблюдения.
13. Уравнения химических реакций.
14. Выводы и расчеты (формулы, таблицы, графики).

14 Вопросы для защиты работы

13. На каком принципе основано определение анионов? В какой последовательности определяются анионы традиционным способом?

14. Какой анион *I* группы определяется по обесцвечиванию перманганата калия в кислой среде?

15. Какие свойства осадков анионов *II* группы позволяют их идентифицировать? Напишите уравнения реакций этих анионов с групповыми реагентами и при их идентификации.

16. Катион какой группы можно использовать для открытия *I* аналитической группы анионов?

17. Каким реактивом можно определить и отделить фосфат-ионы из раствора? Для чего еще можно использовать раствор, содержащий PO_4^{3-} ?

18. При добавлении к сухой соли концентрированной H_2SO_4 выделяется бесцветный газ с резким запахом, который с раствором $AgNO_3$

дает осадок белого цвета, растворимый в NH_4OH . Определите анион.

Напишите уравнения реакций в ионной и молекулярной формах.

19. При добавлении к сухой соли раствора HCl выделяется бесцветный газ, который, пройдя через известковую воду, вызывает ее помутнение или образование осадка белого цвета. Какой анион присутствует в растворе? Напишите уравнения реакций в ионной и молекулярной форме.

20. $AgNO_3$ дает с раствором желтый, нерастворимый в гидроксиде аммония, осадок. С этим же раствором $Pb(CH_3COO)_2$ образует осадок интенсивно желтого цвета. Какой анион присутствует в растворе? Обладает ли этот ион окислительно-восстановительными свойствами? Ответ подтвердите уравнениями соответствующей реакции.

21. При добавлении нитрата серебра в растворе образуется осадок светло-желтого цвета, частично растворимый в NH_4OH . При действии на эту же соль $KMnO_4$ в кислой среде выделяется тяжелый газ с характерным запахом. Какой анион находится в растворе? Напишите уравнения протекающих реакций.

22. При добавлении нитрата серебра к раствору образуется осадок белого цвета, растворимый в гидроксиде аммония. С катионами какой группы он может вступать в реакцию с образованием осадков? Приведите примеры. Какой анион находится в растворе? Напишите уравнения реакций в ионной и молекулярной формах.

23. Какие анионы способны обесцвечивать растворы перманганата калия и иода? Каков в данном случае тип реакций? Приведите уравнение одной из таких реакций в ионной и молекулярной формах?

24. Какие анионы можно определить по выделению газа? Приведите примеры таких реакций. Какими характерными признаками обладает выделившийся газ?

ПРАКТИЧЕСКАЯ РАБОТА 4

КАЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ СОСТАВА СМЕСИ НЕИЗВЕСТНЫХ СОЛЕЙ

8 Цель и содержание

Освоить методики дробного и систематического анализов; научиться определять качественный состав неизвестного вещества.

9 Теоретическая часть

*Обнаружение ионов с помощью специфических и высокоселективных реакций в отдельных порциях анализируемого раствора, без предварительного разделения компонентов, называют **дробным методом анализа**. Недостатком этого метода является низкая чувствительность. Если используемые реакции не достаточно селективны, а мешающее действие других ионов устранить не удаётся, то в этом случае применяют систематический ход анализа.*

***Систематический метод** – это определённая последовательность реакций, целью которой является выделение только одного определяемого иона. Для этого сначала на раствор со смесью ионов действуют **групповыми реагентами**, выделяя в осадок сходные по свойствам ионы. Осадок отделяют от раствора, растворяют подходящим растворителем и вновь делят на более мелкие группы, используя различие в растворимости уже других соединений выделенных ионов. Далее операции осаждения, отделения и растворения осадков продолжают до тех пор, пока либо в растворе, либо в осадке не останется только один ион, который идентифицируют любой характерной реакцией.*

Несмотря на высокую чувствительность, такой подход мало продуктивен, поэтому на практике используют комбинацию обоих методов – дробного и систематического, причём дробный метод применяют

преимущественно для определения ионов внутри групп и подгрупп. Таким образом, систематический анализ не следует противопоставлять дробному, так как эти методы на практике взаимно дополняют друг друга.

Для проведения систематического анализа катионов существует несколько общепринятых схем (классификаций). Наиболее тесно связанной с периодическими свойствами элементов является сероводородная классификация (табл. 2.1), в несколько изменённом виде называемая также сульфидной. По этой классификации катионы разделяют на **пять аналитических групп**, при этом анализ начинают проводить с 5-й группы.

Не смотря на то что *ион аммония* относится к первой аналитической группе, он *всегда определяется до начала систематического анализа и в случае обнаружения удаляется*. Эта необходимость вызвана тем, что соединения аммония обладают высокой летучестью, то есть ионы аммония могут быть потеряны в ходе анализа. Так же эти ионы способны образовывать со многими катионами устойчивые комплексные соединения – аммиакаты, и тем самым мешать их определению. Кроме того, он входит в состав ряда групповых реагентов и в аммиачный буфер, и будет всегда присутствовать в конечном растворе вне зависимости от его наличия в испытуемом образце.

Для проведения систематического анализа анионов чаще всего применяют схему, основанную на растворимости солей бария и серебра (табл. 3.1). В отличие от катионов, большинство анионов редко мешают обнаружению друг друга. Обычно определение начинают с 1-й аналитической группы (добавлением $BaCl_2$), так как некоторые бескислородные анионы могут давать осадки с ионами серебра, мешая тем самым идентификации анионов 2-й группы.

После отделения осадка с анионами 1-й группы, анализ раствора можно вести дробным методом в произвольной последовательности, так как 3-я группа практически не мешает определению анионов 2-й группы (за исключением некоторых качественных реакций ОВР).

Схема разделения катионов по сероводородной классификации

Последовательность операций разделения и определения катионов по сероводородной схеме состоит в следующем: пусть имеется анализируемый раствор, в котором могут присутствовать катионы всех пяти аналитических групп. Требуется доказать наличие или отсутствие каждого из них.

Вначале к анализируемому раствору прибавляют водный раствор HCl до полного осаждения хлоридов катионов 5-й аналитической группы. Хлороводородную кислоту прибавляют в избытке, что необходимо для растворения возможной примеси осадков оксохлоридов сурьмы и висмута.

Осадок, представляющий собой смесь хлоридов катионов 5-й аналитической группы ($AgCl$, Hg_2Cl_2 , $PbCl_2$), отделяют от маточника (раствор I) центрифугированием, промывают раствором HCl и открывают каждый из катионов с помощью селективных реакций.

Для отделения 4-й аналитической группы к раствору I прибавляют раствор HCl до $pH \bullet 0,5$ и насыщают при нагревании H_2S , в результате чего из раствора выпадает смесь сульфидов катионов 4-й аналитической группы, не растворимых в минеральных кислотах. Осадок отделяют от раствора II центрифугированием, проверяют полноту осаждения сульфидов пропусканием тока H_2S и затем определяют наличие соответствующих катионов.

В растворе II могут присутствовать катионы 1-й, 2-й и 3-й аналитических групп, соли которых растворимы в минеральных кислотах. Поэтому раствор II нейтрализуют гидроксидом аммония до $pH \bullet 7-9$ и обрабатывают раствором сульфида аммония $(NH_4)_2S$. Гидроксиды или сульфиды катионов 3-й аналитической группы выделяются в осадок, который отделяют от раствора III и в дальнейшем подвергают дробному анализу.

Раствор III может содержать катионы 2-й и 1-й аналитических групп. Его обрабатывают раствором $(NH_4)_2CO_3$ (в аммиачном буфере при

$pH \bullet 9,2$), который осаждает катионы 2-й аналитической группы в виде карбонатов. Осадок карбонатов отделяют от маточного раствора *IV* , растворяют в уксусной кислоте и в дальнейшем открывают каждый из катионов 2-й аналитической группы.

В маточнике *IV* открывают катионы 1-й аналитической группы дробным методом.

10 Приборы и реактивы

Штатив с пробирками, держатель пробирок, фильтровальная бумага, нихромовая проволока, индикаторная бумага, газовая горелка.

Сухие соли: KCl , KBr , KI , $NaCl$, Na_2SO_4 , $NaNO_3$, $NaNO_2$, Na_3PO_4 , Na_2CO_3 , $Mg(NO_3)_2$, $Ba(NO_3)_2$, $Co(NO_3)_2$, $Ni(NO_3)_2$, $Cr(NO_3)_3$, $Al_2(SO_4)_3$, $ZnSO_4$, $CuSO_4$, $FeSO_4$, $FeCl_3$.

Жидкие реактивы: $NaOH$ (2 н. и 6 н.), NH_4OH , NH_4Cl , Na_2HPO_4 , HCl , CH_3COOH , CH_3COONa , $K_4[Fe(CN)_6]$, $K_3[Fe(CN)_6]$, $Fe(SCN)_2$, $K_2Cr_2O_7$, K_2CrO_4 , H_2O_2 , $AgNO_3$, $KMnO_4$, $Pb(CH_3COO)_2$, HNO_3 , $BaCl_2$, $(NH_4)_2S$ (ил Na_2S) , $(NH_4)_2CO_3$ (ил Na_2CO_3) , раствор дитизона в CCl_4 ,
и и

ализарин (1,2-диоксиантрахинон), реактивы Неслера (смесь $K_2[HgI_4]$ с KOH), Ильинского (1-нитрозо-2-нафтол), Чугаева (диметилглиоксим).

Порошкообразные реактивы: металлический Zn (или Al) , $KSCN$ (или NH_4SCN) , $FeSO_4$, NaF .

11 Указания по технике безопасности

Смотрите на стр. 7 (лабораторная работа 1).

12 Методика и порядок выполнения

работы Опыт 1. Предварительные

испытания

1.5. Получить в пробирку у лаборанта пробу неизвестного состава.

1.6. Провести пирохимическую реакцию с кристалликом соли белого цвета на наличие катионов Na^+ , K^+ , Sr^{2+} . Если проба не содержит соль белого цвета, то сделать вывод об отсутствии катионов I и II групп (не выполняются п. 2.6–2.8).

1.7. Определить цвет сухих солей, а затем растворить пробу в небольшом количестве воды. Разбавить полученный раствор до полного объема пробирки и перемешать. Указать цвет раствора и сделать вывод о том, ионы каких аналитических групп могут присутствовать или отсутствовать в пробе.

1.8. Определить кислотность (pH) раствора. Сделать вывод о гидролизуемости солей, его типе и о том, какие ионы могут присутствовать в составе пробы.

Запись данных опыта. Данные опыта занести в таблицу 4.1.

Таблица 4.1 – Предварительные испытания

№ испытания	Определяемый ион или свойство	Реагент, условия проведения реакций	Наблюдения (аналитические признаки реакций)	Выводы; уравнения реакций
1	Na^+ , K^+ , Sr^{2+}	Пирохимическая реакция		
2	Цвет солей и раствора	-		
3	pH	индикаторная бумага		
	Вывод:			

Опыт 2. Дробный анализ катионов с применением групповых реагентов

2.9. Провести определение NH_4^+ любым методом.

2.10. Действием HCl определить, есть ли в растворе ионы 5-й аналитической группы катионов.

2.11. Провести определение Cu^{2+} , если предварительные испытания указывают на его возможное присутствие. В случае обнаружения меди п. 2.4 не выполнять, а сразу приступить к выполнению п. 2.5.

2.12. Провести общий анализ катионов 3-й группы. Для этого к 1 мл анализируемого раствора добавить по 5 капель NH_4OH и NH_4Cl , а затем 3–4 капли $(NH_4)_2S$ (может быть заменён на Na_2S). Если образовался осадок, то сделать вывод о наличии катионов 3 группы и приступить к выполнению п. 2.5. В противном случае сделать вывод об отсутствии катионов 3 группы и сразу приступить к выполнению п. 2.6.

2.13. С учётом выводов, сделанных в предварительных испытаниях, провести обнаружение катионов 3-й группы (белых или характерно окрашенных).

2.14. Провести общий анализ катионов 2 группы. Для этого к 1 мл анализируемого раствора добавить 5 капель NH_4OH и 5 капель NH_4Cl и затем добавить 3–4 капли $(NH_4)_2CO_3$ (может быть заменён на Na_2CO_3). Если образовался осадок, то сделать вывод о наличии катионов 2 группы и приступить к выполнению п. 2.7. В противном случае сделать вывод об отсутствии катионов 2 группы и сразу приступить к выполнению п. 2.8.

2.15. Провести определение Ba^{2+} . В случае отсутствия ионов бария и стронция (определялся в п. 1.2) сделать вывод о наличии в пробе ионов Ca^{2+} .

2.16. Провести определение Mg^{2+} .

Запись данных опыта. Данные опыта занести в таблицу 4.2.

Таблица 4.2 – Определение катионов

№ испытания	Определяемый ион или свойство	Реагент, условия проведения реакций	Наблюдения (аналитические признаки реакций)	Выводы; уравнения реакций
1	Pb^{2+}	HCl	осадок отсутствует	иона Pb^{2+} нет
...	...	...	...	...
	Вывод:			

Опыт 3. Дробный анализ анионов с применением групповых реагентов

3.5. Провести общий анализ анионов 1-й группы. Для этого к 1 мл анализируемого раствора добавить 3-4 капли $BaCl_2$. Если выпадает осадок, то сделать вывод о наличии анионов 1-й группы и приступить к выполнению п. 3.2. В противном случае сделать вывод об отсутствии анионов 1-й группы и сразу приступить к выполнению п. 3.3.

3.6. Дробным методом провести определение CO_3^{2-} , SO_3^{2-} , PO_4^{3-} . В случае их отсутствия сделать вывод о наличии иона SO_4^{2-} .

3.7. Провести анализ анионов 2-й группы. Для этого к 1 мл анализируемого раствора добавить 5 капель HNO_3 и 3-4 капли $AgNO_3$. Если выпадает осадок, то по его цвету идентифицировать ион (Cl^- , Br^- или I^-).
и

Присутствие I^- подтвердить соответствующей селективной реакцией.

3.8. Выполнить определение ионов NO_2^- и NO_3^- проведя окислительно-восстановительные реакции.

Запись данных опыта. Данные опыта занести в таблицу 4.3.

Таблица 4.3 – Определение анионов

№ испытания	Определяемый ион или свойство	Реагент, условия проведения реакций	Наблюдения (аналитические признаки реакций)	Выводы; уравнения реакций
1	NO_2^-	...	...	...
2	NO_3^-	...	...	...
...	...	...	...	...
	Вывод:			

Проверить результат у лаборанта и при условии правильности определения солей сделать общий вывод по полученным выше данным.

13 Содержание отчета и его форма

Каждый студент должен иметь лабораторный журнал, который является документом, отражающим всю его работу.

Все наблюдения и выводы по экспериментальной работе, проделанной в лаборатории, студент заносит в лабораторный журнал непосредственно после ее выполнения.

Рекомендуется следующая схема записи:

8. Дата.
9. Номер и название лабораторной работы.
10. Цель работы.
11. Название и описание хода опытов.
12. Наблюдения.
13. Уравнения химических реакций.
14. Выводы и расчеты (формулы, таблицы, графики).

14 Вопросы для защиты работы

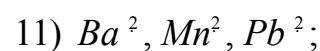
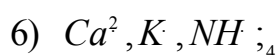
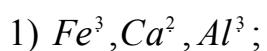
7. Дробный и систематический анализ: сущность этих методов и их взаимосвязь, достоинства и недостатки.

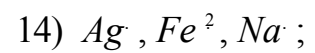
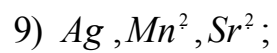
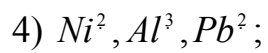
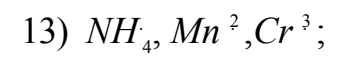
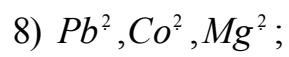
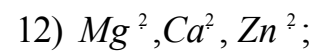
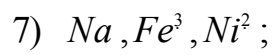
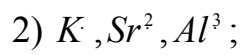
8. Групповой реагент. Требования к реактивам, применяемым в качестве групповых реагентов.

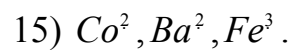
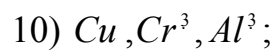
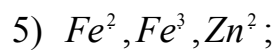
9. Почему в ходе систематического анализа ионы аммония необходимо обнаруживать в первую очередь? Как можно их определить и удалить?

10. На что указывает кислая, щелочная или нейтральная среда растворов солей? Какие предварительные заключения можно сделать на этой основе?

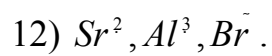
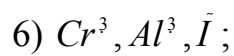
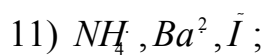
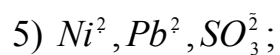
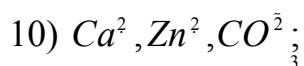
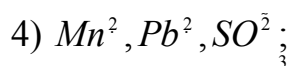
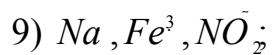
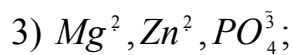
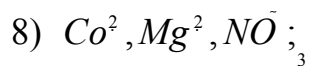
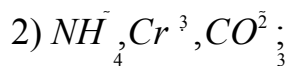
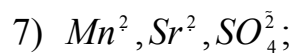
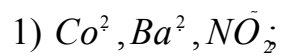
11. Составить схему разделения следующих катионов согласно сероводородной классификации, указывая аналитические группы, групповые реагенты и условия их обнаружения, формы осадков:







12. Напишите качественные реакции обнаружения следующих ионов, указав реагент, аналитический признак и условия проведения:



ПРАКТИЧЕСКАЯ РАБОТА 5

РАСЧЕТ И ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАБОЧИХ РАСТВОРОВ HCl И NaOH

4 Цель и содержание

Ознакомиться с классификацией растворов в титриметрии. Научиться рассчитывать и готовить рабочие растворы кислот и щелочей заданной концентрации методом разбавления вещества.

5 Теоретическое обоснование

Кислотно-основное титрование (протолитометрия) относится к классическим методам химического анализа и основано на протекании в растворе реакции нейтрализации между определяемым веществом и раствором реагента (рабочий раствор). В процессе титрования происходит изменение кислотности среды, что фиксируется по изменению цвета специальных веществ – индикаторов или же путем непосредственного измерения pH среды. В момент резкого изменения кислотности среды (область скачка на кривой титрования) фиксируется расход объема титранта, дальнейшие расчеты проводятся по закону эквивалентов.

Так как расчет основан на законе эквивалентов, то необходимо правильно готовить и определять концентрации применяемых растворов реагентов. В протолитометрии это растворы кислот, щелочей, солей слабых кислот и солей слабых оснований. Любой раствор, концентрация которого точно известна, называют **стандартным титрованным раствором** или просто **титрованным**.

Исходя из способа приготовления, различают растворы с приготовленным титром или **первичные стандарты** и растворы с установленным титром или **стандартизированные**.

Первичные стандарты, например, буру, готовят по точно взятой на аналитических весах навеске или из фиксаналов.

Способов приготовления стандартизированных растворов несколько: по приближенной навеске, методом разбавления из концентрированного раствора, ионным обменом. Концентрация таких растворов подлежит установлению, то есть стандартизации по другим растворам. В зависимости от устойчивости при хранении различают растворы вторичного стандарта и титрованные. Раствор вторичного стандарта, например HCl , устойчив и может длительно храниться, тогда как просто титрованный, например $NaOH$, стандартизируют перед его применением.

Рабочие растворы – это растворы, которые используют непосредственно в ходе анализа. Такие растворы не обязательно должны обладать свойствами стандартов.

При приготовлении растворов с установленным титром используют мерную посуду приближенной точности: мензурки, цилиндры, стаканы, колбы с делениями. Взятие навесок выполняют на технических весах с точностью до $0,01 \div 0,001 \text{ г}$.

Наиболее нестойки при хранении растворы щелочей, так как гидроксиды натрия и калия легко вступают в реакцию карбонизации с диоксидом углерода с образованием гидрокарбонатов. Такие растворы необходимо защищать от воздействия воздуха с помощью затворов, содержащих натронную известь, а стандартизировать желательно в тот же день, что и выполнение анализа с их участием. Щелочи растворяют в свежеперегнанной дистиллированной воде, которую дополнительно кипятят в течение 2 – 3-х часов для удаления содержащихся в ней газов.

6 Приборы и реактивы

Мерные пальчиковые пробирки на 10 мл – 2 шт., мерный цилиндр на 500 мл, посуда для хранения растворов на 500 мл – 2 шт.

Жидкие реактивы: концентрированный раствор HCl с известной плотностью, концентрированный раствор $NaOH$ ($T_{\text{пл}} 0,25 \text{ г / мл}$).

6 Указания по технике безопасности

16. При работе в химической лаборатории необходимо соблюдать правила безопасной работы, порядок и чистоту на рабочем месте. При любых выявленных нарушениях техники безопасной работы или ее необеспечения на рабочем месте немедленно поставить в известность преподавателя или лаборанта.

17. Верхняя одежда и личные вещи во время работы в аудитории должны находиться в специально отведенном для этих целей месте.

18. Запрещено выполнять работы в лаборатории, если в аудитории менее 3-х человек или в отсутствии преподавателя (лаборанта). При несчастном случае необходимо немедленно поставить в известность преподавателя и оказать первую помощь пострадавшему.

19. К работе допускаются студенты, имеющие конспект выполняемой работы и знающие правила и приемы безопасного ее выполнения.

20. Работать нужно в халате, избегая попадания в глаза, на руки или одежду химических реактивов. По окончании работы тщательно убрать рабочее место, вымыть посуду и руки.

21. Категорически запрещено принимать как в аудитории, так и во время выполнения работы какую-либо пищу.

22. Все работы с концентрированными кислотами, щелочами, летучими веществами проводить только в вытяжном шкафу. Не сливать в раковины концентрированные растворы, а собирать их в специальную посуду.

23. При разливе кислот и щелочей их надо немедленно нейтрализовать, а место – тщательно промыть.

24. При попадании на стол растворов реактивов, солей или воды, его необходимо протереть сначала влажной тряпкой, а потом сухой. Затем тщательно вымыть руки и убедиться, что растворы не попали на одежду.

25. При работе со стеклянной посудой (колбы, пипетки, мензурки и т. д.) во избежание порезов обращать внимание на их целостность. Мытье пробирок и колб выполнять с использованием ершиков.

26. Стеклянные пробки для склянок ставить только на торец, чтобы исключить попадания реактивов на стол. При отборе пробы не допускать попадания капель на внешние стенки склянок, колб, пробирок и другой посуды.

27. Работать надо только на исправном электрооборудовании и газовых горелках, строго соблюдая правила их эксплуатации. В случае обнаружения повреждений немедленно прекратить работу, поставить в известность преподавателя и отключить электроприборы или подачу газа.

28. При нагреве жидкостей на газовой горелке использовать треногу с сеткой, применять для этих целей только специальную термостойкую посуду (маркировка в виде матового квадрата или круга и буквы *ТС*). Не допускать бурного кипения и разбрызгивания растворов.

29. При нагреве пробирок использовать специальный держатель, а заполнять их не более, чем на 1/3 объема. В ходе нагрева держать отверстие пробирки так, чтобы пары не попадали на соседей или студентов напротив. В случае термического ожога – удалить с поверхности кожи химические реактивы и оказать первую медицинскую помощь.

30. При возникновении пожара немедленно прекратить работу и поставить в известность преподавателя. Затем выключить все газовые приборы и электрооборудование, вынести, по-возможности, из аудитории горючие и легко воспламеняющиеся жидкости. При тушении использовать песок, кошму, порошковый огнетушитель. Летучие жидкости с малой плотностью нельзя тушить водой.

7 Методика и порядок выполнения работы

Опыт 1. 500 мл 0,1 моль экв/л раствора HCl
Приготовление

методом разбавления концентрированного раствора

1.4. Выписать значение плотности раствора HCl (измеряется ареометром или задается преподавателем) и по справочнику Лурье определить её массовую концентрацию ($\varnothing$).

1.5. Рассчитать массу кислоты в заданном растворе по формуле (5.1):

$$m = \frac{C_{\text{экв}} \cdot M_{\text{экв}} \cdot V}{1000}, \quad (5.1)$$

где V – объем заданного раствора, мл; $C_{\text{экв}}$ – концентрация моля – эквивалентов (нормальность) заданного раствора, моль экв/л.

Зная $\varnothing$, массу HCl и плотность концентрированного раствора ϱ , определить объем концентрированной кислоты (V_k) по формуле (5.2):

$$V_k = \frac{m \cdot 100\%}{\varnothing \cdot \varrho}. \quad (5.2)$$

1.6. В мерный цилиндр на 500 мл налить половину заданного объема воды. Пальчиковой пробиркой отмерить рассчитанный объем концентрированной кислоты (V_k) и перенести его в мерный цилиндр. Долить дистиллированной воды до метки (500 мл) и перелить полученный рабочий раствор HCl в индивидуальную посуду, поставить в шкаф для хранения.

Запись данных опыта. Отчет оформить на новом листе, где привести все расчеты в общем и численном виде, а результаты занести в таблицу 5.1.

Таблица 5.1 – Приготовление рабочего раствора HCl

Объем раствора HCl , V , мл	Концентрация раствора HCl , $C_{\text{экв}}$, моль экв/л	Масса HCl в растворе m , г	Плотность конц. раствора HCl ϱ , г/см	Массовая доля конц. HCl $\varnothing$, %	Объем конц. раствора HCl , V_k , мл

Опыт 2. Приготовить 500 мл 0,1 моль экв/л раствора NaOH методом разбавления

2.4. Рассчитать массу NaOH в заданном растворе по формуле (5.1).

2.5. По значению титра T концентрированного раствора NaOH (указан на склянке с реактивом) и вычисленной массе вещества в рабочем растворе рассчитать объем ($V_{\text{ц}}$) концентрированного раствора NaOH по формуле:

$$V_{\text{ц}} = \frac{m}{T}, \quad (5.3)$$

где T – титр раствора, m – масса вещества в г, $V_{\text{ц}}$ – объем раствора в мл.

2.6. Для приготовления раствора NaOH взять цилиндр или мерный стакан на 500 мл и налить до половины его объема дистиллированной воды. Отмерить пальчиковой пробиркой рассчитанный объем концентрированного раствора NaOH и перенести его в цилиндр. Объем раствора довести до заданного и перелить в индивидуальную посуду, плотно укупорить и поставить в отведенное место для хранения.

Запись данных опыта. Отчет оформить на новом листе, где необходимо привести все расчеты в общем и численном виде, а результаты занести в таблицу 5.2.

Таблица 5.2 – Приготовление рабочего раствора NaOH

Концентрация раствора NaOH, $C_{\text{экв}}$, моль экв / л	Масса NaOH в растворе, m , г	Титр конц. раствора NaOH, T , г / мл	Объем конц. раствора NaOH, $V_{\text{ц}}$, мл

8 Содержание отчета и его форма

Каждый студент должен иметь лабораторный журнал, который является документом, отражающим всю его работу.

Все наблюдения и выводы по экспериментальной работе, проделанной в лаборатории, студент заносит в лабораторный журнал непосредственно после ее выполнения в виде отчета.

Рекомендуется следующая схема записи:

8. Дата.
9. Номер и название лабораторной работы.
10. Цель работы.
11. Название и описание хода опытов.
12. Наблюдения.
13. Уравнения химических реакций.
14. Выводы и расчеты (формулы, таблицы, графики).

9 Вопросы для защиты работы

14. К какой группе методов и почему относится кислотно-основное титрование?
15. Растворы, применяемые в титриметрии и способы их приготовления.
16. Что понимают под терминами: 1) стандартный титрованный раствор; 2) стандартный раствор, 3) рабочий раствор; 4) раствор с приготовленным титром; 5) раствор с установленным титром?
17. Требования, предъявляемые к рабочим растворам в титриметрии.
18. Перечислите виды посуды, применяемой в количественном анализе.
19. Какую посуду и весы используют при приготовлении растворов:
а) с установленным титром; б) с приготовленным титром? Ответ обосновать.
20. Какой титрованный раствор называют стандартным? Чем он отличается от других титрованных растворов?

21. Укажите, какие из перечисленных ниже веществ: $NaCl$, HCl , $NaOH$, $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$, K_2CrO_7 , CH_3COOH , NH_4OH являются:

а) стандартными; б) растворами с приготовленным титром; в) растворами с установленным титром?

22. Что такое фиксанал? Для чего его применяют? Как правильно готовить раствор из фиксанала? Какую посуду при этом надо применять?

23. Какие реакции могут протекать при хранении щелочей?

24. Почему при приготовлении растворов щелочей используют только свежеприготовленную и прокипяченную дистиллированную воду?

25. Как правильно готовить растворы кислот, щелочей и солей с использованием: цилиндра, мерной колбы?

26. Назовите основные методы классического количественного химического анализа. На чем основано определение веществ в каждом из них?

ПРАКТИЧЕСКАЯ РАБОТА 6

СТАНДАРТИЗАЦИЯ ТИТРОВАННОГО РАСТВОРА HCl

3 Цель и содержание

Научиться проводить стандартизацию растворов кислот методом пипетирования; освоить методику визуальной фиксации точки эквивалентности.

4 Теоретическое обоснование

Известно, что концентрация кислот и влажность твердых щелочей при хранении может заметно изменяться, поэтому приготовленные из них растворы не могут иметь точную концентрацию, а значит непосредственно использовать их для анализа нельзя. Чтобы определить точную концентрацию рабочих растворов кислот и щелочей, необходимо их отстандартизировать по установочным веществам (стандартным растворам).

Устойчивые при хранении титрованные растворы (например, некоторых кислот, солей) также могут выступать в качестве стандарта (**вторичный стандарт**). Такие растворы стандартизируются и хранятся в тщательно закупоренной посуде.

Растворы фиксаналов готовят в соответствии с методикой, приведенной в паспорте реагента, чаще всего они содержат $0,1 \text{ моль экв}$ вещества и предназначены для приготовления 1 л стандартного раствора.

Такие растворы обычно используют для работы или стандартизации непосредственно сразу после приготовления на правах первичного стандарта.

Под стандартизацией понимают процесс установления точной концентрации растворов реагентов по стандартным веществам с относительной погрешностью не превышающей $\pm 0,1\%$. При этом используют 2 методики: 1) метод отдельных навесок; 2) метод пипетирования.

Процесс стандартизации может проводиться как в одну стадию (по первичному стандарту), так и в несколько по схеме:

первичный стандарт ↔ вторичный стандарт ↔ рабочий раствор.

В *методе отдельных навесок* рассчитывают массу вещества стандарта, на титрование которой расходуется приблизительно $18 \div 20$ мл раствора титранта. Навеску стандарта берут на аналитических весах с точностью до 4-го знака и количественно переносят в колбу для титрования, разводят $20 \div 25$ мл воды, добавляют $1 \div 3$ капли индикатора и титруют до изменения окраски раствора. Измеряют с точностью до $0,1$ мл объем титранта, пошедший на титрование навески стандарта.

Метод пипетирования основан на отборе точного объема раствора для титрования (**аликвотной части**) с помощью пипетки Мора. К аликвоте добавляют $1 \div 3$ капли индикатора и титруют до перехода окраски индикатора (конец титрования). В точке эквивалентности определяют расход титранта. Расчет концентрации стандартизируемого раствора проводят по закону эквивалентов.

В зависимости от устойчивости растворов применяют различные способы титрования: прямое, реверсивное (разновидность прямого), заместительное, обратное. Наиболее просто выполняется прямое титрование, когда в колбу для титрования отбирают пипеткой Мора аликвоту стандартизируемого раствора, а в бюретку помещают раствор стандарта.

Титрование раствора проводят до тех пор, пока не будут получено не менее 3-х сходящихся результатов (допустимая погрешность в определении объема титранта не более $0,2 \div 0,3\%$, т. е. для бюретки объемом 25 мл разброс значений не должен превышать $0,1$ мл). Расчет концентрации раствора проводят по закону эквивалентов, используя его выражение в зависимости от выбранного способа титрования.

Для выбора индикатора необходимо примерно оценить кислотность среды в точке эквивалентности путем теоретического расчета и

воспользоваться справочными данными для определения рТ индикатора. Переход индикатора должен попадать в интервал значений рН для области скачка на кривой титрования, при этом величина индикаторной погрешности не может превышать 0,1 %. Основным требованием при подборе индикатора следует считать отсутствие сопряженных реакций и контрастное изменение окраски индикатора в области скачка кривой титрования от одной капли титранта.

Для стандартизации раствора HCl в качестве первичного стандарта применяют раствор буры. Определение проводят методом пипетирования или отдельных навесок, используя способ реверсивного титрования. Между титрантом (HCl) и титруемым раствором буры протекает реакция:



Исходный раствор буры вследствие гидролиза имеет щелочную реакцию и окрашивает индикатор метилоранж в желтый цвет. В конце титрования от одной капли титранта цвет индикатора должен измениться с желтого на оранжевый без розового оттенка. Вследствие опалесценции определение этой границы затруднительно, поэтому при титровании в качестве раствора сравнения используют специально приготовленную холостую пробу, не содержащую буры, куда добавляют 1-2 капли индикатора.

3 Приборы и реактивы

Бюретка на 25 мл, химический стакан на 50 или 100 мл, пипетки Мора на 20 или 25 мл, колбы для титрования на 200 или 250 мл – 3 шт.

Жидкие реактивы: стандартный раствор буры (приготовленный в лабораторной работе № 6) в мерной колбе, стандартизированный раствор

HCl (индивидуальный), раствор индикатора метилового оранжевого (0,1%).

6 Указания по технике безопасности

Смотрите на стр. 6 (лабораторная работа 5).

7 Методика и порядок выполнения работы

7. Пипетку Мора на 20 или 25 мл тщательно промыть дистиллированной водой и ополоснуть 2-3 раза раствором буры.

8. В колбы для титрования отобрать аликвотную часть (V_a) раствора буры и добавить по 1-2 капли индикатора метилового оранжевого, раствор перемешать.

Порядок операций при отборе аликвоты раствора. При наборе раствора пипетку держать, по возможности, вертикально. Раствор в пипетке удерживать, закрывая ее верхнее отверстие **указательным пальцем**.

~ Набрать раствор в пипетку выше уровня мениска с помощью груши или осторожно всасывая его ртом.

~ Медленно спустить раствор до совпадения нижнего края мениска с риской; положение мениска определяют на уровне глаз. При установке мениска конец пипетки не должен касаться уровня раствора в мерной колбе.

Следите, чтобы раствор не попадал в рот! При необходимости, немедленно прополощите рот и проведите нейтрализацию химического вещества.

~ Перенесите аликвоту в колбу для титрования, для чего, держа пипетку вертикально недалеко от дна, начинайте слив раствора, стараясь избежать его разбрызгивания. **Раствор не выдувать!**

После слива раствора, его остаток снимают следующим образом:

~ колбу слегка наклонить, чтобы освободить от раствора часть дна;
 ~ осторожно прикоснуться кончиком пипетки дна и выдержать 2-4 секунды пока не остановится мениск (часть раствора перейдет в колбу);
 ~ быстро убрать кончик от дна колбы и положить пипетку на подставку или в колбу с раствором. В носике пипетки остается

незначительное количество раствора, которое было учтено при ее калибровке (мертвый объем).

9. Бюретку на 25 мл промыть дистиллированной водой и ополоснуть 2 раза новыми порциями приготовленного раствора HCl , сливая затем его в стакан. Заполнить бюретку раствором HCl , удалив из ее носика воздух, и выставить положение мениска на нуль. Перед титрованием проверить, чтобы в носике бюретки не было пузырьков воздуха.

10. В каждую колбу добавить по 1–2 капли индикатора метилового оранжевого. Оттитровать раствор буры в 1-й колбе рабочим раствором HCl до перехода окраски индикатора от одной капли титранта с желтой на оранжевую. Сопоставьте полученную окраску с окраской раствора сравнения, при необходимости добавьте еще одну каплю титранта.

11. Определить израсходованный объем HCl в этой точке с точностью до 0,05 мл. Повторить титрование раствора буры до получения трёх сходящихся результатов.

12. По результатам титрования рассчитать среднее значение объема HCl [$V_{cp}(HCl)$], пошедшее на титрование аликвоты и вычислить концентрацию рабочего раствора HCl по закону эквивалентов:

$$V_a(буры) \cdot C_n(буры) = V_{cp}(\tilde{m} \text{ тл}) \cdot C_n(\tilde{m} \text{ тл}), \quad (7.1)$$

где $V_a(буры)$ – объем аликвоты титруемого раствора (буры), мл;

$C_{экв}(буры)$ – молярная концентрация эквивалента титруемого раствора (буры), моль экв/л ; $V_{cp}(\tilde{m} \text{ тл})$ – средний объем титранта (HCl), мл;

$C_{экв}(\tilde{m} \text{ тл})$ – молярная концентрация эквивалента раствора титранта (HCl), моль экв/л .

Запись данных опыта. Отчет оформить на новом листе, где привести все расчеты в общем и численном виде, а результаты занести в таблицу 7.1.

Таблица 7.1 – Стандартизация раствора HCl по буре

Концентрация раствора буры, $C_{э\kappa\text{в}}$, $\text{моль экв} / \text{л}$	Объем аликвоты V_a (бура), мл	Объем раствора HCl , мл				Концентрация раствора HCl , $C_{э\kappa\text{в}}$, $\text{моль экв} / \text{л}$
		V_1	V_2	V_3	V_{cp}	

8 Содержание отчета и его форма

Каждый студент должен иметь лабораторный журнал, который является документом, отражающим всю его работу.

Все наблюдения и выводы по экспериментальной работе, сделанной в лаборатории, студент заносит в лабораторный журнал непосредственно после ее выполнения.

Рекомендуется следующая схема записи:

8. Дата.
9. Номер и название лабораторной работы.
10. Цель работы.
11. Название и описание хода опытов.
12. Наблюдения.
13. Уравнения химических реакций.
14. Выводы и расчеты (формулы, таблицы, графики).

9 Вопросы для защиты работы

15. Как устроена пипетка Мора? К какому виду посуды она относится? Какие еще виды пипеток применяют для отбора пробы?
16. Как правильно работать с пипеткой Мора?
17. Что такое аликвота? Для чего необходимо знать ее точный объем?
18. Перечислите основные виды титрования и приведите формулу закона эквивалентов для каждого из них. В каком случае их применяют?

19. Что понимают под: а) точкой эквивалентности; б) концом титрования; в) скачком кривой титрования?
20. Перечислите основные способы фиксации Т.Э. В чем их достоинства и недостатки?
21. Дайте определение индикатора. Какими свойствами он должен обладать?
22. Какой вид индикаторов применяют в протолитометрии и каким свойством они обладают?
23. Что такое стандартизация? С какой целью необходимо проводить эту операцию?
24. Укажите интервал перехода и цвет индикатора метилового оранжевого в каждом интервале.
25. Какой цвет будет иметь индикатор метиловый оранжевый в растворах HCl , $Na_2C_2O_4$, $NaCl$, KOH , NH_4OH ?
26. Какие растворы называют титрантом и титруемым? Как определяют их объемы?
27. Рассчитайте значения $T(HCl/N_2CO_3)$ и $T(HCl)$ для $0,25 \text{ моль экв / л}$ раствора HCl .
28. Рассчитайте $C_{\text{экв}}(H_2SO_4)$ для раствора серной кислоты с $T \bullet 0,0242 \text{ г / см}^3$.

ПРАКТИЧЕСКАЯ РАБОТА 7

СТАНДАРТИЗАЦИЯ РАБОЧЕГО РАСТВОРА NaOH

4 Цель и содержание

Научиться проводить стандартизацию растворов щелочей методом пипетирования по вторичному стандарту.

5 Теоретическое обоснование

Стандартизация раствора $NaOH$ выполняется методом пипетирования по вторичному стандарту (HCl). При стандартизации щелочей, чтобы уменьшить контакт стандартизируемого раствора с воздухом, используют реверсивное титрование. Стандартизируемый раствор щелочи помещают в бюретку, снабженную затвором с натронной известью (аскарит), а в колбы для титрования отбирают аликвоты титруемого раствора стандарта с известной концентрацией или же помещают навеску сухого вещества, взятую на аналитических весах с точностью до 4-го знака (метод точных навесок).

Учитывая, что в точке эквивалентности образуется не гидролизующаяся соль, интервал перехода индикатора (pT) должен быть как можно ближе к линии нейтральности. Этим целям удовлетворяют метиловый

оранжевый (pT ● и метиловый красный (pT $\approx$ 6,8). Учитывая, что 3,75)

метиловый оранжевый срабатывает еще в кислой среде (pT $\approx$ 3,3 - 3,4),

титрование $NaOH$ необходимо закончить в конце интервала перехода (при pT $\approx$ 4,4 - 4,6). Этого достигают, принимая за конец титрования смену

окраски метилоранжа с оранжевой на желтую от одной капли титранта. Так как этот переход более четкий, чем розовый в оранжевый, то нет необходимости использовать раствор сравнения.

6 Приборы и реактивы

Бюретка на 25 мл, химический стакан на 50 или 100 мл, пипетка Мора на 10 мл, колбы для титрования на 200 или 250 мл – 3 шт., мерный цилиндр на 25 мл.

Жидкие реактивы: стандартизированные растворы $NaOH$ и HCl (индивидуальные), раствор индикатора метилового оранжевого (0,1%).

4 Указания по технике безопасности

Смотрите на стр. 6 (лабораторная работа 5).

4. Методика и порядок выполнения работы

4. Чистую пипетку Мора на 10 мл промыть титрованным раствором HCl и отобрать три аликвотные части в колбы для титрования. Добавить в каждую колбу по 1–2 капли индикатора метилового оранжевого и 20–25 мл дистиллированной воды, раствор перемешать. Отметьте цвет индикатора.

5. Бюретку промыть 2 раза раствором $NaOH$, сливая его в стакан. Удалить из носика воздух и выполнить титрование HCl до смены окраски индикатора метилоранжа с оранжевой на желтую от одной капли титранта.

6. Оттитровать аликвоты HCl рабочим раствором $NaOH$ до получения трёх сходящихся результатов, которые занести в таблицу 8.1. Объем раствора гидроксида натрия, пошедший на титрование, определяют в момент изменения окраски индикатора от одной капли титранта с оранжевой на желтую.

Запись данных опыта. По результатам титрования определить значение $V_{cp}(NaOH)$ и по формуле (7.1) вычислить нормальность рабочего раствора $NaOH$. Отчет оформить на новом листе, где привести все расчеты в общем и численном видах, а результаты занести в таблицу 8.1.

Таблица 8.1 – Стандартизация раствора $NaOH$ по HCl

Концентрация раствора HCl , $C_{экв}$, моль экв / л	Объем аликвоты $V_a(HCl)$, мл	Объем раствора $NaOH$, мл				Концентрация раствора $NaOH$, $C_{экв}$, моль экв / л
		V_1	V_2	V_3	V_{cp}	

9 Содержание отчета и его форма

Каждый студент должен иметь лабораторный журнал, который является документом, отражающим всю его работу.

Все наблюдения и выводы по экспериментальной работе, проделанной в лаборатории, студент заносит в лабораторный журнал непосредственно после ее выполнения.

Рекомендуется следующая схема записи:

8. Дата.
9. Номер и название лабораторной работы.
10. Цель работы.
11. Название и описание хода опытов.
12. Наблюдения.
13. Уравнения химических реакций.
14. Выводы и расчеты (формулы, таблицы, графики).

10 Вопросы для защиты работы

13. Что понимают под протолитометрией? Какие вещества и системы можно анализировать, используя метод кислотно-основного титрования.

14. Перечислите основные виды ошибок в протолитометрии и причины их возникновения.

15. В чем особенность приготовления и стандартизации растворов щелочей, какие факторы влияют на качество этих растворов.

16. Расчет концентрации и массы вещества по результатам титрования.

17. Дайте определение титриметрического метода анализа, его достоинства и недостатки.
18. Укажите причину изменения окраски индикаторов в протолитометрии.
19. Что понимают под интервалом перехода индикатора и как его рассчитывают в методе нейтрализации? Что такое pT индикатора?
20. Почему при стандартизации щелочей используют реверсивный способ титрования? Дайте его определение. Какое свойство кривых титрования позволяет его применять?
21. Чему равно теоретическое значение pH при титровании HCl раствором $NaOH$? Ответ обоснуйте.
22. Укажите вид ошибки титрования при стандартизации реверсивным способом раствора $NaOH$ по HCl с использованием индикаторов метилового оранжевого и метилового красного. Ответ обосновать.
23. Перечислите факторы, влияющие на точность оценки перехода индикатора. Какие системы сложно или невозможно титровать визуальным способом?
24. Что понимают под визуальным безиндикаторным способом титрования? Какими свойствами должны обладать титрант и титруемый раствор?

ПРАКТИЧЕСКАЯ РАБОТА 8

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОРГАНИЧЕСКОЙ КИСЛОТЫ В РАСТВОРЕ СПОСОБОМ ПРЯМОГО ТИТРОВАНИЯ

3 Цель и содержание

Освоить методику подготовки и отбора пробы для титриметрического анализа, научиться выполнять расчеты по определению содержания индивидуальных веществ смеси по результатам прямого титрования.

4 Теоретическое обоснование

Метод кислотно-основного титрования применяют для определения содержания как сильных, так и слабых электролитов, например, органических кислот, гидроксида аммония и их солей. Величина скачка и положение точки эквивалентности (ТЭ) определяется типом титруемой системы, поэтому при выборе способа фиксации ТЭ необходимо учитывать силу электролита и его концентрацию.

В системе «сильное-сильное» величина скачка максимальна, а ТЭ совпадает с линией нейтральности. При титровании слабых электролитов рН до ТЭ меняется незначительно из-за буферного действия системы, которое ослабевает вблизи скачка. ТЭ таких систем всегда смещена от линии нейтральности вследствие гидролиза продуктов реакции и расположена либо в слабокислой (рН 1,5-6), либо в слабощелочной (рН $11 \sim 10$) среде. Эти факторы должны учитываться при выборе индикатора, способа фиксации ТЭ и способа титрования.

Протолитометрию применяют и для титрования смеси веществ без их предварительного разделения. Такие системы можно титровать двумя способами.

Способ 1. Для определения состава раствора, содержащего смесь определяемых компонентов, необходимо выполнение ряда условий:

- 1) Определяемые компоненты и продукты их реакции с титрантом не должны вступать во взаимодействие между собой.
- 2) Хотя бы одна из точек должна принадлежать титрованию *только одного компонента*.
- 3) Число точек эквивалентности должно соответствовать количеству титруемых компонентов раствора и эти точки не должны быть близко расположены на кривой титрования (т. е. значимо различаться по pH).

Определение смеси компонентов проводится в этих условиях из одной аликвоты, при этом в ходе титрования должно происходить обесцвечивание первого из индикаторов (например, фенолфталеина).

Способ 2. Титрование смеси сильной и слабой кислоты выполняют в два приема из отдельных аликвот. В этом случае в раствор добавляется только один индикатор. Сначала титруют сразу оба вещества и определяют суммарный объем титранта. При втором титровании в раствор вводят буфер или маскирующий реагент, то есть титруется теперь только один компонент. По разности объемов рассчитывают расход титранта по каждому веществу и определяют их содержание в пробе.

3 Приборы и реактивы

Бюретка на 25 мл, пипетки Мора на 20 или 25 мл, колбы для титрования на 200 или 250 мл – 3 шт., химический стакан на 50 или 100 мл, мерные колбы на 200 или 250 мл, капельница с дистиллированной водой.

Жидкие реактивы: контрольный раствор CH_3COOH , стандартизированный раствор $NaOH$, индикатор - фенолфталеин (0,1%).

6 Указания по технике безопасности

Смотрите на стр. 6 (лабораторная работа 5).

7 Методика и порядок выполнения работы

6. В чистую мерную колбу на 200 или 250 мл получите у лаборанта аликвотную часть контрольного раствора уксусной кислоты. Дистиллированной водой доведите объем раствора пробы до риски, добавляя последние порции воды по каплям. Раствор тщательно перемешать.

7. Пипетку Мора на 20 или 25 мл промыть дистиллированной водой и 2-3 раза ополоснуть раствором уксусной кислоты. Отобрать в три колбы для титрования аликвотные объемы контрольного раствора и добавить в каждую колбу по 4-6 капель индикатора фенолфталеина. В кислой среде изменения окраски индикатора не происходит.

8. Бюретку на 25 мл промыть дистиллированной водой и 2-3 раза промыть стандартизированным рабочим раствором $NaOH$, сливая раствор в стаканчик. Стаканчик также ополоснуть раствором $NaOH$.

9. Заполнить бюретку раствором гидроксида натрия чуть выше нулевой отметки, удалить воздух из носика и выставить положение нуля.

10. Оттитровать колбу с аликвотой контрольного раствора до появления едва заметного розового окрашивания, которое не должно исчезать в течении

30-50 секунд. Запишите полученное значение объема титранта в таблицу 9.1.

Чтобы убедиться, что раствор оттитрован правильно, запишите значение объема $NaOH$, а затем добавьте в титруемый раствор еще одну каплю титранта. Раствор приобретет длительно не исчезающую интенсивную розовато-малиновую окраску.

6. Вновь заполните бюретку до нулевой отметки и оттитруйте оставшиеся колбы до получения не менее трёх сходящихся результатов.

Запись данных опыта. Запишите все, протекающие в растворе реакции. По результатам титрования вычислите концентрацию и массу уксусной кислоты в контрольном образце, используя формулы (5.1) и (6.2). Проверьте правильность полученного результата у лаборанта или

преподавателя. Вычислите титр HCl по CH_3COOH . Отчет оформить на новом листе, где необходимо привести все расчеты в общем и численном виде, а результаты занести в таблицу 9.1.

Таблица 9.1 – Определение содержания уксусной кислоты в контрольном образце

Объем колбы $V_k, \text{мл}$	Объем аликвоты CH_3COOH $V_a, \text{мл}$	Концентрация $NaOH$, $C_{\text{экв}}$, моль экв / л	Объем титранта $NaOH$, мл				Концентрация раствора CH_3COOH $C_{\text{экв}}$, моль экв / л	Масса CH_3COOH в пробе $m, \text{г}$	Титр $T(HCl/CH_3COOH)$
			V_1	V_2	V_3	$V_{\text{ср}}$			

8 Содержание отчета и его форма

Каждый студент должен иметь лабораторный журнал, который является документом, отражающим всю его работу.

Все наблюдения и выводы по экспериментальной работе, проделанной в лаборатории, студент заносит в лабораторный журнал непосредственно после ее выполнения.

Рекомендуется следующая схема записи:

8. Дата.
9. Номер и название лабораторной работы.
10. Цель работы.
11. Название и описание хода опытов.
12. Наблюдения.
13. Уравнения химических реакций.
14. Выводы и расчеты (формулы, таблицы, графики).

9 Вопросы для защиты работы

18. Какое титрование называют кислотно-основным?
19. Расшифруйте понятия «ацидиметрия» и «алкалиметрия». Для каких целей используют эти методы?
20. Дайте определение кривой титрования (КТ) в протолитометрии и укажите ее особенности.
21. Какие факторы влияют на величину скачка титрования и положение точки эквивалентности?
22. Перечислите особенности КТ при титровании слабых электролитов. В чем причина такого хода кривой? Ответ обоснуйте.
23. Каковы особенности КТ многоосновных кислот и их солей? Почему большинство из них нельзя полностью оттитровать (на примере H_2SO_4 , H_3PO_4 , Na_2CO_3)?
24. Каковы условия титрования смеси веществ?
25. Какие приемы используют при титровании смеси двух солей; соли и основания; смеси двух кислот? Назвать эти приемы и показать применение на примере Na_2CO_3 $NaHCO_3$; $NaOH$ Na_2CO_3 ; HCl CH_3COOH или HCl H_2SO_4 .
26. Почему при титровании CH_3COOH окраска индикатора фенолфталеина неустойчива, о чем это говорит?
27. Каким приемом можно убедиться, что достигнута ТЭ при титровании CH_3COOH ? Объясните, исходя из свойств системы, почему в этом случае окраска фенолфталеина стабилизируется и длительно не исчезает. Какой принцип лежит в основе наблюдаемого явления?
28. Кривая титрования в протолитометрии: ее особенности, характерные области.
29. Факторы, влияющие на положение точки эквивалентности и величину скачка кривой титрования. Приведите вид кривых титрования сильных и слабых электролитов.

30. Буферные растворы и их классификация. Буферная емкость.

31. Применение буферных растворов в анализе. Расчет pH буферных систем. Влияние буферов на ход кривых титрования в протолитометрии.

32. К 25 см^3 муравьиной кислоты с $T(\text{HCOOH}) = 0,0032 \text{ г/мл}$ добавили 15 мл $0,2 \text{ моль/л}$ раствора HCOONa . Назовите вид полученного раствора и рассчитайте значение pH исходных растворов и полученного при их сливании.

33. Титруют 25 мл уксусной кислоты с концентрацией $0,08 \text{ моль экв/л}$ раствором NaOH с титром $3,4 \cdot 10^3 \text{ г/мл}$. Определить значение pH а) в точке эквивалентности; б) при расходе титранта 15 мл ; в) при расходе титранта 28 мл .

34. Вычислите массу CH_3COOH в пробе, которую растворили в мерной колбе на 250 мл , если аликвоту этого раствора объемом 20 мл оттитровали 18 мл раствора HCl с титром $3,64 \cdot 10^3 \text{ г/мл}$.

Таблица А.1 – Плотности и концентрации растворов хлороводородной кислоты HCl

Плотность при 20 [○] C ρ , г / см ³	Концентрация HCl Φ , г / 100г раствора (% масс.)	Плотность при 20 [○] C ρ , г / см ³	Концентрация HCl Φ , г / 100г раствора (% масс.)
1,000	0,3600	1,105	21,36
1,005	1,360	1,110	22,33
1,010	2,364	1,115	23,29
1,015	3,374	1,120	24,25
1,020	4,388	1,125	25,22
1,025	5,408	1,130	26,20
1,030	6,433	1,135	27,18
1,035	7,464	1,140	28,18
1,040	8,490	1,145	29,17
1,045	9,510	1,150	30,14
1,050	10,52	1,155	31,14
1,055	11,52	1,160	32,14
1,060	12,51	1,165	33,16
1,065	13,50	1,170	34,18
1,070	14,49	1,175	35,20
1,075	15,48	1,180	36,23
1,080	16,47	1,185	37,27
1,085	17,45	1,190	38,32
1,090	18,43	1,195	39,37
1,095	19,41	1,198	40,00
1,100	20,39		

Таблица А.2 – Плотности и концентрации растворов гидроксида натрия (едкого натра) NaOH

Плотность при 20° С ρ , г / см ³	Концентрация NaOH ω , г / 100г раствора (% масс.)	Плотность при 20° С ρ , г / см ³	Концентрация NaOH ω , г / 100г раствора (% масс.)
1,000	1,059	1,270	24,645
1,005	0,602	1,275	25,10
1,010	1,045	1,280	25,56
1,015	1,49	1,285	26,02
1,020	1,94	1,290	26,48
1,025	2,39	1,295	26,94
1,030	2,84	1,300	27,41
1,035	3,29	1,305	27,87
1,040	3,745	1,310	28,33
1,045	4,20	1,315	28,80
1,050	4,655	1,320	29,26
1,055	5,11	1,325	29,73
1,060	5,56	1,330	30,20
1,065	6,02	1,335	30,67
1,070	6,47	1,340	31,14
1,075	6,93	1,345	31,62
1,080	7,38	1,350	32,10
1,085	7,83	1,355	32,58
1,090	8,28	1,360	33,06
1,095	8,74	1,365	33,54
1,100	9,19	1,370	34,03
1,105	9,645	1,375	34,52
1,110	10,10	1,380	35,01
1,115	10,555	1,385	35,505
1,120	11,01	1,390	36,00
1,125	11,46	1,395	36,495
1,130	11,92	1,400	36,99
1,135	12,37	1,405	37,49
1,140	12,83	1,410	37,99
1,145	13,28	1,415	38,49
1,150	13,73	1,420	38,99
1,155	14,18	1,425	39,495
1,160	14,64	1,430	40,00

Плотность при 20° С $\rho, \text{г/см}^3$	Концентрация <i>NaOH</i> $\varnothing, \text{г/100г}$ раствора (% масс.)	Плотность при 20° С $\rho, \text{г/см}^3$	Концентрация <i>NaOH</i> $\varnothing, \text{г/100г}$ раствора (% масс.)
1,165	15,09	1,435	40,515
1,170	15,54	1,440	41,03
1,175	15,99	1,445	41,55
1,180	16,44	1,450	42,07
1,185	16,89	1,455	42,59
1,190	17,345	1,460	43,12
1,195	17,80	1,465	43,64
1,200	18,255	1,470	44,17
1,205	18,71	1,475	44,695
1,210	19,16	1,480	45,22
1,215	19,62	1,485	45,75
1,220	20,07	1,490	46,27
1,225	20,53	1,495	46,80
1,230	20,98	1,500	47,33
1,235	21,44	1,505	47,85
1,240	21,90	1,510	48,38
1,245	22,36	1,515	48,905
1,250	22,82	1,520	49,44
1,255	23,275	1,525	49,97
1,260	23,73	1,530	50,50
1,265	24,19		

ПРАКТИЧЕСКАЯ РАБОТА 9

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ИОНОВ МЕТАЛЛОВ В РАСТВОРЕ ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

4 Цель и содержание

Изучить основы метода ФЭК, принцип работы и методику измерений оптической плотности растворов с помощью фотоэлектроколориметра. Освоить методику построения градуировочного графика и определения по нему содержания вещества в пробе.

5 Теоретическое обоснование

Фотоколориметрия относится к оптическим методам анализа. В основе расчетов лежит закон Бугера-Ламберта-Бера:

$$A = \epsilon \cdot C \cdot l,$$

где A оптическая плотность, ϵ молярный коэффициент светопоглощения при данной длине волны λ монохроматического излучения, C молярная концентрация раствора, моль/л, l толщина поглощающего слоя в сантиметрах.

Растворы для фотометрирования должны отвечать следующим условиям: иметь интенсивную окраску, быть разбавленными и прозрачными, чтобы исключить рассеяние света; устойчивыми (не расслаиваться), в них не должно протекать фотохимических и других реакций, влияющих на ход анализа.

Аналитическую длину волны ($\lambda_{\text{ан}}$) выбирают путем фотометрирования

одного и того же раствора при разных светофильтрах. Оптимальное значение $\lambda_{\text{ан}}$ соответствует наибольшему светопоглощению анализируемого раствора, при этом цвет светофильтра должен дополнять окраску анализируемого

раствора до белой (принцип дополнительности). При правильном подборе условий анализа градуировочный график представляет собой прямую линию в координатах $\tilde{A} \sim C$, где C – молярная концентрация раствора. Вместо концентрации C по оси абсцисс можно откладывать значение объема аликвоты (V) стандартного раствора или же массы вещества в нем. Вид графика при этом должен сохраняться.

Толщину слоя анализируемого раствора при фотометрировании можно варьировать от 0,2 до 5 см. Оптимальным считается такое значение l , при котором диапазон изменения оптической плотности соответствует интервалу $0,1 \leq A \leq 0,8$; при этом относительная погрешность измерений минимальна и составляет 0,5–1,0%. Наиболее часто используются кюветы с толщиной слоя 1 см.

Определение ионов меди (II) основано на образовании ими комплексного соединения с аммиаком-тетрааммиаката меди с интенсивно голубой окраской по реакции:



Этот метод применим для определения содержания меди в сплавах, лаках, электролитах и объектах окружающей среды.

6 Приборы и реактивы

ФЭК-56М с 3 кюветами толщиной 10 мм; мерные колбы на 25 мл – 6 шт.; градуированная пипетка на 10 мл; мерный цилиндр на 10 мл; фильтровальная бумага; матерчатые салфетки.

Жидкие реактивы: стандартный раствор $CuSO_4$ с концентрацией $T = 6,5 \text{ мг / см}^3$; раствор (NH_4OH) с $\omega = 12,5\%$; дистиллированная аммиака вода.

6 Указания по технике безопасности

Смотрите на стр. 13 (лабораторная работа 18).

7 Методика и порядок выполнения работы

5. Подготовка прибора

Для определения содержания ионов меди (II) в растворе используется фотоэлектроколориметр $\Phi\tilde{Э}К\ 56M$, устройство которого представлено на рис. 19.1.

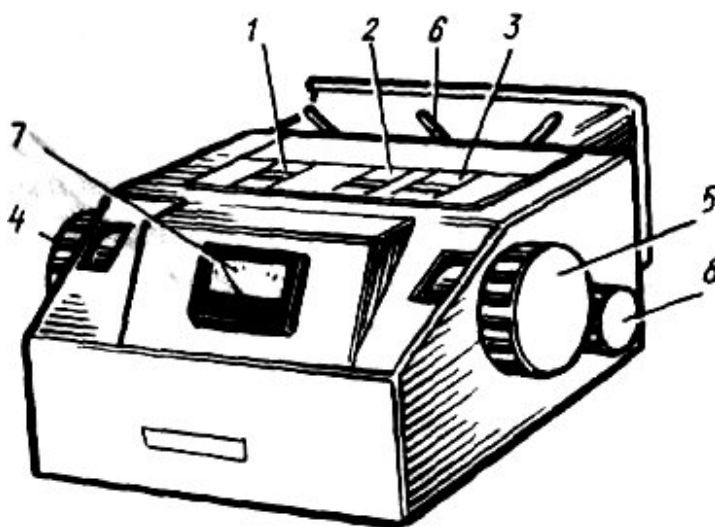


Рисунок 19.1 – Общий вид фотоэлектроколориметра-нефелометра $\Phi\tilde{Э}К\ 56M$:

1, 2 и 3 – кюветодержатели; 4 – левый отчетный барабан; 5 – правый отчетный барабан; 6 – рукоятка переключения шторки; 7 – микроамперметр; 8 – рукоятка перемещения кювет

Прибор перед измерениями должен быть прогрет не менее 10–15 минут для стабилизации работы лампы. Рукояткой устанавливают необходимый светофильтр № 8 (● 610–620 нм).

Параллельно с прогревом прибора готовят серию стандартных растворов и пробу анализируемого вещества.

6. Приготовление серии стандартных растворов

Приготовьте серию стандартных растворов, для чего в мерные колбы (№ 1-5) на 25 мл отмерить по 5 мл воды и последовательно пипеткой внести: 4; 5; 6; 8 и 10 мл стандартного раствора $CuSO_4$ соответственно. С помощью мерного цилиндра на 10 мл или пробирки добавьте по 5 мл аммиака и доведите объем раствора в каждой колбе дистиллированной водой до метки, добавляя последние порции воды по каплям. Раствор тщательно перемешайте.

7. Построение градуировочного графика

Измерьте оптическую плотность стандартных растворов $CuSO_4$, используя в качестве раствора сравнения дистиллированную воду. Измерения начните с раствора наименьшей концентрации (№ 1), а затем последовательно фотометрируйте остальные.

Кюветы необходимо тщательно промыть дистиллированной водой и удалить с поверхности все капли фильтровальной бумагой или салфеткой, измерительную кювету промыть дополнительно 2-3 раза фотометрируемым раствором. При замене пробы кювету следует ополоснуть 2-3 раза **новым раствором**.

***Внимание!** Кюветы можно держать пальцами только за боковые стенки во избежание загрязнения рабочих поверхностей жировой пленкой.*

В кюветодержатели 1 и 2 помещают кюветы с растворителем (рис. 19.1), а кювету с испытуемым раствором – в кюветодержатель 3. При этом кюветы 2 и 3 должны находиться в крайнем левом положении.

Закрыв шторку кюветной камеры, устанавливают показания левого 4 и правого 5 барабанов на «0» по красной шкале. При помощи рукоятки «нуль» устанавливают стрелку микроамперметра на «0».

Рукояткой 6 открывают шторку и отклонившуюся стрелку микроамперметра 7 устанавливают на «0» при помощи левого барабана.

Закрывают шторку и рукояткой перемещения кювет 8 переводят кюветы 2 и 3 в крайнее правое положение.

Снова рукояткой 6 открывают шторку. Стрелку микроамперметра устанавливают на «0» с помощью правого барабана и закрывают шторку.

Отсчитывают значение абсорбционности по красной шкале правого барабана. По черной шкале правого барабана можно сделать отсчет коэффициента светопропускания.

Внимание! При замене испытуемого раствора, прежде чем открыть крышку кюветного отсека, убедитесь в том, что шторка закрыта.

Запись данных опыта. Постройте график зависимости оптической плотности A от объема аликвоты раствора V .

Результаты измерений и расчеты занесите в отчет и таблицу 19.1.

Таблица 19.1 – Данные для построения градуировочного графика

№ колбы	Объем аликвоты стандартного раствора меди, $V, \text{см}^3$	Оптическая плотность растворов, A	масса ионов Cu^{2+} в растворе $m, \text{мкг}$
1			
2			
3			
4			
5			
6*			

8. Определение содержания ионов меди в контрольном образце

3.3. Получите у лаборанта в мерную колбу на 25 см^3 (№ 6), содержащую 5 см^3 дистиллированной воды аликвоту контрольного раствора меди, и подготовьте ее к фотометрированию как описано в пункте 2.

* Колба №6 содержит пробу контрольного раствора, данные для которого получают с помощью градуировочного графика.

3.4. Определите значение оптической плотности контрольного раствора с помощью *ФЭК 56М* и занесите его в табл. 19.1. По градуировочному графику найдите объем аликвоты.

Запись данных опыта. Рассчитайте массу ионов меди в контрольном растворе при концентрации Cu^{2+} $6,5 \text{ мг/см}^3$. Точность полученного результата проверьте у лаборанта или преподавателя.

8 Содержание отчета и его форма

Каждый студент должен иметь лабораторный журнал, который является документом, отражающим всю его работу.

Все наблюдения и выводы по экспериментальной работе, проделанной в лаборатории, студент заносит в лабораторный журнал непосредственно после ее выполнения в виде отчета.

Рекомендуется следующая схема записи:

8. Дата.
9. Номер и название лабораторной работы.
10. Цель работы.
11. Название и описание хода опытов.
12. Наблюдения.
13. Уравнения химических реакций.
14. Выводы и расчеты (формулы, таблицы, графики).

9 Вопросы для защиты работы

18. Классификация спектральных и оптических методов анализа.
Чувствительность методов, определяемые вещества.
19. Понятие спектра вещества, виды спектров.
20. Виды взаимодействия электромагнитного излучения с веществом.

21. Основные оптические характеристики веществ (интенсивность светового потока, относительное пропускание или поглощение света, молярный коэффициент светопоглощения, оптическая плотность) и их суть.
22. Основной закон светопоглощения и условия его применения. Свойства оптической плотности.
23. Чувствительность и точность фотоколориметрических определений. Выбор оптимальных условий фотометрирования.
24. Основные стадии фотометрического анализа.
25. Требования, предъявляемые к фотометрируемым веществам.
26. Холостая проба (раствор), методика его приготовления и назначение.
27. Основные методы определений содержания вещества (метод градуировочных графиков, метод добавок, метод сравнения и др.).
28. Устройство и принципиальная схема фотоэлектроколориметра $\PhiЭК\ 56М$.
29. Светофильтры (определение, назначение, правило подбора по спектрам пропускания и цвету раствора).
30. Способы регистрации оптической плотности. Фотоэлемент, его устройство и принцип работы.
31. Молярный коэффициент светопоглощения (ϵ), его физический и графический смысл. Факторы, влияющие на величину ϵ (длина волны проходящего света, концентрация раствора, температура среды).
32. Условия фотометрирования растворов, содержащих несколько компонентов без их предварительного разделения.
33. Приведите примеры использования в фотометрическом анализе для получения окрашенных соединений таких химических реакций, как комплексообразование, ОВР, реакций осаждения, реакций образования или разрушения органических соединений.
34. Будет ли сохраняться линейной зависимость A от C , если:
а) состав анализируемого раствора при разбавлении не изменяется; б) при разбавлении раствора протекает гидролиз определяемого вещества; в) при

разбавлении раствора изменяется степень диссоциации определяемого вещества; г) разбавление раствора приводит к изменению кислотности среды за счет смещения равновесия в растворе; д) при разбавлении показатель преломления раствора существенно изменяется.

СПИСОК РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1 Основная литература:

1. Харитонов, Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика : учебник для вузов : В 2 кн. / Ю. Я. Харитонов, Кн. 2, Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. - Изд. 3-е, испр. - М. : Высшая школа, 2005. - 560 с.
2. Мовчан И. Н. , Горбунова Т. С. , Евгеньева И. И. , Романова Р. Г. Аналитическая химия : физико-химические и физические методы анализа: учебное пособие Казань: Издательство КНИТУ, 2013, 236с.
3. Ткаченко С.В. Аналитическая химия. Химические методы анализа: учебное пособие/ Ткаченко С.В., Соколова С.А.— Электрон. текстовые данные.— Воронеж: Воронежский Государственный Аграрный Университет им. Императора Петра Первого, 2015. — 189 с._

2 Дополнительная литература:

1. Фарус О. А. , Якушева Г. И. Физические и физико-химические методы анализа : лабораторный практикум: учебно-методическое пособие М., Берлин: Директ-Медиа, 2015, 78 с.

3 Интернет-ресурсы:

www.biblioclub.ru – ЭБС «Университетская библиотека ОНЛАЙН», электронная библиотека, обеспечивающая доступ к наиболее востребованным материалам учебной и научной литературы по всем отраслям знаний от ведущих российских издательств

www.elibrary.ru – научная электронная библиотека

www.iprbookshop.ru – ЭБС «IPRbooks», мультидисциплинарная полнотекстовая база электронных изданий

<http://www.koob.ru> – электронная библиотека.

<http://studentam.net> – электронная библиотека учебников.

Лекционные материалы по категории - Химия на сайте Студопедия [http://studopedia.net/Informatika/Степанов А.Н. Информатика: учебник для вузов. – 4-е изд. – СПб.: Питер, 2016. – 684 с. – Доступно: <http://physics-for-students.ru/bookpc/informatika/stepanov.rar>](http://studopedia.net/Informatika/Степанов А.Н. Информатика: учебник для вузов. – 4-е изд. – СПб.: Питер, 2016. – 684 с. – Доступно: http://physics-for-students.ru/bookpc/informatika/stepanov.rar)

4 Перечень информационных технологий, используемых при осуществлении образовательного процесса по дисциплине, включая перечень программного обеспечения и информационных справочных систем

Информационные справочные системы:

– Консультант плюс

Программное обеспечение

1. Операционная система: Microsoft Windows 8, Microsoft Windows 10.
2. Базовый пакет программ Microsoft Office (Word, Excel, PowerPoint).

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего образования
«СЕВЕРО-КАВКАЗСКИЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Методические указания
по организации самостоятельной работы обучающихся
по дисциплине «**АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ
АНАЛИЗА**»
для студентов направления подготовки
19.03.03 Продукты питания животного происхождения
Направленность (профиль) «Биоинженерия и технологии»

Ставрополь, 2026 г.

Общие положения

Самостоятельная работа - планируемая учебная, учебно-исследовательская, научно-исследовательская работа студентов, выполняемая во внеаудиторное (аудиторное) время по заданию и при методическом руководстве преподавателя, но без его непосредственного участия (при частичном непосредственном участии преподавателя, оставляющем ведущую роль за работой студентов).

Самостоятельная работа студентов (СРС) в ВУЗе является важным видом учебной и научной деятельности студента. Самостоятельная работа студентов играет значительную роль в рейтинговой технологии обучения.

К основным видам самостоятельной работы студентов относятся:

- формирование и усвоение содержания конспекта лекций на базе рекомендованной лектором учебной литературы, включая информационные образовательные ресурсы (электронные учебники, электронные библиотеки и др.);
- написание докладов;
- подготовка к семинарам, практическим и лабораторным работам, их оформление;
- составление аннотированного списка статей из соответствующих журналов по отраслям знаний (педагогических, психологических, методических и др.);
- выполнение учебно-исследовательских работ, проектная деятельность;
- подготовка практических разработок и рекомендаций по решению проблемной ситуации;
- выполнение домашних заданий в виде решения отдельных задач, проведения типовых расчетов, расчетно-компьютерных и индивидуальных работ по отдельным разделам содержания дисциплин и т.д.;
- компьютерный текущий самоконтроль и контроль успеваемости на базе электронных обучающих и аттестующих тестов;
- выполнение курсовых работ (проектов) в рамках дисциплин;
- выполнение выпускной квалификационной работы и др.

Методика организации самостоятельной работы студентов зависит от структуры, характера и особенностей изучаемой дисциплины, объема часов на ее изучение, вида заданий для самостоятельной работы студентов, индивидуальных качеств студентов и условий учебной деятельности.

Процесс организации самостоятельной работы студентов включает в себя следующие этапы:

- подготовительный (определение целей, составление программы, подготовка методического обеспечения, подготовка оборудования);
- основной (реализация программы, использование приемов поиска информации, усвоения, переработки, применения, передачи знаний, фиксирование результатов, самоорганизация процесса работы);
- заключительный (оценка значимости и анализ результатов, их систематизация, оценка эффективности программы и приемов работы, выводы о направлениях оптимизации труда).

Самостоятельная работа по дисциплине «Аналитическая химия и физико-химические методы анализа» направлена на формирование следующих **компетенций**:

Код, формулировка компетенции	Код, формулировка индикатора	Планируемые результаты обучения по дисциплине, характеризующие этапы формирования компетенций, индикаторов
ОПК-2. Способен применять основные законы и методы исследований естественных наук для решения задач профессиональной деятельности	ИД-1 ОПК-2. Применяет законы и методы научного исследования для решения задач профессиональной деятельности	Применяет законы и методы научного исследования для решения задач профессиональной деятельности

1. Цель и задачи самостоятельной работы

Ведущая цель организации и осуществления СРС совпадает с целью обучения студента – формирование набора общенаучных, профессиональных и специальных компетенций будущего бакалавра по направлению подготовки «Продукты питания животного происхождения».

При организации СРС важным и необходимым условием становятся формирование умения самостоятельной работы для приобретения знаний, навыков и возможности организации учебной и научной деятельности. Целью самостоятельной работы студентов является овладение фундаментальными знаниями, профессиональными умениями и навыками деятельности по профилю, опытом творческой, исследовательской деятельности. Самостоятельная работа студентов способствует развитию самостоятельности, ответственности и организованности, творческого подхода к решению проблем учебного и профессионального уровня.

Задачами СРС являются:

- систематизация и закрепление полученных теоретических знаний и практических умений студентов;
- углубление и расширение теоретических знаний;
- формирование умений использовать нормативную, правовую, справочную документацию и специальную литературу;
- развитие познавательных способностей и активности студентов: творческой инициативы, самостоятельности, ответственности и организованности;
- формирование самостоятельности мышления, способностей к саморазвитию, самосовершенствованию и самореализации;
- развитие исследовательских умений;
- использование материала, собранного и полученного в ходе самостоятельных занятий на семинарах, на практических и лабораторных занятиях, при написании курсовых и выпускной квалификационной работ, для эффективной подготовки к итоговым зачетам и экзаменам.

2. Технологическая карта самостоятельной работы бакалавра

Коды реализуемых компетенций, индикатора(ов)	Вид деятельности студентов	Средства и технологии оценки	Объем часов, в том числе		
			СРС	Контактная работа с преподавателем	Всего
3 семестр					
ОПК-2	Самостоятельное изучение источников по темам 1-9	собеседование	5,4	0,6	6,0
ОПК-2	Подготовка к лабораторной работе	собеседование	6,8	0,7	7,5
Итого за 3 семестр			12,2	1,3	13,5
Итого			12,2	1,3	13,5

3. Порядок выполнения самостоятельной работы бакалавром

4.1. Методические рекомендации по работе с учебной литературой

При работе с книгой необходимо подобрать литературу, научиться правильно ее читать, вести записи. Для подбора литературы в библиотеке используются алфавитный и систематический каталоги.

Важно помнить, что рациональные навыки работы с книгой - это всегда большая экономия времени и сил.

Правильный подбор учебников рекомендуется преподавателем, читающим лекционный курс. Необходимая литература может быть также указана в методических разработках по данному курсу.

Изучая материал по учебнику, следует переходить к следующему вопросу только после правильного уяснения предыдущего, описывая на бумаге все выкладки и вычисления (в том числе те, которые в учебнике опущены или на лекции даны для самостоятельного вывода).

При изучении любой дисциплины большую и важную роль играет самостоятельная индивидуальная работа.

Особое внимание следует обратить на определение основных понятий курса. Студент должен подробно разбирать примеры, которые поясняют такие определения, и уметь строить аналогичные примеры самостоятельно. Нужно добиваться точного представления о том, что изучаешь. Полезно составлять опорные конспекты. При изучении материала по учебнику полезно в тетради (на специально отведенных полях) дополнять конспект лекций. Там же следует отмечать вопросы, выделенные студентом для консультации с преподавателем.

Выводы, полученные в результате изучения, рекомендуется в конспекте выделять, чтобы они при перечитывании записей лучше запоминались.

Опыт показывает, что многим студентам помогает составление листа опорных сигналов, содержащего важнейшие и наиболее часто употребляемые формулы и понятия. Такой лист помогает запомнить формулы, основные положения лекции, а также может служить постоянным справочником для студента.

Чтение научного текста является частью познавательной деятельности. Ее цель – извлечение из текста необходимой информации. От того насколько осознанно читающим собственная внутренняя установка при обращении к печатному слову (найти нужные сведения, усвоить информацию полностью или частично, критически проанализировать материал и т.п.) во многом зависит эффективность осуществляемого действия.

Выделяют **четыре основные установки в чтении научного текста**:

информационно-поисковый (задача – найти, выделить искомую информацию)

усваивающая (усилия читателя направлены на то, чтобы как можно полнее осознать и запомнить как сами сведения излагаемые автором, так и всю логику его рассуждений)

аналитико-критическая (читатель стремится критически осмыслить материал, проанализировав его, определив свое отношение к нему)

творческая (создает у читателя готовность в том или ином виде – как отправной пункт для своих рассуждений, как образ для действия по аналогии и т.п. – использовать суждения автора, ход его мыслей, результат наблюдения, разработанную методику, дополнить их, подвергнуть новой проверке).

Основные виды систематизированной записи прочитанного:

Аннотирование – предельно краткое связное описание просмотренной или прочитанной книги (статьи), ее содержания, источников, характера и назначения;

Планирование – краткая логическая организация текста, раскрывающая содержание и структуру изучаемого материала;

Тезирование – лаконичное воспроизведение основных утверждений автора без привлечения фактического материала;

Цитирование – дословное выписывание из текста выдержек, извлечений, наиболее существенно отражающих ту или иную мысль автора;

Конспектирование – краткое и последовательное изложение содержания прочитанного.

Конспект – сложный способ изложения содержания книги или статьи в логической последовательности. Конспект аккумулирует в себе предыдущие виды записи, позволяет всесторонне охватить содержание книги, статьи. Поэтому умение составлять план, тезисы, делать выписки и другие записи определяет и технологию составления конспекта.

Методические рекомендации по составлению конспекта:

1. Внимательно прочитайте текст. Уточните в справочной литературе непонятные слова. При записи не забудьте вынести справочные данные на поля конспекта;

2. Выделите главное, составьте план;

3. Кратко сформулируйте основные положения текста, отметьте аргументацию автора;

4. Законспектируйте материал, четко следуя пунктам плана. При конспектировании старайтесь выразить мысль своими словами. Записи следует вести четко, ясно.

5. Грамотно записывайте цитаты. Цитируя, учитывайте лаконичность, значимость мысли.

В тексте конспекта желательно приводить не только тезисные положения, но и их доказательства. При оформлении конспекта необходимо стремиться к емкости каждого предложения. Мысли автора книги следует излагать кратко, заботясь о стиле и выразительности написанного. Число дополнительных элементов конспекта должно быть логически обоснованным, записи должны распределяться в определенной последовательности, отвечающей логической структуре произведения. Для уточнения и дополнения необходимо оставлять поля.

Овладение навыками конспектирования требует от студента целеустремленности, повседневной самостоятельной работы.

4.2. Методические рекомендации по подготовке к практическим и лабораторным занятиям

Для того чтобы практические и лабораторные занятия приносили максимальную пользу, необходимо помнить, что упражнение и решение задач проводятся по вычитанному на лекциях материалу и связаны, как правило, с детальным разбором отдельных вопросов лекционного курса. Следует подчеркнуть, что только после усвоения лекционного материала с определенной точки зрения (а именно с той, с которой он излагается на лекциях) он будет закрепляться на практических занятиях как в результате обсуждения и анализа лекционного материала, так и с помощью решения проблемных ситуаций, задач. При этих условиях студент не только хорошо усвоит материал, но и научится применять его на практике, а также получит дополнительный стимул (и это очень важно) для активной проработки лекции.

При самостоятельном решении задач нужно обосновывать каждый этап решения, исходя из теоретических положений курса. Если студент видит несколько путей решения проблемы (задачи), то

нужно сравнить их и выбрать самый рациональный. Полезно до начала вычислений составить краткий план решения проблемы (задачи). Решение проблемных задач или примеров следует излагать подробно, вычисления располагать в строгом порядке, отделяя вспомогательные вычисления от основных. Решения при необходимости нужно сопровождать комментариями, схемами, чертежами и рисунками.

Следует помнить, что решение каждой учебной задачи должно доводиться до окончательного логического ответа, которого требует условие, и по возможности с выводом. Полученный ответ следует проверить способами, вытекающими из существа данной задачи. Полезно также (если возможно) решать несколькими способами и сравнить полученные результаты. Решение задач данного типа нужно продолжать до приобретения твердых навыков в их решении.

4.3. Методические рекомендации по самопроверке знаний

После изучения определенной темы по записям в конспекте и учебнику, а также решения достаточного количества соответствующих задач на практических занятиях и самостоятельно студенту рекомендуется, провести самопроверку усвоенных знаний, ответив на контрольные вопросы по изученной теме.

В случае необходимости нужно еще раз внимательно разобраться в материале.

Иногда недостаточность усвоения того или иного вопроса выясняется только при изучении дальнейшего материала. В этом случае надо вернуться назад и повторить плохо усвоенный материал. Важный критерий усвоения теоретического материала - умение решать задачи или пройти тестирование по пройденному материалу. Однако следует помнить, что правильное решение задачи может получиться в результате применения механически заученных формул без понимания сущности теоретических положений.

4.4. Методические рекомендации по написанию контрольных работ

Работа должна содержать план с выделением его пунктов в тексте: введение (1–2 стр.), основное содержание, заключение (1–2 стр.), список использованной литературы.

Во введении необходимо обосновать актуальность темы и основные направления изложения материала. В основной части следует раскрыть содержание темы, придерживаясь предложенного плана. В заключении необходимо подвести основные итоги и сделать выводы.

На основе примерного плана и предлагаемой литературы студент вправе проявить творческий подход к анализу материала с привлечением дополнительной литературы. При изложении текста необходимо делать ссылки на источники цитат и статистических данных; нумеровать страницы, таблицы и графики; оставлять поля. На титульном листе должны быть указаны названия учебного заведения, факультета, учебной дисциплины, темы, а также курс, группа, фамилия и инициалы студента (Приложение 1). В конце работы следует указать дату ее выполнения и поставить подпись.

Задание на контрольную работу выдается студенту на 1–2 неделе семестра. Выполненная работа сдается на кафедру на 16–17 неделе на проверку. После проверки контрольная работа допускается к защите или возвращается студенту на доработку.

Контрольная работа выполняется в тетради объемом 12 листов. Она может быть также выполнена на компьютере (12–15 страниц). При этом текст должен иметь следующие параметры:

- формат бумаги А4;
- поля: верхнее до нумерации страниц – 20 мм, нижнее и левое – 30 мм, правое – 15 мм;
- межстрочное расстояние – полуторное;
- шрифт Times New Roman;
- размер шрифта 14 пунктов;
- красная строка – 1,25 см;
- формулы выравниваются по центру, их нумерация по правому краю в круглых скобках;
- рисунки нумеруются снизу (Рисунок 1 – Название), таблицы – сверху (Таблица 1 – Название);
- страницы нумеруются сверху, по центру

4.5. Методические рекомендации по подготовке к экзаменам и зачетам

Изучение многих общепрофессиональных и специальных дисциплин завершается экзаменом. Подготовка к экзамену способствует закреплению, углублению и обобщению знаний, получаемых, в процессе обучения, а также применению их к решению практических задач. Готовясь к экзамену, студент ликвидирует имеющиеся пробелы в знаниях, углубляет, систематизирует и упорядочивает свои знания. На экзамене студент демонстрирует то, что он приобрел в процессе обучения по конкретной учебной дисциплине.

Экзаменационная сессия - это серия экзаменов, установленных учебным планом. Между

экзаменами интервал 3-4 дня. Не следует думать, что 3-4 дня достаточно для успешной подготовки к экзаменам.

В эти 3-4 дня нужно систематизировать уже имеющиеся знания. На консультации перед экзаменом студентов познакомят с основными требованиями, ответят на возникшие у них вопросы. Поэтому посещение консультаций обязательно.

Требования к организации подготовки к экзаменам те же, что и при занятиях в течение семестра, но соблюдаться они должны более строго. Во-первых, очень важно соблюдение режима дня; сон не менее 8 часов в сутки, занятия заканчиваются не позднее, чем за 2-3 часа до сна. Оптимальное время занятий, особенно по математике - утренние и дневные часы. В перерывах между занятиями рекомендуются прогулки на свежем воздухе, неустойчивые занятия спортом. Во-вторых, наличие хороших собственных конспектов лекций. Даже в том случае, если была пропущена какая-либо лекция, необходимо во время ее восстановить (переписать ее на кафедре), обдумать, снять возникшие вопросы для того, чтобы запоминание материала было осознанным. В-третьих, при подготовке к экзаменам у студента должен быть хороший учебник или конспект литературы, прочитанной по указанию преподавателя в течение семестра. Здесь можно эффективно использовать листы опорных сигналов.

Вначале следует просмотреть весь материал по сдаваемой дисциплине, отметить для себя трудные вопросы. Обязательно в них разобраться. В заключение еще раз целесообразно повторить основные положения, используя при этом листы опорных сигналов.

Систематическая подготовка к занятиям в течение семестра позволит использовать время экзаменационной сессии для систематизации знаний.

Правила подготовки к зачетам и экзаменам:

- Лучше сразу сориентироваться во всем материале и обязательно расположить весь материал согласно экзаменационным вопросам (или вопросам, обсуждаемым на семинарах), эта работа может занять много времени, но все остальное – это уже технические детали (главное – это ориентировка в материале!).
- Сама подготовка связана не только с «запоминанием». Подготовка также предполагает и переосмысление материала, и даже рассмотрение альтернативных идей.
- Готовить «шпаргалки» полезно, но пользоваться ими рискованно. Главный смысл подготовки «шпаргалок» – это систематизация и оптимизация знаний по данному предмету, что само по себе прекрасно – это очень сложная и важная для студента работа, более сложная и важная, чем простое поглощение массы учебной информации. Если студент самостоятельно подготовил такие «шпаргалки», то, скорее всего, он и экзамены сдавать будет более уверенно, так как у него уже сформирована общая ориентировка в сложном материале.
- Как это ни парадоксально, но использование «шпаргалок» часто позволяет отвечающему студенту лучше демонстрировать свои познания (точнее – ориентировку в знаниях, что намного важнее знания «запомненного» и «тут же забытого» после сдачи экзамена).
- Сначала студент должен продемонстрировать, что он «усвоил» все, что требуется по программе обучения (или по программе данного преподавателя), и лишь после этого он вправе высказать иные, желательно аргументированные точки зрения.

Вопросы для экзамена

знать

1. Предмет и задачи аналитической химии. Классификация методов аналитической химии. Области применения.
2. Периодическая система Д.И. Менделеева как основа аналитической классификации ионов. Качественные реакции катионов. Групповые реагенты. Особенности осаждения катионов. Качественные реакции анионов. Классификация методов количественного анализа. Химические и физико-химические методы. Метрологические характеристики методов анализа. Методы разделения и концентрирования веществ. Метод дистилляции. Метод соосаждения. Метод экстракции. Сущность методов.
3. Гравиметрический анализ. Сущность гравиметрического анализа. Пробоподготовка, осаждение, фильтрование и прокаливание осадка. Вычисления в гравиметрическом анализе. Гравиметрический фактор.
4. Титриметрические методы анализа. Классификация титриметрических методов. Основные методы титриметрического анализа.
5. Методы кислотно-основного титрования. Требования к реакциям. Основные приемы титрования. Стандартные растворы и установочные вещества. Способы выражения концентрации растворов. Метод нейтрализации. Кривые титрования. Точка эквивалентности. Индикаторы метода и их выбор. Применение метода нейтрализации в экспертизе пищевых продуктов.
6. Методы окислительно-восстановительного титрования. Окислители и восстановители. Редокс-потенциалы. Уравнение Нернста. Перманганатометрия. Сущность метода. Йодометрия. Сущность метода. Индикаторы. Примеры практического применения методов.
7. Методы осадительного титрования. Аргентометрия. Титрование по методу осаждения. Индикаторы

метода Мора.

8. Комплексонометрическое титрование. Комплексонометрия. Буферные растворы. Определение жесткости воды. Индикаторы метода.

9. Физико-химические методы анализа. Классификация физико-химических методов анализа. Особенности и преимущества методов. Основные характеристики методов. Аналитический контроль продуктов питания.

10. Оптические методы анализа. Классификация оптических методов анализа. Эмиссионный спектральный анализ. Способы возбуждения и регистрации спектров. Качественный и количественный спектральный анализ.

11. Фотометрические методы анализа. Основной закон светопоглощения Бугера-Ламберта-Бера. Фотоэлектроколориметрия. Спектрофотометрический анализ в экспертизе пищевых продуктов.

12. Люминесцентный метод анализа. Сущность люминесцентного метода. Способы возбуждения и регистрации спектров. Люминофоры. Закон Вавилова. Закон Стокса-Ломмеля. Применение метода.

13. Рефрактометрический и поляриметрический методы анализа. Сущность метода рефрактометрии. Показатель преломления. Идентификация веществ. Сущность метода поляриметрии.

14. Электрохимические методы анализа. Классификация методов. Сущность потенциометрического метода. Характеристика электродов - электроды сравнения, индикаторные, ионоселективные электроды. Кондуктометрическое титрование. Кривые титрования.

15. Хроматографические методы анализа. Адсорбционный хроматографический анализ. Газовая и жидкостная адсорбционная хроматография. Распределительная хроматография. Ионообменная хроматография. Хроматография на бумаге и в тонком слое. Применение методов в анализе пищевых продуктов.

1. Метод нейтрализации. Реакция нейтрализации. Исходные вещества для анализа. Приготовление стандартных растворов.

2. Методы кислотно-основного титрования (методы нейтрализации).

3. Сущность кислотно-основного титрования.

4. Кривая титрования сильной кислоты сильным основанием. Выбор индикатора.

5. Кривая титрования сильного основания сильной кислотой. Выбор индикатора.

6. Метод нейтрализации. Кривая титрования щелочи хлороводородной кислотой. Выбор индикатора.

7. Кривые титрования в методе нейтрализации. Выбор индикатора.

8. Кривая титрования сильной кислоты сильным основанием. Выбор индикатора.

9. Метод нейтрализации. Кривая титрования уксусной кислоты щелочью. Выбор индикатора.

10. Метод нейтрализации. Кривая титрования хлороводородной кислоты щелочью.

11. Кривая титрования слабой кислоты сильным основанием. Выбор индикатора.

12. Кривая титрования раствора гидроксида аммония хлороводородной кислотой. Выбор индикатора.

13. Определение концентраций щелочи и карбоната натрия при совместном присутствии в растворе.

14. Определение временной жесткости раствора методом нейтрализации.

15. Определение содержания аммиака в солях аммония методом нейтрализации.

16. Перманганатометрия. Продукты реакции перманганата калия с восстановителями в различных средах.

17. Перманганатометрическое титрование. Сущность перманганатометрического титрования.

18. Приготовление раствора щавелевой кислоты по навеске. Стандартизация раствора перманганата калия.

19. Приготовление раствора перманганата калия. Стандартизация раствора перманганата калия по щавелевой кислоте.

20. Определение железа(II) в соли Мора в растворе методом перманганатометрии.

21. Определение содержания кальция в растворе методом перманганатометрии.

22. Дихроматометрия. Приготовление стандартного раствора дихромата калия по навеске. Титрование раствора сульфата железа(II).

23. Йодометрия. Стандартизация раствора тиосульфата натрия по дихромату калия.

Метод нейтрализации. Кривая титрования уксусной кислоты щелочью. Выбор индикатора.

24. Йодометрия. Определение концентрации раствора сульфата меди(II) методом йодометрии.

25. Комплексонометрия. Определение общей жесткости воды.

26. Определение общей жесткости воды методом комплексонометрического титрования.

27. Аргентометрия. Стандартизация раствора нитрата серебра по хлориду натрия. Обоснование выбора индикатора.

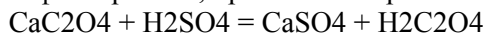
28. Типовая задача по теме «Кислотно-основное титрование»:

На титрование 1,025 г $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ идет 24,10 мл раствора NaOH . Рассчитать: а) титр этого раствора, б) его титр по $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ и в) его нормальную концентрацию. Ответ: а) 0,02699 г/мл; б) 0,03037 г $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ /мл; в) 0,6748 н.

29. Типовая задача по теме «Окислительно-восстановительное титрование»:

К 20,00 мл раствора хлорида кальция прилили избыток раствора оксалата аммония, полученный осадок

отфильтровали, промыли и обработали разбавленной серной кислотой:



Освободившуюся при этом щавелевую кислоту оттитровали 0,1 н. раствором KMnO_4 , которого пошло 24,50 мл. Вычислите титр и нормальную концентрацию раствора CaCl_2 .

Критерии оценки:

Оценка «отлично» выставляется студенту, показавшему глубокие знания программного материала, давшему полные, правильные, логически стройные, без ошибок ответы на все вопросы экзаменационного билета, не испытывающему затруднений с ответом при видоизменении задания, свободно справляющемуся с решением ситуационных или практических задач.

Оценка «хорошо» выставляется студенту с достаточными знаниями программного материала, который дал полные правильные, логично изложенные ответы на вопросы экзаменационного билета, продемонстрировал умение применять теоретические знания при решении ситуационных и практических задач, но допустил отдельные неточности, не имеющие принципиального характера.

Оценка «удовлетворительно» выставляется студенту с выявленными пробелами в знании программного материала, допустившему непоследовательность изложения, некорректные формулировки, ошибки и неточности при ответе на вопросы экзаменационного билета, испытывающему трудности в решении ситуационных или практических задач.

Оценка «неудовлетворительно» выставляется студенту, не знающему значительной части программного материала, допускающему грубые ошибки, не умеющему решать ситуационные или практические задачи.

Контроль самостоятельной работы бакалавров

Контроль самостоятельной работы проводится преподавателем в аудитории.

Предусмотрены следующие виды контроля: собеседование, оценка реферата.

Подробные критерии оценивания компетенций приведены в Фонде оценочных средств для проведения текущей и промежуточной аттестации.

Список литературы для выполнения СРС

Основная литература:

- 1 Основы аналитической химии : Практическое руководство : учеб. пособие для вузов / [Ю. А. Барбалат, Г. Д. Брыкина, А. В. Гармаш и др.] ; под ред. Ю. А. Золотова. - М. : Высшая школа, 2001. - 463с.
- 2 Основы аналитической химии : учебник для вузов : в 2 т. / [Н. В. Алов, Ю. А. Барбалат, А. Г. Борзенко и др.] ; под ред. Ю. А. Золотова, Т.2. - 5-е изд., стер. - Москва : Академия, 2012. - 416 с. : ил.
- 3 Основы аналитической химии : учебник для вузов : в 2 т. / [Т. А. Большова, Г. Д. Брыкина, А. В. Гармаш и др.] ; под ред. Ю. А. Золотова, Т.1. - 5-е изд., стер. - Москва : Академия, 2012. - 384 с.
- 4 Основы аналитической химии. Задачи и вопросы : [учеб. пособие] / В.И. Фадеева, Ю.А. Барбалат, А.В. Гармаш и др. ; под ред. Ю.А. Золотова. - М. : Высшая школа, 2002. - 412 с. : ил.

Дополнительная литература:

- 1 Лурье, Ю.Ю. Справочник по аналитической химии / Ю. Ю. Лурье. - Изд. 6-е перераб. и доп. - М. : Химия, 1989. - 448 с. : ил. - Предм. указ.: с. 436-447.
- 2 Харитонов, Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика : учебник : В 2 кн. / Ю.Я. Харитонов, Кн. 1., Общие теоретические основы. Качественный анализ. - 4-е изд., стер. - М. : Высшая школа, 2008. - 615 с. : ил. - На учебнике гриф: Рек.МО. - Библиогр.: с. 593-594. -
- 3 Харитонов, Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика : учебник : В 2 кн. / Ю.Я. Харитонов, Кн. 2., Качественный анализ. Физико-химические(инструментальные) методы анализа. - 4-е изд., стер. - М. : Высшая школа, 2008. - 559 с. : ил. - На учебнике гриф: Рек.МО. - Прил.: с. 518-530. - Библиогр.: с. 516-517.

Интернет-ресурсы:

1. www.biblioclub.ru – ЭБС «Университетская библиотека ОНЛАЙН», электронная библиотека, обеспечивающая доступ к наиболее востребованным материалам учебной и научной литературы по всем отраслям знаний от ведущих российских издательств
2. www.elibrary.ru – научная электронная библиотека
- www.iprbookshop.ru – ЭБС «IPRbooks», мультидисциплинарная полнотекстовая база электронных изданий
3. <http://www.koob.ru> – электронная библиотека.
4. Лекционные материалы по категории - Химия на сайте Студопедия [http://studopedia.net/Informatika/Степанов А.Н. Информатика: учебник для вузов. – 4-е изд. – СПб.: Питер, 2016. – 684 с.](http://studopedia.net/Informatika/Степанов_А.Н._Информатика:_учебник_для_вузов._-4-е_изд._-СПб.:_Питер,_2016._-684_с.)