

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ДЛЯ ОБУЧАЮЩИХСЯ ПО ОСВОЕНИЮ
ДИСЦИПЛИНЫ (МОДУЛЯ)**

1.	Кафедра	Естественных наук
2.	Направление подготовки	44.03.05 Педагогическое образование (с двумя профилями подготовки)
3.	Направленность (профили)	Биология. Химия
4.	Дисциплина (модуль)	К.М.03.02 Аналитическая химия
5.	Форма обучения	очная
6.	Год набора	2021

I. Методические рекомендации по организации работы студентов во время проведения лекционных и практических занятий

1.1 Методические рекомендации по организации работы студентов во время проведения лекционных занятий

- В ходе лекционных занятий студенту необходимо вести конспектирование учебного материала. Обращать внимание на категории, формулировки, раскрывающие содержание изучаемой дисциплины, научные выводы и практические рекомендации, положительный опыт в ораторском искусстве.
- Желательно оставить в рабочих конспектах поля, на которых делать пометки, подчеркивающие особую важность тех или иных теоретических положений. Рекомендуется активно задавать преподавателю уточняющие вопросы с целью уяснения теоретических положений, разрешения спорных ситуаций.

1.2 Методические рекомендации по подготовке к семинарским (практическим) занятиям

- В ходе подготовки к семинарским (практическим) занятиям следует изучить основную и дополнительную литературу, учесть рекомендации преподавателя и требования рабочей программы.
- Можно подготовить свой конспект ответов по рассматриваемой тематике, подготовить тезисы для выступлений по всем учебным вопросам, выносимым на занятие. Следует продумать примеры с целью обеспечения тесной связи изучаемой теории с реальной практикой. Можно дополнить список рекомендованной литературы современными источниками, не представленными в списке рекомендованной литературы.

1.3 Методические рекомендации по подготовке к лабораторным занятиям

- В ходе подготовки к лабораторным занятиям следует изучить основную и дополнительную литературу, учесть рекомендации преподавателя и требования рабочей программы.

- Необходимо вспомнить основные правила работы в химической лаборатории
- Лабораторные работы выполняются в отдельных тетрадях, где записываются названия опытов, необходимые уравнения химических реакций и их признаки

1.4. Методические рекомендации по подготовке презентаций

- Подготовку презентационного материала следует начинать с изучения нормативной и специальной литературы, статистических данных, систематизации собранного материала. Презентационный материал должен быть достаточным для раскрытия выбранной темы.
 - Подготовка презентационного материала включает в себя не только подготовку слайдов, но и отработку навыков ораторства и умения организовать и проводить диспут.
 - Создание презентационного материала дает возможность получить навыки и умения самостоятельного обобщения материала, выделения главного.
 - При подготовке мультимедийного презентационного материала важно строго соблюдать заданный регламент времени.
 - Необходимо помнить, что выступление состоит из трех частей: вступления, основной части и заключения. Прежде всего, следует назвать тему своей презентации, кратко перечислить рассматриваемые вопросы, избрав для этого живую интересную форму изложения.
 - Большая часть слайдов должна быть посвящена раскрытию темы. Задача выступающего состоит не только в том, что продемонстрировать собственные знания, навыки и умения по рассматриваемой проблематике, но и заинтересовать слушателей, способствовать формированию у других студентов стремления познакомиться с нормативными и специальными источниками по рассматриваемой проблематике.

Алгоритм создания презентации

- 1 этап – определение цели презентации
- 2 этап – подробное раскрытие информации,
- 3 этап - основные тезисы, выводы.

Следует использовать 10-15 слайдов. При этом:

- первый слайд – титульный. Предназначен для размещения названия презентации, имени докладчика и его контактной информации;
- на втором слайде необходимо разместить содержание презентации, а также краткое описание основных вопросов;
- все оставшиеся слайды имеют информативный характер.

Обычно подача информации осуществляется по плану: тезис – аргументация – вывод.

Рекомендации по созданию презентации:

1. Читательность (видимость из самых дальних уголков помещения и с различных устройств), текст должен быть набран 24-30-ым шрифтом.
2. Тщательно структурированная информация.
3. Наличие коротких и лаконичных заголовков, маркированных и нумерованных списков.
4. Каждому положению (идее) надо отвести отдельный абзац.
5. Главную идею надо выложить в первой строке абзаца.
6. Использовать табличные формы представления информации (диаграммы, схемы) для иллюстрации важнейших фактов, что даст возможность подать материал компактно и наглядно.
7. Графика должна органично дополнять текст.

8. Выступление с презентацией длится не более 10 минут.

1.5. Методические рекомендации к выполнению индивидуального задания

- При выполнении индивидуального задания следует изучить основную и дополнительную литературу, учесть рекомендации преподавателя и требования рабочей программы.
- Можно подготовить собственное портфолио по рассматриваемой тематике, либо образец портфолио учащегося. Одним из вариантов может стать набор контрольно-измерительных материалов по конкретной теме курса химии с критериями их оценивания.

1.6. Методические рекомендации по подготовке к сдаче зачета

Итоговой формой контроля знаний студентов по дисциплине является зачет. Зачет – это форма проверки знаний и навыков студентов. Цель зачета – проверить теоретические знания студентов, оценить степень полученных навыков и умений. Тем самым зачеты содействуют решению главной задачи высшего образования – подготовке квалифицированных специалистов.

Преподаватель на зачете проверяет не столько уровень запоминания учебного материала, сколько то, как студент понимает те или иные вопросы, как умеет мыслить, аргументировать, отстаивать определенную позицию, объяснять заученную дефиницию. Для того, чтобы быть уверенным на зачете, необходимо ответы на наиболее трудные, с точки зрения студента, вопросы подготовить заранее и тезисно записать. Запись включает дополнительные ресурсы памяти.

На зачете преподаватель может задать студенту дополнительные и уточняющие вопросы. Отвечая на конкретный вопрос, необходимо исходить из принципа плюрализма, согласно которому допускается многообразие концепций, суждений и мнений. Это означает, что студент вправе выбирать по дискуссионной проблеме любую точку зрения (не обязательно совпадающую с точкой зрения преподавателя), но с условием ее достаточной аргументации.

1.7. Методические рекомендации по подготовке к сдаче экзамена

Итоговой формой контроля знаний студентов по дисциплине является экзамен. Экзамен – это форма проверки знаний и навыков студентов. Цель – проверить теоретические знания студентов, оценить степень полученных навыков и умений. Тем самым зачеты содействуют решению главной задачи высшего образования – подготовке квалифицированных специалистов.

Преподаватель на экзамене проверяет не столько уровень запоминания учебного материала, сколько то, как студент понимает те или иные вопросы, как умеет мыслить, аргументировать, отстаивать определенную позицию, объяснять заученную дефиницию. Для того, чтобы быть уверенным на зачете, необходимо ответы на наиболее трудные, с точки зрения студента, вопросы подготовить заранее и тезисно записать. Запись включает дополнительные ресурсы памяти.

На экзамене преподаватель может задать студенту дополнительные и уточняющие вопросы. Отвечая на конкретный вопрос, необходимо исходить из принципа плюрализма, согласно которому допускается многообразие концепций, суждений и мнений. Это означает, что студент вправе выбирать по дискуссионной проблеме любую точку зрения (не обязательно совпадающую с точкой зрения преподавателя), но с условием ее достаточной аргументации.

II. Планы практических занятий

Раздел 1: Методика изучения атомно-молекулярного учения и формирования первоначальных химических понятий.

Практическое занятие

Раздел 1. Теоретические основы аналитической химии.

Тема: Процессы в гомогенных и гетерогенных системах.

План:

1. Химическое равновесие в гомогенных системах.
2. Теория растворов в аналитической химии.
3. Протолитические равновесия в растворах.
4. Теория сильных электролитов.
5. Водородный и гидроксидный показатели.
6. Гетерогенные равновесия в аналитической химии.
7. Произведение растворимости.
8. Условия образования осадков.
9. Факторы, влияющие на растворимость.
10. Применение процессов осаждения и растворения в анализе.
11. Комплексные соединения и их аналитические свойства.
12. Применение процессов комплексообразования в аналитической химии.

Вопросы для коллективного обсуждения

- 1) Понятия константы и степени диссоциации.
- 2) Расчет константы и степени диссоциации.
- 3) Вычисление рН в растворах кислот, оснований, солей.
- 4) Особенности гидролиза солей по катиону.
- 5) Особенности гидролиза солей по аниону.
- 6) Условия необратимости гидролиза.
- 7) Расчет степени и константы гидролиза.
- 8) Расчет растворимости и произведения растворимости для малорастворимых соединений.
- 9) Комплексные соединения и их аналитические свойства.
- 10) Применение процессов комплексообразования для разделения, маскировки и обнаружения ионов.

Расчетные задачи:

- Вычислите степень диссоциации хлорида натрия в 0,1 М растворе.
- Вычислите степень гидролиза карбоната натрия в 0,2 М растворе.
- Какова молярность 20%-ой азотной кислоты? ($\rho = 1,115$ г/мл).
- Вычислите рН 0,3 м раствора гидрокарбоната натрия.
- Определить константу диссоциации кислоты, если в 0,1 М растворе степень ее диссоциации 25%.

Задания для самостоятельной работы

1. В 0,5 л раствора содержится 4,1 г CH_3COONa . Вычислить рН и степень гидролиза соли.

2. Вычислить pH раствора, полученного смешением 50 мл 0,1 М раствора KH_2PO_4 и 25 мл 0,2М K_2HPO_4 .
3. Вычислить, какой объем раствора нитрата серебра концентрации 40 мг · мл⁻¹ потребуется для полного осаждения хлорид-иона, содержащегося в 1 г чистого хлорида натрия.
4. Рассчитать pH раствора, полученного при добавлении к 500 мл 0,1 М раствора хлороводородной кислоты 8,2 г кристаллического ацетата натрия.
5. Рассчитать для 0,1 М раствора бензоата натрия константу гидролиза, pH и степень гидролиза.
6. Рассчитать равновесную концентрацию ионов меди, если в 100 мл раствора содержится 0,16 г сульфата меди(II) 0,6 г аммиака. При какой концентрации гидроксид-ионов будет образовываться осадок гидроксида меди(II) из 0,001 М раствора $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$.
7. Вычислите степень диссоциации хлорида натрия в 0,1 М растворе.
8. Вычислите степень гидролиза карбоната натрия в 0,2 М растворе.
9. Вычислите pH 0,3 м раствора гидрокарбоната натрия.
10. Какова молярность 20%-ой азотной кислоты? ($\rho = 1,115$ г/мл).

Литература: [1, С. 10-22], [2, С. 18-21]

Тема: Буферные системы.

План:

1. Понятие о буферных системах.
2. Понятие о буферной ёмкости.
3. Хозяйственное и биологическое значение буферных систем.

Вопросы для обсуждения:

1. Общая (аналитическая) и активная концентрация?
2. Условная константа равновесия, их показатели (pK)?
3. Шкала pH как мера кислотности среды.
4. Расчет pH в растворах сильных и слабых кислот и оснований.
5. Назовите примеры буферных растворов, охарактеризуйте механизм их действия.
7. Буферная ёмкость системы?
8. Охарактеризуйте хозяйственное и биологическое значение буферных систем.
9. Вычислите буферную ёмкость 10 мл раствора, содержащего 0,1 М CH_3COOH и CH_3COONa .
10. Вычислите буферную ёмкость 30 мл раствора, содержащего 0,1 М NH_4OH и NH_4Cl .

Задания для самостоятельной работы:

1. К 0,5 М раствору уксусной кислоты добавлена хлороводородная кислота до pH=0,5. Рассчитать степень диссоциации уксусной кислоты и концентрацию ацетат-ионов в полученном растворе.
2. Буферный раствор содержит 0,5 моль/л гидроксида аммония и 0,25 моль/л нитрата аммония. Рассчитать pH раствора. Как изменится pH этого раствора при добавлении 1 л а) 0,2 моль хлороводородной кислоты, б) 0,25 моль гидроксида натрия?
3. К 20 мл 0,1 М раствору аммиака прибавили 10 мл 1 М раствора гидроксида натрия. Рассчитать pH полученного раствора.
4. Буферный раствор содержит 0,5 моль/л уксусной кислоты и 0,25 моль/л ацетата натрия. Рассчитать pH раствора. Как изменится pH при добавлении к 1 литру этого раствора 0,25 моль хлороводородной кислоты?
5. Сколько грамм формиата калия нужно прибавить к 1 литру 2н. раствора муравьиной кислоты, чтобы получилась буферная смесь с pH равным 2.

6. Рассчитать значение рН в растворе, полученном при сливании 40 мл 0,05 М раствора уксусной кислоты и 20 мл 0,1М раствора гидроксида калия. Какова степень гидролиза соли в полученном растворе?

7. Рассчитать рН буферного раствора, полученного при сливании 1 л 0,5 М раствора гидроксида аммония и 1 л 0,5 М раствора хлорида аммония. Как изменится рН раствора при добавлении 5 мл 0,5 М раствора хлороводородной кислоты к 50 мл буферной смеси.

8. Рассчитать молярную растворимость (моль/л) и массовую растворимость (г/л) фосфата бария в 0,025 М растворе фосфата натрия.

Литература: [1, С. 18-28], [2, С. 28-31]

Раздел 2: Качественный химический анализ.

План:

1. Качественный анализ - дробный и систематический.
2. Чувствительность и специфичность аналитических реакций.
3. Методы качественного анализа. Сравнительная характеристика методов.
4. Метрологическая характеристика методов анализа.
5. Качественный систематический анализ катионов.
6. Кислотно-основная схема проведения анализа смеси катионов, групповые реактивы.
7. Специфические реакции катионов.
8. Качественный анализ анионов. Аналитическая классификация анионов.
9. Аналитические реакции анионов I и II аналитической группы.
10. Специфические реакции анионов.

Вопросы для обсуждения:

Охарактеризуйте ход проведения дробного и систематического анализа.

Чувствительность аналитических реакций? Приведите примеры.

Специфичность аналитических реакций. Приведите примеры.

Назовите методы качественного анализа.

Дайте сравнительную характеристику методов качественного анализа.

Дайте метрологическую характеристику методов анализа.

Охарактеризуйте ход проведения качественного систематического анализа катионов.

Приведите и охарактеризуйте кислотно-основную схему проведения анализа смеси катионов, групповые реактивы.

По какому принципу делят катионы на шесть аналитических групп?

Как окрашивают пламя горелки катионы K^+ , Ca^{2+} , Ba^{2+} , Na^+ ?

Что такое маскировка ионов?

Назовите специфические реакции катионов, приведите уравнения реакций.

Охарактеризуйте ход проведения качественного анализа анионов. Приведите аналитическую классификацию анионов.

Приведите аналитические реакции анионов I и II аналитической группы.

Назовите специфические реакции анионов, приведите уравнения реакций.

Задания для самостоятельной работы:

1. Охарактеризуйте ход проведения дробного анализа анионов (Cl^- , SO_4^{2-} , CO_3^{2-} , NO_3^- , CH_3COO^- , Br^- , I^-), приведите уравнения реакций.

2. Опишите ход и порядок разделения и определения катионов в заданных смесях, приведите уравнения реакций:

1. NH_4^+ , Hg^{2+} , Fe^{2+}

2. K^+ , NH_4^+ , Li^+

3. Ag^+ , Pb^{2+} , Ba^{2+} , Sb^{3+}

4. Ba^{2+} , Mn^{2+} , Bi^{3+}

5. Na^+ , Ag^+ , Pb^{2+} , Co^{2+}
6. Pb^{2+} , Cr^{3+} , Co^{2+} , Cd^{2+}
7. K^+ , Pb^{2+} , Mg^{2+} , Co^{2+}

Литература: [1, С. 40-62], [2, С. 48-62].

Раздел 3: Количественный химический анализ

Тема: Титриметрические методы анализа.

План:

1. Общие сведения о титриметрии.
2. Понятие о титровании и титре.
3. Кислотно-основное титрование.
4. Окислительно-восстановительное титрование.
5. Титрование методом осаждения.
6. Комплексометрическое титрование.

Вопросы для обсуждения:

1. Охарактеризуйте прямые и косвенные методы титрования.
2. Охарактеризуйте метод остатков (обратное титрование).
3. Сформулируйте закон эквивалентов в анализе.
4. Точка эквивалентности и методы ее установления?
5. Какие индикаторы применяют при титриметрическом анализе?
6. Охарактеризуйте кислотно-основное титрование.
7. Охарактеризуйте методы перманганато- и иодометрии.
8. Назовите примеры использования перманганато- и иодометрии в определении железа, нитратов, активного хлора.
9. 0,3326 г частично выветрившегося магнезия сульфата гептагидрата растворили в воде и оттитровали 17,29 мл раствора ЭДТА с молярной концентрацией 0,1000 моль/л. Рассчитать сколько молекул воды приходится на 1 молекулу магнезия сульфата в анализируемом кристаллогидрате и массовую долю магнезия в образце в %.
10. Вычислить молярную концентрацию эквивалента раствора нитрата серебра, если на титрование 36,48 мл его затрачено 25,63 мл раствора хлорида натрия, содержащего 58,00 г NaCl в 500 мл раствора. Рассчитать p_{Ag} и p_{Cl} в момент эквивалентности.

Задания для самостоятельной работы:

2. Сколько надо добавить раствора азотной кислоты с титром 0,006497 г · мл⁻¹ к 500 мл раствора этой же кислоты с титром 0,005601 г · мл⁻¹, чтобы получить точно 0,1000 н. раствор?
3. К пробе, содержащей уксусную кислоту, прибавлено 40,00 мл раствора гидроксида натрия ($T(\text{NaOH}) = 0,003901 \text{ г} \cdot \text{мл}^{-1}$). Избыток щелочи оттитрован 19,98 мл раствора серной кислоты ($T(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,004903 \text{ г} \cdot \text{мл}^{-1}$). Рассчитать количество граммов CH_3COOH в пробе.
4. Постройте кривую титрования 25 мл 0,2 н раствора бензойной кислоты 0,2 н. раствором гидроксида калия, если прибавлено 24,95; 25,05; 25,00 мл щелочи. Подберите индикатор.
5. Сколько % железа содержится в сидерите, если навеска его равна 2,000 г. После растворения в кислоте раствор разбавлен в мерной колбе до 200 мл. На титрование железа (II) на 50,00 мл этого раствора затрачивается 22,50 мл 0,1 н. раствора перманганата калия с $K_n = 1,922$. (K_n - поправочный коэффициент).
6. Сколько мл 0,05 н. раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ потребуется на титрование йода, выделившегося после прибавления избытка KI к 50 мл раствора, взятого из мерной колбы на 500 мл, где было растворено 2 г сплава, содержащего 60 % меди?

7. К раствору арсенита натрия добавлен NaHCO_3 до $\text{pH} = 9$ и 25,00 мл 0,0500 н. раствора йода. Остаток йода после тщательного перемешивания оттитрован 10,20 мл раствора тиосульфата с титром по дихромату $0,002496 \text{ г} \cdot \text{мл}^{-1}$. Какое количество граммов мышьяка находилось в исследуемом растворе?

8. Рассчитать область скачка на кривой титрования Fe^{3+} раствором Sn^{2+} при недостатке и избытке рабочего раствора в 0,1 %. Молярные концентрации эквивалента растворов солей железа и олова равны между собой и составляют 0,1.

9. Для определения титра раствора KMnO_4 навеску оксалата натрия $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ массой 1,3444 г поместили в мерную колбу на 200,0 мл. На титрование 20,00 мл этого раствора затрачено 20,04 мл раствора KMnO_4 . Рассчитайте: а) молярную концентрацию эквивалента KMnO_4 ; б) титр KMnO_4 ; в) титр KMnO_4 по $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$; г) поправочный коэффициент раствора KMnO_4 .

10. 0,3326 г частично выветрившегося магния сульфата гептагидрата растворили в воде и оттитровали 17,29 мл раствора ЭДТА с молярной концентрацией 0,1000 моль/л.

11. Рассчитать сколько молекул воды приходится на 1 молекулу магния сульфата в анализируемом кристаллогидрате и массовую долю магния в образце в %.

Литература: [1, С. 140-162], [2, С. 148-162], [3, С. 152-172]

Раздел 4: Инструментальные методы анализа (физические и физико-химические).

Инструментальные методы анализа (физические и физико-химические).

План:

1. Методика изучения теории строения органических соединений А. М. Бутлерова.
2. Методика изучения важнейших видов гибридизации электронных орбиталей, формирования понятий об изомерии и гомологии.
3. Принципы классификации органических веществ, отбор классов органических веществ для изучения в школьном курсе химии.
4. Генетические связи и их использование при изучении органических соединений.
5. Методика изучения углеводов.
6. Методика изучения кислородсодержащих органических соединений.
7. Методика изучения азотсодержащих органических соединений.
8. Методика изучения, высокомолекулярных веществ и полимерных материал

Вопросы для обсуждения:

1. Назовите и охарактеризуйте принципы отбора органических веществ для изучения в курсе химии основной школы?
2. Назовите и охарактеризуйте принципы отбора органических веществ для изучения в курсе химии средней школы?
3. Назовите основные понятия, формируемые в курсе органической химии.
4. Охарактеризуйте последовательность тематических блоков в курсе органической химии.
5. Охарактеризуйте методические подходы к изучению теории строения органических соединений.
6. Охарактеризуйте методические подходы к изучению гомологических рядов углеводов, кислород- и азотсодержащих органических веществ.
7. Назовите основные понятия, формируемые в курсе органической химии.
8. Охарактеризуйте методические особенности их формирование и развития.

Задания для самостоятельной работы:

3. Моделирование фрагментов уроков по теме.

4. Представьте фрагменты уроков на занятии, проведите их развернутый дидактический анализ.
5. Составление учебных заданий различного типа.
6. Разработка конспектов уроков.
7. Подготовьте сообщение и презентацию на тему: «Применение анимационных моделей при изучении строения и свойств органических веществ».

Литература: [1, С. 140-162], [2, С. 148-162]

Тема: Физические и физико-химические методы анализа.

План:

1. Электрохимические методы анализа.
2. Полярография.
3. Кулонометрическое титрование.
4. Спектральные методы анализа.
5. Хроматографические методы анализа.

Вопросы для обсуждения:

1. Охарактеризуйте потенциметрический метод анализа.
2. Электроды сравнения и индикаторные, их характеристика.
3. Прямая потенциметрия и потенциметрическое титрование.
4. Назовите области применения потенциметрического метода, его преимущества и недостатки.
5. Охарактеризуйте полярографический метод анализа.
6. Охарактеризуйте амперометрическое титрование с одним индикаторным электродом.
7. Назовите области применения полярографического метода, его преимущества и недостатки.
8. Охарактеризуйте кулонометрическое титрование.
9. Назовите законы Фарадея, лежащие в основе данного метода.
10. Назовите области применения кулонометрического титрования, его преимущества и недостатки.
11. Охарактеризуйте спектральные методы анализа.
12. Классификация спектральных методов?
13. Назовите особенности абсорбционной молекулярной спектроскопии.
14. Назовите хроматографические методы анализа.
15. Охарактеризуйте основные виды хроматографии - в тонком слое, бумажная, осадочная, ионнообменная и газовая.
16. Чему равен окислительно-восстановительный потенциал пары $\text{H}_3\text{AsO}_4/\text{HAsO}_2$ при: а) $[\text{H}^+]=1$ моль/л, б) $\text{pH}=8$. Для расчета принять $[\text{H}_3\text{AsO}_4]=[\text{HAsO}_2]$.
17. В каком случае пойдет реакция окисления иодид-ионов до свободного иода, и в каком - восстановления свободного иода.
18. Постройте кривую титрования 25 мл 0,2 н раствора бензойной кислоты 0,2 н раствором гидроксида калия, если прибавлено 24,95; 25,05; 25,00 мл щелочи. Подберите индикатор.

Задания для самостоятельной работы:

- Написать уравнения диссоциации комплексных ионов и рассчитать равновесную концентрацию ионов цинка в 0,01 М растворе $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ и в 0,1 М растворе $[\text{Zn}(\text{CN})_4]^{2-}$. В каком растворе концентрация ионов цинка будет больше?

– Рассчитать концентрацию бромид-ионов в 0,002 М растворе аммиачного комплекса серебра $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$, содержащем 0,005 моль/л аммиака, которую надо создать, чтобы образовался осадок бромида серебра.

– Рассчитать, как изменится потенциал системы $\text{Hg}^{2+}/\text{Hg}^0$, если к раствору, содержащему 0,1 моль/л ионов ртути (II), добавить твердый иодид калия до концентрации 0,015 моль/л.

– При анализе на раствор, содержащий Co^{2+} , Cr^{3+} , Al^{3+} , Mn^{2+} действовали избытком гидроксида калия в присутствии пероксида водорода. Составить уравнения окислительно-восстановительных реакций электронно-ионным методом.

– При какой концентрации гидроксид-ионов будет образовываться осадок гидроксида меди(II) из 0,001 М раствора $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$. К 0,1 М раствору нитрата серебра, являющемуся одним из электролитов в гальваническом элементе, который состоит из пары Ag^+/Ag и стандартного водородного электрода, прибавили эквивалентное количество сульфида аммония. Учитывая $\text{PP}(\text{Ag}_2\text{S})$, решите, будет ли происходить изменение направления тока в элементе?

– Составьте уравнения окислительно-восстановительных реакций электронно-ионным методом, если на раствор содержащий а) ионы Cr^{3+} действовать пероксидом водорода в щелочной среде, б) ионы $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ действовать пероксидом водорода в кислой среде.

– Рассчитать окислительно-восстановительный потенциал системы $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}/\text{Cr}^{3+}$ при концентрации ионов водорода, равной а) 1 моль/л, б) 0,1 моль/л. Возможно ли окислить хлорид-ион и бромид-ион до свободных галогенов при этих значениях кислотности?

– Рассчитать константу равновесия окислительно-восстановительной реакции. Решите вопрос о возможности течения реакции: $\text{HNO}_3 + \text{NH}_4^+ = \text{N}_2 + \text{H}^+ + 2\text{H}_2\text{O}$

Литература: [1, С. 140-162], [2, С. 148-162]

Тематика и планы лабораторных работ

Лабораторная работа №1 (2ч)

Тема: Качественный анализ катионов первой группы

Цель работы: изучить особенности поведения качественного анализа катионов.

К первой (хлоридной) группе относятся катионы Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{+2} . Групповым реактивом является 2Н раствор хлороводородной кислоты. С ионами хлора катионы группы образуют белые осадки хлоридов AgCl , PbCl , HgCl и таким образом отделяются от сложной смеси катионов.

1.1 Общая характеристика первой группы катионов.

1.1.1 Степень окисления элементов.

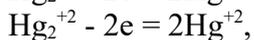
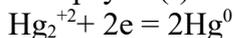
Серебро ($4d^{10} 5s^1$) во всех соединениях имеет степень окисления I. Ион Ag^+ является довольно сильным окислителем и может восстановиться до свободного серебра. Галогениды серебра светочувствительны. Если осадок AgCl длительное время стоит на свету, то постепенно темнеет, т.к. образуется металлическое серебро.

Об этом свойстве AgCl надо помнить во время анализа.

Свинец ($6s^2 6p^2$) может иметь степень окисления +2 и +4. Но в ходе анализа приходится встречаться только с соединениями свинца (II).

В ионе Hg_2 - ртуть двухвалентна, а степень окисления её равна +1. Этот ион имеет состав - $\text{Hg}-\text{Hg}-$, поэтому в формулах индексы при химических знаках на два сокращать нельзя.

Ион ртути (I) легко вступает в реакции диспропорционирования (в щелочной среде):

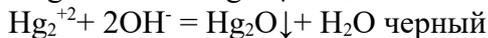
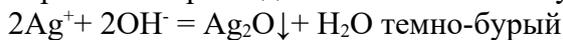


т.е. образуется металлическая ртуть и ион Hg^{+2} .

Ионы ртути (I) являются сильными окислителями, что используется в анализе для их открытия в смеси катионов первой группы.

1.1.2 Свойства гидроксидов.

Гидроксиды серебра и ртути (I) неустойчивы при обычных условиях и в момент образования распадаются на соответствующий оксид и воду:



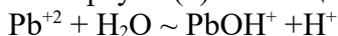
Эти оксиды имеют основные свойства и в избытке щёлочи не растворяются. Гидроксид свинца имеет амфотерные свойства, в избытке щелочи растворяется:



1.1.3 Гидролиз солей.

Соли серебра и сильных кислот имеют нейтральную реакцию: гидролизу не подвергаются.

Соли ртути (I) и свинца имеют кислую реакцию в результате гидролиза по катиону:



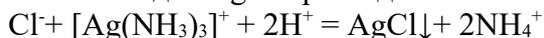
Особенно сильно подвергаются гидролизу соли ртути

1.1.4 Комплексообразование.

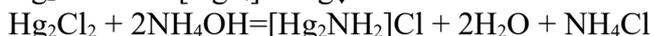
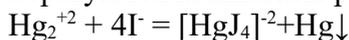
Серебро является d-элементом, и ион его легко вступает в комплексообразование с различными лигандами. В ходе анализа получают комплекс: Ag^+ с аммиаком - аммиакат серебра. Он получается при действии избытка раствора аммиака на нитрат серебра, хлорид серебра и его оксид, например:



Ион диамминсеребра устойчив только в аммиачной среде и разлагается с выпадением белого осадка AgCl при подкислении азотной кислотой:



Эти реакции используют в анализе для отделения иона серебра из сложной смеси катионов и открытия его. Свинец является р-элементом и образует комплекс с гидроксидионом в сильнощелочной среде. Ртуть (I) (d-элемент) образует комплексы с ионом йода и аммиаком. При этом происходят реакции диспропорционирования - образуются комплексы ртути (II), в виде чёрного осадка выпадает металлическая ртуть:



Все катионы первой группы бесцветны.

1.2 Техника безопасности.

Соединения свинца (особенно ртути) сильно ядовиты, а также ядовиты пары металлической ртути. В процессе работы все растворы, содержащие соединения ртути, сливать в специальный слив. После работы тщательно мыть руки с мылом. Не принимать пищу в лаборатории.

1.3 Общие реакции на катионы (I) группы.

Проделать реакции с каждым катионом первой группы и реактивами, согласно таблицам 1,2. Написать уравнения реакций, указать, что выпадает в осадок, какого цвета осадки и растворы. Для выполнения каждой реакции нужно брать в пробирку по 2-3 капли раствора соли данного катиона и приливать столько же капель реактива. Если необходим избыток реактива, то его нужно прибавить вдвое больше.

Хлориды первой группы оставить для следующих опытов.

Таблица 1

Реактив	Условия проведения реакции	Катионы	Pb^{+2}	Hg_2^{+2}
2н HCl		AgCl	$\text{PbCl}_2\downarrow$	Hg_2Cl_2

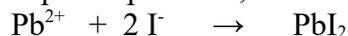
NaOH	Ag ₂ O ↓	Pb(OH) ₂ ↓	Hg ₂ O ↓
NaOH	Ag ₂ O ↓	[Pb(OH) ₄] ⁻²	Hg ₂ O ↓
NH ₄ OH	[Ag(NH ₃) ₂] ⁺	Pb(OH) ₂ ↓	[Hg ₂ ONH ₂]NO ₃
			Таблица 2
	AgCl	PbCl ₂	Hg ₂ Cl ₂
Реактив			
Избыток NH ₃	[Ag(NH ₃) ₂] ⁺	Pb(OH) ₂ ↓	[HgNH ₂]Cl + Hg ↓

Аммиакат серебра оставить для следующей реакции.

1.4 Специфические реакции катионов первой группы.

Реакции Pb²⁺ - ионов

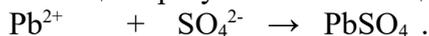
1. На капельной пластинке к капле анализируемого раствора добавляют каплю разбавленного раствора иодида калия. В присутствии свинца образуется жёлтый осадок, который растворяется при нагревании, а также в избытке иодида калия:



2. На предметном стекле к капле раствора, содержащего ионы свинца, добавляют каплю раствора хромата калия K₂CrO₄. Образуется жёлтый осадок:



3. К нескольким каплям анализируемого раствора прибавляют раствор серной кислоты. В присутствии ионов свинца образуется белый осадок:



4. На предметном стекле к капле раствора, содержащего ионы свинца, добавляют каплю концентрированной азотной кислоты и над асбестовой сеткой выпаривают досуха.

Хлорид свинца превращается в нитрат. Сухой остаток смачивают каплей азотной кислоты и добавляют кристаллик тиомочевины. Образуются длинные тонкие иглы, которые под микроскопом кажутся тёмными из-за большого коэффициента преломления света.

Реакции Ag⁺ - ионов

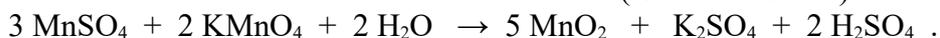
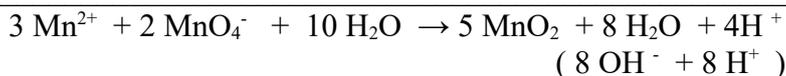
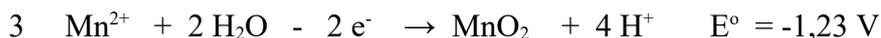
1. На предметном стекле к капле аммиачного раствора хлорида серебра прибавляют каплю концентрированной азотной кислоты. Выпадает белый творожистый осадок:



2. На предметном стекле к капле аммиачного раствора хлорида серебра добавляют 1 каплю 1%-го раствора иодида калия. Выпадает жёлтый осадок:



3. В двух углублениях капельной пластинки помещают по одной капле 0,1%-го раствора сульфата марганца и 0,1 н раствора перманганата калия. Протекает реакция диспропорционирования:



Затем в каждое углубление добавляют по одной капле концентрированной соляной кислоты и в одно из углублений каплю аммиачного раствора серебра. Образующийся хлорид серебра ускоряет реакцию восстановления Mn (IV) до Mn(II):



При этом наблюдается обесцвечивание раствора, которое происходит тем быстрее, чем больше в добавленной капле серебра.

4. В пробирку наливают 4-5 мл 2%-го раствора нитрата серебра, добавляют несколько капель 5-8%-го водного раствора аммиака. К полученному аммиачному раствору оксида серебра приливают несколько капель альдегида. Осторожно нагревают.

На стенках пробирки откладывается зеркальный налёт серебра:

Реакции Hg_2^{2+} - ионов

1. Помещают на капельную пластинку по одной капле анализируемого раствора (при $\text{pH}=7$), азотной кислоты и дифенилкарбазида. В присутствии солей ртути (I) или (II) выпадает синий осадок или появляется синее окрашивание раствора.

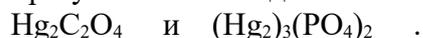
2. К капле анализируемого раствора добавляют хромат калия. В присутствии Hg выпадает осадок красного цвета:



3. К капле анализируемого раствора добавляют кристаллик иодата калия. Образуется жёлтый осадок иодата закисной ртути:



4. Ионы Hg_2^{2+} образуют белые осадки с оксалат- и фосфат-ионами состава:



1.5 Анализ смеси катионов первой группы.

К смеси катионов первой группы прилить по каплям соляную кислоту до полного осаждения AgCl , PbCl_2 , H_2Cl_2 . Осадок отделить от раствора центрифугированием.

Отделение AgCl и открытие иона Hg_2^{+2} .

К осадку хлоридов прилить раствор аммиака, перемешать. Отделить осадок от раствора центрифугированием. Если осадок при добавлении аммиака потемнел, то значит, присутствует ион ртути (I) (осадок сохранить).

К полученному в 1.5.2 центрифугату прибавить по каплям азотную кислоту до $\text{pH}<5$. В присутствии ионов серебра выпадает белая муть или осадок AgCl .

К осадку, полученному в 1.5.2, прилить концентрированной щелочи, перемешать при нагревании, центрифугировать. Слить раствор в чистую пробирку, прибавить к нему 1 каплю K_2CrO_4 и азотную кислоту до $\text{pH} = 7\div 5$. Выпадение жёлтого осадка PbCO_4 указывает на наличие и она свинца.

Контрольные вопросы

1. Почему осадок хлоридов промывают не водой, а раствором кислоты?
2. Как можно разрушить аммиакатный комплекс серебра?
3. Как можно отделить свинец от серебра и ртути в смеси хлоридов без кипячения в воде?
4. Приведите характерные реакции на катион Hg_2^{2+} .
5. Почему при осаждении иодида серебра раствор можно не подкислять?
6. Как протекает диспропорционирование иона Hg_2^{2+} ?
7. Какие реактивы, кроме аммиака, можно использовать для разделения ионов Hg_2^{2+} и Ag^+ ?
8. Что такое произведение растворимости и как оно связано с растворимостью вещества?
9. Как влияет на растворимость введение постороннего электролита:
 - а) имеющего общий ион с растворённым веществом;
 - б) не имеющего общего иона?
10. Какой из катионов ртути более токсичен Hg_2^{2+} или Hg^{2+} ?

Лабораторная работа №2(2ч.)

Тема: Качественный анализ катионов второй группы

Реакции Ba^{2+} - ионов

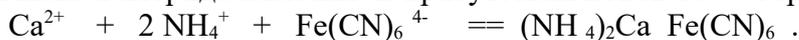
1. К 3-5 каплям исследуемого раствора прибавляют столько же родизоната натрия. Образуется буро-красный осадок.

2. В полученный раствор помещают нихромовую проволоку, затем вносят её в бесцветное пламя горелки. В присутствии ионов бария пламя окрашивается в жёлто-зелёный цвет.

Реакции Ca^{2+} -ионов

1. В анализируемый раствор погружают очищенную нихромовую проволоку, потом вносят её в бесцветное пламя горелки. В присутствии кальция пламя окрашивается в кирпично-красный цвет.

2. К 1-2 мл раствора прибавляют 1 мл гексацианоферрата (II) калия и столько же раствора аммиака и хлорида аммония. В присутствии ионов Ca^{2+} образуется белый осадок:



Реакцию выполняют при pH меньше 7, что достигается введением в раствор буферной аммиачной смеси: $\text{NH}_4\text{OH} + \text{NH}_4\text{Cl}$, поддерживающей pH около 9.

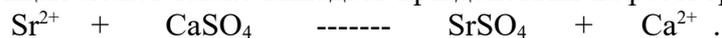
Ионы бария и стронция мешают открытию кальция.

3. На предметном стекле к капле анализируемого раствора добавляют каплю 6 н серной кислоты и осторожно выпаривают на водяной бане до начала кристаллизации (но не досуха). В присутствии ионов кальция образуются кристаллы состава $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ в виде длинных игл. Кристаллы хорошо видны в микроскоп.

Реакции Sr^{2+} - ионов

1. В пробирку помещают 2-3 капли анализируемого раствора и прибавляют несколько капель серной кислоты или сульфата аммония. В присутствии Sr^{2+} выпадает белый осадок.

2. Сульфат стронция может также выпадать при действии на раствор гипсовой воды:



3. Sr можно определить в виде красного осадка родизоната стронция, растворимого на холоду в соляной кислоте в отличие от родизоната бария. Так можно обнаружить стронций и барий при совместном их присутствии.

Контрольные вопросы

1. Что является групповым реактивом катионов второй аналитической группы?
2. Какова роль этанола при осаждении катионов второй группы?
3. На чём основан перевод сульфатов в карбонаты, и для чего это делается?
4. Почему перевод сульфатов в карбонаты проводят с использованием концентрированного раствора или кристаллов карбоната натрия?
5. Почему при добавлении дихромата к раствору катиона Ba^{2+} выпадает осадок хромата, а не дихромата бария?
6. Какова роль буферной аммиачной смеси при обнаружении кальция жёлтой кровяной солью?
7. Как обнаружить барий и стронций при их совместном присутствии в растворе?
8. С какой целью при обнаружении Ba^{2+} к раствору дихромата добавляют ацетат натрия?
9. Рассчитайте соотношение концентраций ацетата натрия и уксусной кислоты для получения буферной смеси с pH = 5.
10. Как проверить полноту перехода сульфатов в карбонаты?

Лабораторная работа №3 (2 ч)

Тема: Качественный анализ катионов третьей группы.

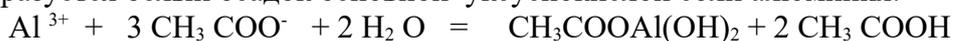
Реакции Al^{3+} - ионов

1. 1-2 капли раствора помещают в коническую пробирку, добавляют каплю 6 н раствора уксусной кислоты и 2-3 капли 0,1% -го раствора алюминона. Смесь нагревают в кипящей водяной бане, тщательно перемешивают и 1-2 капли карбоната аммония. В присутствии алюминия образуется розово-красный осадок; если алюминия нет, то розовый раствор обесцвечивается.

2. К 1-2 каплям уксуснокислого раствора добавляют в конической пробирке каплю насыщенного раствора морина в метиловом спирте. В присутствии алюминия наблюдается зелёная флуоресценция. (Флуоресценция наблюдается только при дневном освещении).

3. 2-3 капли исследуемого раствора помещают в пробирку, добавляют равное количество 2н раствора аммиака, 1-2 капли 0,2%-го раствора ализарина, прибавляют по каплям раствор уксусной кислоты до исчезновения фиолетовой окраски. В присутствии алюминия образуется красный лак.

4. 2-3 капли исследуемого раствора помещают в пробирку, добавляют 2 капли 2 н раствора ацетата натрия и нагревают на водяной бане. В присутствии ионов алюминия образуется белый осадок основной уксуснокислой соли алюминия:



5. 2-3 капли исследуемого раствора нагревают в пробирке на водяной бане, добавляют 2-3 капли ацетатного буферного раствора (pH 5) и прибавляют 1 каплю уксуснокислого раствора 8-оксихинолина $\text{C}_9 \text{H}_6 \text{N}(\text{OH})$. В присутствии алюминия образуется зеленовато-жёлтый кристаллический осадок оксихинолята алюминия.

Реакции Cr^{3+} -ионов

1. На присутствие иона хрома указывает жёлтый цвет раствора, содержащего CrO_4^{2-} ионы.

2. На капельной пластинке к капле раствора добавляют каплю дифенилкарбазида. В присутствии хромат-ионов появляется красно-фиолетовое окрашивание.

3. На фильтровальной бумаге к капле исследуемого раствора добавляют каплю 6 н уксусной кислоты и каплю ацетата бензидина. В присутствии хромата появляется синезелёное пятно.

4. Анализируемый раствор в фарфоровом тигле упаривают до объёма 3-4 капли, подкисляют 6 н серной кислотой, охлаждают и добавляют несколько капель пероксида водорода. Синее, быстро исчезающее окрашивание указывает на наличие хромата.

Реакции Zn^{2+} - ионов

1. На капельной пластинке к капле анализируемого раствора добавляют каплю очень разбавленного раствора соли кобальта и каплю аммония тетрадороданортути (II). В присутствии цинка образуется голубой осадок:



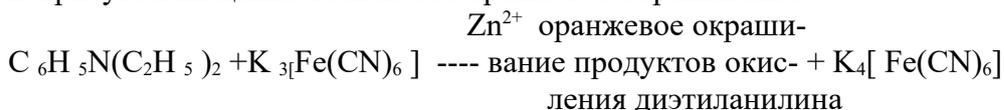
2. На предметном стекле к капле анализируемого раствора добавляют каплю раствора гексацианоферрата (II) калия, В присутствии ионов цинка выпадает белый осадок:



4. На предметном стекле к капле исследуемого раствора добавляют каплю гексацианоферрата (III) калия. В присутствии Zn образуется жёлтый осадок:



4. На капельной пластинке к капле анализируемого раствора добавляют каплю 6 н серной кислоты, каплю раствора диэтиланилина и каплю раствора гексациано феррата (III) калия. В присутствии цинка появляется оранжевое окрашивание:



5. На капельной пластинке к капле исследуемого раствора добавляют каплю раствора дитизона и каплю хлороформа или четырёххлористого углерода. В присутствии ионов цинка пывается ярко-красное окрашивание (образование дитизоната цинка).

Контрольные вопросы

1. Как называются свойства, характерные для гидроксидов алюминия, цинка и хрома?

- Гидроксиды каких из известных вам элементов обладают подобными свойствами?
2. Составьте уравнение реакции окисления хрома бромом в щелочной среде.
 3. Почему в осадке не $Mn(OH)_2$, а $MnO(OH)_2$? HgO , а не $Hg(OH)_2$?
 4. Объясните механизм растворения гидроксида магния в хлориде аммония.
 5. Рассчитайте pH в 0,1 М растворе нитрата цинка.
 6. В виде какого соединения будет осаждаться цинк из раствора его хлорида при добавлении соды?
 7. Какова роль ионов Zn^{2+} в реакции с диэтиланилином?
 8. Какие способы разрушения комплексов вам известны?
 9. Что такое константа нестойкости комплексного соединения?
 10. Почему при осаждении цинка используют не карбонат аммония, а карбонат натрия?

Лабораторная работа №4

Тема: Качественный анализ катионов четвертой группы.

Лабораторная работа №5

Тема: Качественный анализ катионов пятой группы.

Лабораторная работа №6

Тема: Качественный анализ катионов шестой группы.

Лабораторная работа № 7-8

Тема: Качественный анализ анионов.

Анионы делятся на три группы. Первая группа SO_4^{2-} , CO_3^{2-} , PO_4^{3-} и др. Групповым реагентом является хлорид бария при pH=7. При этом образуются белые осадки. Вторая группа Cl^- , I^- , S^{2-} , SO_3^{2-} , SeO_3^{2-} , F^- , SiO_3^{2-} ... Групповым реагентом является раствор нитрата серебра в присутствии азотной кислоты (pH<2). При этом выпадает соответственно белый, желтый, черный осадки. К третьей группе относится ион NO_3^- и другие, группового реагента нет.

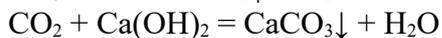
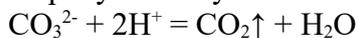
В большинстве случаев анионы можно открывать дробным методом, поэтому групповые реагенты применяются только для обнаружения наличия той или иной группы анионов.

1 Специфические реакции на анионы I, II, III групп.

1.1 Сульфат-ион SO_4^{2-} . Реакция с хлоридом бария в кислой среде. 2-3 капли исследуемого раствора подкислить соляной кислотой и прибавить 2-3 капли хлорида бария. В присутствии сульфат-иона выпадает белый нерастворимый в кислой среде осадок $BaSO_4$

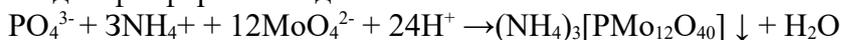
1.2 Карбонат-ион CO_3^{2-} открывается двумя путями:

1) реакция с известковой водой выполняется следующим образом: в одно колено двойной пробирки налить 0,5 мл известковой воды $Ca(OH)_2$, а в другое — пять капель исследуемого раствора и соляной кислоты. Закрывать пробирку пробкой. Известковая вода в присутствии углекислого газа мутнеет:



2) несколько капель задачи осторожно упарить и на сухой остывший осадок прилить раствор соляной кислоты. Интенсивное выделение пузырьков газа CO_2 свидетельствует о наличии карбонат-ионов.

1.3 Фосфат-ион PO_4^{3-} открывается реакцией с молибденовой жидкостью. К 1-2 каплям исследуемого раствора прилить 8-10 капель молибденовой жидкости (раствор $(NH_4)_2MoO_4$ в HNO_3), нагреть в водяной бане. Через некоторое время выпадает кристаллический осадок фосфомолибдата аммония:



Осадок выпадает только при большом избытке молибденовой жидкости. Мешают реакции ионы-восстановители: S^{2-} , Cl^- .

1.4 Хлорид-ион (Cl^-). Реакция с нитратом серебра. К 2-3 каплям исследуемого раствора прилить азотной кислоты до pH=2, 2-3 капли нитрата серебра $AgNO_3$ - выпадает белый

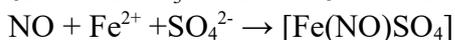
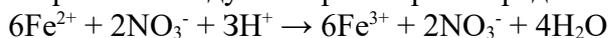
творожистый осадок AgCl. К отцентрифугированному осадку прилить раствор аммиака до явного запаха. Получается растворимое комплексное соединение $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]\text{Cl}$, при добавлении к раствору которого HNO_3 до $\text{pH} < 5$ выпадает осадок AgCl (может наблюдаться только помутнение раствора).

1.5 Иодид-ион I^- . Окисление нитритом натрия. В пробирку прилить 3-4 капли исследуемого раствора, подкислить кислотой до $\text{pH} < 7$ и бросить несколько кристалликов NaNO_2 . Выделяется свободный йод – раствор окрашивается в бурый цвет или выпадают кристаллы темно-серого цвета.

1.6 Сульфид-ион S^{2-} . Реакция с нитропруссидом натрия. К 1-2 каплям исходного раствора прилить щелочи до $\text{pH} > 7$ и 1-2 капли нитропрусида натрия. Раствор окрашивается в красно-фиолетовый цвет. Реакция идет только в щелочной среде с ионом S^{2-} . Сульфид-ион можно обнаружить по запаху сероводорода при подкислении раствора соляной кислотой.

1.7 Нитрат-ион NO_3^- можно открыть двумя реакциями.

1) Реакция с солью Мора. На предметное стекло насыпать горкой сухой соли Мора. С одной стороны этой горки налить 1 каплю концентрированной серной кислоты, а с другой стороны исследуемый раствор. В середине появляется темное пятно:



Реакции мешают йодид-ионы, поэтому их сначала удаляют.

2) Реакция с дифениламином. Если отсутствует йодид-ион I^- , то к двум каплям исследуемого раствора прилить две капли дифениламина. Если наблюдается посинение, то есть NO_3^- .

Лабораторная работа № 9-10

Тема: Идентификация неизвестного вещества (обнаружение катионов и анионов).

Лабораторная работа №11

Тема: Определение кристаллизационной воды в кристаллогидрате хлорида бария.

Вещества, содержащие кристаллизационную воду, называются *кристаллогидратами*. Количество кристаллизационной воды в кристаллогидрате каждого вещества строго определено. Некоторые кристаллогидраты могут выветриваться и частично терять кристаллизационную воду при хранении в сухом воздухе, другие кристаллы могут расплываться, поглощая воду из влажного воздуха.

Кристаллогидраты хранятся в банках с притертыми пробками. Для определения содержания кристаллизационной воды в кристаллогидрате необходимо установить по справочнику, при какой температуре это вещество теряет кристаллизационную воду, и именно при этой температуре необходимо удалять ее.

Определение кристаллизационной воды относится к одному из методов гравиметрического анализа – *методу выделения*. Метод основан на том, что при нагревании кристаллогидраты разлагаются с выделением воды, массу которой находят по разности масс кристаллогидрата до и после его высушивания.

Ход работы

1. Содержание кристаллизационной воды в $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ определяют при 120- 125 °С.

Выданный в лаборантской бюкс нумеруют (карандашом на шлифованной части). Перед определением бюкс необходимо хорошо вымыть, высушить, а затем поместить с крышкой, поставленной на ребро, в сушильный шкаф при 120-125 °С на 30 - 40 мин.

При этом бюкс следует открыть и крышку положить “ на ребро”. Бюкс вынимают из сушильного шкафа при помощи тигельных щипцов через 30 мин и охлаждают в эксикаторе 15 мин (иначе его трудно или даже невозможно открыть). затем бюкс с крышкой взвешивают на аналитических весах и результаты заносят в рабочий журнал.

Результаты всех взвешиваний вносят в таблицу. Высушенные в сушильном шкафу вещества нельзя оставлять на воздухе, так как они при остывании снова поглощают из воздуха влагу, отчего масса веществ может увеличиться. После охлаждения бюкса его вместе с крышкой взвешивают на аналитических весах.

После взвешивания бюкс с крышкой снова помещают в сушильный шкаф на 10-20 мин. при той же температуре. Охладив бюкс с крышкой в эксикаторе, его вновь взвешивают и результат записывают в рабочий журнал. Если масса бюкса не изменится или изменится не более чем на 0,0002 г, высушивание считают законченным.

2. В высушенный и взвешенный бюкс помещают 2-3 г кристаллического хлорида бария, взвешивают и записывают массу бюкса с веществом в журнал. Открытый бюкс вместе с крышкой ставят в сушильный шкаф на 90-120 мин. и сушат при 120-125 °С. При более высоких температурах BaCl_2 разлагается, а при более низких - удалится вся кристаллизационная вода. Затем бюкс закрывают, охлаждают в эксикаторе, взвешивают и результат записывают в рабочий журнал. Бюкс с образцом переносят только в эксикаторе (крышка бюкса должна быть "на ребре").

3. Повторяют высушивание при тех же условиях в течение 30 мин. Затем бюкс охлаждают в эксикаторе и снова взвешивают. Эту операцию повторяют до тех пор, пока масса бюкса с хлоридом бария не станет постоянной (разница не более 0,0002 г). Результаты всех взвешиваний вносят в таблицу.

4. На основании полученных данных определяют:

- массу кристаллизационной воды в навеске,
- массовую долю кристаллизационной воды в хлориде бария,
- химическую формулу образца,
- относительную погрешность определения массовой доли воды, используя сообщенный преподавателем правильный результат.

Пример записи результатов опыта

Дата.

Название работы: «Определение содержания кристаллизационной воды в кристаллогидрате хлорида бария».

Масса бюкса после первого взвешивания	20,2330 г
Масса бюкса после второго взвешивания	20,2328 г
Окончательная масса бюкса	20,2328 г
Масса бюкса с навеской	23,6508 г
Масса хлорида бария	3,1480 г
Масса бюкса с навеской после первого высушивания	23,1468 г
Масса бюкса с навеской после второго высушивания	23,1463 г
Масса бюкса с навеской после третьего высушивания	23,1462 г
Окончательная масса бюкса с хлоридом бария	23,1462 г

Расчет

Масса кристаллизационной воды в навеске хлорида бария: $23,6508 - 23,1462 = 0,5046$ г. Для вычисления содержания кристаллизационной воды (x) в процентах составим пропорцию:

В 3,1480 г навески содержится 0,5046 г воды

В 100 г навески содержится x г воды.

$$\text{Отсюда } X = \frac{0,5046 \cdot 100}{3,148} = 14,76.$$

Полученный результат сравнивают с теоретическим содержанием кристаллизационной воды, рассчитанной по химической формуле $\text{BaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$.

Молекулярная масса $\text{BaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 244,2

Молекулярная масса H_2O 18,015

Для вычисления составляют пропорцию:

В 244,28 г х.ч. $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ содержится 36,03 г H_2O

В 100 г х.ч. $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ содержится x г H_2O

Отсюда

$$X = \frac{36,03 \cdot 100}{244,23} = 14,76\%$$

Если результаты анализа сравнить с теоретически вычисленным количеством воды для $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, то можно посчитать абсолютную ошибку определения:

$$D = 14,76 - 14,75 = 0,01\%$$

Относительную ошибку (D_0) в процентах вычисляют из следующей пропорции:

$$14,75 - 0,01$$

$$100 - D_0$$

Отсюда

$$D_0 = \frac{100 \cdot 0,01}{14,75} = 0,07\%$$

Лабораторная работа №12

Тема: Кислотно-основное титрование.

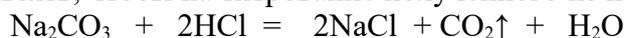
Приготовление стандартного раствора хлороводородной кислоты и определение содержания гидроксида натрия в растворе.

Работа состоит из нескольких частей. Вначале готовят водный раствор хлороводородной (соляной) кислоты с молярной концентрацией эквивалента $C(1/\text{HCl}) \approx 0,1$ моль/л ($f_{\text{эkv}} = 1$), . Затем берут навески карбоната натрия и стандартизируют кислоту по этим навескам или титрованием приготовленного ранее раствора Na_2CO_3 с установленной молярной концентрацией эквивалента (нормальностью) и отмеренным по бюретке объемом (10 или 15 мл). Стандартизированный раствор кислоты используют для определения выданного объема гидроксида натрия известной концентрации.

Ход работы

1. Приготовление 0,1М раствора хлороводородной кислоты. Для приготовления ~0,1 М раствора HCl используют 2 М раствор HCl . По закону эквивалентов (см. формулу (2.1)) определяют объем исходного раствора, необходимый для приготовления 500 мл 0,1 М раствора. Рассчитанный объем отмеряют мерным цилиндром и разбавляют в мерной колбе дистиллированной водой до 500мл. Полученный раствор тщательно перемешивают.

2. Взятие навесок карбоната натрия. Для стандартизации приготовленного раствора соляной кислоты используют метод отдельных навесок. Рассчитывают какую навеску Na_2CO_3 надо взять, чтобы на титрование полученного из него раствора по уравнению



требовалось ~ 20 мл 0,1М раствора HCl . Для этого используют другую формулу закона эквивалентов:

$$\frac{m_1}{M_{\text{э},1}} = \frac{0,1 \cdot V_2}{1000} \quad , \quad \text{где объем раствора титранта (} V_2 \text{) выражен в мл, } M_{\text{э},1} \text{ – эквивалентная}$$

масса карбоната натрия ($f_{\text{эkv}} = 1/2$), m_1 - масса навески Na_2CO_3 .

На аналитических весах взвешивают бюкс с Na_2CO_3 . Безводный Na_2CO_3 поглощает атмосферную влагу, что может привести к погрешности анализа, поэтому бюкс во время взвешивания должен быть закрыт крышкой. После взвешивания бюкса с Na_2CO_3 из него отсыпают часть содержимого в чисто вымытую коническую колбу, а бюкс с крышкой опять взвешивают. Массу соды в колбе определяют, измеряя массу бюкса до и после отсыпания. Эта масса должна быть в пределах $\sim \pm 10\%$ от вычисленной m_1 . Если взятая навеска слишком мала, производят досыпание Na_2CO_3 в колбу, если велика - колбу тщательно моют и производят новое взвешивание. Близкие по массе навески соды вносят в три пронумерованные колбы для титрования.

3. Стандартизация рабочего раствора кислоты. Тщательно вымытую бюретку дважды ополаскивают небольшими порциями приготовленного раствора кислоты для

удаления остатков воды. Затем заполняют ее тем же раствором таким образом, чтобы в бюретке не осталось пузырьков воздуха. Кислота не должна капать из носика бюретки. Нижний край мениска устанавливают на нулевом делении бюретки, сливая лишнюю кислоту. При этом воронка, использованная для заполнения бюретки кислотой, должна быть снята с бюретки во избежание скатывания с воронки капель кислоты.

В коническую колбу с навеской Na_2CO_3 наливают дистиллированную воду слоем ~ 1 см и добиваются полного растворения соды. К полученному раствору прибавляют 2-3 капли индикатора метилового оранжевого и перемешивают. Коническую колбу ставят под бюретку на лист белой бумаги и титруют, постепенно добавляя из бюретки в колбу раствор кислоты., все время перемешивая жидкость плавными круговыми движениями колбы до тех пор, пока от одной капли HCl первоначально соломенно-желтый раствор приобретет слабый розоватый оттенок.

Аналогично титруют содержимое всех колб с навесками Na_2CO_3 , а затем проводят точный расчет молярной концентрации эквивалента HCl по формуле:

$$C(1/1 \text{HCl}) = \frac{1000 m_{\text{Na}_2\text{CO}_3}}{M_{\text{э, Na}_2\text{CO}_3} \cdot V_{\text{HCl}}},$$

где V_{HCl} – объем кислоты, израсходованной на титрование, мл.

Результаты расчетов должны сходиться в пределах не более 2% от определяемой величины, в противном случае необходимо повторить анализ.

В качестве результата определения молярной концентрации эквивалента HCl берут среднее арифметическое из сходящихся значений концентрации раствора.

4. Контрольная задача. Определение содержания NaOH в растворе.

Студенту выдается точно отмеренный объем раствора NaOH , титр которого известен, а объем требуется определить титрованием приготовленным раствором HCl . Выданный в мерной колбе на 100 мл раствор доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Аликвотные части по 15 или 20 мл титруют с индикатором метиловым оранжевым так же, как и при титровании Na_2CO_3 .

Для расчетов используют среднее значение объема HCl , израсходованного на титрование аликвоты, из трех сходящихся значений (с различием не более 0,2 мл).

По известному титру раствора NaOH в контрольной задаче рассчитывают его молярную концентрацию эквивалента по формуле:

$$C(1/1 \text{NaOH}) = \frac{1000 T_{\text{NaOH}}}{M_{\text{э, NaOH}}}.$$

По затраченному на титрование объему HCl и известной концентрации обоих растворов рассчитывают объем выданного в задаче стандартного раствора щелочи:

$$C(1/1 \text{NaOH}) \cdot V_{\text{NaOH}} = C(1/1 \text{HCl}) \cdot V_{\text{HCl}},$$

$$V_{\text{NaOH}} = \frac{C(1/1 \text{HCl}) \cdot V_{\text{HCl}} \cdot 100}{C(1/1 \text{NaOH}) \cdot V_a},$$

где 100 – объем мерной колбы, мл; V_a – объем аликвоты, отобранный пипеткой, мл.

При расчете учтено, что на титрование был взят не весь раствор, а каждый раз его аликвотная часть. Массу чистого NaOH (г) в контрольной задаче рассчитывают по формулам титриметрического анализа: $m(\text{NaOH}) = T_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}}$ или $m(\text{NaOH}) = C(1/1 \text{NaOH}) \cdot V_{\text{NaOH}} \cdot M_{\text{э, NaOH}}$.

Стандартный раствор HCl в закрытой колбе сохраняют до следующей лабораторной работы.

Тема: Лабораторная работа №13

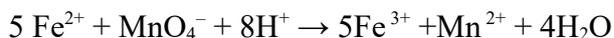
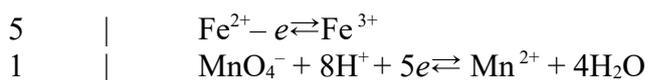
Тема: Окислительно-восстановительное титрование. Определение Fe(II) в кислых водных растворах методом перманганатометрии

Ход работы:

Стандартизация раствора $KMnO_4$

1. В коническую колбу для титрования поместить 10-15 мл 1М раствора H_2SO_4 и добавить около 100 мл дистиллированной воды.
2. Колбу поставить на электроплитку или в водяную баню и нагреть до 70-80°C.
3. Заполнить чистую бюретку раствором $KMnO_4$; установить уровень раствора на нулевую отметку при заполненном раствором титранта носике бюретки.
4. В колбу с нагретым раствором кислоты с помощью мерной пипетки внести точную аликвоту стандартного раствора $Na_2C_2O_4$.
5. Быстро перемешать горячую смесь, находящуюся в колбе, и титровать раствором $KMnO_4$ из бюретки. При этом каждую последующую каплю титранта прибавлять после исчезновения окраски предыдущей капли. Первые капли раствора $KMnO_4$ обесцвечиваются медленно. По мере накопления в растворе катионов-катализаторов Mn^{2+} , ускоряющих восстановление перманганат-ионов, обесцвечивание капель титранта становится почти мгновенным. Отметить точку конца титрования по появлению слабо-розовой окраски титруемого раствора, возникающей после добавления одной капли титранта и не исчезающей в течение 30 с.
6. Повторить титрование 2–3 раза до получения сходящихся результатов отсчета V_{KMnO_4} по бюретке ($\pm 0,1$ мл).
7. Взять среднее значение $V_{KMnO_4}^{cp}$ и рассчитать молярную концентрацию эквивалента $KMnO_4$
 $C(1/5 KMnO_4) = C(1/2 Na_2C_2O_4) \cdot V(Na_2C_2O_4) / V^{cp}(KMnO_4)$.

При титровании Fe (II) раствором $KMnO_4$ протекают следующие процессы:



Выполнение анализа

1. Раствор соли Fe (II), содержащийся в мерной колбе объемом V_k , разбавить до метки дистиллированной водой и перемешать.
2. В колбу для титрования отобрать мерной пипеткой аликвоту раствора Fe (II), добавить 15-20 мл 1М H_2SO_4 , 2 мл 85%-ной H_3PO_4 и 70-100 мл дистиллированной воды.
3. Содержимое колбы перемешать и медленно титровать при температуре окружающей среды раствором $KMnO_4$ до появления устойчивой бледно-розовой окраски.
4. Повторить титрование 2–3 раза до появления сходящихся результатов измерения V_{KMnO_4} по бюретке.
5. Взять среднее значение $V_{KMnO_4}^{cp}$ и рассчитать концентрацию Fe (II) в разбавленном растворе
 $C(1/1 Fe^{2+}) = C(1/5 KMnO_4) \cdot V^{cp}(KMnO_4) / V_a$
6. Объем выданного для анализа раствора Fe (II) с известной молярной концентрацией эквивалента $C(1/1 FeSO_4)$ рассчитывают по формуле

$$V_{\text{FeSO}_4} = \frac{V_k \cdot C(1/5 \text{KMnO}_4) \cdot V_{\text{KMnO}_4}^{\text{сп}}}{V_a \cdot C(1/1 \text{FeSO}_4)}$$

7. **Расчет массы железа** (II) в выданном растворе проводят по формулам титриметрического анализа.

Тема: Лабораторная работа №14 Тема: Физические и физико-химические методы анализа. Фотоэлектроколориметрическое определение содержания меди (II) в растворе.

Ход работы

1. **Приготовление стандартного раствора соли меди.** 0,3929 г химически чистого сульфата меди – $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, растворите в мерной колбе на 100 мл, предварительно добавив в нее 5 мл 2N H_2SO_4 (зачем?). Полученный раствор содержит 1 мг Cu^{2+} /мл. Подтвердите это расчетами.

2. **Приготовление раствора сравнения.** 10 мл раствора аммиака (1:1) внесите в мерную колбу на 50 мл, добавьте 1 каплю H_2SO_4 ! и доведите объем до метки водой. Это нулевой раствор. Почему?

3. **Построение калибровочного графика.** В шесть мерных колб на 50 мл внесите мерной пипеткой 2,5; 5,0; 10; 15; 20; 25 мл стандартного раствора соли меди. В каждую колбу добавьте по 10 мл раствора аммиака (1:3), доведите объемы до метки дистиллированной водой и тщательно перемешайте. Определите концентрацию меди в каждой колбе, мг/мл. Напишите уравнение реакции получения колориметрируемого раствора. Светофильтр и размер рабочей кюветы подберите самостоятельно. Данные внесите в табл. 1. Постройте кривую светопоглощения.

Таблица

λ , нм	A	l, см	A

Измерьте у каждого раствора оптическую плотность (A) на ФЭК при выбранной вами длине волны относительно нулевого раствора. Правила работы на ФЭК смотрите в паспорте прибора. Экспериментальные данные занесите в табл. 2, обработайте их математически МНК и на миллиметровой бумаге постройте калибровочный график $A = f(C \text{ Cu}^{2+} \text{ мг/мл})$.

Таблица 2

№ п/п	V стандартного раствора Cu^{2+}	C Cu^{2+} , мг/мл	A измеренная	A рассчитанная	A рассчит. = $a + bC$
					r = a = b =

4. **Определение меди (II) в растворе.** В мерную колбу на 50 мл внесите мерной пипеткой аликвоту задачи (определяется подбором 10 мл; 25 мл и т.д.), добавьте 1 каплю H_2SO_4 , нейтрализуйте раствором аммиака (1:3), приливая его по каплям до появления мути. Прилейте еще 10 мл аммиака (1:3) и доведите объем до метки дистиллированной водой, перемешайте и измерьте A относительно нулевого раствора. По величине A найдите по калибровочному графику концентрацию меди в мг/мл. Проверьте правильность ваших определений, используя формулу: $C = (A-a)/b$

Расчеты. Рассчитайте общую массу меди в приготовленной вами пробе. Определите молярную концентрацию раствора, выданного Вам преподавателем.

Тема: Лабораторная работа №15

Тема: Физические и физико-химические методы анализа. Определение содержания нитрат-ионов в растворе селитры

Ход работы

1. Подготовка катионита и колонки к работе.

Возьмите бюретку с краном объемом 25 мл и диаметром 1 см, в нижнюю часть ее поместите опорный ватный тампон. В химическом стакане 5 г катионита марки КУ-2 залейте пятикратным объемом дистиллированной воды на 30 минут. Этой взвесью аккуратно заполните бюретку, лишнюю воду слейте через кран. Слой катионита должен быть 10 см, над уровнем катионита должно оставаться 0,5 мл воды, а между частицами катионита должен отсутствовать воздух. Для перевода катионита в Н-форму через колонку пропустите 40 мл 4 М HCl, установив краном скорость вытекания, равную 1 капле в секунду. Избыток кислоты, не принявший участие в ионном обмене, тщательно вымойте дистиллированной водой до нейтральной реакции среды (рН проверьте по индикатору). Отмытый от избытка кислоты катионит готов к дальнейшей работе.

2. В мерную колбу на 100 мл, заполненную на 1/3 дистиллированной водой, внесите мерной пипеткой 5 мл раствора селитры, выданного преподавателем, доведите объем до метки дистиллированной водой, тщательно перемешайте и перелейте в чистую посуду.

3. Возьмите мерной пипеткой 20 мл приготовленного анализируемого раствора и пропустите его через колонку с катионитом, поддерживая скорость вытекания 2 мл в минуту. Вытекающий из колонки раствор - элюат соберите в коническую колбу. Промойте колонку 30-40 мл дистиллированной воды, пропуская ее небольшими порциями. Новую порцию воды вносите тогда, когда жидкость в колонке почти достигнет поверхности катионита. Промывные воды присоедините к основному элюату.

4. Полученный азотнокислый раствор - элюат оттитруйте 0,1 N NaOH или KOH в присутствии индикатора - метилового оранжевого.

5. Повторите определение 2-3 раза, каждый раз используя один и тот же объем дистиллированной воды для промывания колонки.

6. После каждого употребления колонку регенерируйте, то есть снова переведите катионит в Н-форму.

Расчеты.

Массу нитрат-иона в мг на 100 мл исходного раствора вычислите по формуле

$$m = C \times V \times M_{\text{э}} \times 5,$$

где m - масса нитрат-иона, мг; C - концентрация титранта, м/л; V - объем титранта, пошедший на титрование выделившегося с колонки раствора – элюата, мл; $M_{\text{э}}$ - эквивалентная масса нитрат-иона, г/моль; 5 - коэффициент пересчета на весь объем анализируемого раствора (для хроматографии использовали 20 мл или 1/5 часть исходного раствора).

Найдите среднее значение содержания нитрат-ионов в 100 мл раствора.

Результаты работы занесите в таблицу. Рассчитайте абсолютную и относительную погрешности, напишите уравнения реакций и сделайте выводы по работе.

Таблица

№ п/п	V анализир. раствора	V щелочи	m (NO ₃ ⁻)	m (NO ₃ ⁻) среднее	m (NO ₃ ⁻) теоретич.	D абс.	D отн.