

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ

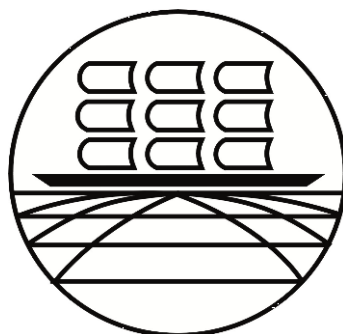
«МУРМАНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»
(ФГБОУ ВО «МГТУ»)

«ММРК имени И.И. Месяцева» ФГБОУ ВО «МГТУ»

УТВЕРЖДАЮ
Начальник ММРК им. И.И. Месяцева
ФГБОУ ВО «МГТУ»

И.В. Артеменко
(подпись)

«31» августа 2019 г.



МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ПРАКТИЧЕСКИМ И ЛАБОРАТОРНЫМ РАБОТАМ ОБУЧАЮЩИХСЯ

учебной дисциплины ОП.02 Основы аналитической химии
программы подготовки специалистов среднего звена (ППССЗ)
специальности: 35.02.09 Ихтиология и рыбоводство
по программе базовой подготовки
форма обучения: очная

Мурманск
2019

Рассмотрено и одобрено на заседании**Разработано**

Методической комиссии преподавателей дисциплин профессионального цикла специальностей отделения Промышленное рыболовство

на основе ФГОС СПО по специальности 35.02.09 Ихтиология и рыбоводство, утвержденного приказом Министерства образования и науки РФ № 458 от 07 мая 2014г и рабочей программы по УД «Основы аналитической химии»

Председатель МК

В.А. Обносков

Протокол от 29 мая 2019 г.

Автор (составитель): Беляева Е.В., специалист по учебно-методической работе I категории «ММРК имени И.И. Месяцева» ФГБОУ ВО «МГТУ»

Рецензент: Панчук З.С., преподаватель «ММРК имени И.И. Месяцева» ФГБОУ ВО «МГТУ»

Содержание

1. Введение	6
2. Перечень практических и лабораторных работ.....	9
3. Порядок выполнения практической (лабораторной) работы обучающихся.....	12
4. Приложения.....	81

1. Введение

1.1 Методические указания по практическим и лабораторным работам обучающихся по учебной дисциплины «Основы аналитической химии» разработана в соответствии с Федеральным государственным образовательным стандартом среднего профессионального образования по специальности 35.02.09 Ихтиология и рыбоводство базовой подготовки, утвержденного приказом Министерства образования и науки РФ от 07 мая 2014г. № 458.

1.2 Цели и задачи практической (лабораторной) работы – целью проведения практических и лабораторных работ является закрепление теоретических знаний и приобретение необходимых практических навыков и умений по отдельным темам курса. Наряду с формированием умений и навыков в процессе лабораторных и практических занятий обобщаются, систематизируются, углубляются и конкретизируются теоретические знания, вырабатывается способность и готовность использовать теоретические знания на практике, развиваются интеллектуальные умения и ключевые компетенции.

1.3 Требования к результатам освоения:

В результате освоения учебной дисциплины обучающийся должен **уметь:**

- У1 – обоснованно выбирать методы анализа;
- У2 – пользоваться аппаратурой и приборами;
- У3 – проводить необходимые расчеты;
- У4 – выполнять качественные реакции на катионы и анионы различных аналитических групп;
- У5 – определять состав бинарных соединений;
- У6 – проводить качественный анализ веществ неизвестного состава;
- У7 – проводить количественный анализ веществ;

знать:

- З1 – теоретические основы аналитической химии;
- З2 – о функциональной зависимости между свойствами и составом веществ и их систем; о возможностях ее использования в химическом анализе;
- З3 – специфические особенности, возможности и ограничения, взаимосвязь различных методов анализа;
- З4 – практическое применение наиболее распространенных методов анализа;
- З5 – аналитическую классификацию катионов и анионов;
- З6 – правила проведения химического анализа;
- З7 – методы обнаружения и разделения элементов, условия их применения;
- З8 – гравиметрические, титриметрические, оптические, электрохимические методы анализа.

Процесс изучения дисциплины направлен на формирование компетенций в соответствии с ФГОС СПО (табл. 1).

Компетенции, формируемые дисциплиной «Основы аналитической химии» в соответствии с
ФГОС СПО

Таблица 1

Код компетенции	Содержание компетенции	Требования к знаниям, умениям, практическому опыту
ОК 1.	Понимать сущность и социальную значимость своей будущей профессии, проявлять к ней устойчивый интерес.	У1 – У7 31 – 38
ОК 2.	Организовывать собственную деятельность, выбирать типовые методы и способы выполнения профессиональных задач, оценивать их эффективность и качество.	У1 – У7 31 – 38
ОК 3.	Принимать решения в стандартных и нестандартных ситуациях и нести за них ответственность.	У1 – У7 31 – 38
ОК 4.	Осуществлять поиск и использование информации, необходимой для эффективного выполнения профессиональных задач, профессионального и личностного развития	У1, У2; У3 31, 32, 33, 35, 37, 38.
ОК 5.	Использовать информационно-коммуникационные технологии в профессиональной деятельности	У1, У2; У3 31, 32, 33, 35.
ОК 6.	Работать в коллективе и команде, эффективно общаться с коллегами, руководством, потребителями.	У1 – У7 31 – 38
ОК 7.	Брать на себя ответственность за работу членов команды (подчиненных), за результат выполнения заданий	У1 – У7 31 – 38
ОК 8.	Самостоятельно определять задачи профессионального и личностного развития, заниматься самообразованием, осознанно планировать повышение квалификации.	У1 – У7 31 – 38
ОК 9.	Ориентироваться в условиях частой смены технологий в профессиональной деятельности.	У1 – У7 31 – 38
ПК 1.1.	Проводить гидрологические исследования на рыбохозяйственных водоемах.	У1, У2, У3, У6, У7. 31, 32, 33, 34, 36, 37, 38.
ПК 1.2.	Оценивать состояние ихтиофауны.	У1, У2, У3, У6, У7. 31, 32, 33, 34, 36, 37, 38.
ПК 1.3.	Систематизировать и обрабатывать ихтиологический материал.	У1, У2, У3, У6, У7. 31, 32, 33, 34, 36, 37, 38.
ПК 1.4.	Отбирать и обрабатывать гидробиологические и гидрохимические пробы.	У1, У2, У3, У6, У7. 31, 32, 33, 34, 36, 37, 38.

ПК 2.1.	Формировать, содержать и эксплуатировать ремонтно-маточное стадо.	У1, У2, У3, У6, У7. 31, 32, 33, 34, 36, 37, 38.
ПК 2.2.	Выращивать посадочный материал.	У1, У2, У3, У6, У7. 31, 32, 33, 34, 36, 37, 38.
ПК 2.3.	Выращивать товарную продукцию.	У1, У2, У3, У6, У7. 31, 32, 33, 34, 36, 37, 38.
ПК 2.4.	Разводить живые корма.	У1, У2, У3, У6, У7. 31, 32, 33, 34, 36, 37, 38.
ПК 2.5.	Организовать перевозку гидробионтов.	У1, У2, У3, У7. 31, 32, 33, 34, 36, 38.
ПК 2.6	Эксплуатировать гидротехнические сооружения и технические средства рыбоводства и рыболовства.	У1, У2, У3, У6, У7. 31, 32, 33, 34, 36, 37, 38.
ПК 2.7	Проводить диагностику, терапию и профилактику заболеваний гидробионтов.	У1, У2, У3, У6, У7. 31, 32, 33, 34, 36, 37, 38.
ПК 3.1.	Организовывать и выполнять работы по поддержанию численности и рациональному использованию ресурсов гидробионтов во внутренних водоемах.	У1, У2, У3, У6, У7. 31, 32, 33, 34, 36, 37, 38.
ПК 3.2.	Выполнять работы по охране и рациональному использованию ресурсов среды обитания гидробионтов.	У1, У2, У3, У6, У7. 31, 32, 33, 34, 36, 37, 38.
ПК 3.3.	Организовывать и регулировать любительское и спортивное рыболовство.	У1, У2, У3, У6, У7. 31, 32, 33, 34, 36, 37, 38.
ПК 3.4.	Обеспечивать охрану водных биоресурсов и среды их обитания от незаконного промысла.	У1, У2, У3, У6, У7. 31, 32, 33, 34, 36, 37, 38.

2. Перечень практических и лабораторных работ

Наименование разделов и тем	Наименование практической (лабораторной) работы	Цель работы	Формы текущего контроля
1	2	3	4
Раздел 1 Качественный анализ			
Тема 1.2. Первая аналитическая группа катионов	Практическая работа № 1. Частные реакции катионов I аналитической группы	Приобрести навыки в проведении специфических реакций на катионы I аналитической группы.	Защита практической работы.
	Практическая работа № 2. Анализ смеси катионов I группы	Анализировать смесь катионов I аналитической группы	Защита практической работы.
Тема 1.3. Вторая аналитическая группа катионов, их характеристика	Практическая работа № 3. Качественные реакции катионов II аналитической группы	Приобрести навыки в проведении специфических реакций на катионы II аналитической группы	Защита практической работы.
	Практическая работа № 4. Анализ смеси катионов I и II групп	Анализировать смесь катионов I и II аналитической групп	Защита практической работы.
Тема 1.4. Третья аналитическая группа катионов, их характеристика	Практическая работа № 5. Частные реакции катионов III аналитической группы. Анализ смеси катионов III аналитической группы.	Приобрести навыки в проведении специфических реакции на катионы III аналитической группы. Анализировать смесь катионов III аналитической группы.	Защита практической работы.
Тема 1.5. Четвертая аналитическая группа катионов, их характеристика	Практическая работа № 6. Частные реакции катионов IV аналитической группы.	Приобрести навыки в проведении специфических реакций на катионы IV аналитической группы.	Защита практической работы.
	Практическая работа № 7. Анализ смеси катионов IV аналитической группы.	Анализировать смесь катионов IV аналитической группы.	Защита практической работы.
Тема 1.6. Пятая и шестая аналитические группы катионов, их характеристика	Практическая работа № 8. Частные реакции катионов V и VI аналитических групп	Приобрести навыки в проведении специфических реакций на катионы V аналитической группы. Приобрести навыки в проведении специфических реакций на катионы VI аналитической группы.	Защита практической работы.
Тема 1.7. Характеристика и аналитическая	Практическая работа № 9. Частные реакции анионов I, II, III групп	Приобрести навыки в проведении специфических реакций на анионы I, II и III аналитических групп.	Защита практической работы.
	Практическая работа № 10. Анализ	Выполнять анализ неизвестного вещества,	Защита практической

классификация анионов	солей (неизвестного вещества)	используя специфические реакции. Уметь решать ситуационные задачи по обнаружению анионов и катионов в исследуемом растворе.	работы.
Раздел 2. Количественный анализ			
Тема 2.1. Основные принципы количественного анализа	Лабораторная работа № 1. Определение кристаллизационной воды в кристаллогидрате хлорида бария.	Определить содержание кристаллизационной воды в кристаллогидрате хлорида бария гравиметрическим методом анализа. Ознакомление с методикой проведения анализа.	Защита лабораторной работы.
	Практическая работа № 11. Решение задач по теме «Расчеты в гравиметрическом анализе».	Научиться производить расчеты, необходимые для обработки полученных результатов в ходе гравиметрического анализа.	Защита практической работы.
Тема 2.2. Титриметрический анализ, его сущность	Лабораторная работа № 2. Стандартизация рабочего раствора соляной кислоты по раствору тетрабората натрия.	Приготовить раствор соляной кислоты заданной концентрации и стандартизовать полученный раствор соляной кислоты по тетраборату натрия.	Защита лабораторной работы.
	Практическая работа № 12. Решение задач на тему: «Расчеты в титриметрическом анализе. Закон эквивалентов».	Научиться производить расчеты, необходимые для приготовления растворов заданной концентрации различными способами; уметь пользоваться формулами пересчета концентрации растворов и титра раствора. Научиться производить расчеты, необходимые для титриметрического анализа, уметь применять закон эквивалентов.	Защита практической работы.
	Практическая работа № 13. Кислотно-основное титрование. Водородный показатель pH. Буферные растворы.	Уметь решать задачи по теме «Кислотно-основное титрование». Уметь рассчитывать кривые титрования и подбирать индикатор.	Защита практической работы.
Тема 2.3. Метод окисления-восстановления.	Практическая работа № 14. Составление и решение уравнений окислительно-восстановительных реакций.	Уметь составлять окислительно-восстановительные реакции методом полуреакций. Производить расчеты, применяемые при окислительно-восстановительном титровании.	Защита практической работы.
	Практическая работа № 15. Построение и расчет кривых титрования. Расчет точки эквивалентности.	Уметь рассчитывать кривые титрования и подбирать индикатор.	Защита практической работы.
Тема 2.4. Метод	Практическая работа № 16.	Уметь рассчитывать кривые титрования и подбирать	Защита практической

осаждения (аргентометрия)	Титрование смеси галогенидов (определение ионов I ⁻ , Br ⁻ , Cl ⁻ при их совместном присутствии)	индикатор. Уметь производить основные расчеты, необходимые для осадительного титрования.	работы.
Раздел 3. Физико-химические методы анализа.			
Тема 3.1. Физико-химические методы анализа	Практическая работа № 17. Знакомство с устройством фотоэлектроколориметра.	Ознакомиться с комплексом исследований, определяющих возможность фотометрических измерений и освоить методику фотометрических определений на фотоэлектроколориметрах.	Защита практической работы.
	Практическая работа № 18. Электроды, применяемые в электрохимических методах анализа.	Ознакомить студентов с теоретическими основами электрохимии и с использованием электрохимических методов, в частности, потенциометрии. Познакомиться с различными видами электродов и их устройством.	Защита практической работы.

3. Порядок выполнения практической (лабораторной) работы обучающихся

Практическая работа № 1.

«Частные реакции катионов I аналитической группы»

Раздел 1 Качественный анализ.

Тема 1.2. Первая аналитическая группа катионов.

Цель занятия: приобрести навыки в проведении специфических реакций на катионы I аналитической группы.

Реактивы и оборудование:

Натрий гидротартрат, гексанитрокобальтат натрия (III), гексанитрокупратат натрия (II), гексагидроксостибата калия (V), $Zn(UO_2)_3(CH_3COO)_8$, NaOH, реактив Несслера ($K_2[HgI_4] + KOH$), соли калия, серная кислота, вода дистиллированная, соли натрия, соли аммония, лакмусовая бумага, растворы солей серебра, свинца, ртути (I), хлороводородной кислоты, калия йодида, HNO_3 , калия хромата, уксусной кислоты. Пробирки, пипетки, химические стаканы, пробиркодержатели, газовая горелка, водяная баня, стеклянные палочки, предметное стекло, микроскоп, нихромовая петля, фарфоровая лодочка, центрифуга.

Задание:

1. Выполнить специфические реакции катионов первой аналитической группы;
2. Представить описание специфических реакций катионов (K^+ , Na^+ , NH_4^+) первой аналитической группы, которое должно включать:
 - а) уравнения реакций в молекулярной и молекулярно-ионной формах;
 - б) условия проведения реакций;
 - в) результаты наблюдения (аналитические эффекты реакций).Все результаты отразить в таблице.

Порядок выполнения задания:

1. Выполнить специфические реакции катионов первой аналитической группы.

1.1. РЕАКЦИИ КАТИОНОВ КАЛИЯ

А) Действие раствора гидротартрата натрия $NaHC_4H_4O_6$

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

Б) Действие раствора гексанитрокобальтата натрия (III) $Na_3[Co(NO_2)_6]$

К 2-3 каплям раствора соли калия прибавляют 2 капли раствора $Na_3[Co(NO_2)_6]$, Укажите цвет образовавшегося осадка.

В) Микрорекристаллохимическая реакция

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

Отметьте цвет и форму кристаллов.

Г) Реакция окрашивания пламени солями калия

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

Окраску пламени солей калия в присутствии солей натрия рассматривают через синее стекло. Укажите цвет пламени.

1.2. РЕАКЦИИ КАТИОНОВ НАТРИЯ

А) Действие раствора гексагидроксостибата калия (V) $K[Sb(OH)_6]$

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

Испытывают отношение реагента $K[Sb(OH)_6]$ к 2М раствору HCl .

К 2-3 каплям раствора $K[Sb(OH)_6]$ прибавляют 2 капли 2М раствора HCl . Укажите цвет и структуру образовавшегося осадка, сделайте вывод об условиях обнаружения катионов Na^+ с $K[Sb(OH)_6]$.

Б) Микрорископическая реакция.

На предметное стекло наносят 1 каплю раствора соли натрия и осторожно выпаривают почти досуха на водяной бане. После охлаждения рядом с сухим остатком наносят 1 каплю раствора $Zn(UO_2)_3(CH_3COO)$ и соединяют их стеклянной палочкой. Образовавшиеся кристаллы рассматривают под микроскопом. Укажите цвет и форму кристаллов.

В) Реакция окрашивания пламени солями натрия.

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

Укажите цвет пламени.

1.3. РЕАКЦИИ ИОНОВ АММОНИЯ

А) Действие щелочей

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

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

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

В) Отношение солей аммония к нагреванию

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

2. Представить описание специфических реакций катионов (K^+ , Na^+ , NH_4^+) первой аналитической группы, которое должно включать:

а) уравнения реакций в полной молекулярной (ПМУ) и сокращенной ионной (СИУ) формах;

б) условия проведения реакций;

в) результаты наблюдения (аналитические эффекты реакций).

На основании полученных результатов заполнить таблицу 1.1

Таблица 1.1

О.И.	Реагент	Уравнение реакции в ПМУ и СИУ	Наблюдения	Выводы. Условия
K^+	$NaHC_4H_4O_6$			
	$Na_3[Co(NO_2)_6]$			
	$Na_3Pb[Cu(NO_3)_6]$			
	окраска пламени			
Na^+	$K[Sb(OH)_6]$			

	Zn(UO ₂) ₃ (CH ₃ COO)			
	окраска пламени			
NH ₄ ⁺	NaOH или KOH			
	(K ₂ [HgI ₄] + KOH)			
	нагревание			

3. Сделать выводы.

Форма контроля – оценка за выполнение практического задания

Вопросы для самоконтроля:

- 1) Почему NH₄⁺ рассматривают с группой s-элементов?
- 2) Какое применение находят соли K⁺, Na⁺, NH₄⁺?
- 3) Какими реакциями обнаруживают K⁺, Na⁺, NH₄⁺?
- 4) Чем обусловлено отсутствие группового реагента на катионы I группы?
- 5) Какие катионы I группы проявляют наибольшее сходство друг с другом? Какие общие химические реакции характерны для них?
- 6) В какой среде и почему следует вести осаждение гидротартрата калия? Каково отношение его к уксусной кислоте?

Рекомендуемая литература:

1. Конспект лекций.
2. Саенко О.Е. Аналитическая химия: учебник для средних специальных учебных заведений / О.Е. Саенко. – Ростов н/Д: Феникс, 2017. – 287 с.
3. Глубоков Ю.М. Аналитическая химия: учебник для студ. учреждений сред. проф. образования/ Ю.М. Глубоков, В.А. Головачева, Ю.А. Ефимова и др.; под ред. А.А. Ищенко. – 12-е изд., стер. – М.: Издательский центр «Академия», 2017 – 464с.
4. Золотов Ю.А. Основы аналитической химии: практическое руководство / Ю.А. Золотов; под ред. Ю.А. Золотова. – М.: Высшая школа, 2001. – 463 с.
5. Селезнев, К.А. Аналитическая химия. / К.А. Селезнев. – М.: Высш. школа, 1973. – 248 с.
6. Аналитическая химия: химические методы анализа / Е.Г. Власова; под ред. О.М. Петрухина, Л.Б. Кузнецовой. – М.: Лаборатория знаний, 2017. – 464 с.

Практическая работа № 2. «Анализ смеси катионов I группы»

Раздел 1 Качественный анализ.

Тема 1.2. Первая аналитическая группа катионов.

Цель работы: уметь анализировать смесь катионов I аналитической группы

Реактивы и оборудование:

Натрий гидротартрат, гексонитрокобальтат (III), гексанитрокупрат натрия (II), гексагидроксостибат натрия (V), Zn(UO₂)₃(CH₃COO)₈, NaOH, реактива Несслера (K₂[HgI₄] + KOH), соли калия, серная кислота, вода дистиллированная, соли натрия, соли аммония, лакмусовая бумага, растворы солей серебра, свинца, ртути (I), хлороводородной кислоты, калия йодида, HNO₃, калия хромата, уксусной кислоты. Пробирки, пипетки, химические стаканы, пробиркодержатели, газовая горелка, водяная баня, стеклянные палочки, предметное стекло, микроскоп, нихромовая петля, фарфоровая лодочка, центрифуга.

Задание:

1. Решить контрольно-аналитическую задачу: провести анализ раствора, содержащего катионы первой аналитической группы, и определить какие катионы присутствуют в растворе.
2. Оформить контрольно-аналитическую задачу по следующему плану:
 - а) схема систематического анализа;
 - б) краткое описание выполненных действий;
 - в) уравнения проведенных аналитических реакций и их аналитические эффекты;
 - г) выводы о результатах анализа по каждому анализируемому раствору;
 - д) ответ контрольно-аналитической задачи.

Порядок выполнения задания:

1. Получить пробирку с контрольно-аналитической задачей.
2. Составить схему систематического анализа в рабочей тетради.
3. Выполнить анализ в соответствии с систематическим ходом анализа, проведя соответствующие качественные реакции на катионы I аналитической группы.

3.1. Предварительные наблюдения и испытания

Анализируемая проба может быть сухой (в виде оснований, солей и смеси солей) или в виде раствора. Ее внимательно рассматривают и описывают внешний вид (цвет, форму кристаллов, запах и др.). При анализе сухой пробы испытывают ее растворимость в воде. В полученном или в исходном растворе определяют рН среды с помощью индикаторной бумажки. Если проба хорошо растворима в воде и имеет кислую реакцию среды, то в ней, возможно, присутствуют катионы аммония (объясните).

Выполняют реакцию окрашивания пламени. Очищенной и раскаленной нихромовой петлей захватывают часть пробы и вносят в бесцветную часть пламени газовой горелки. Если проба в виде раствора, его предварительно выпаривают досуха.

3.2. Определение катионов аммония

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

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

3.3. Определение катионов калия

3.3.1 Подготовка раствора

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

3.3.2 Обнаружение катионов калия действием раствора гидротартрата натрия $NaHC_4H_4O_6$

К 2 каплям раствора, полученного по п. 3.3.1, прибавляют 3-4 капли раствора $NaHC_4H_4O_6$, потирают внутренние стенки пробирки стеклянной палочкой.

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

К 3-4 каплям раствора, полученного по п. 3.3.1, прибавляют 2 капли раствора $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$.

3.4. Определение катионов натрия

3.4.1 Подготовка раствора

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

3.4.2 Обнаружение катионов натрия действием раствора гексагидроксостибата калия (V) $\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$

К 3-4 каплям раствора, полученного по п. 3.4.1, прибавляют 3-4 капли раствора $\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$ и протирают стенки пробирки стеклянной палочкой.

4. . Оформить контрольно-аналитическую задачу, заполнить таблицу 2.1

Контрольная задача

Таблица 2.1

Внешний вид, окрашивание пламени						
№ п/п	Исследуемое	Реагент	Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
1.	NH_4^+	$(\text{K}_2[\text{HgI}_4] + \text{KOH})$				
2.	K^+	$\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$				
		$\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$				
3.	Na^+	$\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$				
4.	Присутствуют следующие катионы в смеси:					

5. Сделайте выводы по контрольно-аналитической задаче.

Форма контроля – оценка за выполнение практического задания

Вопросы для самоконтроля:

- 1) Чем обусловлено отсутствие группового реагента на катионы I группы?
- 2) Какие катионы I группы проявляют наибольшее сходство друг с другом? Какие общие химические реакции характерны для них?
- 3) Почему NH_4^+ рассматривают с группой s-элементов?
- 4) Какое применение находят соли K^+ , Na^+ , NH_4^+ ?
- 5) Какими реакциями обнаруживают K^+ , Na^+ , NH_4^+ ?
- 6) В какой среде и почему следует вести осаждение гидротартрата калия? Каково отношение его к уксусной кислоте?
- 7) Почему осаждение $\text{Na}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$ следует вести из нейтрального раствора?
- 8) Что образуется при добавлении хлорида или сульфата аммония к раствору $\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$? Как реагирует последний с растворами солей магния?
- 9) Почему следует вести осаждение $\text{K}_2\text{Na}[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ в нейтральной или слабокислой среде? Какие превращения претерпевает действующий реагент в сильно-кислой и в щелочной среде?

10) Что представляет собой реактив Несслера? Какое соединений он образует в присутствии аммониевых ионов?

11) Почему прежде чем приступить к обнаружению других ионов 1 группы необходимо удалить ион NH_4^+ ?

Рекомендуемая литература:

1. Конспект лекций.
2. Саенко О.Е. Аналитическая химия: учебник для средних специальных учебных заведений / О.Е. Саенко. – Ростов н/Д: Феникс, 2017. – 287 с.
3. Глубоков Ю.М. Аналитическая химия: учебник для студ. учреждений сред. проф. образования/ Ю.М. Глубоков, В.А. Головачева, Ю.А. Ефимова и др.; под ред. А.А. Ищенко. – 12-е изд., стер. – М.: Издательский центр «Академия», 2017 – 464с.
4. Золотов Ю.А. Основы аналитической химии: практическое руководство / Ю.А. Золотов; под ред. Ю.А. Золотова. – М.: Высшая школа, 2001. – 463 с.
5. Селезнев, К.А. Аналитическая химия. / К.А. Селезнев. – М.: Высш. школа, 1973. – 248 с.
6. Аналитическая химия: химические методы анализа / Е.Г. Власова; под ред. О.М. Петрухина, Л.Б. Кузнецовой. – М.: Лаборатория знаний, 2017. – 464 с.

Практическая работа № 3.

«Качественные реакции катионов II аналитической группы»

Раздел 1 Качественный анализ.

Тема 1.3. Вторая аналитическая группа катионов, их характеристика.

Цель работы: приобрести навыки в проведении специфических реакций на катионы II аналитической группы.

Реактивы и оборудование:

Натрий гидротартрат, гексонитрокобальтат (III), гексанитрокупрата натрия (II), гексагидроксостибата калия (V), $\text{Zn}(\text{UO}_2)_3(\text{CH}_3\text{COO})_6$, NaOH, реактива Несслера ($\text{K}_2[\text{HgI}_4] + \text{KOH}$), соли калия, серная кислота, вода дистиллированная, соли натрия, соли аммония, лакмусовая бумага, растворы солей серебра, свинца, ртути (I), хлороводородной кислоты, калия йодида, HNO_3 , калия хромата, уксусной кислоты. Пробирки, пипетки, химические стаканы, пробиркодержатели, газовая горелка, водяная баня, стеклянные палочки, предметное стекло, микроскоп, нихромовая петля, фарфоровая лодочка, центрифуга.

Задание:

1. Выполнить специфические реакции катионов второй аналитической группы;
2. Представить описание специфических реакций катионов (Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+}) второй аналитической группы, которое должно включать:
 - а) уравнения реакций в молекулярной и молекулярно-ионной формах;
 - б) условия проведения реакций;
 - в) результаты наблюдения (аналитические эффекты реакций).

Порядок выполнения задания:

1. Выполнить специфические реакции катионов второй аналитической группы.

1.1 Действие группового реагента: 2M раствора хлороводородной кислоты.

К 2-3 каплям растворов солей серебра, свинца, ртути (I) добавляют по 2-3 капли 2M раствора хлороводородной кислоты.

Укажите цвет образовавшихся осадков. Исследуют отношение образовавшихся осадков к раствору аммиака и избытку хлороводородной кислоты.

1.2 Действие растворов щелочей.

К 2-3 каплям растворов солей серебра, свинца, ртути (I) прибавляют по 2-3 капли раствора натрия или калия гидроксидов.

Укажите цвет образовавшихся осадков. Образовавшиеся осадки делят на три части и исследуют их отношение к раствору аммиака, разведенной азотной кислоте и избытку растворов гидроксидов натрия или калия.

1.3 Действие раствора калия йодида.

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

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

1.4 Действие раствора калия хромата.

К 2-3 каплям растворов солей серебра, свинца, ртути (I) прибавляют по 2-3 капли хромата калия.

Укажите цвет образовавшихся осадков. Осадок свинца хромата делят на две части и исследуют его отношение к 2М растворам HNO_3 и NaOH .

1.5 Действие сульфатов на катион свинца.

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

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

2. Представить описание специфических реакций катионов (Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+}) второй аналитической группы, которое должно включать:

а) уравнения реакций в полной молекулярной (ПМУ) и сокращенной ионной (СИУ) формах;

б) условия проведения реакций;

в) результаты наблюдения (аналитические эффекты реакций).

3. На основании полученных результатов заполнить таблицу 3.1

Таблица 3.1

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

Hg_2^{2+}	NaOH или KOH			
	KI			
	K_2CrO_4			

Форма контроля – оценка за выполнение практического задания

Вопросы для самоконтроля:

- 1) Какие специфические реакции используют для обнаружения катионов Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+} ?
- 2) Какой метод лежит в основе систематического анализа смеси катионов второй аналитической группы?
- 3) Какие катионы входят во вторую аналитическую группу катионов? Объясните действие группового реактива.
- 4) Вычислить константу диссоциации уксусной кислоты, если степень диссоциации 0,1 н. раствора ее равна 1,35%.
- 5) Вычислить ионную силу и активность ионов в 0,1 н. растворе NaCl.

Рекомендуемая литература:

1. Конспект лекций.
2. Саенко О.Е. Аналитическая химия: учебник для средних специальных учебных заведений / О.Е. Саенко. – Ростов н/Д: Феникс, 2017. – 287 с.
3. Глубоков Ю.М. Аналитическая химия: учебник для студ. учреждений сред. проф. образования/ Ю.М. Глубоков, В.А. Головачева, Ю.А. Ефимова и др.; под ред. А.А. Ищенко. – 12-е изд., стер. – М.: Издательский центр «Академия», 2017 – 464с.
4. Золотов Ю.А. Основы аналитической химии: практическое руководство / Ю.А. Золотов; под ред. Ю.А. Золотова. – М.: Высшая школа, 2001. – 463 с.
5. Селезнев, К.А. Аналитическая химия. / К.А. Селезнев. – М.: Высш. школа, 1973. – 248 с.
6. Аналитическая химия: химические методы анализа / Е.Г. Власова; под ред. О.М. Петрухина, Л.Б. Кузнецовой. – М.: Лаборатория знаний, 2017. – 464 с.

Практическая работа № 4.

«Анализ смеси катионов I и II групп»

Раздел 1. Качественный анализ

Тема 1.3. Вторая аналитическая группа катионов, их характеристика

Цель работы: уметь анализировать смесь катионов I и II аналитической групп

Реактивы и оборудование:

Натрий гидротартрат, гексанитрокобальтат (III), гексанитрокупрат натрия (II), гексагидроксостибат натрия (V), $\text{Zn}(\text{UO}_2)_3(\text{CH}_3\text{COO})_8$, NaOH, реактива Несслера ($\text{K}_2[\text{HgI}_4]$ + KOH), соли калия, серная кислота, вода дистиллированная, соли натрия, соли аммония, лакмусовая бумага, растворы солей серебра, свинца, ртути (I), хлороводородной кислоты, калия йодида, HNO_3 , калия хромата, уксусной кислоты. Пробирки, пипетки, химические стаканы, пробиркодержатели, газовая горелка, водяная баня, стеклянные палочки, предметное стекло, микроскоп, нихромовая петля, фарфоровая лодочка, центрифуга.

Задание:

1. Провести систематический анализ смеси катионов второй аналитической группы.
2. Полученные результаты отразить в таблице 4.1.
3. Решить контрольно-аналитическую задачу: провести анализ раствора, содержащего катионы первой и второй аналитических групп, и определить какие катионы присутствуют в растворе.
4. Оформить контрольно-аналитическую задачу по следующему плану:
 - а) схема систематического анализа;
 - б) краткое описание выполненных действий;
 - в) уравнения проведенных аналитических реакций и их аналитические эффекты;
 - г) выводы о результатах анализа по каждому анализируемому раствору;
 - д) ответ контрольно-аналитической задачи.

Порядок выполнения задания:

1. Получить пробирку с катионами второй группы.
2. Составить схему систематического хода анализа смеси катионов второй аналитической группы в рабочей тетради.
3. Провести соответствующие качественные реакции на катионы II аналитической группы в соответствии с систематическим ходом анализа.

3.1. Предварительные наблюдения и испытания

Анализируемая проба может быть сухой (в виде оснований, солей и смеси солей) или в виде раствора. Ее внимательно рассматривают и описывают внешний вид (цвет, форму кристаллов, запах и др.). При анализе сухой пробы испытывают ее растворимость в воде. В полученном или в исходном растворе определяют рН среды с помощью индикаторной бумажки. Если проба хорошо растворима в воде и имеет кислую реакцию среды, то в ней, возможно, присутствуют катионы аммония (объясните).

Выполняют реакцию окрашивания пламени. Очищенной и раскаленной нихромовой петлей захватывают часть пробы и вносят в бесцветную часть пламени газовой горелки. Если проба в виде раствора, его предварительно выпаривают досуха.

3.2 Осаждение хлоридов катионов II аналитической группы

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

3.3 Отделение и обнаружение катионов свинца

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

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

3.4 Отделение катионов серебра и обнаружение катионов ртути (I)

Осадок, полученный по п. 3.3, обрабатывают концентрированным раствором аммиака (6-9 капель). Почернение осадка указывает на присутствие катионов ртути (I). Осадок отделяют центрифугированием и переносят в стакан для отходов солей ртути, центрифугат анализируют на присутствие катионов Ag^+ .

3.5 Обнаружение катионов серебра

К центрифугату, полученному по п. 3.4, прибавляют концентрированную азотную кислоту до кислой реакции среды. Образование белого осадка или мути указывает на присутствие катионов серебра.

4. Полученные результаты отразить в таблице 4.1.

Таблица 4.1

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

5. Получить пробирку с контрольно-аналитической задачей.
6. Составить схему систематического анализа смеси катионов I и II аналитических групп в рабочей тетради.
7. Выполнить анализ в соответствии с систематическим ходом анализа, проведя соответствующие качественные реакции на катионы I и II аналитических групп.

7.1 Предварительные наблюдения и испытания

Анализируемая проба может быть сухой (в виде оснований, солей и смеси солей) или в виде раствора. Ее внимательно рассматривают и описывают внешний вид (цвет, форму кристаллов, запах и др.). При анализе сухой пробы испытывают ее растворимость в воде. В полученном или в исходном растворе определяют рН среды с помощью индикаторной бумажки. Если проба хорошо растворима в воде и имеет кислую реакцию среды, то в ней, возможно, присутствуют катионы аммония (объясните).

Выполняют реакцию окрашивания пламени. Очищенной и раскаленной нихромовой петлей захватывают часть пробы и вносят в бесцветную часть пламени газовой горелки. Если проба в виде раствора, его предварительно выпаривают досуха.

7.2 Обнаружение катиона NH₄⁺.

В отдельной порции раствора открывают катион NH₄⁺ нагреванием с раствором гидроксида натрия или с помощью реактива Несслера.

7.3 Осаждение хлоридов катионов II аналитической группы

К анализируемому раствору добавляют 2н раствор HCl, перемешивают стеклянной палочкой и центрифугируют. Осадок промывают водой, подкисленной 2н раствором соляной кислоты (для понижения растворимости хлорида свинца)

7.4 Обнаружение и разделение катионов первой аналитической группы и Pb²⁺.

Центрифугат, содержащий катионы NH₄⁺, K⁺, Na⁺ и в небольшом количестве Pb²⁺, делят на три части для определения катионов дробным методом.

7.4.1 Открытие катиона свинца Pb²⁺.

К отдельной порции центрифугата, полученного по п.7.4, добавляют такое же количество иодистого калия KI. Если в центрифугате присутствуют катионы свинца Pb²⁺, то наблюдают выпадение желтого осадка PbI₂, растворимого при нагревании.

7.4.2 Открытие катиона натрия Na^+ .

К отдельной порции центрифугата, полученного по п.7.4, приливают такое же количество раствора $\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$ и протирают стенки пробирки стеклянной палочкой.

7.4.3 Открытие катиона калия K^+ .

Отдельную порцию центрифугата, полученного по п.7.4, выпаривают в фарфоровой чашке и сухой остаток слегка прокалывают для полного удаления NH_4^+ . После этого проверяют полноту удаления солей аммония с помощью реактива Несслера. Только после полного удаления ионов аммония можно приступить к открытию катиона калия действием раствора гексанитрокобальтата натрия (III) $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ или раствора гидротартрата натрия $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$.

А) Обнаружение катионов калия действием раствора гексанитрокобальтата натрия (III) $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$

К 3-4 каплям раствора, полученного по п. 7.4.3, прибавляют 2 капли раствора $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$.

Б) Обнаружение катионов калия действием раствора гидротартрата натрия $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$

К 2 каплям раствора, полученного по п. 7.4.3, прибавляют 3- 4 капли раствора $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$, протирают внутренние стенки пробирки стеклянной палочкой.

7.5 Обнаружение и разделение катионов второй аналитической группы.

7.5.1 Определение катионов свинца.

Осадок, полученный в п.7.3, может содержать хлориды AgCl , Hg_2Cl_2 , PbCl_2 . Для отделения ионов свинца необходимо 2-3 раза обработать горячей водой и отцентрифугировать. При этом хлорид свинца переходит в раствор, а хлориды серебра и ртути остаются в осадке. В полученном центрифугате открывают катион свинца действием иодида калия. Для этого к центрифугату добавляют такое же количество иодистого калия KI . Если в центрифугате присутствуют катионы свинца Pb^{2+} , то наблюдают выпадение желтого осадка PbI_2 , растворимого при нагревании.

7.5.2 Определение катиона ртути (I).

К осадку, полученному по п. 7.5.1, добавьте 5-7 капель раствора аммиака и перемешайте. Если присутствует катион ртути (I), то осадок чернеет. Хлорид серебра под действием аммиака переходит в раствор в виде комплексной соли, а соль $(\text{HgNH}_2)\text{Cl}$ и ртуть остаются в осадке и дают черный цвет. Отцентрифугируйте осадок и отбросьте его.

7.5.3 Открытие катиона серебра.

Центрифугат, полученный в п.7.5.2, разделите на две части и к одной из них прилейте раствор иодида калия, а к другой – азотной кислоты. При наличии катиона Ag^+ серебра в первой пробирке выпадет желтый осадок иодида серебра, во второй – белый осадок хлорида серебра. В обоих случаях происходит разрушение комплекса.

8. Оформить контрольно-аналитическую задачу, результаты представить в виде таблицы (см. образец табл.4.2)

Контрольная задача

Таблица 4.2

№ п/п	Исследуемое вещество	Реагент	Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
	Присутствуют следующие катионы в смеси:					

9. Сделайте выводы по контрольно-аналитической задаче.

Форма контроля – оценка за выполнение практического задания

Вопросы для самоконтроля:

- 1) Какие специфические реакции используют для обнаружения катионов Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+} ?
- 2) Какой метод лежит в основе систематического анализа смеси катионов второй аналитической группы?
- 3) Какими реакциями обнаруживают K^+ , Na^+ , NH_4^+ ?
- 4) Как можно обнаружить при совместном присутствии катионы I, II аналитических групп?
- 5) На чем основано отделение иона свинца от остальных ионов при систематическом ходе анализа смеси катионов?
- 6) Какие катионы входят во вторую аналитическую группу катионов? Объясните действие группового реактива.

Рекомендуемая литература:

1. Конспект лекций.
2. Саенко О.Е. Аналитическая химия: учебник для средних специальных учебных заведений / О.Е. Саенко. – Ростов н/Д: Феникс, 2017. – 287 с.
3. Глубоков Ю.М. Аналитическая химия: учебник для студ. учреждений сред. проф. образования/ Ю.М. Глубоков, В.А. Головачева, Ю.А. Ефимова и др.; под ред. А.А. Ищенко. – 12-е изд., стер. – М.: Издательский центр «Академия», 2017 – 464с.
4. Золотов Ю.А. Основы аналитической химии: практическое руководство / Ю.А. Золотов; под ред. Ю.А. Золотова. – М.: Высшая школа, 2001. – 463 с.
5. Селезнев, К.А. Аналитическая химия. / К.А. Селезнев. – М.: Высш. школа, 1973. – 248 с.
6. Аналитическая химия: химические методы анализа / Е.Г. Власова; под ред. О.М. Петрухина, Л.Б. Кузнецовой. – М.: Лаборатория знаний, 2017. – 464 с.

Практическая работа №5

«Частные реакции катионов III аналитической группы. Анализ смеси катионов III аналитической группы»

Раздел 1 Качественный анализ.

Тема 1.4. Третья аналитическая группа катионов, их характеристика.

Цель занятия:

1. Приобрести навыки в проведении специфических реакции на катионы III аналитической группы.
2. Анализировать смесь катионов III аналитической группы.
3. Применение катионов III аналитической группы в рыбоводной практике.

Реактивы и оборудование:

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

Задание:

1. Выполнить специфические реакции катионов третьей аналитической группы.
2. Представить описание специфических реакций катионов (Ca^{2+} , Ba^{2+} , Sr^{2+}) третьей аналитической группы, которое должно включать:
 - а) уравнения реакций в молекулярной и молекулярно-ионной формах;
 - б) условия проведения реакций;
 - в) результаты наблюдения (аналитические эффекты реакций).
3. Провести систематический анализ смеси катионов третьей аналитической группы.
4. Полученные результаты отразить в таблице 5.2.

Порядок выполнения задания:

1. Выполнить специфические реакции катионов третьей аналитической группы.

1.1 Действие 1 М раствора серной кислоты.

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

1.2 Действие гипсовой воды (насыщенного раствора CaSO_4)

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

1.3 Действие раствора калия хромата

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

1.4 Действие оксалата аммония на соли кальция

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

1.5 Реакция окрашивания пламени солями бария, стронция, кальция

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

2. Полученные результаты отразить в таблице 5.1.

Таблица 5.1

О.И.	Реагент	Уравнение реакции в ПМУ и СИУ	Наблюдения	Выводы. Условия
Групповой реактив	H_2SO_4			
Ba^{2+}	K_2CrO_4			
	окрас пламени			
Sr^{2+}	CaSO_4			

	окрас пламени			
Ca ²⁺	(NH ₄) ₂ C ₂ O ₄			
	K ₂ CrO ₄			

3. Получить пробирку с контрольно-аналитической задачей.
4. Составить схему систематического анализа смеси катионов III аналитической группы в рабочей тетради.
5. Выполнить анализ в соответствии с систематическим ходом анализа, проведя соответствующие качественные реакции на катионы III аналитической группы.

5.1 Предварительные наблюдения и испытания

Анализируемая проба может быть сухой (в виде оснований, солей и смеси солей) или в виде раствора. Ее внимательно рассматривают и описывают внешний вид (цвет, форму кристаллов, запах и др.). При анализе сухой пробы испытывают ее растворимость в воде. В полученном или в исходном растворе определяют pH среды с помощью индикаторной бумажки. Если проба хорошо растворима в воде и имеет кислую реакцию среды, то в ней, возможно, присутствуют катионы аммония (объясните).

Выполняют реакцию окрашивания пламени. Очищенной и раскаленной нихромовой петлей захватывают часть пробы и вносят в бесцветную часть пламени газовой горелки. Если проба в виде раствора, его предварительно выпаривают досуха.

5.2 Действие группового реагента

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

5.3. Перевод сульфатов катионов III аналитической группы в карбонаты

Осадок сульфатов катионов III аналитической группы, полученный по п.5.2, помещают в фарфоровую чашку, прибавляют 15- 20 капель насыщенного раствора карбоната натрия и нагревают на кипящей водяной бане в течение 10-15 минут при постоянном перемешивании. Охлажденную смесь переносят в пробирку и центрифугируют. Центрифугат отбрасывают. Эту операцию повторяют не менее трех раз.

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

5.4 Растворение осадка карбонатов

Осадок, полученный по п. 5.3, растворяют в 15-20 каплях 2М раствора уксусной кислоты при нагревании на водяной бане.

5.5 Обнаружение и отделение катионов бария

К 2-3 каплям раствора, полученного по п.5.4, прибавляют 2 капли раствора калия хромата. Образование желтого осадка указывает на присутствие ионов бария. Если они присутствуют, то ко всему раствору прибавляют раствор калия хромата в таком количестве, чтобы жидкость над осадком была окрашена в желтый цвет. Проверяют полноту осаждения BaCrO₄. Осадок отделяют центрифугированием и отбрасывают.

5.6 Обнаружение и отделение катионов стронция

К 3-4 каплям центрифугата, полученного по п.5.5, прибавляют 3-4 капли гипсовой воды, нагревают на водяной бане в течение 1-2 минут и оставляют на несколько минут. Появление белой мути указывает на присутствие ионов стронция.

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

5.7 Обнаружение катионов кальция

К 2-3 каплям центрифугата, полученного по п. 5.6, прибавляют 2-3 капли 2 М раствора уксусной кислоты и 4-5 капель раствора аммония оксалата. Образование белого осадка указывает на присутствие катионов Ca^{2+} .

6. Оформить контрольно-аналитическую задачу, результаты представить в виде таблицы (см. образец табл.5.2)

Контрольная задача

Таблица 5.2

№ п/п	Исследуемое вещество	Реагент	Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
Присутствуют следующие катионы в смеси:						

7. Сделайте выводы по контрольно-аналитической задаче.

Форма контроля – оценка за выполнение практического задания

Вопросы для самоконтроля:

- 1) Какими реакциями обнаруживают Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} ?
- 2) Как можно обнаружить при совместном присутствии Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} ?
- 3) Можно ли обнаружить Ba^{2+} в присутствии Ca^{2+} и Sr^{2+} реакцией с серной кислотой?
- 4) Можно ли обнаружить Ba^{2+} в присутствии Ca^{2+} и Sr^{2+} реакцией с $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$?
- 5) Рассчитайте pH 0,01 М раствора муравьиной кислоты ($K_a = 2,2 \cdot 10^{-4}$).
- 6) Определите pH в 0,001 М растворе азотной кислоты.

Рекомендуемая литература:

1. Конспект лекций.
2. Саенко О.Е. Аналитическая химия: учебник для средних специальных учебных заведений / О.Е. Саенко. – Ростов н/Д: Феникс, 2017. – 287 с.
3. Глубоков Ю.М. Аналитическая химия: учебник для студ. учреждений сред. проф. образования/ Ю.М. Глубоков, В.А. Головачева, Ю.А. Ефимова и др.; под ред. А.А. Ищенко. – 12-е изд., стер. – М.: Издательский центр «Академия», 2017 – 464с.
4. Золотов Ю.А. Основы аналитической химии: практическое руководство / Ю.А. Золотов; под ред. Ю.А. Золотова. – М.: Высшая школа, 2001. – 463 с.
5. Селезнев, К.А. Аналитическая химия. / К.А. Селезнев. – М.: Высш. школа, 1973. – 248 с.
6. Аналитическая химия: химические методы анализа / Е.Г. Власова; под ред. О.М. Петрухина, Л.Б. Кузнецовой. – М.: Лаборатория знаний, 2017. – 464 с.

Практическая работа №6
«Частные реакции катионов IV аналитической группы»

Раздел 1 Качественный анализ.

Тема 1.5. Четвертая аналитическая группа катионов, их характеристика.

Цель занятия: Приобрести навыки в проведении специфических реакций на катионы IV аналитической группы.

Реактивы и оборудование:

Растворы солей Al^{3+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} , Sn^{2+} , $Sn(IV)$, $As(III)$, $As(V)$, серная кислота, натрия арсенита, пероксида водорода, амиловый спирт, $Co(NO_3)_2$, натрия ацетата, ализарин, дитизон, гексацианоферрата (II), вода дистиллированная, хлороводородная кислота, калия хромата, уксусная кислота. Пробирки, пипетки, химические стаканы, пробиркодержатели, газовая горелка, водяная баня, стеклянные палочки, предметное стекло, нихромовая петля, фарфоровая лодочка, центрифуга, фильтровальная бумага.

Задание:

1. Выполнить специфические реакции катионов четвертой аналитической группы;
2. Представить описание специфических и характерных реакций катионов четвертой аналитической группы: Al^{3+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} , Sn^{2+} , Sn^{4+} , As^{3+} , As^{5+} , которые должны включать:
 - а) уравнения реакций в молекулярной и молекулярно-ионной формах;
 - б) условия проведения реакций;
 - в) результаты наблюдений (аналитический эффект реакции).

Порядок выполнения задания:

1. Выполнить специфические реакции катионов четвертой аналитической группы.

1.1 Действие раствора NaOH

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

1.2 Восстановление As (III) и As (V) до AsH_3

(Соединения мышьяка - сильный яд!)

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

1.3 Окисление солей Sn^{2+} солями Hg^{2+}

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

1.4 Окисление ионов Cr^{3+} пероксидом водорода

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

1.5 Образование надхромовой кислоты

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

1.6 Действие раствора гексацианоферрата калия (II) $K_4[Fe(CN)_6]$ на раствор соли цинка

К 2-3 каплям соли цинка прибавляют 2 капли раствора $K_4[Fe(CN)_6]$. Укажите аналитический эффект. Исследуют растворимость полученного осадка в разведенной HCl.

1.7 Действие дитизона на раствор соли цинка

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

1.8 Действие ализарина на раствор соли алюминия.

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

1.9 Действие раствора натрия ацетата на раствор соли алюминия

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

1.10 Образование кобальта алюмината

К 2-3 каплям раствора соли алюминия прибавляют 2 капли раствора аммиака. Осадок $Al(OH)_3$ отфильтровывают, осторожно высушивают, смачивают разведенным раствором $Co(NO_3)_2$, высушивают и прокаливают в пламени газовой горелки. Укажите цвет осадка.

2. Полученные результаты отразить в таблице 6.1.

Таблица 6.1

О.И.	Реагент	Уравнение реакции в ПМУ и СИУ	Наблюдения	Выводы. Условия
групповой реактив	NaOH			
As (III) As (V)	Zn, HCl, HgCl ₂			
Sn ²⁺	HgCl ₂			
Cr ²⁺	NaOH, H ₂ O ₂ H ₂ O ₂			
Cr ²⁺	C ₅ H ₁₁ OH, H ₂ O ₂			
Zn ²⁺	$K_4[Fe(CN)_6]$			
	дитизон			
Al ³⁺	ализарин			
	CH ₃ COONa			
	NH ₄ OH, Co(NO ₃) ₂			

3. Сделать выводы.

Форма контроля – оценка за выполнение практического задания

Вопросы для самоконтроля:

1. Какими реакциями обнаруживают Al^{3+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} , Sn^{2+} , Sn^{4+} , As^{3+} , As^{5+} ?
2. Почему при действии аммония сульфида на растворы солей алюминия и хрома (III) образуются осадки $\text{Al}(\text{OH})_3$ и $\text{Cr}(\text{OH})_3$?

Рекомендуемая литература:

1. Конспект лекций.
2. Саенко О.Е. Аналитическая химия: учебник для средних специальных учебных заведений / О.Е. Саенко. – Ростов н/Д: Феникс, 2017. – 287 с.
3. Глубоков Ю.М. Аналитическая химия: учебник для студ. учреждений сред. проф. образования/ Ю.М. Глубоков, В.А. Головачева, Ю.А. Ефимова и др.; под ред. А.А. Ищенко. – 12-е изд., стер. – М.: Издательский центр «Академия», 2017 – 464с.
4. Золотов Ю.А. Основы аналитической химии: практическое руководство / Ю.А. Золотов; под ред. Ю.А. Золотова. – М.: Высшая школа, 2001. – 463 с.
5. Селезнев, К.А. Аналитическая химия. / К.А. Селезнев. – М.: Высш. школа, 1973. – 248 с.
6. Аналитическая химия: химические методы анализа / Е.Г. Власова; под ред. О.М. Петрухина, Л.Б. Кузнецовой. – М.: Лаборатория знаний, 2017. – 464 с.

Практическая работа №7

«Анализ смеси катионов IV аналитической группы»

Раздел 1 Качественный анализ.

Тема 1.5. Четвертая аналитическая группа катионов, их характеристика.

Цель занятия: Анализировать смесь катионов IV аналитической группы.

Реактивы и оборудование:

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

Задание:

1. Решить контрольно-аналитическую задачу: провести анализ раствора, содержащего катионы четвертой аналитической группы, и определить какие катионы присутствуют в растворе.
2. Оформить контрольно-аналитическую задачу по следующему плану:
 - а) схема систематического анализа;
 - б) краткое описание выполненных действий;
 - в) уравнения проведенных аналитических реакций и их аналитические эффекты;
 - г) выводы о результатах анализа по каждому анализируемому раствору;
 - д) ответ контрольно-аналитической задачи.

Порядок выполнения задания:

1. Получить пробирку с контрольно-аналитической задачей.
2. Составить схему систематического анализа в рабочей тетради.

3. Выполнить анализ в соответствии с систематическим ходом анализа, проведя соответствующие качественные реакции на катионы четвертой аналитической группы.

3.1. Предварительные наблюдения и испытания

Анализируемая проба может быть сухой (в виде оснований, солей и смеси солей) или в виде раствора. Ее внимательно рассматривают и описывают внешний вид (цвет, форму кристаллов, запах и др.). При анализе сухой пробы испытывают ее растворимость в воде. В полученном или в исходном растворе определяют рН среды с помощью индикаторной бумажки. Если проба хорошо растворима в воде и имеет кислую реакцию среды, то в ней, возможно, присутствуют катионы аммония (объясните).

Выполняют реакцию окрашивания пламени. Очищенной и раскаленной нихромовой петлей захватывают часть пробы и вносят в бесцветную часть пламени газовой горелки. Если проба в виде раствора, его предварительно выпаривают досуха.

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

(Соединения мышьяка - сильный яд!)

В пробирку помещают гранулу металлического цинка, прибавляют 10-15 капель раствора хлороводородной кислоты, 5 капель анализируемого раствора. Пробирку закрывают сухой полоской фильтровальной бумаги, предварительно пропитанной хлоридом ртути (II). Укажите аналитический эффект, если произошли изменения.

3.3 Действие группового реагента

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

3.4 Выделение ионов алюминия и олова (IV) в виде гидроксидов

К раствору, полученному по п. 3.3, прибавляют несколько кристаллов аммония хлорида и нагревают. Осадок, содержащий $Al(OH)_3$ и $Sn(OH)_4$, отделяют центрифугированием и промывают дистиллированной водой.

3.5 Растворение осадков $Al(OH)_3$, $Sn(OH)_4$ в хлороводородной кислоте

Осадок, полученный по п. 3.4, растворяют в 2M растворе хлороводородной кислоты.

3.6 Обнаружение катионов алюминия

В отдельных порциях раствора, полученного по п. 3.5, обнаруживают ионы алюминия действием растворов ализарина или натрия ацетата.

3.6.1 Действие ализарина на раствор соли алюминия.

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

3.6.2 Действие раствора натрия ацетата на раствор соли алюминия

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

3.7 Обнаружение катионов олова

К части раствора, полученного по п. 3.5, прибавляют 3-4 капли 2М раствора хлороводородной кислоты, железные стружки, кипятят 3 минуты, центрифугируют. В центрифугате определяют ионы олова (II) действием солей ртути (II).

3.7.1 Окисление солей Sn^{2+} солями Hg^{2+}

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

3.8 Обнаружение катионов цинка

В центрифугате, полученном по п.3.4, обнаруживают ионы цинка реакцией с растворами $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ или дитизона.

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

К 2-3 каплям соли цинка прибавляют 2 капли раствора $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. Укажите аналитический эффект.

3.8.2 Действие дитизона на раствор соли цинка

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

4. Оформить контрольно-аналитическую задачу, результаты представить в виде таблицы (см. образец табл.7.1)

Контрольная задача

Таблица 7.1

Внешний вид, окрашивание пламени						
№ п/п	Исследуемое вещ-во	Реагент	Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
1.	катионы IV	NaOH				
2.	As (III) As (V)	Zn, HCl, HgCl ₂				
3.	Al^{3+}	ализарин				
4.		CH_3COONa				
5.	Sn^{2+}	Fe, HCl,				
6.	Zn^{2+}	$\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$				
		дитизон				
7.	Присутствуют следующие катионы в смеси:					

5. Сделайте выводы по контрольно-аналитической задаче.

Форма контроля – оценка за выполнение практического задания

Вопросы для самоконтроля:

1. Какое применение находят в рыболовной практике соединения катионов IV аналитической группы?
2. Какими реакциями обнаруживают Al^{3+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} , Sn^{2+} , Sn^{4+} , As^{3+} , As^{5+} ?
3. Почему при действии аммония сульфида на растворы солей алюминия и хрома (III) образуются осадки $\text{Al}(\text{OH})_3$ и $\text{Cr}(\text{OH})_3$?

4. Предложите схему систематического анализа смеси катионов: Al^{3+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} , Sn^{2+} .

Рекомендуемая литература:

1. Конспект лекций.
2. Саенко О.Е. Аналитическая химия: учебник для средних специальных учебных заведений / О.Е. Саенко. – Ростов н/Д: Феникс, 2017. – 287 с.
3. Глубоков Ю.М. Аналитическая химия: учебник для студ. учреждений сред. проф. образования/ Ю.М. Глубоков, В.А. Головачева, Ю.А. Ефимова и др.; под ред. А.А. Ищенко. – 12-е изд., стер. – М.: Издательский центр «Академия», 2017 – 464с.
4. Золотов Ю.А. Основы аналитической химии: практическое руководство / Ю.А. Золотов; под ред. Ю.А. Золотова. – М.: Высшая школа, 2001. – 463 с.
5. Селезнев, К.А. Аналитическая химия. / К.А. Селезнев. – М.: Высш. школа, 1973. – 248 с.
6. Аналитическая химия: химические методы анализа / Е.Г. Власова; под ред. О.М. Петрухина, Л.Б. Кузнецовой. – М.: Лаборатория знаний, 2017. – 464 с.

Практическая работа №8

«Частные реакции катионов V и VI аналитических групп»

Раздел 1 Качественный анализ.

Тема 1.6. Пятая и шестая аналитические группы катионов, их характеристика.

Цель занятия: Приобрести навыки в проведении специфических реакций на катионы V аналитической группы. Приобрести навыки в проведении специфических реакций на катионы VI аналитической группы.

Реактивы и оборудование:

1. Растворы солей Mg^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Bi^{3+} гранула цинка, аммония персульфата, гексагидроксостаннита натрия (II), тиоцианата аммония, гексацианоферрата калия (II), гексацианоферрата калия (III), NH_4Cl , гидрофосфата натрия, вода дистиллированная, хлороводородная кислота, HNO_3 . Пробирки, пипетки, химические стаканы, пробиркодержатели, газовая горелка, водяная баня, стеклянные палочки, предметное стекло, нихромовая петля, фарфоровая лодочка.

2. Растворы солей Cu^{2+} , Hg^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , серная кислота, вода дистиллированная, натрия фторид, амиловый спирт, реактив Чугаева, сульфат кобальта, роданид аммония, $SnCl_2$, калия йодида, $Na_2S_2O_3$, раствора аммиака. хлороводородная кислота натрий карбонат, уксусная кислота, лакмусовая бумага, натрий гидротартрат, гесанитрокобальтат натрия, карбонат калия, цинкуранилацетат, серная кислота, этанол, гипсовая вода (насыщенный раствора $CaSO_4$), калия хромата, оксалат аммония, этиловый спирт, натрия арсенита, пероксида водорода, амиловый спирт, $Co(NO_3)_2$, натрия ацетата, ализарин, дитизон, гексацианоферрата (II), (V), гранула цинка, аммония персульфата, натрия гексагидроксостаннита (II) аммония тиоцианата, гексацианоферрата калия (II), калия гексацианоферрата (III), NH_4Cl , натрия гидрофосфата. HNO_3 натрия фторид, реактив Чугаева, сульфат кобальта, роданид аммония, $SnCl_2$, калия йодида, $Na_2S_2O_3$, раствора аммиака. Пробирки, пипетки, химические стаканы, пробиркодержатели, газовая горелка, водяная баня, стеклянные палочки, фарфоровая лодочка, фильтровальная бумага, центрифуга, микроскоп.

Смеси, содержащие соединения ртути (II), полученные при выполнении реакций, сливают в специальные склянки.

Задание:

1. Выполнить специфические реакции катионов пятой аналитической группы;

2. Представить описание специфических и характерных реакций катионов пятой аналитической группы: Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Bi^{3+} , Mg^{2+} , которое должно включать:
 - а) уравнения реакций в молекулярной и молекулярно-ионной формах;
 - б) условия проведения реакций;
 - в) результаты наблюдений (аналитический эффект реакции).
3. Выполнить специфические реакции катионов шестой аналитической группы;
4. Представить описание специфических и характерных реакций катионов шестой аналитической группы: Cu^{2+} , Hg^{2+} , Co^{2+} и Ni^{2+} , которое должно включать:
 - а) уравнения реакций в молекулярной и молекулярно-ионной формах;
 - б) условия проведения реакций;
 - в) результаты наблюдений (аналитический эффект реакции).

Порядок выполнения задания:

1. Выполнить специфические реакции катионов пятой аналитической группы.

1.1 Действие раствора натрия гидроксида NaOH

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

1.2 Реакции катионов магния

1.2.1 Действие раствора натрия гидрофосфата Na_2HPO_4

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

Укажите цвет образовавшегося осадка.

1.3 Реакции катионов железа (II)

1.3.1 Действие раствора калия гексацианоферрата (III) $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$

К 2–3 каплям раствора соли железа (II) прибавляют 2 капли раствора $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. Укажите цвет образовавшегося осадка.

Испытывают отношение осадка к действию минеральной кислоты и щелочи.

1.4 Реакции катионов железа (III)

1.4.1 Действие раствора калия гексацианоферрата (II) $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$

К 2–3 каплям раствора соли железа (III) прибавляют раствор $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. Укажите цвет образовавшегося осадка.

Испытывают отношение осадка к действию минеральной кислоты и щелочи.

1.4.2 Действие раствора аммония тиоцианата NH_4NCS

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

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

1.5 Реакции катионов марганца

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

К 4–5 каплям 2М раствора азотной кислоты прибавляют 2 капли нитрата серебра, несколько кристаллов персульфата аммония и нагревают до (50–60) °С. В нагретую смесь прибавляют с помощью стеклянной палочки 1 каплю разбавленного раствора соли марганца (II) и перемешивают. Укажите аналитический эффект.

1.6 Реакции катионов висмута

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

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

2. Полученные результаты отразить в таблице 8.1.

Таблица 8.1

О.И.	Реагент	Уравнение реакции в ПМУ и СИУ	Наблюдения	Выводы. Условия
Групповой реактив	NaOH			
Mg^{2+}	$\text{NH}_4\text{Cl}, \text{Na}_2\text{HPO}_4$			
Fe^{2+}	$\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$			
Fe^{2+}	$\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$			
	NH_4NCS			
Mn^{2+}	$\text{AgNO}_3, (\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$			
Bi^{2+}	$\text{Na}_4[\text{Sn}(\text{OH})_6]$			

3. Выполнить специфические реакции катионов шестой аналитической группы.

3.1 Действие растворов щелочей

К 2–3 каплям растворов солей Cu^{2+} , Hg^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} прибавляют по 2–3 капли раствора NaOH. Укажите цвет образовавшихся осадков.

Испытывают отношение полученных осадков к избытку растворов NaOH и HCl.

3.2 Действие раствора аммиака

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

3.3 Реакции катионов меди

3.3.1 Действие натрия тиосульфата

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

3.3.2 Реакция окрашивания пламени

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

3.4 Реакции катионов ртути (II)

Соли ртути ядовиты!

3.4.1 Действие раствора калия йодида

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

3.4.2 Действие раствора хлорида олова (II)

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

3.5 Реакции катионов кобальта

3.5.1 Действие роданида аммония

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

3.6 Реакции катионов никеля

3.6.1 Действие реактива Чугаева (диметилглиоксима)

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

4. Полученные результаты отразить в таблице 8.2.

Таблица 8.2

О.И.	Реагент	Уравнение реакции в ПМУ и СИУ	Наблюдения	Выводы. Условия
групповой реактив	NH_4OH			
Cu^{2+} Hg^{2+} Co^{2+} Ni^{2+}	NaOH			
Cu^{2+}	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$			
	Окрас пламени			
Hg^{2+}	KI			
	SnCl_2			
Co^{2+}	NH_4NCS			
Ni^{2+}	Реактив Чугаева			

5. Сделайте выводы.

Форма контроля – оценка за выполнение практического задания

Вопросы для самоконтроля:

1. Как отделить а) Mg^{2+} от Mn^{2+} , б) Fe^{3+} от Bi^{3+} ?
2. Как обнаружить Mg^{2+} в присутствии Fe^{3+} ; Mn^{2+} в присутствии Fe^{2+} ?
3. Предложите схему систематического анализа смеси катионов: Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} .
4. Рассчитайте растворимость CaC_2O_4 и молярную концентрацию ионов Ca^{2+} и $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ в насыщенном растворе CaC_2O_4 ($K_S(\text{CaC}_2\text{O}_4) = 2,3 \cdot 10^{-9}$). Во сколько раз растворимость PbCrO_4 в воде больше, чем в 0,01 М растворе K_2CrO_4 ($K_S(\text{PbCrO}_4) = 1,8 \cdot 10^{-14}$)?
5. Рассчитайте константу и степень гидролиза в 0,01 М растворе железа (II) хлорида; $K(\text{II}) \text{Fe}(\text{OH})_2 = 1,3 \cdot 10^{-4}$.
6. Какие реакции характерны для Co^{2+} и Ni^{2+} ?

7. При помощи какой реакции можно обнаружить катион Hg^{2+} в присутствии катионов всех аналитических групп? Составьте соответствующие уравнения химической реакции.
8. При помощи какой реакции можно обнаружить катион Cd^{2+} в присутствии катионов всех аналитических групп? Составьте соответствующие уравнения химической реакции.
9. Предложите схему систематического анализа смеси катионов: $\text{Cu}^{2+}, \text{Ni}^{2+}, \text{Cd}^{2+}$.
10. Буферные растворы. Классификация буферных растворов. Механизм буферного действия. Расчет pH буферных растворов.
11. Рассчитайте pH гидрофосфатного буферного раствора в одном литре которого содержится 0,01 моль NaH_2PO_4 и 0,005 моль Na_2HPO_4 . Как изменится pH раствора при добавлении к нему: а) 0,0001 моль HCl ; б) 0,0001 моль NaOH ? $\text{pK}_a(\text{H}_2\text{PO}_4) = 7,2$

Рекомендуемая литература:

1. Конспект лекций.
2. Саенко О.Е. Аналитическая химия: учебник для средних специальных учебных заведений / О.Е. Саенко. – Ростов н/Д: Феникс, 2017. – 287 с.
3. Глубоков Ю.М. Аналитическая химия: учебник для студ. учреждений сред. проф. образования/ Ю.М. Глубоков, В.А. Головачева, Ю.А. Ефимова и др.; под ред. А.А. Ищенко. – 12-е изд., стер. – М.: Издательский центр «Академия», 2017 – 464с.
4. Золотов Ю.А. Основы аналитической химии: практическое руководство / Ю.А. Золотов; под ред. Ю.А. Золотова. – М.: Высшая школа, 2001. – 463 с.
5. Селезнев, К.А. Аналитическая химия. / К.А. Селезнев. – М.: Высш. школа, 1973. – 248 с.
6. Аналитическая химия: химические методы анализа / Е.Г. Власова; под ред. О.М. Петрухина, Л.Б. Кузнецовой. – М.: Лаборатория знаний, 2017. – 464 с.

Практическая работа № 9

«Частные реакции анионов I, II, III аналитических групп»

Раздел 1 Качественный анализ.

Тема 1.7. Характеристика и аналитическая классификация анионов.

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

Реактивы и оборудование:

Соли $\text{SO}_4^{2-}, \text{SO}_3^{2-}, \text{CO}_3^{2-}, \text{PO}_4^{3-}, \text{CrO}_4^{2-}$, азотная кислота, вода дистиллированная, хлорид бария, нитрат серебра, раствор аммиака, раствор йода, хлорная вода, хлороформ, аммония карбонат, растворов солей хлорид-, бромид-, йодид- и сульфид-ионы, HNO_3 , этиловый спирт, натрия ацетат, аммония хлорид, калия перманганат, NO_3^- , NO_2^- , CH_3COO^- ионы, FeSO_4 . Пробирки, пипетки, химические стаканы, водяная баня.

Задание:

1. Выполнить специфические реакции анионов первой аналитической группы;
2. Представить описание специфических и характерных реакций анионов первой аналитической группы: $\text{SO}_4^{2-}, \text{SO}_3^{2-}, \text{CO}_3^{2-}, \text{PO}_4^{3-}, \text{CrO}_4^{2-}$, которое должно включать:
 - а) уравнения реакций в молекулярной и молекулярно-ионной формах;
 - б) условия проведения реакций;
 - в) результаты наблюдений (аналитический эффект реакции).
3. Выполнить специфические реакции анионов второй аналитической группы;

4. Представить описание специфических и характерных реакций анионов второй аналитической группы: Cl^- , Br^- , I^- , S^{2-} , которое должно включать:
 - а) уравнения реакций в молекулярной и молекулярно-ионной формах;
 - б) условия проведения реакций;
 - в) результаты наблюдений (аналитический эффект реакции).
5. Выполнить специфические реакции анионов третьей аналитической группы;
6. Представить описание специфических и характерных реакций анионов третьей аналитической группы: NO_3^- , NO_2^- , CH_3COO^- , которое должно включать:
 - а) уравнения реакций в молекулярной и молекулярно-ионной формах;
 - б) условия проведения реакций;
 - в) результаты наблюдений (аналитический эффект реакции).

Порядок выполнения задания:

1. Выполнить специфические реакции анионов первой аналитической группы.

1.1 Действие раствора хлорида бария

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

Укажите цвет образовавшихся осадков.

1.2 Действие раствора серебра нитрата

К 2–3 каплям раствора солей, содержащих анионы I аналитической группы, прибавляют 2–3 капли раствора нитрата серебра.

Укажите цвет образовавшихся осадков.

2. Полученные результаты отразить в таблице 9.1

Таблица 9.1

О.И.	Реагент	Уравнение реакции в ПМУ и СИУ	Наблюдения	Выводы. Условия
SO_4^{2-}	BaCl_2 .			
SO_3^{2-}				
CO_3^{2-}				
PO_4^{3-} ,				
CrO_4^{2-}				
SO_4^{2-}	AgNO_3			
SO_3^{2-}				
CO_3^{2-}				
PO_4^{3-} ,				
CrO_4^{2-}				

3. Выполнить специфические реакции анионов второй аналитической группы.

3.1 Реакции с групповым реагентом - действие раствора серебра нитрата

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

3.2 Реакции бромид-ионов

3.2.1 Действие хлорной воды

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

3.3 Реакции иодид-ионов

3.3.1 Действие хлорной воды

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

3.3.2 Действие нитрит-ионов

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

3.4 Реакции сульфид-ионов

3.4.1 Действие раствора йода

К 2–3 каплям раствора йода прибавляют 5–6 капель раствора аммония сульфида. Укажите аналитический эффект.

4. Полученные результаты отразить в таблице 9.2

Таблица 9.2

О.И.	Реагент	Уравнение реакции в ПМУ и СИУ	Наблюдения	Выводы. Условия
Cl ⁻	AgNO ₃ .			
Br ⁻				
I ⁻				
S ²⁻				
Br ⁻	H ₂ SO ₄ , CHCl ₃ , хлорная вода			
I ⁻	H ₂ SO ₄ , CHCl ₃ , хлорная вода			
	H ₂ SO ₄ , CHCl ₃ , NaNO ₂			
S ²⁻	(NH ₄) ₂ S			

5. Выполнить специфические реакции анионов третьей аналитической группы.

5.1 Реакции нитрат-ионов

5.1.1 Действие раствора железа (II) сульфата

К 3–5 каплям нитрата натрия прибавляют 3–4 кристаллика FeSO₄, перемешивают и осторожно по стенке пробирки прибавляют 2–3 капли концентрированной серной кислоты. Укажите аналитический эффект.

5.2 Реакции нитрит-ионов

5.2.1 Действие кислот

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

5.2.2 Действие калия перманганата

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

5.2.3 Действие аммония хлорида

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

5.3 Реакции ацетат-ионов

5.3.1 Реакция образования этилацетата

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

Укажите аналитический эффект.

5.3.2 Реакция с хлоридом железа

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

6. Полученные результаты отразить в таблице 9.3

Таблица 9.3

О.И.	Реагент	Уравнение реакции в ПМУ и СИУ	Наблюдения	Выводы. Условия
NO^{3-}	FeSO_4			
NO^{2-}	H_2SO_4			
	KMnO_4			
	NH_4Cl			
CH_3COO^-	H_2SO_4 , $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$			
	FeCl_3			

7. Сделайте выводы.

Форма контроля – оценка за выполнение практического задания

Вопросы для самоконтроля:

1. На чем основана аналитическая классификация анионов?
2. Какие анионы проявляют свойства окислителей? Составьте соответствующие уравнения реакций.
3. Какие анионы образуют с катионом серебра осадки, нерастворимые в кислоте?
4. Что происходит при действии HCl на осадки солей бария с анионами первой группы?
5. Какими реакциями можно обнаружить SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ при их совместном присутствии?
6. Как можно обнаружить Cl^- , Br^- , I^- при их совместном присутствии?
7. Как можно обнаружить анионы NO_3^- , NO_2^- , CH_3COO^- ?

Рекомендуемая литература:

1. Конспект лекций.
2. Саенко О.Е. Аналитическая химия: учебник для средних специальных учебных заведений / О.Е. Саенко. – Ростов н/Д: Феникс, 2017. – 287 с.

3. Глубоков Ю.М. Аналитическая химия: учебник для студ. учреждений сред. проф. образования/ Ю.М. Глубоков, В.А. Головачева, Ю.А. Ефимова и др.; под ред. А.А. Ищенко. – 12-е изд., стер. – М.: Издательский центр «Академия», 2017 – 464с.
4. Золотов Ю.А. Основы аналитической химии: практическое руководство / Ю.А. Золотов; под ред. Ю.А. Золотова. – М.: Высшая школа, 2001. – 463 с.
5. Селезнев, К.А. Аналитическая химия. / К.А. Селезнев. – М.: Высш. школа, 1973. – 248 с.
6. Аналитическая химия: химические методы анализа / Е.Г. Власова; под ред. О.М. Петрухина, Л.Б. Кузнецовой. – М.: Лаборатория знаний, 2017. – 464 с.

Практическая работа № 10

«Анализ солей (неизвестного вещества)»

Раздел 1 Качественный анализ.

Тема 1.7. Характеристика и аналитическая классификация анионов.

Цель занятия:

1. Выполнять анализ неизвестного вещества, используя специфические реакции.
2. Ситуационные задачи по обнаружению анионов и катионов в исследуемом растворе.

Реактивы и оборудование:

Карбонат натрия, уксусная кислота, лакмусовая бумага, натрий гидротартрат, гесанитрокобальтат натрия, карбонат калия, цинкуранилацетат, серная кислота, этанол, гипсовая вода (насыщенный раствор CaSO_4), калия хромата, оксалат аммония, этиловый спирт, натрия арсенита, пероксида водорода, амиловый спирт, $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$, натрия ацетата, ализарин, дитизон, гексацианоферрата (II), (V), гранула цинка, аммония персульфата, натрия гексагидроксостаннита (II) аммония тиоцианата, калия гексацианоферрата (II), калия гексацианоферрата (III), NH_4Cl , натрия гидрофосфата. ИК O_3 натрия фторид, реактив Чугаева, сульфат кобальта, роданид аммония, SnCl_2 , калия йодида, Na_2S^3 раствора аммиака. Соли SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , CO_3^{2-} , PO_4^{3-} , CrO_4^{2-} хлорид бария, серебра нитрат, раствор аммиака, раствор йода, хлорная вода, хлороформ, аммония карбонат, растворов солей хлорид-, бромид-, йодид- и сульфид-ионы, ИК O_3 , натрия ацетат, аммония хлорид, калия перманганат, NO_3^- , NO_2^- , CH_3COO^- ионы, FeSO_4 . Пробирки, пипетки, химические стаканы, пробиркодержатели, газовая горелка, водяная баня, стеклянные палочки, предметное стекло, микроскоп, нихромовая петля, фарфоровая лодочка, центрифуга.

Задание:

1. Выполнить анализ неизвестного вещества, используя специфические реакции.
2. Представить подробное описание всех этапов выполненного анализа неизвестной соли, которое должно включать:
 - а) определение реакции среды раствора соли;
 - б) определение аналитической группы катиона;
 - в) определение катиона соли путем проведения систематического анализа соответствующей группы катионов;
 - г) определение аналитической группы аниона;
 - д) определение аниона характерными или специфическими реакциями;
 - е) представить уравнения всех выполненных аналитических реакций в молекулярном и молекулярно-ионном виде.

ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ КАЧЕСТВЕННОГО АНАЛИЗА НЕОРГАНИЧЕСКОГО СОЕДИНЕНИЯ

Анализ неорганического вещества (соли) сводится к открытию катиона и аниона. Около 0,3-0,5 г. полученной для анализа соли измельчают и растворяют в 10-12 мл дистиллированной воды. Затем определяют реакцию среды в растворе при помощи универсальной индикаторной бумаги. Нейтральная реакция указывает на то, что вещество является солью сильной кислоты и сильного основания или же слабой кислоты и слабого основания (K_2SO_4 , $NaCl$, $CaCl_2$, CH_3COONH_4 и др.). Если реакция среды в растворе кислая, то анализируемая соль образована слабым основанием и сильной кислотой ($AlCl_3$, $Pb(NO_3)_2$ и др.), а если среда щелочная, то соль образована сильным основанием и слабой кислотой (Na_2CO_3 , K_2S и др.).

После определения реакции среды в растворе приступают к открытию в нем катионов и анионов.

ОТКРЫТИЕ КАТИОНА

Анализ рекомендуется начинать с открытия катиона, так как часто открытый катион исключают некоторые анионы, а иногда и целые их группы. Например, Ba^{2+} или Pb^{2+} в кислом растворе делает невозможным присутствие иона SO_4^{2-} . Если же ион Ba^{2+} найден в растворе, имеющим нейтральную или щелочную реакцию, в нем не могут присутствовать и все остальные анионы первой группы.

Точно так же по наличию Ag^+ в прозрачном растворе можно заключить об отсутствии анионов второй группы. Если к тому же реакция среды нейтральная, то не могут присутствовать и все анионы первой группы.

При открытии катиона сначала определяют принадлежность его к той или иной аналитической группе. Затем переходят к анализу найденной группы.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГРУППЫ КАТИОНА

К 4-5 каплям исследуемого раствора прилейте 2-3 капли раствора Na_2CO_3 . Если при этом осадок не выпадает, то в нем могут присутствовать только катионы первой группы (K^+ , Na^+ или NH_4^+). В этом случае из новых порций раствора открывают указанные ионы характерными для них реакциями в соответствии со схемой систематического анализа смеси катионов первой аналитической группы (см. Приложение 1).

Если при действии Na_2CO_3 на исследуемый раствор анализируемого вещества осадок образуется, то к новой порции раствора приливают 3-4 капли разбавленной соляной кислоты и, в случае образования осадка, доливают сюда же HCl до полного осаждения хлоридов второй группы. Раствор центрифугируют, центрифугат отбрасывают, а из полученного осадка открывают катионы серебра, свинца или ртути (I) по схеме систематического анализа смеси катионов второй группы (см. Приложение 2).

Если при действии на пробу раствора соляной кислотой осадка не образовалось (признак отсутствия в растворе катионов Ag^+ , Pb^{2+} и Hg_2^{2+}), то к той же пробе приливают несколько капель разбавленной серной кислоты и нагревают. Выпадение осадка служит признаком наличия в растворе катионов Ba^{2+} , Sr^{2+} или Ca^{2+} , которые открывают из новых порций первоначального раствора специфическими на них реакциями в соответствии со схемой систематического анализа смеси катионов третьей аналитической группы (см. Приложение 3).

Если при действии соляной и серной кислот на раствор осадков не образовалось, то к новой порции анализируемого раствора приливают несколько капель раствора щелочи, с которой (не в избытке) катионы четвертой, пятой и шестой групп образуют осадок. При испытании этого осадка на растворимость в избытке щелочи и водного раствора аммиака определяют принадлежность катионов к одной из указанных групп, а именно: если осадок растворяется в избытке щелочи, катионы относятся к четвертой группе; растворяется в водном аммиаке – к шестой группе; не растворяется ни в избытке щелочи, ни в избытке

водного аммиака – к пятой аналитической группе. Определив принадлежность катиона к одной из аналитических групп, приступают к его обнаружению из новой порции анализируемого раствора в соответствии со схемами систематического анализа катионов четвертой, пятой и шестой групп (см. Приложение 4,5,6).

ОТКРЫТИЕ АНИОНА

Для открытия аниона большое значение имеет принадлежность обнаруженного катиона к той или иной аналитической группе. Если анализируемая соль содержит катион первой или третьей группы, то анион открывают непосредственно из исследуемого раствора. Для этого сначала устанавливают группу, к которой принадлежит искомый анион, а затем определяют его с помощью характерных реакций.

Если анализируемая соль содержит катион второй, четвертой, пятой или шестой групп, то его необходимо полностью удалить из раствора. Это надо сделать потому, что некоторые катионы тяжелых металлов мешают открытию тех или иных анионов, так как взаимодействуют с прибавляемыми реактивами на анионы. Удалить катионы тяжелых металлов можно осаждением их насыщенным раствором соды Na_2CO_3 . Для этого к 15-20 каплям исследуемого раствора добавляют 7-8 капель раствора соды и кипятят 2-3 минуты. Выпавший осадок центрифугируют и отбрасывают.

Полученный центрифугат делят на 3 части:

а) в одну часть приливают разбавленную HNO_3 или CH_3COOH до нейтральной реакции. Раствор кипятят для удаления CO_2 ; используют эту порцию для открытия анионов первой группы;

б) к другой части прибавляют разбавленную HNO_3 до кислой реакции. Эту порцию используют для открытия анионов второй группы;

в) в третью часть приливают разбавленную H_2SO_4 до нейтральной реакции и кипятят ее для удаления CO_2 . Эту порцию используют для открытия анионов третьей группы.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГРУППЫ АНИОНА

1. К 2-3 каплям нейтрального раствора или первоначального раствора (при отсутствии катионов тяжелых металлов) добавляют несколько капель раствора BaCl_2 . Если осадок выпадает, значит, присутствуют анионы первой группы (SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, CO_3^{2-} , SiO_3^{2-} , PO_4^{3-}), если же осадок не выпадает, то их нет.

2. К 2-3 каплям кислого раствора или подкисленного азотной кислотой первоначального (при отсутствии катионов тяжелых металлов) добавляют несколько капель раствора AgNO_3 . Выпадение осадка указывает на присутствие анионов второй группы (Cl^- , Br^- , I^- , S^{2-}).

3. В нейтральном или в нейтрализованном разбавленной H_2SO_4 первоначальном растворе (при отсутствии катионов тяжелых металлов) открывают анионы третьей группы (NO_3^- , NO_2^- , CH_3COO^-).

Установив группу, к которой принадлежит анион исследуемой соли, проводят специфические реакции на анионы дробным методом.

Пример качественного анализа сухой смеси.

Реакция водного раствора анализируемого вещества нейтральная. При действии на отдельную пробу этого раствора раствором Na_2CO_3 осадка не образовалось. Отсюда делаем вывод, что в растворе могут быть катионы Na^+ , K^+ , или NH_4^+ , а анализируемое вещество представляет собой аммонийную соль слабой кислоты или соль сильной кислоты и щелочного металла. При испытании раствора на катионы обнаружен K^+ ; следовательно, в качестве аниона может быть только кислотный остаток сильной кислоты.

Приливаем к раствору: а) раствор BaCl_2 – осадка не образовалось (отсутствие анионов первой группы), б) раствор AgNO_3 – выпал желтый осадок, который указывает на наличие в растворе анионов I^- .

Таким образом, анализируемое нами соединение – KI .

Порядок выполнения задания:

1. Выполнить качественный анализ неизвестной соли в соответствии с полученными теоретическими и практическими знаниями.

1.1 Переведение смеси в раствор

Отдельные небольшие порции измельченной смеси стараются растворить в воде при (20-25) °С. Определяют pH среды полученного раствора.

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

1.2 Анализ катионов

Анализ катионов выполняют согласно схеме систематического хода анализа смеси катионов I-VI аналитических групп (см. Приложения 1-6).

1.3 Анализ анионов

Различают два случая:

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

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

1.3.1 Приготовление содовой вытяжки

В тигле смешивают 0,1 г исследуемого вещества с 0,4 г Na_2CO_3 и прибавляют 2,5-3 мл дистиллированной воды. Смесь кипятят 5 минут, прибавляют по мере упаривания воду, далее содержимое тигля переносят в коническую пробирку и центрифугируют. Объем центрифугата должен быть приблизительно 3 мл. При этом в осадок переходят катионы II, III, V, VI аналитических групп (в виде оксидов, гидроксидов, карбонатов, основных солей), в растворе - анионы, которые входят в состав анализируемой смеси, а также гидроксо-анионы, оксо-анионы IV и катионы I аналитических групп.

1.3.2 Обнаружение анионов

В отдельных порциях полученного центрифугата определяют NO_2^- и NO_3^- ионы. Вторую порцию центрифугата нейтрализуют разведенной HNO_3 . Нейтрализацию проводят очень осторожно, кислоту прибавляют по каплям при постоянном перемешивании. Избытка кислоты не следует допускать, так как при этом некоторые анионы могут быть утеряны, кроме того, амфотерные гидроксиды, образованные вначале, будут растворяться и переходить в раствор в виде соответствующих катионов. Если при этом образуется осадок, его отделяют центрифугированием и отбрасывают.

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

1.3.3 Определение группы аниона

А) Проба на анионы I аналитической группы

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

Б) Проба на анионы II аналитической группы

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

В) Пробы на анионы-восстановители – действие раствора йода в слабокислой среде.

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

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

Г) Пробы на анионы-окислители - действие калия йодида в слабокислой среде.

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

Д) Проба на анионы нестойких кислот

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

Е) Анализ хлорид-, бромид-, йодид-ионов при их совместном присутствии

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

Ж) Обнаружение йодид- и бромид-ионов.

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

И) Анализ нитрит- и нитрат-ионов

Обнаружение нитрит-ионов

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

Для обнаружения нитрат-ионов необходимо удалить ионы, мешающие проведению анализа: нитрит-ионы, бромид и йодид-ионы.

а) Удаление нитрит-ионов

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

б) Удаление бромид- и йодид-ионов

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

Обнаружение нитрат-ионов

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

К) Анализ сульфид-, сульфит-, сульфат-ионов

Обнаружение сульфид-ионов

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

Удаление сульфид-ионов

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

Обнаружение сульфит- и сульфат-ионов

К осадку, полученному на стадии удаления сульфид-ионов прибавляют 3-5 капель 2М раствора HCl, а потом 2-3 капли раствора йода. Неполная растворимость осадка $BaSO_4$ в растворе HCl свидетельствует о присутствии SO_4^{2-} -ионов, а обесцвечивание раствора - о наличии SO_3^{2-} -ионов.

Л) Обнаружение ацетат-ионов сухим способом

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

2. Все полученные результаты оформить в виде таблицы 10.1.

Контрольная задача

Таблица 10.1

№ п/п	Исследуемое вещество	Реагент	Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
1.	Внешний вид, значение pH					
2.	Анализ катионов					
2.1	Обнаружение отдельно катионов: NH_4^+ , Fe^{2+} , Fe^{3+}					
2.2	I группа катионов					
...	...					
3	Анализ анионов					
3.1	I группа анионов					
3.2	II группа анионов					
...	...					
	Присутствуют следующие катионы в смеси:					
	Присутствуют следующие анионы в смеси:					

3. Сделать выводы

Форма контроля – оценка за выполнение практического задания

Вопросы для самоконтроля:

1. Первая аналитическая группа катионов по кислотно-основной классификации. Специфические реакции катионов K^+ , Na^+ , NH_4^+ .
2. Как можно обнаружить при совместном присутствии K^+ и NH_4^+ ; K^+ и Na^+ ; K^+ , Na^+ и NH_4^+ ?
3. Охарактеризуйте вторую аналитическую группу катионов. Назовите особенности.
4. Систематический анализ смеси катионов второй аналитической группы.
5. Какие специфические реакции используют для обнаружения катионов Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+} ?
6. Какой фактор влияет на изменение величины произведения растворимости?
7. Какими реакциями обнаруживают Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} ?
8. Какими реакциями обнаруживают Al^{3+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} , Sn^{2+} , Sn^{4+} , As^{3+} , As^{5+} ?
9. Почему при действии аммония сульфида на растворы солей алюминия и хрома (III) образуются осадки $Al(OH)_3$ и $Cr(OH)_3$?
10. Как отделить а) Mg^{2+} от Mn^{2+} , б) Fe^{3+} от Bi^{3+} ?
11. Как обнаружить а) Mg^{2+} в присутствии Fe^{3+} , б) Mn^{2+} в присутствии Fe^{2+} ?
12. Предложите схему систематического анализа смеси катионов: Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} .
13. Предложите схему систематического анализа смеси катионов: Cu^{2+} , Ni^{2+} , Cd^{2+} .
14. Что происходит при действии HCl на осадки солей бария с анионами первой группы?
15. Какими реакциями можно обнаружить SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , $S_2O_3^{2-}$ при их совместном присутствии?
16. Как можно обнаружить Cl^- , Br^- , I^- при их совместном присутствии?
17. Как можно обнаружить анионы NO_3^- , NO_2^- , CH_3COO^- ?

Рекомендуемая литература:

1. Конспект лекций.
2. Саенко О.Е. Аналитическая химия: учебник для средних специальных учебных заведений / О.Е. Саенко. – Ростов н/Д: Феникс, 2017. – 287 с.
3. Глубоков Ю.М. Аналитическая химия: учебник для студ. учреждений сред. проф. образования/ Ю.М. Глубоков, В.А. Головачева, Ю.А. Ефимова и др.; под ред. А.А. Ищенко. – 12-е изд., стер. – М.: Издательский центр «Академия», 2017 – 464с.
4. Золотов Ю.А. Основы аналитической химии: практическое руководство / Ю.А. Золотов; под ред. Ю.А. Золотова. – М.: Высшая школа, 2001. – 463 с.
5. Селезнев, К.А. Аналитическая химия. / К.А. Селезнев. – М.: Высш. школа, 1973. – 248 с.
6. Аналитическая химия: химические методы анализа / Е.Г. Власова; под ред. О.М. Петрухина, Л.Б. Кузнецовой. – М.: Лаборатория знаний, 2017. – 464 с.

Лабораторная работа № 1

«Определение кристаллизационной воды в кристаллогидрате хлорида бария»

Раздел 2 Количественный анализ.

Тема 2.1. Основные принципы количественного анализа.

Цель занятия:

1. Определить содержание кристаллизационной воды в кристаллогидрате хлорида бария гравиметрическим методом анализа.
2. Ознакомление с методикой проведения анализа.

Реактивы и оборудование:

Технохимические и аналитические весы, разновес, бюкс с крышкой, сушильный шкаф с термометром, эксикатор, фарфоровая ложечка, тигельные щипцы; перекристаллизованный $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ (х.ч. или ч.д.а.)

Задание:

1. Определить содержание кристаллизационной воды в кристаллогидрате хлорида бария гравиметрическим методом анализа.

Основные теоретические положения:

Гравиметрический, или, весовой, анализ, основан на точном измерении массы вещества. Вещества, которые кристаллизуются из растворов с определенным количеством молекул воды, называются кристаллогидратами, а вода, содержащаяся в них, — кристаллизационной. В формулах кристаллогидратов указывается число молекул воды, приходящихся на одну молекулу соли. Кристаллизационная вода удаляется при нагревании соли в сушильном шкафу до 120—125 °С, остаток взвешивают на аналитических весах и производят расчет.

Порядок выполнения задания:

1) Тщательно вымытый бюкс сушат 30-40 мин в сушильном шкафу при 120-125 °С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают на аналитических весах. Результат взвешивания записывают в рабочую тетрадь для лабораторных работ.

2) Для каждого гравиметрического определения выбирают оптимальную навеску исходного вещества, масса которой может колебаться от десятых долей грамма до нескольких граммов. От правильного выбора навески зависит точность определения. Если навеска большая, точность определения повышается, но на ее обработку (на высушивание) затрачивается много времени. Если навеска маленькая, ее легко обработать, но зато потери даже незначительного количества вещества сильно снизят точность определения.

Рассчитаем навеску $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, которую следует взять, чтобы в ней содержалось 0,1 г воды:

в 244,3 г $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ содержится 36,00 г H_2O ;

в x г $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ содержится 0,1 г H_2O ;

Образец оформления лабораторной работы.

Пример записи результатов в рабочую тетрадь для лабораторных работ (*примерный расчет*):

1. Взятие навески хлорида бария $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Масса бюкса с хлоридом бария, г 17,5831

Масса пустого бюкса с крышкой, г 16,8223

Масса навески $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, г 0,7608

2. Высушивание навески хлорида бария.

Масса бюкса с хлоридом бария после высушивания, г:

1-е взвешивание 17,4896

2-е взвешивание 17,4712

3-е взвешивание 17,4712

3. Вычисление массы кристаллизационной воды:

$$17,5831 - 17,4712 = 0,1119 \text{ г.}$$

4. Содержание (%) кристаллизационной воды вычисляют по формуле:

13. С какой целью прокаленный или высушенный осадок помещают в эксикатор?
14. Как производится расчет определяемого элемента в анализируемой пробе?

Рекомендуемая литература:

1. Конспект лекций.
2. Саенко О.Е. Аналитическая химия: учебник для средних специальных учебных заведений / О.Е. Саенко. – Ростов н/Д: Феникс, 2017. – 287 с.
3. Глубоков Ю.М. Аналитическая химия: учебник для студ. учреждений сред. проф. образования/ Ю.М. Глубоков, В.А. Головачева, Ю.А. Ефимова и др.; под ред. А.А. Ищенко. – 12-е изд., стер. – М.: Издательский центр «Академия», 2017 – 464с.
4. Золотов Ю.А. Основы аналитической химии: практическое руководство / Ю.А. Золотов; под ред. Ю.А. Золотова. – М.: Высшая школа, 2001. – 463 с.
5. Аналитическая химия: химические методы анализа / Е.Г. Власова; под ред. О.М. Петрухина, Л.Б. Кузнецовой. – М.: Лаборатория знаний, 2017. – 464 с.
6. Крешков А.П., Ярославцев А.А. Курс аналитической химии. Количественный анализ. – М.: Химия, 1989г.
7. Деркач, С.Р. Практикум по аналитической химии : учеб. пособие, В 2 ч. Ч. 1. Классические методы количественного анализа / С.Р. Деркач. –Мурманск: Изд-во МГТУ, 2007. – 124 с.

Практическая работа № 11

«Решение задач по теме: «Расчеты в гравиметрическом анализе»

Раздел 2 Количественный анализ.

Тема 2.1. Основные принципы количественного анализа.

Цель занятия:

1. Научиться производить расчеты, необходимые для обработки полученных результатов в ходе гравиметрического анализа.

Оснащение: карточки с заданиями, раздаточный материал.

Задание:

1. Произвести соответствующие расчеты, решить самостоятельно задачи по теме.

Основные теоретические положения.

Гравиметрический, или весовой, анализ, один из важных методов количественного химического анализа, основан на точном измерении массы вещества.

Существует несколько способов проведения гравиметрического анализа.

Определяемое вещество удаляют из исследуемой пробы и по разнице в массе рассчитывают содержание определяемого вещества. Таким способом проводят определение влажности сырья. Например, если масса пробы до высушивания a , масса пробы после высушивания b , то влажность рассчитывается по следующей формуле:

Гравиметрический анализ начинается со взятия точной навески анализируемой пробы и перевода ее в раствор. Затем, прибавляя соответствующий реактив, получают малорастворимый осадок соединения, содержащего определяемое вещество. Данный осадок называется *осаждаемой* формой. Осадок отделяют от раствора фильтрованием, промывают и сушат или прокаливают до постоянного значения массы. Вещество после высушивания или прокаливания называется гравиметрической формой. Если в результате термического воздействия не происходит изменение химической формулы вещества осадка, то осаждаемая и гравиметрическая формы совпадают.

Поэтому необходимо убедиться в том, что гравиметрическая форма — это вещество точно известного постоянного состава, не содержащее примесей.

Зная навеску анализируемой пробы a , массу осадка (гравиметрической формы) b и его состав, вычисляют содержание определяемого вещества x (обычно в % по массе):

$$x = b \cdot F \cdot 100 / a$$

где F — фактор пересчета (аналитический множитель), представляющий собой отношение атомной массы определяемого вещества (или величины, кратной атомной массе) к молекулярной массе соединения в осадке (гравиметрической формы).

Например, при определении содержания железа (атомная масса 55,85), выделенного в виде его окиси Fe_2O_3 (молярная масса 159,70).

Задачи для самостоятельной работы.

Вариант 1.

1. Вычислить фактор пересчета:

Вариант	Определяемое вещество	Гравиметрическая форма
1	S	BaSO ₄
2	Al	Al ₂ O ₃
3	Ag ₂ O	AgCl
4	FeO	Fe ₂ O ₃
5	CaC ₂ O ₄	CaSO ₄

2. Из навески минерала, содержащего серу, массой 1,1850 г после соответствующей обработки получили 0,1321 г BaSO₄. Вычислить массу и массовую долю (%) серы в навеске.

3. Рассчитать массу навески вещества, содержащего около 20% NaCl, необходимую для получения 0,5 г осадка AgCl.

4. Из навески технического MnCO₃ массой 0,3528 г получили осадок MnNH₄PO₄. После прокаливания осадка получили 0,4326 г Mn₂P₂O₇. Вычислить массовую долю (%) MnCO₃ в образце.

Вариант 2

1. Вычислить фактор пересчета:

Вариант	Определяемое вещество	Гравиметрическая форма
1	K	K ₂ PtCl ₆
2	MgO	Mg ₂ P ₂ O ₇
3	Pb ₃ O ₄	PbSO ₄
4	H ₃ PO ₄	Mg ₂ P ₂ O ₇
5	NH ₃	(NH ₄) ₂ PtCl ₆

2. Из навески минерала, содержащего серу, массой 1,1850 г после соответствующей обработки получили 0,1321 г BaSO₄. Вычислить массу и массовую долю (%) серы в навеске.

3. Из навески чугуна массой 5 г получили осадок SiO₂; массой 0,2244 г. Вычислить массовую долю (%) кремния в чугуне.

4. Какую массу Ca₃(PO₄)₂ надо взять для анализа, чтобы получить 0,5 г прокаленного осадка CaO?

Форма контроля – оценка за выполнение практической работы.

Вопросы для самоконтроля:

1. Каковы разновидности гравиметрического метода анализа?
2. Назовите преимущества и недостатки гравиметрического метода.
3. Что такое осаждаемая форма и каким требованиям она должна удовлетворять?
4. Что такое гравиметрическая форма и каковы, предъявляемые к ней требования?
5. Каковы основные операции гравиметрического метода?
6. Назовите способы перевода навески из исследуемого вещества в раствор.
7. Что такое гравиметрический фактор (фактор пересчета F)?
8. Как производится расчет определяемого элемента в анализируемой пробе?

Рекомендуемая литература:

1. Конспект лекций.
2. Саенко О.Е. Аналитическая химия: учебник для средних специальных учебных заведений / О.Е. Саенко. – Ростов н/Д: Феникс, 2017. – 287 с.
3. Глубоков Ю.М. Аналитическая химия: учебник для студ. учреждений сред. проф. образования/ Ю.М. Глубоков, В.А. Головачева, Ю.А. Ефимова и др.; под ред. А.А. Ищенко. – 12-е изд., стер. – М.: Издательский центр «Академия», 2017 – 464с.
4. Золотов Ю.А. Основы аналитической химии: практическое руководство / Ю.А. Золотов; под ред. Ю.А. Золотова. – М.: Высшая школа, 2001. – 463 с.
5. Селезнев, К.А. Аналитическая химия. / К.А. Селезнев. – М.: Высш. школа, 1973. – 248 с.
6. Аналитическая химия: химические методы анализа / Е.Г. Власова; под ред. О.М. Петрухина, Л.Б. Кузнецовой. – М.: Лаборатория знаний, 2017. – 464 с.
7. Крешков А.П., Ярославцев А.А. Курс аналитической химии. Количественный анализ. – М.: Химия, 1989г.
8. Деркач, С.Р. Практикум по аналитической химии : учеб. пособие, В 2 ч. Ч. 1. Классические методы количественного анализа / С.Р. Деркач. –Мурманск: Изд-во МГТУ, 2007. – 124 с.

Лабораторная работа № 2

«Стандартизация рабочего раствора соляной кислоты по раствору тетрабората натрия»

Раздел 2 Количественный анализ.

Тема 2.2. Титриметрический анализ, его сущность.

Цель занятия:

1. Приготовить раствор соляной кислоты заданной концентрации и стандартизовать полученный раствор соляной кислоты по тетраборату натрия.

Оснащение: наглядные пособия, калькулятор, реактивы и оборудование.

Реактивы и оборудование:

Раствор концентрированной соляной кислоты, тетраборат натрия; вода дистиллированная; раствор индикатора метилового оранжевого; колбы конические объемом 250 мл и 500 мл, пипетки на 5 и 10 мл, воронки; весы аналитические, бюретка на 25 мл, перчатки резиновые.

Задание:

1. Рассчитать навеску и приготовить раствор титранта с заданной концентрацией.
2. Приготовить раствор соляной кислоты с заданной концентрацией.
3. Стандартизовать раствор соляной кислоты по раствору тетрабората натрия.

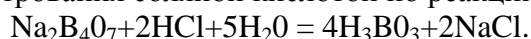
Порядок выполнения задания:

1. Расчет навески и приготовление раствора буры с молярной концентрацией эквивалента $C(1/2Na_2B_4O_7) = 0,1$ моль/л, объемом 250 мл

1.1. Рассчитайте навеску, необходимую для выполнения задания с применением соответствующих формул

Пример расчета:

Рассчитайте массу натрия тетрабората $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, необходимую для приготовления раствора объемом 250 мл с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/л, используемого для кислотно-основного титрования соляной кислотой по реакции:



Решение. Из уравнения видно, что эквивалентом натрия тетрабората является условная частица, равная половине его молекулы (одному иону водорода эквивалентна половина молекулы). Количество эквивалента натрия тетрабората, необходимое для приготовления заданного раствора:

$$n(1/2\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = V \cdot C(1/2\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7).$$

Подставляем данные из условия задачи:

$$n(1/2\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = 0,25 \text{ л} \cdot 0,1 \text{ моль/л} = 0,025 \text{ моль}$$

$$m(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = M(1/2\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) \cdot n(1/2\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O})$$

$$m(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = 0,5 \cdot 381,4 \text{ г/моль} \cdot 0,025 \text{ моль} = 4,7675 \text{ г}.$$

Далее, имея массу навески исходного вещества, легко рассчитать титр (по выше предложенным формулам) и далее перейти на расчет концентрации рабочего раствора.

$$C(1/ZX) = T(X) \cdot 1000 / M(1/ZX).$$

1.2. Рассчитанную навеску натрия тетрабората взвесьте на технических весах, предварительно ознакомившись с инструкциями по их эксплуатации.

1.3. Полученную навеску перенесите в мерную колбу на 250 мл через сухую воронку. Пользуясь промывалкой с подогретой дистиллированной водой, смойте вещество со стенок воронки, пробирки, в которой была навеска, в колбу и выньте воронку. Колбу наполните дистиллированной водой приблизительно на 2/3 объема, растворите все вещество, охладите раствор до комнатной температуры и долейте дистиллированной водой до метки. Перемешайте раствор в колбе.

2. Приготовление раствора соляной кислоты с молярной концентрацией эквивалента $C(\text{HCl}) = 0,1$ моль/л, объемом 500 мл

2.1. Расчет для приготовления рабочего раствора соляной кислоты (250 мл р-ра с концентрацией $\text{HCl} \sim 0,1$ моль/л)

Пример расчета.

Какие объемы соляной кислоты плотностью 1,179 г/мл и воды необходимо взять для приготовления раствора HCl объемом 250 мл с молярной концентрацией 0,1 моль/л?

Решение. Плотность исходного раствора HCl измеряют ареометром и в справочниках по плотности определяют массовую долю HCl в растворе: $w(\text{HCl}) = 36\%$ или $w(\text{HCl}) = 0,36$.

Молярная масса эквивалента HCl равна 36,46 г/моль, поэтому в 250 мл 0,1 моль/л раствора должно содержаться 0,912 г безводной HCl :

$$m(\text{HCl}) = M_3 \cdot C_3 \cdot V = 36,46 \cdot 0,1 \cdot 0,25 = 0,912 \text{ г}$$

Масса 36% раствора HCl , содержащая это количество кислоты, равна:

$$m(\text{р-ра HCl}) = m(\text{HCl}) / w(\text{HCl}) \cdot 100\% = 0,912 / 0,36 \cdot 100\% = 2,53 \text{ г}.$$

Объем исходного раствора равен:

$$V(\text{р-ра HCl}) = m(\text{р-ра HCl}) / \rho(\text{р-ра HCl}) = 2,53 / 1,179 = 2,1 \text{ мл}.$$

Отмерить маленьким мерным цилиндром $\approx 2,0$ мл 36% раствора соляной кислоты, а большим цилиндром ≈ 248 мл дистиллированной воды, слить в колбу на 250 мл и перемешать.

2.2. Измерьте ареометром плотность предложенной соляной кислоты и по справочнику найдите ее массовую долю (см. Приложение 7). Затем рассчитайте объем кислоты, необходимый для приготовления заданного раствора. При разбавлении раствора водой количество растворенного вещества не изменяется. Следовательно, $C_1(\text{HCl})V_1 = C_2(\text{HCl})V_2$, где V_1 и C_1 до разбавления, а V_2 и C_2 после разбавления.

2.3. Рассчитанный объем кислоты V отмерьте небольшим мерным цилиндром, перенесите через воронку в мерную колбу на 100 мл, промойте дистиллированной водой воронку, цилиндр и доведите общий объем до 100 мл дистиллированной водой, перемешайте и перенесите в чистую склянку, сделайте надпись.

3. Стандартизация раствора хлороводородной кислоты по раствору буры

- 3.1. Подготовьте посуду, необходимую для проведения титриметрического анализа. Бюретку, пипетку и колбочки ополосните дистиллированной водой.
- 3.2. Рабочую тетрадь по лабораторным работам подготовьте для записи результатов анализа:

Таблица 2.1

№	V буры	V HCl		Тбуры m/V	С(1/2 буры)	С (HCl)	Т(HCl)	κ (HCl)
		V ₁ V ₂ V ₃ V ₄	Сред. V					

3.3. Бюретку заполните рабочим раствором HCl. Пипетку ополосните раствором буры. В коническую колбу для титрования отберите пипеткой аликвотные части раствора $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$, добавьте 1-2 капли индикатора МО. Раствор становится желтым. Пробу в колбе титруйте раствором HCl до четкого изменения цвета индикатора от желтого до бледно-розового. Розовая окраска в конце титрования означает наличие в колбе избытка кислоты около 1 капли. Закончив титрование, ополосните колбу обычной, а затем дистиллированной водой и проведите титрование еще несколько раз до получения не менее четырех результатов.

После окончания титрования слейте кислоту из бюретки и промойте дистиллированной водой.

3.4. Обработка результатов эксперимента

Из совокупности отдельных результатов титрования отбросьте промахи и найдите среднее из сходящихся результатов. По полученному объему кислоты рассчитайте ее концентрацию. Формулы для расчета восстановите из занятия.

Форма контроля – оценка за выполнение лабораторной работы.

Вопросы для самоконтроля:

1. Дайте классификацию титриметрических методов анализа.
2. Основные понятия титриметрического анализа.
3. Закон эквивалентов. Расчеты в титриметрическом анализе.
4. Расскажите о методе кислотно-основного титрования (нейтрализации): сущность метода нейтрализации; кислотно-основные индикаторы; кривые кислотно-основного титрования.
5. Опишите и подтвердите примерами различные способы приготовления стандартного раствора.
6. Что называется стандартным раствором?
7. На чем основано фиксирование точки эквивалентности в титриметрическом анализе?
8. Что такое индикатор? Как правильно подобрать индикатор?
9. Как рассчитать содержание кислоты или щелочи в растворе?
10. Вычислите титр 0,1096 н раствора HCl.
11. Какова нормальная концентрация раствора HCl, если 1,00 мл ее нейтрализует 0,0265 г соды до NaHCO_3 ?

Рекомендуемая литература:

1. Конспект лекций.
2. Саенко О.Е. Аналитическая химия: учебник для средних специальных учебных заведений / О.Е. Саенко. – Ростов н/Д: Феникс, 2017. – 287 с.
3. Глубоков Ю.М. Аналитическая химия: учебник для студ. учреждений сред. проф. образования/ Ю.М. Глубоков, В.А. Головачева, Ю.А. Ефимова и др.; под ред. А.А. Ищенко. – 12-е изд., стер. – М.: Издательский центр «Академия», 2017 – 464с.
4. Золотов Ю.А. Основы аналитической химии: практическое руководство / Ю.А. Золотов; под ред. Ю.А. Золотова. – М.: Высшая школа, 2001. – 463 с.
5. Аналитическая химия: химические методы анализа / Е.Г. Власова; под ред. О.М. Петрухина, Л.Б. Кузнецовой. – М.: Лаборатория знаний, 2017. – 464 с.
6. Крешков А.П., Ярославцев А.А. Курс аналитической химии. Количественный анализ. – М.: Химия, 1989г.
7. Деркач, С.Р. Практикум по аналитической химии : учеб. пособие, В 2 ч. Ч. 1. Классические методы количественного анализа / С.Р. Деркач. –Мурманск: Изд-во МГТУ, 2007. – 124 с.

Практическая работа №12.

«Решение задач на тему: «Расчеты в титриметрическом анализе. Закон эквивалентов».

Раздел 2 Количественный анализ.

Тема 2.2. Титриметрический анализ, его сущность.

Цель занятия:

1. Научиться производить расчеты, необходимые для приготовления растворов заданной концентрации различными способами; уметь пользоваться формулами пересчета концентрации растворов и титра раствора.
2. Научиться производить расчеты, необходимые для титриметрического анализа, уметь применять закон эквивалентов.

Оснащение: наглядные пособия, периодическая система Д.И Менделеева, калькулятор, карточки с заданиями.

Основные теоретические положения.

Расчет результатов титриметрического анализа основан на принципе эквивалентности. Вещества реагируют между собой в эквивалентных количествах.

Эквивалент – это реальная или условная частица, которая может присоединять, освобождать или быть каким-либо другим образом эквивалентна одному иону водорода в кислотно-основных реакциях или одному электрону в окислительно-восстановительных реакциях.

Число, показывающее, какая доля молекулы или иона эквивалентна в данной реакции одному иону H^+ или одному электрону, называется *фактором эквивалентности*. Фактор эквивалентности обозначается буквой *f*: $f(HCl)$, $f(Na_2CO_3)$

Для расчетов результатов устанавливают количество (объем, иногда массу) стандартного раствора, затраченного на взаимодействие с определяемым веществом. Точность определений зависит от правильности установления концентрации стандартного раствора. Обычно ее выражают нормальностью.

Нормальность, или *молярная концентрация эквивалента*, показывает количество молей эквивалента, находящегося в 1 л раствора. Нормальность можно рассчитать по формуле:

Формулы пересчета концентраций:

$$C(1/z X) =$$

- Какой объем воды надо добавить к 1 л 0,5500 М HCl, чтобы получить 0,5000 М раствор.
- Какой объем раствора карбоната натрия с массовой долей 15,0% (плотность 1,16 г/мл) потребуется для приготовления 120 мл 0,45 М раствора карбоната натрия?
- Вычислить концентрации в соответствии с данными таблицы:

№ п/п	Дано	Вычислить
1	$C(1/2H_2SO_4)$	$T(H_2SO_4/CaO)$
2	$C(NaOH)=0.09981$	$T(NaOH)$
3	$T(NaOH/HCl)=0.002914$	$C(NaOH)$

Форма контроля – оценка за выполнение практического задания.

Вопросы для самоконтроля:

- Дайте классификацию титриметрических методов анализа.
- Основные понятия титриметрического анализа.
- Что такое титриметрия? В чем заключается принцип титрования?
- Закон эквивалентов. Расчеты в титриметрическом анализе.
- Расскажите о методе кислотно-основного титрования (нейтрализации): сущность метода нейтрализации; кислотно-основные индикаторы; кривые кислотно-основного титрования.
- Что называется концентрацией раствора? Перечислите основные способы выражения концентрации растворенного вещества в растворе.
- Опишите и подтвердите примерами различные способы приготовления стандартного раствора.
- Что называется стандартным раствором?
- На чем основано фиксирование точки эквивалентности в титриметрическом анализе?
- Что такое индикатор? Как правильно подобрать индикатор?
- Как рассчитать содержание кислоты или щелочи в растворе?
- Вычислите титр 0,1096 н раствора HCl.
- Какова нормальная концентрация раствора HCl, если 1,00 мл ее нейтрализует 0,0265 г соды до $NaHCO_3$?

Рекомендуемая литература:

- Конспект лекций.
- Саенко О.Е. Аналитическая химия: учебник для средних специальных учебных заведений / О.Е. Саенко. – Ростов н/Д: Феникс, 2017. – 287 с.
- Глубоков Ю.М. Аналитическая химия: учебник для студ. учреждений сред. проф. образования/ Ю.М. Глубоков, В.А. Головачева, Ю.А. Ефимова и др.; под ред. А.А. Ищенко. – 12-е изд., стер. – М.: Издательский центр «Академия», 2017 – 464с.
- Золотов Ю.А. Основы аналитической химии: практическое руководство / Ю.А. Золотов; под ред. Ю.А. Золотова. – М.: Высшая школа, 2001. – 463 с.
- Аналитическая химия: химические методы анализа / Е.Г. Власова; под ред. О.М. Петрухина, Л.Б. Кузнецовой. – М.: Лаборатория знаний, 2017. – 464 с.
- Крешков А.П., Ярославцев А.А. Курс аналитической химии. Количественный анализ. – М.: Химия, 1989г.
- Деркач, С.Р. Практикум по аналитической химии : учеб. пособие, В 2 ч. Ч. 1. Классические методы количественного анализа / С.Р. Деркач. –Мурманск: Изд-во МГТУ, 2007. – 124 с.

Практическая работа №13.

«Решение задач на тему: «Кислотно-основное титрование. Водородный показатель pH. Буферные растворы».

Раздел 2 Количественный анализ.

Тема 2.2. Титриметрический анализ, его сущность.

Цель занятия:

1. Уметь решать задачи по теме «Кислотно-основное титрование»;
2. Уметь рассчитывать кривые титрования и подбирать индикатор.

Оснащение: наглядные пособия, конспект лекций, справочные таблицы, периодическая система Д.И. Менделеева; калькулятор, карточки с заданиями.

Основные теоретические положения:

Титриметрия (титрование) – аналитический метод, основанный на измерении объема раствора реагента точно известной концентрации, расходуемого для реакции с определяемым веществом. Растворы реагентов известной концентрации, используемые в титриметрии, называют *титрованными* (стандартными) растворами, или *титрантами*.

Принцип титрования заключается в следующем: к раствору анализируемого вещества неизвестной концентрации (*пробе*) добавляют небольшими порциями раствор титранта до тех пор, пока не будет получен сигнал *индикатора*, свидетельствующий о прекращении реакции (*достижении конечной точки титрования*).

Одни из самых распространенных индикаторов – кислотно-щелочные. Они применяются в тех случаях, когда в ходе титрования, т.е. постепенного добавления реагента к анализируемому раствору изменяется pH среды (таблица 13.1). Индикация растворов может проводиться как визуально, так и с использованием инструментальных методов. Если проба или титрант сами по себе окрашены, специальные индикаторы могут и не потребоваться.

Расчет концентрации исследуемого раствора, в соответствии с законом эквивалентов, проводят по формуле

$$C_{\text{экв1}} \cdot V_1 = C_{\text{экв2}} \cdot V_2,$$

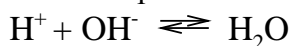
где $C_{\text{экв1}}$ и $C_{\text{экв2}}$ – молярные концентрации эквивалента пробы и титранта соответственно, моль-экв/л; V_1 – отмеренный объем пробы, л; V_2 – объем титранта, израсходованный на титрование, л.

Области перехода окраски некоторых pH-индикаторов

Таблица 13.1

Индикатор	Окраска кислотной формы	Окраска щелочной формы	Область перехода pH	pT
Фенолфталеин	Бесцветная	Красная	8,0-10,0	9,0
Лакмус	Красная	Синяя	5,0-8,0	7,0
Метиловый оранжевый	Розовая	Желтая	3,1-4,4	4,0
Метиловый красный	Красная	Желтая	4,2-6,2	5,5

При определении концентраций кислот и оснований используют *метод кислотно-основного титрования*, в основе которого лежит реакция нейтрализации:



В кислотной среде концентрация ионов водорода H^+ больше концентрации гидроксид-ионов OH^- , а в щелочной среде, наоборот, меньше. Для удобства характеристики кислотности среды используют понятие *водородного показателя pH*, вычисляемого как отрицательный (взятый с обратным знаком) десятичный логарифм концентрации водородных ионов в растворе, выраженной в моль/л:

$$pH = -\lg C_{H^+}. \quad (9)$$

Поскольку в водных растворах произведение молярных концентраций ионов водорода и гидроксид-ионов, называемое *ионным произведением воды*

$$C_{H^+} \cdot C_{OH^-} = K_{H_2O},$$

где K_{H_2O} – величина постоянная и при $T=298$ К равная 10^{-14} , в нейтральной среде $pH = 7$, в кислотной $pH < 7$, в щелочной $pH > 7$.

Истинная точка эквивалентности кислотно-основного титрования соответствует равенству молярных концентраций ионов водорода H^+ и гидроксид-ионов OH^- :

$$C_{H^+} = C_{OH^-}.$$

Реакция нейтрализации не сопровождается видимыми изменениями, например, переменной окраски раствора. Поэтому для фиксирования точки эквивалентности используют органические красители, структура и окраска которых зависит от величины водородного показателя *pH*, т.е. от кислотности среды (*pH*-индикаторы).

Как видно из таблицы 13.1, изменение окраски важнейших кислотно-основных индикаторов происходит внутри определенного узкого интервала значений *pH* растворов. Этот интервал зависит только от свойств данного индикатора, поэтому перемена окраски индикатора происходит, как правило, не строго в точке эквивалентности, а с известным отклонением от нее. То значение *pH*, при котором заканчивается титрование с данным индикатором, называется *показателем титрования* и обозначается *pT*. Величина *pT* соответствует одной из промежуточных окрасок индикатора и находится внутри области перехода.

Следует учитывать, что экспериментально наблюдаемая конечная точка титрования вследствие погрешностей измерений и наблюдений отличается от *истинной точки эквивалентности*, соответствующей стехиометрическим соотношениям реагирующих веществ. Очевидно, что от выбора индикатора зависит *индикаторная ошибка титрования*, величина которой может колебаться в широких пределах в зависимости от того, какой взят индикатор и какие кислота и основание реагируют между собой. Так, в случае титрования кислоты основанием при $pT < 7$ (при 298 К) имеет место недотитрованность, а при $pT > 7$ – перетитрованность. Относительная систематическая погрешность кислотно-основного титрования для сильных кислот и оснований может быть рассчитана по формуле

$$\eta_c = \left| \frac{C_{OH^-} - C_{H^+}}{C_0} \right| \cdot 100\%,$$

где C_{OH^-} , C_{H^+} и C_0 – молярные концентрации ионов OH^- , H^+ и титруемого вещества соответственно.

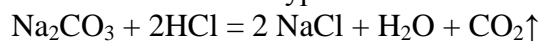
Пример 1: Какой объем 0,1 н. раствора серной кислоты необходимо отмерить для приготовления 100 мл 0,003 н. раствора?

Решение. Т.к. количество молей эквивалентов H_2SO_4 в исходном и приготовленном растворах одинаково, то, в соответствии с законом эквивалентов (формула (8)), объем

$$\text{исходного раствора } V_1 = \frac{C_{\text{эkv2}} V_2}{C_{\text{эkv1}}} = \frac{0,003 \cdot 100}{0,1} = 3 \text{ мл}.$$

Пример 2: На реакцию смеси, состоящей из карбонатов натрия и калия, массой 0,4000 г израсходовали 22,00 мл 0,3000М раствора HCl. Вычислить массовую долю (%) карбоната натрия и карбоната калия в смеси.

Решение: Согласно уравнению:



Одному моль водорода соответствует частица $\frac{1}{2}$ (Na_2CO_3), т.е. $f_{\text{ЭКВ}}(\text{Na}_2\text{CO}_3) = \frac{1}{2}$.

В точке эквивалентности:

$$n\left(\frac{1}{2} \text{Na}_2\text{CO}_3\right) + n\left(\frac{1}{2} \text{K}_2\text{CO}_3\right) = n(\text{HCl}),$$

где $n(\text{HCl}) =$

$$C(1/z, \text{HCl}) * V(\text{HCl}) = 0,1 * 10$$

$V(\text{NaOH}) = C(1/z, \text{NaOH}) = 0,1 = 10$ мл NaOH израсходовано (вступило в реакцию);
осталось NaOH $(100 - 10) = 90$ мл.

Концентрация NaOH уменьшилась. Определяем новую концентрацию NaOH, учитывая разбавление раствора:

$$C(\text{NaOH}) = (90 * 0,1) / (100 + 10) = 9 / 110 = 0,0818 \text{ моль/л}$$

$$[\text{OH}^-] = 8,18 * 10^{-2} \text{ моль/л}$$

$$p\text{OH} = -\lg 8,18 * 10^{-2} = 2 - 0,9128 = 1,0872$$

$$p\text{H} = 14 - 1,0872 = 12,9128 = 12,91$$

1.3 Добавлено 50,0 мл раствора HCl.

В реакцию вступило NaOH $(0,1 * 50) / 0,1 = 50,0$ мл. Осталось в растворе NaOH $(100 - 50) = 50,0$ мл. Новая концентрация NaOH :

$$C(\text{NaOH}) = (50 * 0,1) / (100 + 50) = 5 / 150 = 0,0333 \text{ моль/л}$$

$$[\text{OH}^-] = 3,33 * 10^{-2} \text{ моль/л}$$

$$p\text{OH} = -\lg 3,33 * 10^{-2} = 2 - 0,5224 = 1,4776$$

$$p\text{H} = 14 - 1,4776 = 12,5224 = 12,52$$

1.4 Добавлено 90,0 мл раствора HCl. В реакцию вступило NaOH $(0,1 * 90) / 0,1 = 90,0$ мл. Осталось в растворе NaOH $(100 - 90) = 10,0$ мл. Новая концентрация NaOH :

$$C(\text{NaOH}) = (10 * 0,1) / (100 + 90) = 1 / 190 = 0,00526 \text{ моль/л}$$

$$[\text{OH}^-] = 5,26 * 10^{-3} \text{ моль/л}$$

$$p\text{OH} = -\lg 5,26 * 10^{-3} = 3 - 0,7210 = 2,279$$

$$p\text{H} = 14 - 2,279 = 11,721 = 11,72$$

1.5 Добавлено 99,0 мл раствора HCl. В реакцию вступило NaOH $(0,1 * 99) / 0,1 = 99,0$ мл. Осталось в растворе NaOH $(100 - 99) = 1$ мл. Новая концентрация NaOH :

$$C(\text{NaOH}) = (1 * 0,1) / (100 + 99) = 0,1 / 199 = 0,0005025 \text{ моль/л}$$

$$[\text{OH}^-] = 5,03 * 10^{-4} \text{ моль/л}$$

$$p\text{OH} = -\lg 5,03 * 10^{-4} = 4 - 0,7016 = 3,2984$$

$$p\text{H} = 14 - 3,2984 = 10,7016 = 10,70$$

1.6 Добавлено 99,9 мл раствора HCl. В реакцию вступило NaOH $(0,1 * 99,9) / 0,1 = 99,9$ мл. Осталось в растворе NaOH $(100 - 99,9) = 0,1$ мл. Новая концентрация NaOH :

$$C(\text{NaOH}) = (0,1 * 0,1) / (100 + 99,9) = 0,01 / 199,9 = 0,00005 \text{ моль/л}$$

$$[\text{OH}^-] = 5 * 10^{-5} \text{ моль/л}$$

$$p\text{OH} = -\lg 5 * 10^{-5} = 5 - 0,6990 = 4,301$$

$$p\text{H} = 14 - 4,301 = 9,699 = 9,70$$

2 этап – точка эквивалентности

Добавлено 100,0 мл раствора HCl. В этот момент NaOH полностью (весь) прореагирует с кислотой HCl. В растворе будут присутствовать соль – хлорид натрия NaCl и вода. Хлорид натрия не подвергается гидролизу, потому, что образована сильным основанием (NaOH) и сильной кислотой (HCl). pH раствора будет определяться автопротолизом воды:

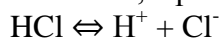
$$K_w = [\text{H}^+] * [\text{OH}^-] = 10^{-14}$$

$$[\text{H}^+] = [\text{OH}^-] * [\text{H}^+] = \sqrt{K_w} = \sqrt{10^{-14}} = 10^{-7}$$

$$p\text{H} = -\lg 10^{-7} = 7,0$$

3 этап – после точки эквивалентности

pH раствора будет определяться количеством добавленной кислоты. Концентрация H^+ - ионов растет пропорционально количеству добавленной HCl. Хлороводородная кислота - сильная, в растворе она диссоциирует полностью:



Концентрация H^+ - ионов равна молярной концентрации HCl.

3.1 Добавлено 100,1 мл раствора HCl. Избыток кислоты будет $100,1 - 100 = 0,1$ мл.

Концентрация хлороводородной кислоты:

$$C(\text{HCl}) = (0,1 * 0,1) / (100 + 100,1) = 0,01 / 200,1 = 0,0000499 \text{ моль/л}$$

$$[\text{H}^+] = 4,99 * 10^{-5} \text{ моль/л}$$

$$\text{pH} = -\lg 4,99 * 10^{-5} = 5 - 0,6981 = 4,3019 = 4,30$$

3.2 Добавлено 101,0 мл раствора HCl.

Избыток кислоты будет $101 - 100 = 1$ мл.

Концентрация хлороводородной кислоты:

$$C(\text{HCl}) = (1 * 0,1) / (100 + 101) = 0,1 / 201 = 0,0004975 \text{ моль/л}$$

$$[\text{H}^+] = 4,98 * 10^{-4} \text{ моль/л}$$

$$\text{pH} = -\lg 4,98 * 10^{-4} = 4 - 0,6972 = 3,3028 = 3,30$$

3.3 Добавлено 110,0 мл раствора HCl. Избыток кислоты будет $110 - 100 = 10$ мл.

Концентрация хлороводородной кислоты:

$$C(\text{HCl}) = (10 * 0,1) / (100 + 110) = 1 / 210 = 0,00476 \text{ моль/л}$$

$$[\text{H}^+] = 4,76 * 10^{-3} \text{ моль/л}$$

$$\text{pH} = -\lg 4,76 * 10^{-3} = 3 - 0,6776 = 2,3224 = 2,32$$

3.4 Добавлено 200,0 мл раствора HCl. Избыток кислоты будет $200 - 100 = 100$ мл.

Концентрация хлороводородной кислоты: $C(\text{HCl}) = (100 * 0,1) / (100 + 200) = 10 / 300 = 0,0333 \text{ моль/л}$

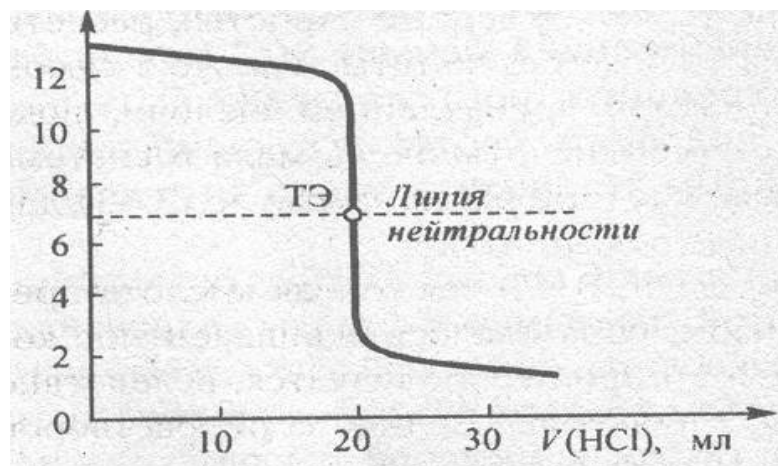
$$[\text{H}^+] = 3,33 * 10^{-2} \text{ моль/л}$$

$$\text{pH} = -\lg 3,33 * 10^{-2} = 2 - 0,5224 = 1,4776 = 1,48$$

Полученные данные помещаем в таблицу.

№	Добавлено HCl, мл	pH	∇pH
1	0	13,0	
2	10,0	12,91	0,09
3	50,0	12,52	0,39
4	90,0	11,72	0,8
5	99,0	10,70	1,02
6	99,9	9,70	1
7	100,0	7,0	2,7
8	100,1	4,30	2,7
9	101,0	3,30	1
10	110,0	2,32	0,98
11	200,0	1,48	0,84

Строим график в координатах: ось y (ординат) – значения pH; ось x (абсцисс – объем добавленной HCl, мл.



Прямая параллельная оси x и при $pH = 7$, пересекающая ось y – называют линией нейтральности. В начале титрования pH изменяется очень медленно. Если оттитровать половину (50 %) гидроксида натрия, то pH раствора изменится на 0,48 единиц ($pH\ 13 - 12,52 = 0,48$). Затем pH раствора изменяется более резко. Титрование последнего 0,1 мл $NaOH$ изменяет pH на 2,7 единицы. Добавление избытка кислоты в 0,1 мл также изменяет pH раствора на 2,7 единицы.

Резкое изменение pH в области точки эквивалентности называют скачком титрования. Это наиболее важная часть кривой титрования, так как по ней производят выбор индикатора. Интервал перехода индикатора должен входить или захватывать скачок титрования. В данном случае при титровании сильного основания сильной кислотой скачок титрования большой – $(9,7 - 4,3) = 5,4$ единицы pH . В качестве индикаторов можно использовать: метилоранж (3,1 – 4,4; $pT = 4$), метиловый красный (4,2 – 6,2; $pT = 5$), фенолфталеин (8,2-10; $pT=9$).

Задание для самостоятельной работы:

1. В 500 мл раствора содержится 2,6578г Na_2CO_3 . Вычислить $T(Na_2CO_3)$, $T(Na_2CO_3/HCl)$ и нормальную концентрацию Na_2CO_3 при нейтрализации этого раствора: а) до CO_2 ; б) до $NaHCO_3$.
2. В воде растворили 28 г KOH и 40,20г $NaOH$ и разбавили водой до 1500мл. вычислить молярную концентрацию полученного раствора.
3. К 550 мл 0,1925М HCl прибавили 50,00 мл раствора HCl с титром 0,02370. Вычислить молярную концентрацию и титр полученного раствора.
4. Вычислить молярную концентрацию и титр раствора HCl , если на титрование 0,4217г буры израсходовали 17,50мл этой кислоты.
5. Из навески гидроксида натрия массой 8,5г, содержащего, кроме $NaOH$, 4% Na_2CO_3 и 8% H_2O , приготовили 1л раствора. Определить молярную концентрацию эквивалента полученного раствора, если Na_2CO_3 нейтрализуется до H_2CO_3 .
6. На нейтрализацию 0,2140г смеси, состоящей из карбонатов кальция и бария, израсходовали 15,00мл 0,2000М раствора HCl . Определить массовую долю (%) $CaCO_3$ и $BaCO_3$ в смеси.
7. Рассчитайте пределы скачка титрования 0,01М раствора HCl 0,01М раствором NH_4OH . Подберите индикатор.
8. Рассчитайте пределы скачка титрования 0,01М раствора $NaOH$ 0,01М раствором $HCOOH$. Подберите индикатор.

Форма контроля – оценка за выполнение практического задания.

Вопросы для самоконтроля:

1. Дайте классификацию титриметрических методов анализа.
2. Основные понятия титриметрического анализа.
3. Закон эквивалентов. Расчеты в титриметрическом анализе.
4. Расскажите о методе кислотно-основного титрования (нейтрализации): сущность метода нейтрализации; кислотно-основные индикаторы; кривые кислотно-основного титрования.
5. Поясните, как проводят определение способами прямого, обратного титрования и титрования заместителя.
6. Какой момент называют скачком титрования? Когда он начинается и заканчивается?
7. Что такое индикатор? Как правильно подобрать индикатор?
8. Как рассчитать содержание кислоты или щелочи в растворе?
9. Вычислите титр 0,1096 н раствора HCl .
10. Какова нормальная концентрация раствора HCl , если 1,00 мл ее нейтрализует 0,0265 г соды до $NaHCO_3$?

Рекомендуемая литература:

1. Конспект лекций.
2. Саенко О.Е. Аналитическая химия: учебник для средних специальных учебных заведений / О.Е. Саенко. – Ростов н/Д: Феникс, 2017. – 287 с.
3. Глубоков Ю.М. Аналитическая химия: учебник для студ. учреждений сред. проф. образования/ Ю.М. Глубоков, В.А. Головачева, Ю.А. Ефимова и др.; под ред. А.А. Ищенко. – 12-е изд., стер. – М.: Издательский центр «Академия», 2017 – 464с.
4. Золотов Ю.А. Основы аналитической химии: практическое руководство / Ю.А. Золотов; под ред. Ю.А. Золотова. – М.: Высшая школа, 2001. – 463 с.
5. Аналитическая химия: химические методы анализа / Е.Г. Власова; под ред. О.М. Петрухина, Л.Б. Кузнецовой. – М.: Лаборатория знаний, 2017. – 464 с.
6. Крешков А.П., Ярославцев А.А. Курс аналитической химии. Количественный анализ. – М.: Химия, 1989г.
7. Деркач, С.Р. Практикум по аналитической химии : учеб. пособие, В 2 ч. Ч. 1. Классические методы количественного анализа / С.Р. Деркач. –Мурманск: Изд-во МГТУ, 2007. – 124 с.

Практическая работа №14.

«Составление и решение уравнений окислительно-восстановительных реакций»

Раздел 2 Количественный анализ.

Тема 2.3. Метод окисления-восстановления.

Цель занятия:

1. Уметь составлять окислительно-восстановительные реакции методом полуреакций
2. Производить расчеты, применяемые при окислительно-восстановительном титровании.

Оснащение: наглядные пособия, справочная литература, калькулятор, конспект лекций.

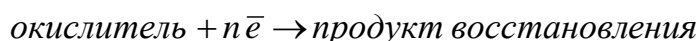
Основные теоретические положения:

Окислительно-восстановительная реакция (ОВР) – это единый процесс, состоящий из двух разных полуреакций: полуреакции окисления и полуреакции восстановления, которые идут одновременно.

Окисление – это процесс потери электронов атомом, молекулой или ионом.

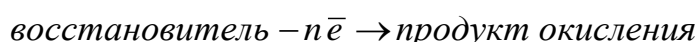
Восстановление – это процесс присоединения электронов атомом, молекулой или ионом.

Окислителем называется вещество, атомы, молекулы или ионы которого присоединяют электроны:



Окислитель восстанавливается в процессе восстановления.

Восстановителем называется вещество, атомы, молекулы или ионы которого отдают электроны:



Восстановитель окисляется в процессе окисления.

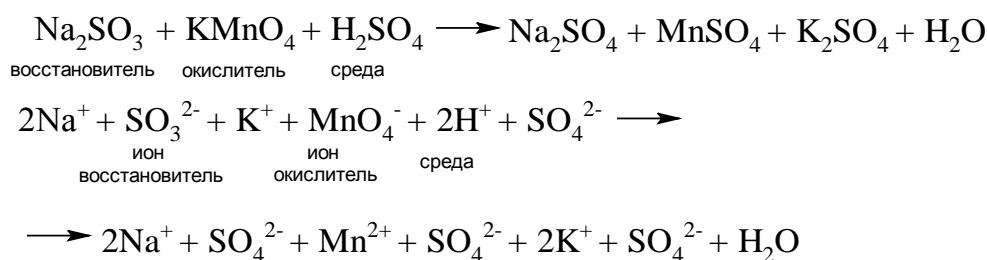
Число электронов, отданных восстановителем, равно числу электронов, принятых окислителем.

При написании уравнений ОВР используют два метода расстановки коэффициентов: метод электронного баланса и метод полуреакций.

Метод полуреакций (ионно-молекулярный метод) основан на составлении уравнений процессов окисления и восстановления с помощью ионов и молекул, реально существующих в растворе.

Сильные электролиты записывают в виде ионов, а слабые электролиты, газы и малорастворимые вещества – в виде молекул. Степень окисления атомов не используют, а учитывают заряды реальных ионов и характер среды, в которой идет процесс окисления или восстановления. Алгебраическую сумму зарядов в левой и правой частях полуреакций (процессов окисления и восстановления) уравнивают с помощью определенного числа электронов, которые участвуют в процессе. После записи полуреакций окисления и восстановления уравнивают число электронов, отданных восстановителем и принятых окислителем с помощью дополнительных коэффициентов (как в методе электронного баланса). С учетом этих коэффициентов записывают сокращенное ионно-молекулярное уравнение, а затем и молекулярное уравнение ОВР.

Используем метод полуреакций для той же реакции:

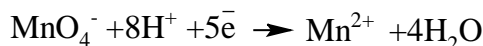


Полуреакция восстановления $\text{MnO}_4^- \rightarrow \text{Mn}^{2+}$

Чтобы связать 4 моль атомов кислорода, требуется 8 моль атомов водорода (процесс идет в кислой среде):



Уравниваем алгебраическую сумму зарядов слева и справа:

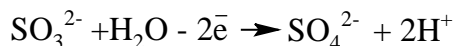


Полуреакция окисления $\text{SO}_3^{2-} \rightarrow \text{SO}_4^{2-}$

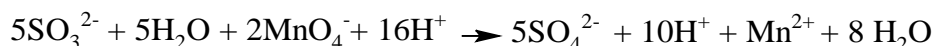
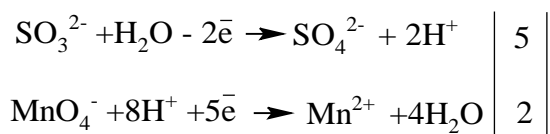
Чтобы получить 1 моль атомов кислорода для окисления SO_3^{2-} до SO_4^{2-} , требуется 1 моль молекул H_2O (процесс идет в кислой среде):



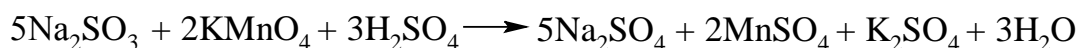
Уравниваем алгебраическую сумму зарядов слева и справа:



Теперь уравниваем число электронов в полуреакциях окисления и восстановления и получаем *сокращенное ионно - молекулярное уравнение ОВР*:

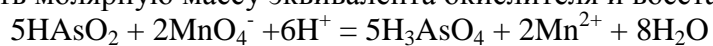


Записываем молекулярное уравнение ОВР:

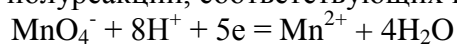


Примеры решения задач:

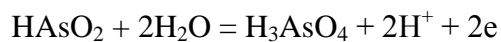
Пример 1: Определить молярную массу эквивалента окислителя и восстановителя в реакции:



Решение. Запишем уравнения полуреакций, соответствующих превращениям окислителя:



и восстановителя:



Из уравнения видно, что перманганат-ион восстанавливается до Mn^{2+} , принимая 5 электронов. Следовательно, одному электрону соответствует частица $1/5 \text{MnO}_4^-$, т.е. $f_{\text{ЭКВ}}(\text{MnO}_4^-) = 1/5$. Молярная масса эквивалента окислителя равна:

$$M(1/5 \text{MnO}_4^-) =$$

Задание для самостоятельной работы:

1. Методом полуреакций подберите коэффициенты в следующей окислительно-восстановительной реакции. Укажите окислитель и восстановитель. Какой из элементов окисляется, какой восстанавливается?
 - а) $I_2 + KOH \rightarrow KI + KIO_3 + H_2O$
 - б) $Na_2SO_3 + KMnO_4 + KOH = Na_2SO_4 + K_2MnO_4 + H_2O$
2. Закончить уравнения реакций:
 - а) $Mn(OH)_2 + Cl_2 + KOH = MO_2 +$
 - б) $MnO_2 + O_2 + KOH = K_2MnO_4 +$
 - в) $FeSO_4 + Br_2 + H_2SO_4 =$
 - г) $NaAsO_2 + I_2 + NaOH = Na_3AsO_4 +$
3. Какую массу $KMnO_4$ надо взять для приготовления: 1) 500 мл 0,05н раствора $KMnO_4$ ($f_{экв}=1/5$); 2) 500мл раствора с $T(KMnO_4/Fe) = 0,005932$; 3) 250 мл раствора с $T(KMnO_4/CaO) = 0,005246$ г/мл? Во всех случаях предусматривается титрование в кислой среде.
4. До какого объема следует разбавить 250 мл 0,1000н $KMnO_4$ ($f_{экв}=1/5$), чтобы получить: 1) раствор с $T(KMnO_4) = 0,002634$; 2) раствор с $T(KMnO_4/Fe) = 0,003990$?
5. Какую массу $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ необходимо взять для приготовления: 1) 500,0 мл 0,02М раствора; 2) 200мл раствора с $T(Na_2S_2O_3/I_2) = 0,006432$; 3) 250 мл раствора с $T(Na_2S_2O_3/Cu) = 0,001345$?
6. На титрование 20,00мл раствора шавелевой кислоты с $T(H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O) = 0,006900$ израсходовали 25,00мл раствора $KMnO_4$. Вычислить молярную концентрацию эквивалента раствора $KMnO_4$ и его титр.
7. На титрование 20,00 мл раствора $FeSO_4$ в сернокислой среде израсходовали 22,50мл 0,1000н раствора $K_2Cr_2O_7$ ($f_{экв}=1/6$). Какой объем воды нужно добавить к 200,0 мл раствора сульфата железа, чтобы сделать раствор точно 0,05000н?

Форма контроля – оценка за выполнение практического задания.

Вопросы для самоконтроля:

1. Перечислите основные титриметрические методы окисления-восстановления. С чем связано название каждого метода?
2. Каким отличительным признаком характеризуются окислительно-восстановительные реакции?
3. Какие растворы являются стандартными в перманганатометрии, йодометрии, хроматометрии?
4. Каким требованиям должны отвечать реакции окисления-восстановления, чтобы их можно было использовать в количественном анализе?
5. Какой потенциал принято называть стандартным? Приведите примеры.
6. Какие факторы и как влияют на окислительно-восстановительный потенциал? Можно ли учесть это влияние при использовании уравнения Нернста?
7. Как можно сместить направление окислительно-восстановительной реакции? Приведите примеры.
8. По какому веществу устанавливают титр и нормальную концентрацию раствора перманганата калия?
9. Что такое титрование методом замещения?

10. На титрование раствора CuSO_4 объемом 25,00мл израсходовано 0,05н раствор тиосульфата натрия объемом 18,60мл. Вычислите содержание меди (г) в 100мл этого раствора?

Рекомендуемая литература:

1. Конспект лекций.
2. Саенко О.Е. Аналитическая химия: учебник для средних специальных учебных заведений / О.Е. Саенко. – Ростов н/Д: Феникс, 2017. – 287 с.
3. Глубоков Ю.М. Аналитическая химия: учебник для студ. учреждений сред. проф. образования/ Ю.М. Глубоков, В.А. Головачева, Ю.А. Ефимова и др.; под ред. А.А. Ищенко. – 12-е изд., стер. – М.: Издательский центр «Академия», 2017 – 464с.
4. Золотов Ю.А. Основы аналитической химии: практическое руководство / Ю.А. Золотов; под ред. Ю.А. Золотова. – М.: Высшая школа, 2001. – 463 с.
5. Аналитическая химия: химические методы анализа / Е.Г. Власова; под ред. О.М. Петрухина, Л.Б. Кузнецовой. – М.: Лаборатория знаний, 2017. – 464 с.
6. Крешков А.П., Ярославцев А.А. Курс аналитической химии. Количественный анализ. – М.: Химия, 1989г.
7. Деркач, С.Р. Практикум по аналитической химии : учеб. пособие, В 2 ч. Ч. 1. Классические методы количественного анализа / С.Р. Деркач. –Мурманск: Изд-во МГТУ, 2007. – 124 с.

Практическая работа №15.

«Построение и расчет кривых титрования. Расчет точки эквивалентности».

Раздел 2 Количественный анализ.

Тема 2.3. Метод окисления-восстановления.

Цель занятия:

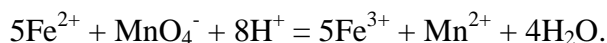
1. Уметь рассчитывать кривые титрования и подбирать индикатор.

Оснащение: наглядные пособия, конспект лекций, справочные таблицы, периодическая система Д.И. Менделеева; калькулятор, карточки с заданиями.

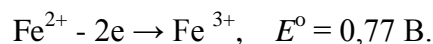
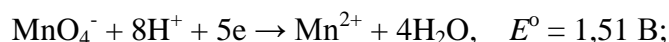
Основные теоретические положения.

Построение кривой титрования дает возможность оценить, насколько успешным будет титрование, и позволяет выбрать индикатор. При построении кривой окислительно – восстановительного титрования по оси ординат откладывают потенциал системы, а по оси абсцисс – объем титранта или степень оттитровывания.

Рассмотрим в качестве примера титрование 100 мл 0,1 н. раствора FeSO_4 0,1 н. раствором KMnO_4 в кислой среде ($[\text{H}^+] = 1$ моль/л):



Запишем уравнения полуреакций для данной окислительно-восстановительной реакции и найдем для них стандартные потенциалы в справочной таблице:



Вычислим константу равновесия этой реакции:

$$\lg K = (1,51 - 0,77) \cdot 5 / 0,059 = 62 \text{ и } K = 10^{62}.$$

Очень большое численное значение K показывает, что равновесие реакции, протекающей при титровании, практически целиком сдвинуто вправо. При расчете кривых

окислительно-восстановительного титрования обычно не приводят значение потенциала для точки, соответствующей моменту, когда в исследуемый раствор еще не добавлен титрант.

После добавления первых же капель перманганата калия в растворе образуются две окислительно-восстановительные пары: $\text{MnO}_4^-/\text{Mn}^{2+}$ и $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$, потенциал каждой из которых можно вычислить по уравнению Нернста:

$$E_{\text{MnO}_4^-/\text{Mn}^{2+}} = 1,51 + 0,0118 \lg \frac{[\text{MnO}_4^-][\text{H}^+]^8}{[\text{Mn}^{2+}]}$$

$$E_{\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}} = 0,77 + 0,0591 \lg \frac{[\text{Fe}^{3+}]}{[\text{Fe}^{2+}]}$$

При расчете по любому из этих уравнений получится одно и то же значение потенциала, поскольку в каждый момент титрования система находится в равновесии. Однако из соображений простоты расчета до точки эквивалентности потенциал следует рассчитывать по второму из них, а после точки эквивалентности – по первому. Количество вещества Fe^{3+} до точки эквивалентности будет равно количеству вещества эквивалента добавленного KMnO_4 , поскольку высокое численное значение константы равновесия говорит о практически полном сдвиге равновесия вправо.

В уравнение Нернста входит соотношение концентраций окисленной и восстановленной форм, поэтому при $[\text{H}^+] = 1$ моль/л изменение объема не влияет на результаты расчета. Следовательно, при построении кривой титрования можно условно считать, что объем титруемого раствора не изменяется и остается равным 100 мл.

Если к 100,0 мл 0,1 н. FeSO_4 добавить 1,0 мл 0,1 н. KMnO_4 ($f_{\text{эКВ}} = 1/5$), то в результате реакции образуется эквивалентное количество вещества Fe^{3+} , концентрация которого в растворе будет равна $[\text{Fe}^{3+}] = 0,1 \cdot 1,0 / 100,0 = 1,0 \cdot 10^{-3}$ моль-экв/л, а концентрация ионов Fe^{2+} составит 0,099 моль-экв/л. Окислительно-восстановительный потенциал раствора составит:

$$E = 0,77 + 0,059 \lg (1,0 \cdot 10^{-3} / 0,099) = 0,65 \text{ В.}$$

Остальная часть кривой титрования до точки эквивалентности рассчитывается аналогично; результаты приведены в таблице 15.1.

Потенциал в точке эквивалентности можно рассчитать по уравнению:

$$E_{\text{т.э}} = (E_1^\circ n_1 + E_2^\circ n_2) / (n_1 + n_2),$$

$$E_{\text{т.э}} = (1,51 \cdot 5 + 0,77 \cdot 1) / (5 + 1) = 1,39 \text{ В,}$$

Где E_1° и E_2° - стандартные потенциалы окислительно-восстановительных пар, участвующих в данной реакции;

n_1 и n_2 – число принятых или отданных электронов в полуреакциях.

Изменение E при добавлении 0,1 н. KMnO_4 ($f_{\text{эКВ}} = 1/5$) к 100 мл 0,1 н. FeSO_4 при $[\text{H}^+] = 1$ моль/л

Таблица 15.1

Добавлено KMnO_4 , мл	$[\text{Fe}^{3+}]$	$[\text{Fe}^{2+}]$	$[\text{Fe}^{3+}]/[\text{Fe}^{2+}]$	E , В
50,0	0,05	0,05	1,0	0,77
91,0	0,091	0,009	10	0,83
99,0	0,099	$1,0 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^2$	0,89
99,9	0,0999	$1,0 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^3$	0,95

После точки эквивалентности избыток KMnO_4 в 0,1 мл при разбавлении до 100 мл создаст в растворе концентрацию перманганата $[\text{MnO}_4^-] = 0,02 \cdot 0,1 / 100 = 2 \cdot 10^{-5}$ моль-экв/л, а концентрация $[\text{Mn}^{2+}] = 0,02$ моль-экв/л останется практически без изменений, такой же, какой она была в точке эквивалентности. Подстановка этих значений в уравнение Нернста дает:

$$E = 1,51 + 0,0118 \cdot \lg(2,0 \cdot 10^{-5} / 2,0 \cdot 10^{-2}) = 1,47 \text{ В.}$$

Если перетитровать на 1,0 мл, то $[\text{MnO}_4^-] = 0,02 \cdot 1,0 / 100 = 2,0 \cdot 10^{-4}$ моль-экв/л, а потенциал будет равен

$$E = 1,51 + 0,0118 \cdot \lg(2,0 \cdot 10^{-4} / 2,0 \cdot 10^{-2}) = 1,49 \text{ В,}$$

а если перетитровать на 10,0 мл, то $[\text{MnO}_4^-] = 0,02 \cdot 10 / 100 = 2,0 \cdot 10^{-3}$ моль-экв/л, потенциал будет равен

$$E = 1,51 + 0,0118 \cdot \lg(2,0 \cdot 10^{-3} / 2,0 \cdot 10^{-2}) = 1,51 \text{ В.}$$

Кривая титрования Fe^{2+} перманганатом калия представлена на рисунке 15.1.

В области точки эквивалентности при переходе от раствора, недотитрованного на 0,1%, к раствору, перетитрованному на 0,1%, потенциал изменяется больше, чем на 0,5 В. Резкий скачок потенциала позволяет использовать для обнаружения точки эквивалентности непосредственно потенциометрические измерения или окислительно-восстановительные (редокс) индикаторы, окраска которых изменяется при изменении потенциала. Ввиду необратимости системы $\text{MnO}_4^-/\text{Mn}^{2+}$ в условиях титриметрического анализа реально наблюдаемый скачок титрования будет несколько меньше, чем рассчитанный.

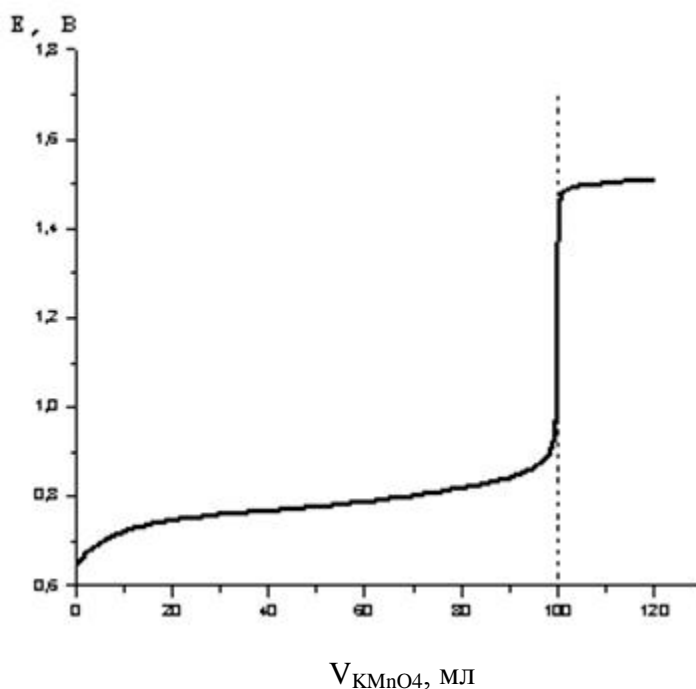


Рисунок 15.1 – Кривая титрования 100 мл 0,1 н. раствора FeSO_4 0,1 н. раствором KMnO_4 ($f_{\text{экв}} = 1/5$), $[\text{H}^+] = 1,0$ моль/л

Задание для самостоятельной работы:

1. Постройте кривую титрования 50 мл 0,05000 моль-экв/л-ного раствора Fe^{2+} 0,1000 моль-экв/л-ным раствором Ce^{IV} в присутствии 1,0 моль/л H_2SO_4 .
2. Рассчитайте $[\text{Fe}^{2+}]$ в точке эквивалентности и сделайте вывод о возможности количественного определения Fe^{2+} титрованием его:

- а) 0,05000 моль-экв/л-ного раствора 0,05000 моль-экв/л-ным раствором KMnO_4 ;
 б) 0,05000 моль-экв/л-ным раствором I_2 .
3. Напишите уравнение для расчета потенциала в точке эквивалентности для реакций:

$$5\text{NO}_2^- + 2\text{MnO}_4^- + 6\text{H}^+ = 5\text{NO}_3^- + 2\text{Mn}^{2+} + 3\text{H}_2\text{O},$$

$$6\text{Fe}^{2+} + \text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} + 14\text{H}^+ = 6\text{Fe}^{3+} + 2\text{Cr}^{3+} + 7\text{H}_2\text{O}.$$
4. Рассчитайте интервал перехода окраски редокс-индикаторов дифенилбензидинсульфоната натрия ($E^0 = 0,84\text{В}$) и ферроина ($E^0 = 1,06\text{В}$)
5. Как изменится константа равновесия окислительно-восстановительной реакции:
 $\text{H}_2\text{AsO}_4^- + 2\text{I}^- + 3\text{H}^+ = \text{HAsO}_2 + \text{I}_2 + 2\text{H}_2\text{O}$
 при изменении рН от 0 до 4?

Форма контроля – оценка за выполнение практического задания.

Вопросы для самоконтроля:

1. Перечислите основные титриметрические методы окисления-восстановления. С чем связано название каждого метода?
2. Каким отличительным признаком характеризуются окислительно-восстановительные реакции?
3. Какие растворы являются стандартными в перманганатометрии, йодометрии, хроматометрии?
4. Каким требованиям должны отвечать реакции окисления-восстановления, чтобы их можно было использовать в количественном анализе?
5. Какой потенциал принято называть стандартным? Приведите примеры.
6. Какие факторы и как влияют на окислительно-восстановительный потенциал? Можно ли учесть это влияние при использовании уравнения Нернста?
7. Как можно сместить направление окислительно-восстановительной реакции? Приведите примеры.
8. Какие способы определения конечной точки титрования в методах окисления-восстановления Вам известны?
9. Что представляют собой окислительно-восстановительные индикаторы? В каких случаях применение их целесообразно? Какой химический процесс является причиной их окраски? По какому принципу выбирается индикатор?
10. Что такое титрование методом замещения?
11. На титрование раствора CuSO_4 объемом 25,00 мл израсходовано 0,05 н раствор тиосульфата натрия объемом 18,60 мл. Вычислите содержание меди (г) в 100 мл этого раствора?

Рекомендуемая литература:

1. Конспект лекций.
2. Саенко О.Е. Аналитическая химия: учебник для средних специальных учебных заведений / О.Е. Саенко. – Ростов н/Д: Феникс, 2017. – 287 с.
3. Глубоков Ю.М. Аналитическая химия: учебник для студ. учреждений сред. проф. образования/ Ю.М. Глубоков, В.А. Головачева, Ю.А. Ефимова и др.; под ред. А.А. Ищенко. – 12-е изд., стер. – М.: Издательский центр «Академия», 2017 – 464 с.
4. Золотов Ю.А. Основы аналитической химии: практическое руководство / Ю.А. Золотов; под ред. Ю.А. Золотова. – М.: Высшая школа, 2001. – 463 с.
5. Аналитическая химия: химические методы анализа / Е.Г. Власова; под ред. О.М. Петрухина, Л.Б. Кузнецовой. – М.: Лаборатория знаний, 2017. – 464 с.
6. Крешков А.П., Ярославцев А.А. Курс аналитической химии. Количественный анализ. – М.: Химия, 1989 г.

7. Деркач, С.Р. Практикум по аналитической химии : учеб. пособие, В 2 ч. Ч. 1. Классические методы количественного анализа / С.Р. Деркач. –Мурманск: Изд-во МГТУ, 2007. – 124 с.

Практическая работа №16.

«Титрование смеси галогенидов (определение ионов I^- , Br^- , Cl^- при их совместном присутствии)».

Раздел 2 Количественный анализ.

Тема 2.4. Метод осаждения (аргентометрия).

Цель занятия:

1. Уметь рассчитывать кривые титрования и подбирать индикатор.
2. Уметь производить основные расчеты, необходимые для осадительного титрования.

Оснащение: наглядные пособия, конспект лекций, справочные таблицы, периодическая система Д.И. Менделеева; калькулятор, карточки с заданиями.

Задание:

1. Рассчитать и построить кривую титрования осадительного титрования в соответствии с вариантом задания.

Пример расчета кривой осадительного титрования:

Рассмотрим кривую титрования 0,10М NaCl 0,10М раствором $AgNO_3$. Кривая титрования будет представлять собой зависимость $pCl = -\lg[Cl^-]$ от степени оттитрованности p . Произведение растворимости $AgCl$ равно $1,8 \cdot 10^{-10}$, а $pK_s = 9,74$.

1. Если степень оттитрованности $p=0\%$

До начала титрования ионов серебра в растворе нет и равновесная концентрация титруемого иона равна его исходной аналитической концентрации C_0 , следовательно: $pCl = -\lg[Cl^-] = -\lg C_0 = -\lg 0,1 = 1$.

$$pAg = pK_s + \lg C_0$$

Величину pAg рассчитывать не имеет смысла, т.к. ионы Ag^+ в растворе отсутствуют.

2. До точки эквивалентности ($0 < p < 1$)

После начала прибавления титранта (Т) и до ТЭ концентрация хлорид-ионов в титруемом растворе уменьшается. Без учета растворимости осадка можно записать:

$$[Cl^-] = [c(X)V(X) - c(T)V(T)] / [V(X) + V(T)].$$

$$pCl = -\lg \frac{c(X)V(X) - c(T)V(T)}{V(X) + V(T)}$$

Зная объем прибавленного титранта и учитывая начальные условия, можно рассчитать $[Cl^-]$ и затем $pCl = -\lg [Cl^-]$

$$[Ag^+] =$$

$$pCl = pAg$$

4. Расчет pCl после точки эквивалентности.

После ТЭ дальнейшее прибавление титранта — раствора нитрата серебра — приводит к уменьшению растворимости осадка $AgCl$ за счет влияния избытка вводимых одноименных ионов — катионов серебра Ag^+ , входящих в состав осадка и титранта. Равновесная концентрация хлорид-ионов вследствие этого уменьшается. Значение pCl можно рассчитать, зная произведение растворимости хлорида серебра и равновесную концентрацию катионов серебра:

$$K_s^\circ(AgCl) = [Ag^+] \cdot [Cl^-],$$

$$pK_s^\circ(AgCl) = pAg + pCl,$$

$$pCl = pK_s^\circ(AgCl) - pAg = 9,75 - pAg.$$

Равновесная концентрация катионов серебра и, следовательно, pAg определяются избытком прибавленного титранта (если пренебречь растворимостью осадка):

$$[Ag^+] = [c(T)V(T) - c(X) V(X)]/[V(X) + V(T)].$$

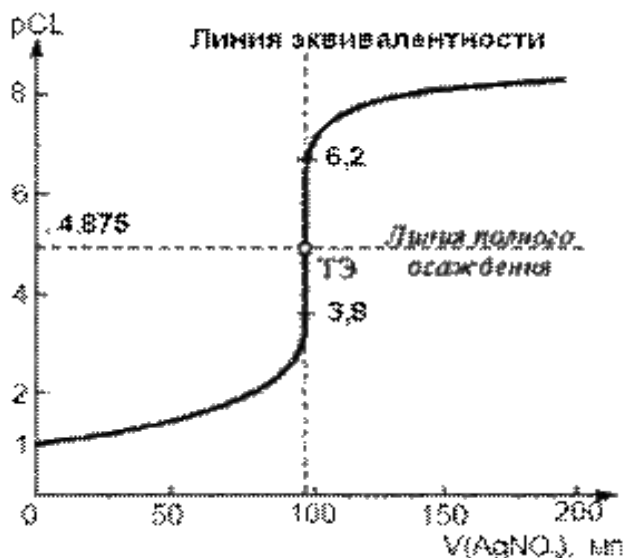
5. Построим кривую титрования в соответствии с полученными данными:

Результаты расчета кривой титрования

Таблица 16.1

Степень оттитрованности $p, \%$	Состав раствора	$p_{\text{иона}} (pCl)$	$p_{\text{катиона}} (pAg)$
0	$NaCl + H_2O$	1	-
50	$NaNO_3 + NaCl + AgCl(p.) + H_2O$	1,3	8,47
90	$NaNO_3 + NaCl + AgCl(p.) + H_2O$	2	7,77
99	$NaNO_3 + NaCl + AgCl(p.) + H_2O$	3	6,77
99,9	$NaNO_3 + NaCl + AgCl(p.) + H_2O$	4	5,57
100,0	$NaNO_3 + AgCl(p.) + H_2O$	4,885	4,885
100,1	$NaNO_3 + AgCl(p.) + AgNO_3 + H_2O$	5,77	4
101,0	$NaNO_3 + AgCl(p.) + AgNO_3 + H_2O$	6,77	3
110,0	$NaNO_3 + AgCl(p.) + AgNO_3 + H_2O$	7,77	2
200,0	$NaNO_3 + AgCl(p.) + AgNO_3 + H_2O$	8,77	1

Кривая осадительного титрования имеет вид:



Рассчитанная кривая осадительного титрования 100 мл 0,1 моль/л раствора хлорида натрия стандартным 0,1 моль/л раствором нитрата серебра.

В рассматриваемом случае линии полного осаждения на рисунке соответствует значение $pCl = 4,875$ в ТЭ. Скачок титрования pCl лежит в интервале примерно от $pCl \approx 3,8$ до $pCl \approx 6,2$. Поэтому при индикаторной фиксации КТТ следует использовать такой индикатор, который резко изменял бы свои видимые свойства в указанном интервале скачка на кривой титрования.

Аналогично рассчитываются и строятся кривые осадительного титрования и в других случаях.

Задания для самостоятельной работы:

1. Рассчитать кривую титрования 20 мл 0,01М раствора хлорида натрия 0,01М раствором нитрата серебра в точках, соответствующих значениям p фактора оттитрованности 0; 50; 99; 99,9; 100; 100,1 и 150%.
2. Рассчитать кривую титрования 50 мл 0,01М раствора бромида натрия 0,01М раствором нитрата серебра в точках, соответствующих значениям p фактора оттитрованности 0; 50; 99; 99,9; 100; 100,1 и 150%.
3. Рассчитать кривую титрования 20 мл 0,01М раствора иодида натрия 0,01М раствором нитрата серебра в точках, соответствующих значениям p фактора оттитрованности 0; 50; 99; 99,9; 100; 100,1 и 150%.
4. На титрование 25,00 мл 0,1100 М раствора NaCl израсходовали 20,20 мл $AgNO_3$. Рассчитать молярную концентрацию и титр раствора $AgNO_3$.
5. На титрование 20,00 мл 0,09936 М раствора $AgNO_3$ израсходовали 20,20 мл KSCN. Рассчитать молярную концентрацию и титр раствора KSCN.
6. На титрование 20,00 мл раствора KSCN ($T = 0.009650$) израсходовали 19,80 мл $AgNO_3$. Рассчитать молярную концентрацию и титр раствора $AgNO_3$.

Форма контроля – оценка за выполнение практического задания.

Вопросы для самоконтроля:

1. Что такое аргентометрия?
2. В чем состоит способ Мора?
3. Почему определение хлоридов методом Мора рекомендуется проводить в нейтральной среде? Что произойдет, если среда будет аммиачной?
4. Каким требованиям должна удовлетворять реакция осаждения, чтобы ее можно было использовать для количественных определений?
5. Назовите факторы, влияющие на величину скачка титрования.
6. В чем различие понятий: «точка эквивалентности», «точка титрования»?
7. В каких координатах проводят построение кривых титрования по методу осаждения?
8. В чем сущность метода Фольгарда?
9. Какие преимущества и недостатки метода Фаянса?
10. При титровании 50 мл раствора галогенида расходуется 1,95 мл децимолярного раствора нитрата серебра. Как можно уверенно уменьшить погрешность этого титрования?

Рекомендуемая литература:

1. Конспект лекций.
2. Саенко О.Е. Аналитическая химия: учебник для средних специальных учебных заведений / О.Е. Саенко. – Ростов н/Д: Феникс, 2017. – 287 с.

3. Глубоков Ю.М. Аналитическая химия: учебник для студ. учреждений сред. проф. образования/ Ю.М. Глубоков, В.А. Головачева, Ю.А. Ефимова и др.; под ред. А.А. Ищенко. – 12-е изд., стер. – М.: Издательский центр «Академия», 2017 – 464с.
4. Золотов Ю.А. Основы аналитической химии: практическое руководство / Ю.А. Золотов; под ред. Ю.А. Золотова. – М.: Высшая школа, 2001. – 463 с.
5. Крешков А.П., Ярославцев А.А. Курс аналитической химии. Количественный анализ. – М.: Химия, 1989г.
6. Деркач, С.Р. Практикум по аналитической химии : учеб. пособие, В 2 ч. Ч. 1. Классические методы количественного анализа / С.Р. Деркач. –Мурманск: Изд-во МГТУ, 2007. – 124 с.

Практическая работа №17.

«Знакомство с устройством фотоэлектроколориметра».

Раздел 3 Физико-химические методы анализа.

Тема 3.1. Физико-химические методы анализа.

Цель занятия:

1. Ознакомиться с комплексом исследований, определяющих возможность фотометрических измерений и освоить методику фотометрических определений на фотоэлектроколориметрах.

Оснащение: наглядные пособия, реактивы и оборудование.

Реактивы и оборудование: Фотоколориметр КФК-2 или другой марки; колба мерная объемом 100мл - 3 шт.; колба мерная объемом 50мл - 5 шт.; цилиндр мерный объемом 20 мл - 1 шт.; пипетка градуированная; капельная пипетка - 1 шт.; химический стакан - 1 шт.; кислота азотная плотностью 1,4; раствор смеси KCNS (или NH₄CNS) и H₂SO₄, 10%.

Задание:

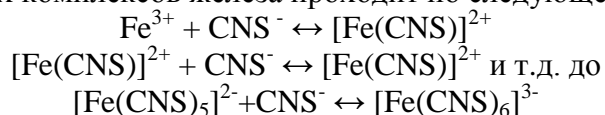
1. Изучить сущность фотометрического определения железа и принцип работы одно- и двухлучевого фотоэлектроколориметра.
2. Провести определение содержания железа в контрольном растворе по методу градуировочного графика.

Сущность метода

Метод заключается в определении содержания определяемого вещества путём сравнения интенсивности окраски его раствора с интенсивностью окраски стандартного раствора с помощью фотоэлектроколориметра, что значительно повышает точность анализа, что значительно повышает точность анализа по сравнению с визуальным колориметрированием.

Фотоколориметрическое определение железа основано на образовании окрашенных комплексных соединений железа (III) с CNS-ионом. Окрашивание раствора, содержащего ион Fe³⁺, проводят путём добавления к нему раствора тиоцианата (роданида) калия или аммония.

При этом раствор окрашивается в красный цвет. Ион железа (III) с тиоцианат-ионами в зависимости от их концентрации образует несколько комплексных соединений. В растворе могут существовать тиоцианатные комплексы с координационным числом от 1 до 6. Реакция образования окрашенных комплексов железа проходит по следующей схеме:



При повышении концентрации тиоцианат-ионов в растворе интенсивность окраски комплекса увеличивается. Поэтому при анализе к обоим сравниваемым растворам следует прибавлять совершенно одинаковый избыток реактива.

Соли железа (III), особенно, в разбавленных растворах, подверженных гидролизу, концентрация ионов железа в растворе при этом уменьшается, что приводит к ослаблению окраски раствора.

Во избежание этого гидролиз, подавляют добавлением азотной кислоты. Определению железа с тиоцианат-ионами мешают, прежде всего, те вещества, которые связывают в комплекс ион железа (III) или ион тиоцианата, а также восстановители, способные восстанавливать Fe^{3+} до Fe^{2+} , и большое количество окислителей, разрушающих тиоцианат-ион.

Определение содержания железа в исследуемом растворе можно провести по методу сравнения, стандартной добавки и градуировочного графика. Первые два метода требуют строгого выполнения основного закона фотометрии. Поэтому перед анализом следует проверить выполнимость этого закона для определения железа в виде тиоцианатного комплекса.

Нижний предел диапазона определяемых содержаний данного метода в отношении железа равен $5 \cdot 10^{-5}$ мг/мл.

Ход работы:

Получают в двух мерных колбах объемом 100 мл стандартный и испытуемый растворы железа (III). Полученные растворы доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

Титр полученного стандартного раствора равен 0,05 мг/мл.

1. *Снятие и построение кривой светопоглощения тиоцианатного комплекса железа (выбор светофильтра).* В мерную колбу на 100 мл отбирают пипеткой 5мл стандартного раствора железа, добавляют 10 мл смеси KCNS и H_2SO_4 , 3 - 4 капли HNO_3 , доводят до метки водой, перемешивают и заполняют этим раствором кювету с толщиной поглощающего слоя $l = 10$ мм. Рабочие поверхности кювет должны перед каждым измерением тщательно протираться фильтровальной бумагой. При установке кювет в кюветодержатели прибора нельзя касаться пальцами рабочих участков кювет. В соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора производят замеры величин светопоглощения A и коэффициента светопропускания T %, приготовленного выше раствора с каждым из имеющихся в приборе - светофильтров № 3, 4, 5, 6, 7. Полученные данные сводят в таблицу и по ним строят график зависимости $A=f(\lambda)$ и $T=f(\lambda)$ (рис. 17.1).

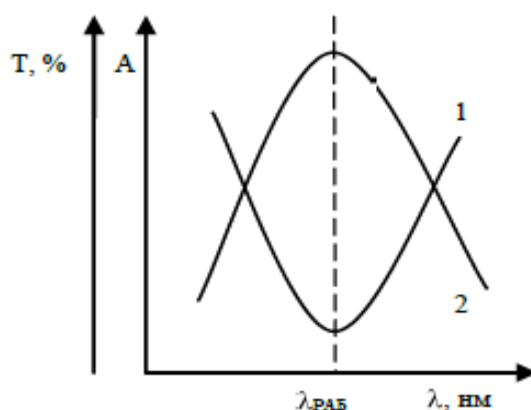


Рис.17.1 Зависимость светопоглощения A и коэффициента светопропускания T от длины волны λ : 1- $T=f(\lambda)$; 2- $A=f(\lambda)$

По построенному графику подбирают светофильтр, которому соответствует максимум A и минимум T .

Далее все остальные измерения на приборе производят только с этим выбранным свето-фильтром!

Для построения графика зависимости светопоглощения от концентрации железа, в четыре мерные колбы объемом 50 мл отмерить градуированной пипеткой 1,0 мл; 2,0 мл; 3,0 мл; 4 мл стандартного раствора железа.

В каждую колбу добавить 4-5 капель азотной кислоты и 10 мл смеси тиоционата с серной кислотой. Растворы в колбах довести до метки водой и тщательно перемешать. Затем измерить светопоглощение каждого из полученных растворов A_1, A_2, A_3, A_4 (соответственно) в кюветах с толщиной поглощающего слоя 10 мм с выбранным светофильтром.

Полученные данные занести в таблицу и по ним построить график (рис.17.2) в координатах $A = f(V(\text{Fe}))$, который полностью соответствует графику $A = f(C(\text{Fe}))$, поскольку $C(\text{Fe})$ в растворах стандартной серии, пропорциональна взятым для их приготовления объемам исходного стандартного раствора железа, то ось концентрации можно проградуировать в мл.

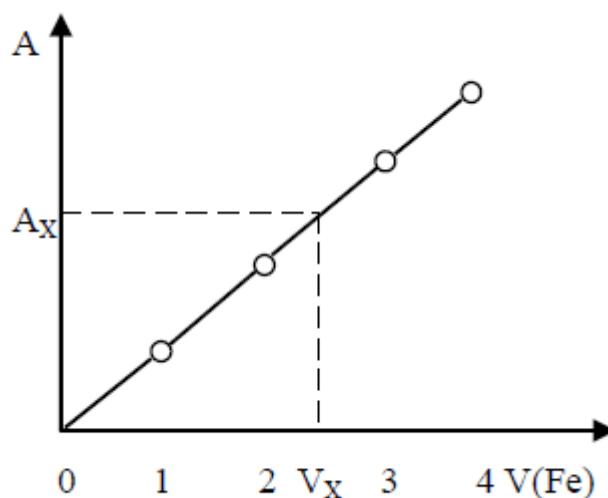


Рис.17.2 График зависимости светопоглощения (A) от объема (концентрации) стандартного раствора железа.

2.Метод градуировочного графика. В этом методе используют градуировочный график зависимости $A = f(c)$ – рис. 17.2. По графику устанавливают, какому объему стандартного раствора железа V_x соответствует оптическая плотность A_x исследуемого раствора.

Расчет содержания железа (мг) в исследуемом растворе проводят по формуле:

6. Что такое оптическая плотность раствора? Как ее выражают?
7. В чем состоит метод стандартных серий?
8. В каких координатах строят калибровочный график?
9. Как по калибровочному графику можно определить концентрацию исследуемого раствора?
10. Существует два метода колориметрии: визуальный и фотоэлектрический. Какой из них точнее?

Рекомендуемая литература:

1. Конспект лекций.
2. Саенко О.Е. Аналитическая химия: учебник для средних специальных учебных заведений / О.Е. Саенко. – Ростов н/Д: Феникс, 2017. – 287 с.
3. Глубоков Ю.М. Аналитическая химия: учебник для студ. учреждений сред. проф. образования/ Ю.М. Глубоков, В.А. Головачева, Ю.А. Ефимова и др.; под ред. А.А. Ищенко. – 12-е изд., стер. – М.: Издательский центр «Академия», 2017 – 464с.
4. Золотов Ю.А. Основы аналитической химии: практическое руководство / Ю.А. Золотов; под ред. Ю.А. Золотова. – М.: Высшая школа, 2001. – 463 с.
5. Крешков А.П., Ярославцев А.А. Курс аналитической химии. Количественный анализ. – М.: Химия, 1989г.

Практическая работа №18.

«Электроды, применяемы в электрохимических методах анализа».

Раздел 3 Физико-химические методы анализа.

Тема 3.1. Физико-химические методы анализа.

Цель занятия:

1. Ознакомить студентов с теоретическими основами электрохимии и с использованием электрохимических методов, в частности, потенциометрии.
2. Познакомиться с различными видами электродов и их устройством.

Оснащение: наглядные пособия, электроды, калькулятор.

Задание:

1. Познакомиться с устройством электродов
2. Составить сравнительную таблицу.
3. Решить задачу.

Пример решения задачи:

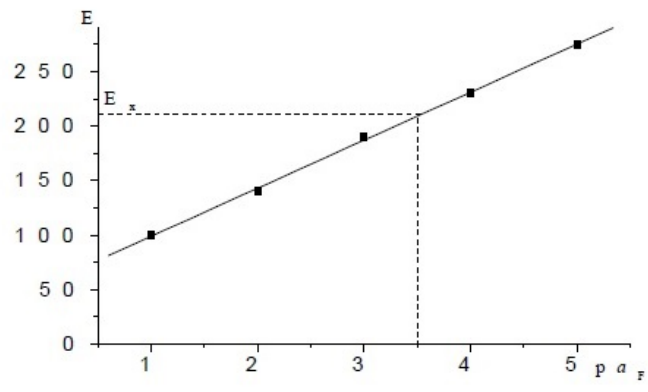
В стандартных растворах NaF были измерены электродные потенциалы фторселективного электрода относительно хлорсеребряного электрода и получены следующие данные:

a_F , моль/л	$1 \cdot 10^{-1}$	$1 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-5}$
E , мВ	100	140	190	230	275

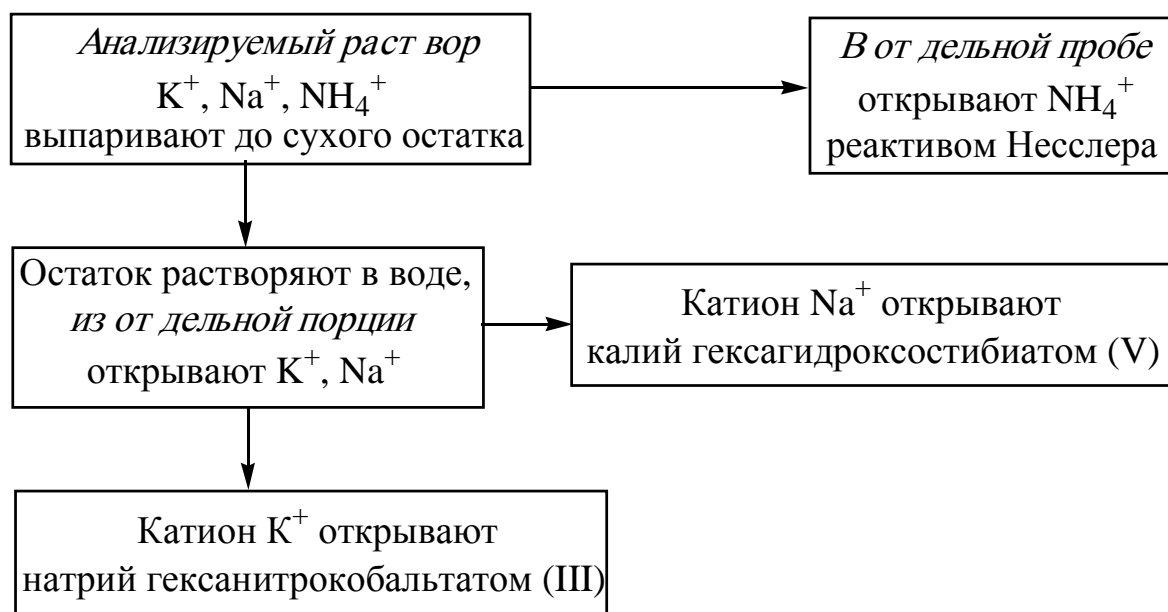
Исследуемый раствор, содержащий фторид-ион, объемом 10 мл разбавили водой до 50 мл и измерили потенциал фторидселективного электрода в полученном растворе: $E_x = 210$ мВ. Определить активность (моль/л) фторид-иона в исследуемом растворе.

Решение:

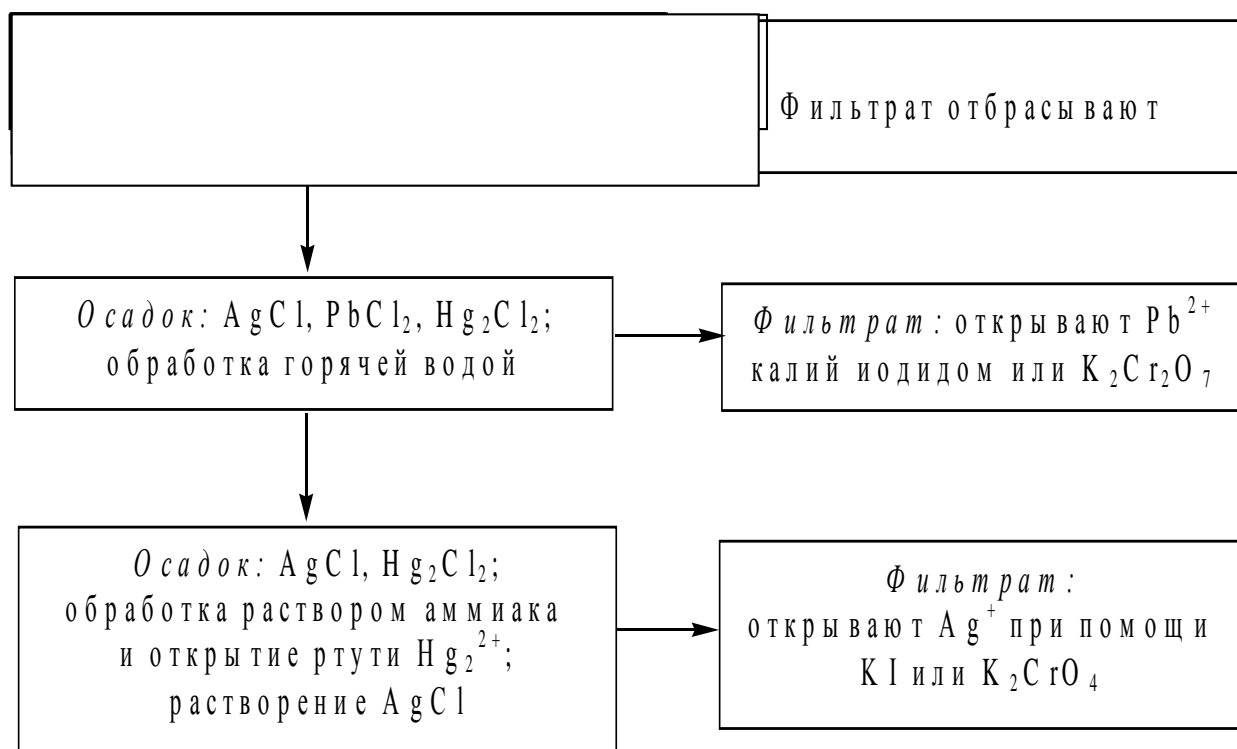
Строим градуировочный график в координатах $E - a_F$, где $a_F = \lg a_F$. По графику (см. рис.) находим $a_F = 3,5$ и $a_F = 3,16 \cdot 10^{-4}$ моль/л, соответствующую $E_x = 210$ мВ, и рассчитываем активность исследуемого раствора:



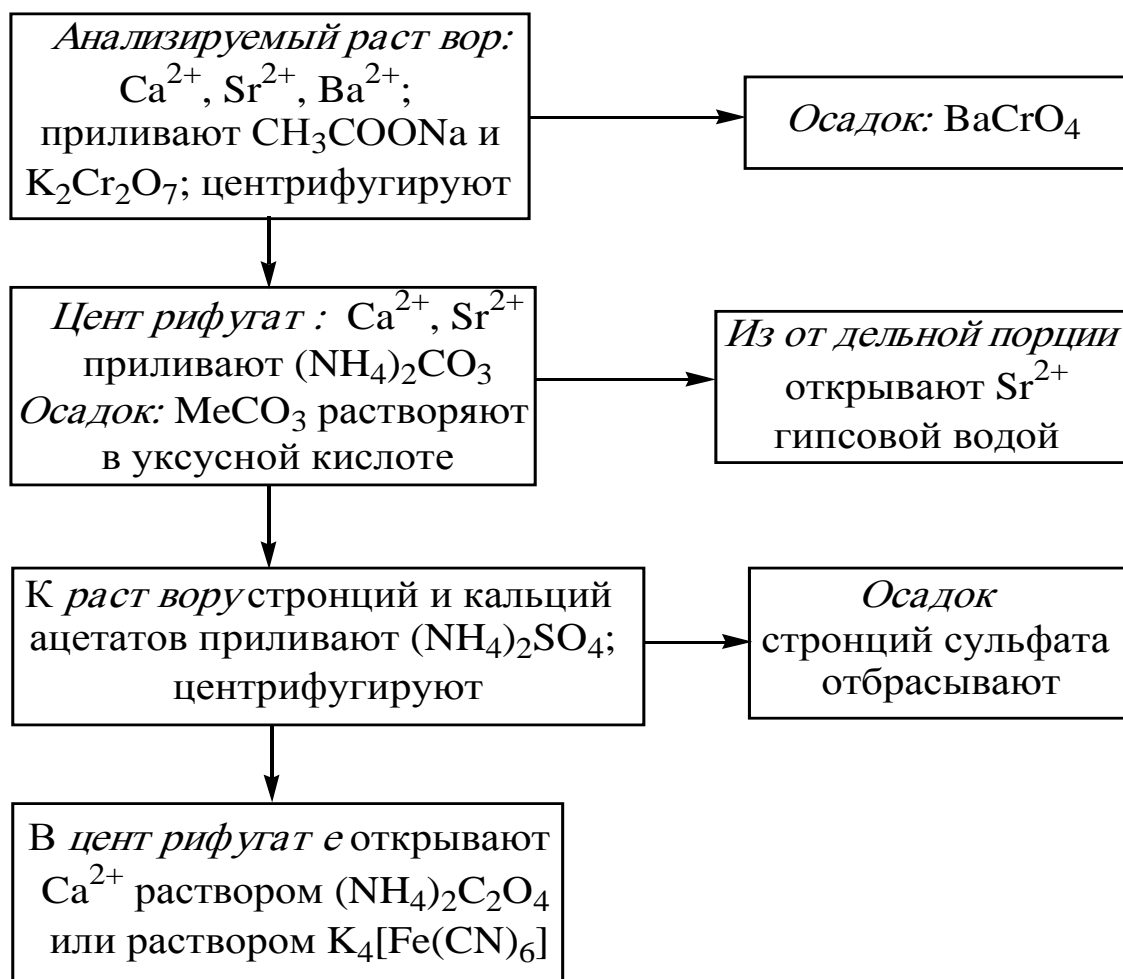
СИСТЕМАТИЧЕСКИЙ ХОД АНАЛИЗА СМЕСИ КАТИОНОВ I АНАЛИТИЧЕСКОЙ ГРУППЫ



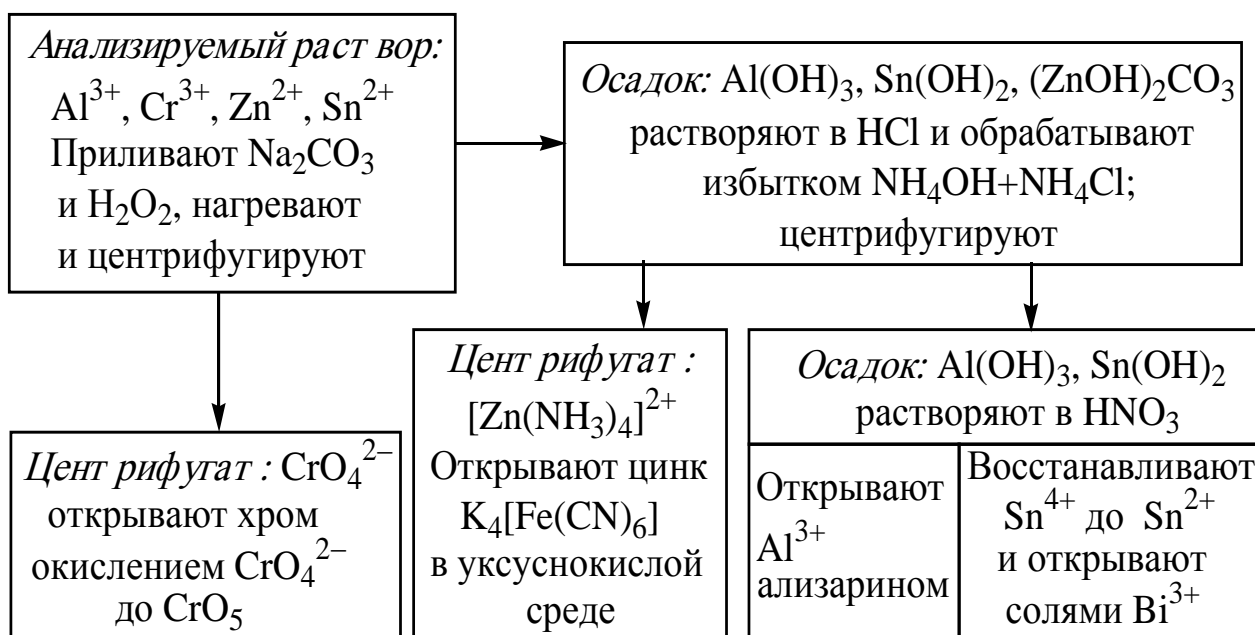
СИСТЕМАТИЧЕСКИЙ ХОД АНАЛИЗА СМЕСИ КАТИОНОВ II АНАЛИТИЧЕСКОЙ ГРУППЫ



СИСТЕМАТИЧЕСКИЙ ХОД АНАЛИЗА СМЕСИ КАТИОНОВ III АНАЛИТИЧЕСКОЙ ГРУППЫ



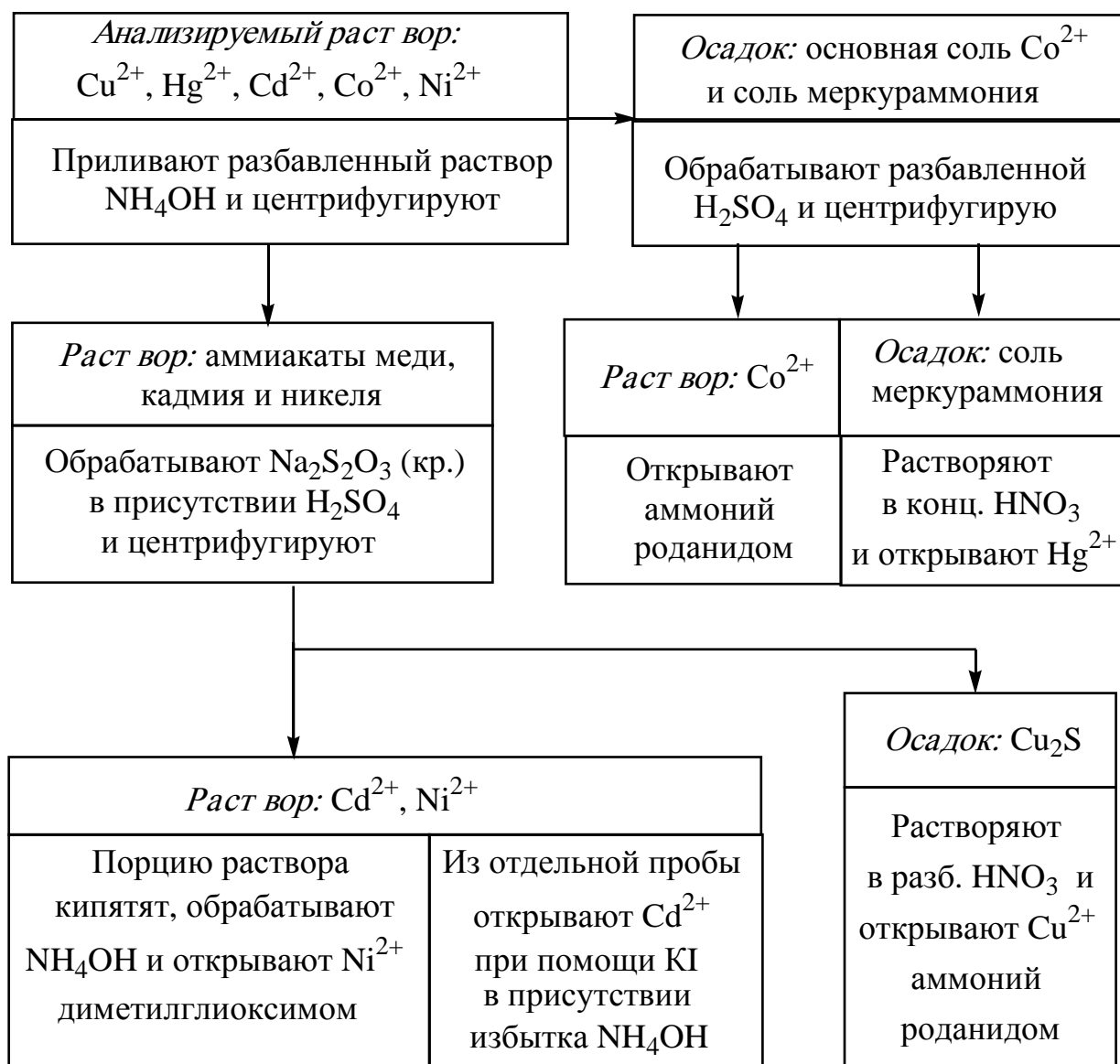
СИСТЕМАТИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ СМЕСИ КАТИОНОВ IV АНАЛИТИЧЕСКОЙ ГРУППЫ



СИСТЕМАТИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ СМЕСИ КАТИОНОВ V АНАЛИТИЧЕСКОЙ ГРУППЫ

<i>Анализируемый раствор: Fe^{2+}, Fe^{3+}, Mn^{2+}, Bi^{3+}, Mg^{2+}</i>		
Из отдельной порции открывают Fe^{2+} раствором $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, в присутствии HCl	Обрабатывают раствором NaOH и H_2O_2 , центрифугируют, центрифугат отбрасывают	
↓		
<i>Осадок 1: $\text{Fe}(\text{OH})_3$, $\text{Bi}(\text{OH})_3$, $\text{Mg}(\text{OH})_2$, $\text{MnO}(\text{OH})_2$ подвергают последовательной обработке</i>		
1) Растворяют $\text{Mg}(\text{OH})_2$ раствором NH_4Cl , центрифугируют	2) Растворяют $\text{Fe}(\text{OH})_3$ и $\text{Bi}(\text{OH})_3$ в HNO_3 , центрифугируют	3) Растворяют $\text{MnO}(\text{OH})_2$ в HCl
↓	↓	↓
<i>Раствор 1: Mg^{2+}</i> Открывают раствором Na_2HPO_4	<i>Раствор 2: Fe^{3+}, Bi^{3+}</i> Открывают любой характерной реакцией	<i>Раствор 3: Mn^{2+}</i> Открывают окислением до MnO_4^-

СИСТЕМАТИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ СМЕСИ КАТИОНОВ VI АНАЛИТИЧЕСКОЙ ГРУППЫ КАТИОНОВ



**Массовая доля и молярная концентрация соляной кислоты
в зависимости от плотности раствора**

ρ, г/мл	ω, %	C, моль/л	ρ, г/мл	ω, %	C, моль/л
1,00	0,360	0,0987	1,10	20,39	6,15
1,01	2,36	0,655	1,11	22,33	6,80
1,02	4,39	1,23	1,12	24,25	7,45
1,03	6,43	1,82	1,13	26,20	8,12
1,04	8,49	2,42	1,14	28,18	8,81
1,05	10,52	3,03	1,15	30,14	9,51
1,06	12,51	3,64	1,16	32,14	10,22
1,07	14,49	4,25	1,17	34,18	10,97
1,08	16,47	4,88	1,18	36,23	11,73
1,09	18,43	5,51	1,19	38,32	12,50