

# ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

## РАБОЧАЯ ТЕТРАДЬ

студента \_\_\_\_\_

группы \_\_\_\_\_



МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное  
учреждение высшего образования  
«Челябинский государственный педагогический университет»

# **ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ**

## **Рабочая тетрадь**

Челябинск

2016

**УДК 543**

**ББК 24.4**

**X 46**

**Химический анализ** [Текст]: рабочая тетрадь / сост. И.Г. Карпенко, Н.М. Лисун. – Челябинск: Изд-во Челяб. гос. пед. ун-та, 2016. – 112 с.

**ISBN 978-5-906777-89-8**

Рабочая тетрадь содержит инструкции по технике безопасности и правилам работы в лаборатории аналитической химии. Издание включает лабораторные работы по темам «Качественный анализ», «Титриметрический анализ», «Гравиметрический анализ», вопросы и задания для внеаудиторной работы.

Тетрадь составлена в соответствии с действующей программой по аналитической химии и предназначена для самостоятельной аудиторной и внеаудиторной работы студентов педагогических вузов, обучающихся по профилю «Химия. Биология».

**ISBN 978-5-906777-89-8**

Рецензенты: С.В. Штин, канд. хим. наук, доцент

А.А. Сутягин, канд. хим. наук, доцент

© И.Г. Карпенко, Н.М. Лисун, составление, 2016

© Издательство Челябинского государственного педагогического университета, 2016

## ВВЕДЕНИЕ

Классическими методами химического анализа являются качественный, гравиметрический и титриметрический. Они широко применялись и применяются в анализе органических и неорганических веществ, в химических исследованиях окружающей среды и биологических объектов. Этому способствует простота и быстрота определений, возможность анализа большого количества различных веществ, доступность реагентов и оборудования.

Данное пособие поможет организовать самостоятельную работу студента в ходе аудиторной и внеаудиторной работы.

Самостоятельная работа студентов на кафедре химии и методики обучения химии при изучении курса аналитической химии направлена на решение следующих задач:

1. Формирование у студентов понимания единства теории и практики аналитических исследований, системных знаний о химических и физико-химических процессах.

2. Освоение алгоритма поиска информации и алгоритма работы по заданному образцу (1-й уровень сложности), умение абстрагироваться от второстепенного материала, тренировать умение выделять существенные признаки.

Решение этой задачи достигается:

- при подготовке индивидуального задания – изучением теоретического материала по заданной теме с использованием лекций, учебников, рекомендованной литературы; теоретического базиса лабораторной работы с использованием данного пособия;

- при тестировании уровня знаний.

3. Развитие умения анализировать общие закономерности аналитических исследований и освоение основных принципов химического анализа (2-й уровень сложности).

Решение этой задачи достигается:

- при выполнении лабораторных работ в ходе аудиторных занятий;

- при тестировании результатов обучения.

4. Развитие умения применять полученные знания и навыки в практической деятельности (3-й уровень сложности), что достигается в процессе решения проблемных и расчетных задач и при подготовке докладов и рефератов.

5. Развитие умения самостоятельно интерпретировать полученные в эксперименте данные, дать научное обоснование методикам аналитических исследований и установить их причинно-следственные взаимоотношения. Формирование навыков научного анализа и обобщения результатов в процессе учебно-исследовательской работы студентов (4-й уровень сложности).

6. Развитие личностного потенциала, креативных свойств личности студента, что достигается выполнением творческих заданий, которые инициативно предлагает студент либо преподаватель.

Организация самостоятельной работы студентов включает два направления работы: аудиторную и внеаудиторную.

К аудиторной работе относятся:

- выполнение лабораторных работ;
- решение расчетных задач;
- контрольные вопросы к лабораторным работам;
- тестирование результатов обучения;
- работа с таблицами.

К внеаудиторной работе относятся:

- подготовка к аудиторным занятиям;
- подготовка к лабораторным работам;
- выполнение индивидуальных внеаудиторных заданий;
- выполнение творческих заданий;
- подготовка докладов, рефератов.

В лабораторный практикум включены работы в соответствии с основными методами качественного, гравиметрического и титриметрического анализа:

- качественный – систематический и дробный анализ;
- гравиметрия – метод осаждения;
- титриметрия – кислотно-основное титрование, окислительно-восстановительное титрование, комплексометрическое титрование и осадительное титрование.

Выполнение предложенных работ позволит овладеть практическими навыками приготовления растворов, гравиметрического и титриметрического определения количественного состава веществ, их смесей и растворов. Результаты анализа оформляются в виде протокола, представленного в данной рабочей тетради.

В тетради используется условное обозначение альтернативного варианта приготовления раствора с заданной концентрацией ( || ).

Знания, навыки и умения, приобретенные при выполнении лабораторных работ, необходимы для дальнейшего обучения студентов по профилю «Химия. Биология» и их будущей практической деятельности.

## **ИНСТРУКЦИЯ ПО ВНУТРЕННЕМУ РАСПОРЯДКУ И ТЕХНИКЕ БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ РАБОТЕ С ЭЛЕКТРОПРИБОРАМИ И РЕАКТИВАМИ В ХИМИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ**

Студент допускается на занятие в лабораторном халате и чистой обуви. Студент должен занимать постоянное место работы, соблюдать чистоту, тишину и порядок; бережно относиться к оборудованию, посуде и реактивам.

**При работе с реактивами необходимо соблюдать следующие требования:**

- нельзя переставлять или выносить вещества из учебной аудитории;
- нельзя пробовать вещества на вкус;
- нельзя засасывать через пипетку ртом растворы кислот, оснований и ядовитых веществ, их следует набирать специальными дозаторами;

- работу с вредными ядовитыми газами, огнеопасными и взрывчатыми веществами, выпаривание и прокаливание летучих соединений проводить только в вытяжном шкафу;
- сухой реагент брать только сухим и чистым шпателем или ложечкой;
- отработанные растворы соединений серебра, ртути, сильнодействующих веществ, органические растворители сливать в отдельные сосуды;
- нюхать выделяющиеся газы следует издали, слегка направляя поток воздуха от сосуда на себя;
- во избежание попадания брызг не наклоняться над сосудом с кипящей жидкостью, при нагревании жидкости в пробирке держать её отверстие повернутым от себя и работающих рядом.

#### **Запрещается:**

- работать с незаземленными приборами;
- перемещать и оставлять включенный прибор (водяные бани, горелки, спиртовки) без присмотра;
- работать вблизи открытых токонесущих частей прибора;
- включать и выключать прибор мокрыми руками;
- менять элементы в схеме работающих установок;
- принимать пищу в химической лаборатории;
- проводить опыты, не предусмотренные планом работы.

В случае перерыва в подаче электроэнергии немедленно выключить электроприбор; при загорании проводов или электроприбора необходимо немедленно их обесточить и гасить огонь при помощи сухого огнетушителя, одеяла из асбеста или песка (*но не водой!*); при поражении током немедленно обесточить лабораторию, вызвать скорую помощь, оказать пострадавшему первую помощь и сообщить заведующему кафедрой.

При воспламенении летучих жидкостей засыпать их песком, затем песок удалить, поверхность промыть.

В случае ожога (нагретым предметом или пламенем) обожжённое место обработать крепким раствором перманганата калия, смазать синтомициновой эмульсией (из аптечки).

При попадании на кожу брызг кислоты или щёлочи необходимо тотчас смыть их большим количеством воды. Затем поражённый участок кожи обработать раствором пищевой соды (в случае попадания кислоты) или раствором борной кислоты (в случае попадания щёлочи).

#### **Обязанности дежурных**

1. Получить у лаборантов учебные пособия, реактивы, приборы и другое оборудование, необходимые для занятия.
2. Следить за чистотой и порядком в лаборатории, наличием дистиллированной воды и реактивов.
3. По окончании работы принять от студентов учебные пособия, приборы; проверить чистоту рабочих мест и посуды; выключить электроприборы; закрыть водопроводные краны; сдать лабораторию лаборанту.

## РАБОТА С ВЕСАМИ

### **В зависимости от точности весы предназначены:**

- для грубого взвешивания (ручные, теххимические);
- для точного взвешивания (аналитические);
- специальные (торсионные, пробирные).

### **Правила взвешивания на ручных весах**

Ручные весы применяются для взвешивания сухих сыпучих веществ массой 0,05-100 г. В нерабочем состоянии ручные весы сохраняются на крючке специального штатива или, реже, в закрытой коробке. Во избежание износа острия призм не следует подвешивать весы за кольцо обоймицы.

Сняв весы со штатива, их берут за кольцо обоймицы большим и указательным пальцем левой руки таким образом, чтобы обоймица была совершенно свободна. Средний и безымянный палец левой руки располагают по обеим сторонам обоймицы, не касаясь её, чтобы иметь возможность ограничивать движение стрелки влево и вправо и, в случае надобности, останавливать её колебания. Тыльная сторона левой руки, держащая весы, должна быть обращена наружу.

Сблизив средний и безымянный пальцы так, чтобы стрелка оказалась зажатой между ними внутри обоймицы, останавливают качание коромысла. Осторожно разведя пальцы, освобождают обоймицу и стрелку весов, держа кисть левой руки с весами на уровне плеча, проверяют положение равновесия весов. Стрелка освобождённых весов должна находиться внутри свободно висящей обоймицы, не выступая ни в ту, ни в другую сторону, в противном случае весы требуют предварительного уравнивания.

Убедившись в уравнивании весов и чистоте чашек, на левую чашку помещают нужное количество гирь (мелкий разновес берут пинцетом). Правой рукой при помощи совка, роговой ложечки, капсулаторки или картонной карточки аккуратно и понемногу прибавляют на правую чашку взвешиваемый порошок, избегая его излишка. Безымянный палец левой руки поддерживает стрелку весов, не давая ей отклониться от обоймицы. Для наблюдения равновесия раскачавшееся коромысло останавливают, сближая средний и безымянный пальцы. По окончании работы проверяют разновес, убирают его на место. Чашки весов вытирают бумажкой или марлевой салфеткой, весы помещают на штатив или в коробку.

### **Правила взвешивания на аналитических весах**

1. Аналитические весы рассчитаны на предельную нагрузку 200 г. Не разрешается нагружать их сверх этой нагрузки.
2. Не разрешается взвешивать предметы, имеющие низкую или высокую температуру. Нельзя ставить на чаши весов загрязненные или влажные предметы. Летучие вещества взвешивают в плотно закрытой таре. Чтобы взвешиваемый предмет принял температуру весов, его помещают в эксикатор или дают постоять 15-20 минут возле весов.
3. Перед взвешиванием проверяют нулевую точку весов.
4. Гири можно брать только пинцетом.

5. Взвешиваемые предметы и гири можно помещать на чашу или снимать с чаши только в нерабочем положении арретира.
6. Диск арретира поворачивать медленно, плавно, осторожно.
7. Вещества взвешивают только в специальной таре (бюксы, часовые стекла, тигли, чашки Коха, чашки Петри), помещаемой на **левую** чашку весов.
8. Взвешивание производят при закрытых дверцах футляра весов, в нерабочем положении арретира.
9. Весы необходимо содержать в чистоте. При попадании на чашу весов или дно футляра взвешиваемого вещества, его необходимо удалить специальной кисточкой.
10. Подсчитывают массу разновесов по пустым гнездам футляра; проверяют правильность подсчета при переносе разновесов в футляр.
11. Результаты взвешивания записывают в рабочую тетрадь.
12. По окончании взвешивания весы возвращают в нулевое положение.
13. При неисправности весов студент обращается к преподавателю, не производя самостоятельно исправления весов.

### **Техника взвешивания на аналитических весах**

На **левую** чашку весов помещают взвешиваемый предмет, а на **правую** накладывают разновески, добиваясь смещения стрелки весов с крайнего правого положения.

Закрывают дверцы весов и при помощи лимбов накладывают десятые и сотые доли грамма.

При этом поворачивают внешний диск, а затем внутренний, стараясь установить стрелку на нулевом или близком к нему положении.

Перед каждым действием с разновесками или перед поворотом внешнего лимба весы арретируют (переводят весы в нерабочее состояние).

Таким образом находят массу взвешиваемого предмета с точностью до 0,01 г. Тысячные и десятитысячные доли грамма определяют по шкале.

### **Взятие и перенесение навески**

*1 способ:* Взвешивают бюкс или часовое стекло с навеской, осторожно берут с чашки весов и аккуратно всыпают содержимое в мерную колбу или сразу в колбу для титрования. Затем осторожно постукивают по стенкам бюкса стеклянной палочкой или указательным пальцем. Бюкс с остатками навески снова взвешивают. В этом случае величину навески образца определяют как разность между массой бюкса с навеской и массой бюкса после высыпания навески.

*2 способ:* Взвешивают чистый бюкс или часовое стекло, затем взвешивают бюкс или часовое стекло с навеской. Взвешенный бюкс (часовое стекло) с навеской осторожно берут с чашки весов и содержимое аккуратно высыпают через воронку в мерную колбу или сразу в колбу для титрования. Затем остатки навески смывают дистиллированной водой из промывалки. В этом случае величину навески образца определяют как разность между массой бюкса с навеской и массой чистого бюкса.



## ПРАВИЛА РАБОТЫ С МЕРНОЙ ПОСУДОЙ

Измерительная посуда, применяемая в титриметрическом анализе, включает точную мерную посуду: бюретки, пипетки, мерные колбы, а также мерную посуду более низкого класса – мерные цилиндры. Пипетки и бюретки градуируются на выливание, мерные колбы калибруют на вливание.

**Мерные колбы** применяют для приготовления растворов строго определённой концентрации и для точного отмеривания объёмов растворов.

При приготовлении растворов соответствующую навеску вещества вносят в колбу через сухую воронку, затем остатки вещества смывают с воронки дистиллированной водой, наполняя колбу до середины объёма; раствор взбалтывают до полного растворения навески. При выделении тепла раствор охлаждают до комнатной температуры. Затем уровень жидкости в колбе доводят водой до нижней части шейки и, осторожно добавляя воду малыми порциями (пипеткой), доводят уровень раствора до метки. (Глаз должен находиться в одной горизонтальной плоскости с круговой меткой на шейке мерной колбы.) После закрывают пробкой и тщательно перемешивают, переворачивая вниз пробкой не менее 10 раз.

**Бюретки** предназначены для точного отбора определённого объёма жидкости и для титрования анализируемых веществ титрованными растворами. Бюретки укрепляют в штативе на расстоянии 10-15 см от верхнего края бюретки.

Бюретки со стеклянным краном применяют для растворов веществ, действующих на резину (растворов перманганата калия, йода, нитрата серебра). Сухой стеклянный кран смазывают вазелином. Для растворов гидроксидов щелочных металлов нельзя использовать бюретки со стеклянным краном, так как щёлочь разъедает стекло и кран перестаёт открываться.

Перед началом титрования бюретку тщательно моют водой так, чтобы вода стекала по стенкам, а не накапливалась отдельными каплями. Непосредственно перед титрованием бюретку споласкивают 2-3 раза рабочим раствором для удаления воды. Перед каждым новым титрованием её заполняют до верхнего (нулевого) деления, предварительно заполняя рабочим раствором носик бюретки.

При титровании кран или зажим регулируют левой рукой, а колбу для титрования вращают правой рукой. Носик бюретки должен быть введён в колбу для титрования на 1,5-2 см, причем капли титранта не должны попадать на стенки колбы.

Проводят не менее трёх параллельных титрований, причём отклонения в результатах титрования допустимы в пределах 0,1-0,2 мл.

**Пипетки** предназначены для точного отбора определённого объёма жидкости, перенесения его из одного сосуда в другой. Пипетки выпускают двух типов: обычные, рассчитанные на выливание указанного на них объёма жидкости (пипетки Мора), и градуированные, которые можно опорожнять по частям (на полный и частичный слив).

При работе с пипеткой необходимо придерживаться следующих требований: перед употреблением пипетку промывают дистиллированной водой, высушивают или ополаскивают два раза анализируемым раствором. Для взятия жидкости пипеткой её берут за верхнюю часть большим, средним и указательными пальцами правой руки, погружают глубоко в раствор и засасывают ртом или грушей на 2-3 см выше кольцевой метки. Указательным пальцем закрывают верхнюю часть пипетки и осторожно, ослабив этот палец, спускают раствор

до метки, держа пипетку так, чтобы метка находилась на уровне глаз. Полезно указательный палец предварительно слегка увлажнить для более плотного закрытия отверстия пипетки. При сливе жидкости из пипетки без пипетатора верхний край ее следует закрывать только указательным пальцем правой руки, свободно держа всю пипетку большим и средним пальцем. Закрывать верхнее отверстие большим пальцем нельзя, так как это ведёт к ошибкам при пользовании пипетками.

Скорость истечения жидкости из пипетки не должна превышать 1-2 мл в секунду, так как большая скорость опорожнения пипетки вызывает значительную ошибку при взятии нужного объёма раствора.

Жидкость должна истекать свободно. Держат пипетку вертикально и дают жидкости полностью стечь, не касаясь нижним концом стенок сосуда. Затем, когда стечёт жидкость, прикасаются к стенке колбы носиком пипетки и поворачивают его. После того как жидкость вытечет, верхнее отверстие пипетки закрывают пальцем, а широкую часть согревают ладонью левой руки: расширившийся воздух вытесняет остатки жидкости из пипетки. Выдувать или стряхивать капли раствора из пипетки нельзя.

**Мерные цилиндры** применяют для отмеривания объёмов растворов вспомогательных веществ, не учитывающихся при вычислении результатов анализа.

## ПРИГОТОВЛЕНИЕ ТИТРОВАННЫХ РАСТВОРОВ

Приготовление титрованных растворов может проводиться несколькими способами.

### 1. Приготовление по точной навеске стандартного твердого вещества

**Способ А.** Согласно расчету на теххимических весах взять «грубую» навеску (с точностью до 0,01 г). Перенести навеску в чистый бюкс, доведенный до постоянной массы. Бюкс с навеской взвесить на аналитических весах (с точностью до 0,0002 г). По разности масс бюкса с навеской и чистого бюкса вычислить точную массу навески и рассчитать точную концентрациюготавливаемого раствора.

Вычисленную навеску **количественно** перенести в откалиброванную мерную колбу, заполненную на 1/3 дистиллированной водой, растворить в дистиллированной воде, довести водой объем раствора до метки, закрыть пробкой и тщательно перемешать.

**Способ Б.** Согласно расчету на теххимических весах взять «грубую» навеску (с точностью до 0,01 г). Перенести навеску в чистый бюкс. Бюкс с навеской взвесить на аналитических весах (с точностью до 0,0002 г). Навеску перенести в откалиброванную мерную колбу, заполненную примерно на 1/3 дистиллированной водой, растворить в дистиллированной воде, довести водой объем раствора до метки, закрыть пробкой и тщательно перемешать. После перенесения навески пустой бюкс взвесить на аналитических весах. По разности масс бюкса с навеской и пустого бюкса вычислить точную массу навески и рассчитать точную концентрациюготавливаемого раствора.

## 2. Приготовление из «фиксанала»

Для приготовления раствора из «фиксанала» в горлышко мерной колбы на 1000 мл вставляют воронку, в нее помещают стеклянный боек, на который соответствующим углублением устанавливают ампулу «фиксанала» (предварительно вымытую снаружи). Затем легким ударом ампулы о боек разбивают стекло и, пробив стеклянной палочкой верхнее отверстие в ампуле, количественно переносят вещество в мерную колбу. Ампулу и воронку тщательно промывают дистиллированной водой, сливая жидкость в колбу, убирают воронку, доводят раствор до метки и перемешивают.

## 3. Приготовление из концентрированного раствора путем его разбавления

Ареометром определяют плотность концентрированного раствора квалификации х.ч. и по таблице «Плотности и концентрации растворов» [14, 496–579] находят соответствующую массовую долю растворенного вещества. На основании полученных данных вычисляют объем исходного концентрированного раствора, необходимый для приготовления заданного раствора.

# СТАТИСТИЧЕСКАЯ ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

## Погрешности и ошибки количественного анализа

При аналитических определениях исследователь всегда допускает определенные погрешности. *Погрешностью* (или ошибкой) называют отклонение результата анализа от истинного значения.

По способу вычисления ошибки делят на абсолютные и относительные.

Абсолютная ошибка равна разности средней величины и истинного значения этой величины, она может быть положительной и отрицательной:

$$D = x - x_{\text{ИСТ}}, \quad (1)$$

где  $D$  – абсолютная ошибка;

$x$  – среднее значение определяемой величины;

$x_{\text{ИСТ}}$  – истинного значения определяемой величины.

Относительная ошибка находится как отношение абсолютной ошибки к истинному значению определяемой величины:

$$D_{\text{ОТН}} = \frac{|D|}{X_{\text{ИСТ}}} \cdot 100\%, \quad (2)$$

где  $D_{\text{ОТН}}$  – относительная ошибка;

$|D|$  – модульное значение абсолютной ошибки;

$X_{\text{ИСТ}}$  – истинного значения определяемой величины.

Часто абсолютную и относительную ошибки обозначают  $L$ .

По характеру причин, вызывающих погрешность, различают ошибки:

- 1) системные (вызваны постоянно действующей причиной, неизменной во всех измерениях, либо меняющейся по постоянно действующему закону; могут быть выявлены и устранены);
- 2) случайные (причины появления неизвестны; могут быть оценены методом математической статистики);
- 3) грубые – промахи (резко искажают результат анализа, обычно легко обнаруживаются, объясняются небрежностью или некомпетентностью аналитика).

### **Системные ошибки**

Одним из основных признаков системной ошибки является то, что она вызвана постоянно действующей причиной, в зависимости от которой выделяют следующие виды ошибок:

1. Ошибки метода (инструментальные). Связаны с методом, прежде всего с инструментом для измерения аналитического сигнала (например, ошибка взвешивания на аналитических весах). Так как в большинстве методов используют образцы сравнения, то к ошибкам метода относят ошибки образцов сравнения, обусловленные несоответствием истинного и номинального содержания компонентов, различием состава и структуры анализируемого образца и образца сравнения.

2. Ошибки методики определения. Вносят «основной вклад» в общую ошибку. Сюда входят ошибки отбора пробы, переведения пробы в удобную для анализа форму, ошибки концентрирования и разделения компонентов.

3. Ошибки, связанные с природой химической реакции, положенной в основу используемой методики. Как правило, все химические реакции считаются равновесными, но, несмотря на то, что исследователи стараются выбрать реакции, практически смещенные в сторону продуктов, практически всегда имеют место явления, создающие систематические погрешности. Например, это могут быть различные солевые эффекты, явления соосаждения и другие, препятствующие полноте протекания реакций: в гравиметрии – малая, но заметная растворимость осаждаемой формы, соосаждение; в титриметрии – индикаторная ошибка.

4. Ошибка реагентов. Все применяемые реактивы не могут быть абсолютно чистыми, в т.ч. и вода, т.е. они содержат примеси.

При обработке результатов химического анализа системные ошибки должны быть выявлены и по возможности устранены.

### **Способы выявления системных ошибок**

1. Варьирование величины пробы. Увеличивая массу пробы в кратное число раз, можно обнаружить по изменению содержания определяемого компонента постоянную системную погрешность.

2. Способ «введено-найдено». К пробе добавляется точно известное количество определяемого компонента, если затем это количество определяется с достаточной точностью, то результат всего анализа правилен.

3. Получение результата другим независимым методом.

4. Анализ стандартного образца – самый надежный способ выявления ошибки. Проводят химический анализ определяемого компонента в стандартном образце и сравнивают с его реальным точно известным содержанием.

### Случайные погрешности

При наличии случайных ошибок наблюдается больший или меньший разброс относительно истинного или среднего значения определяемой величины.

### Оценка достоверности результатов

Существует два фактора, по которым аналитик судит о своих результатах:

1. Воспроизводимость полученных результатов.



Зависит от допущенных случайных ошибок. Характеризует степень близости друг к другу единичных определений, рассеивание логарифмированных результатов относительно среднего.

Чем меньше результаты параллельных определений ( $X_1, X_2, \dots$ ) различаются между собой (см. рис. 1), тем больше воспроизводимость и меньше допущено случайных ошибок в анализе.

Рис. 1

Определение истинного значения по результатам параллельных определений

2. Правильность результатов (соответствие их содержанию в пробе).

Зависит от систематической погрешности.

Правильность отражает близость результата анализа к нулевой системной ошибке. Правильность характеризует отклонение полученного результата от истинного значения измеряемой величины ( $M$ ).

Поэтому, чтобы не снижать точность результатов, расчеты следует производить с ошибкой, не превышающей 0,1 %. Для этого все численные величины при расчетах (объемы раствора, молекулярные массы, эквиваленты, навески и т. д.) должны быть выражены четырьмя значащими цифрами.

Цель всех аналитических исследований – нахождение результата, наиболее близкого к истинному содержанию в пробе.



Рис. 2

Кривая Гаусса

При отсутствии систематических ошибок наблюдается нормальное распределение случайных ошибок. Его можно представить графически. Зависимость вероятности результата  $W$  от его значения  $X$  показана на кривой Гаусса (см. рис. 2).

Из кривой видно, что наиболее вероятное значение определяемой величины является средним арифметическим из большого числа определений.

Вероятность ( $W$ ) – отношение числа случаев, при которых данное событие имело место, к общему числу случаев. Если вероятность = 100 %, это соответствует 100 %-ной достоверности результата. Если вероятность = 0 %, то данное событие невозможно.

Общую погрешность метода можно оценить только с привлечением методов математической статистики. Эти методы исходят из идеализированного представления о бесконечно большом числе измерений. Исследователь же имеет дело с небольшим числом измерений, они называются выборкой, поэтому классическая теория вероятности здесь не применима.

**Этапы статистической обработки:**

1. Проводят 3-5 параллельных определений  $x_1, x_2, x_3 \dots$
2. Вычисляют среднее арифметическое значение определяемой величины:

$$\bar{x} = \frac{\sum x_i}{n} = \frac{x_1 + x_2 + x_3 + \dots + x_n}{n}, \quad (3)$$

где  $\bar{x}$  – среднее значение определяемой величины;  
 $x_i$  – значение определяемой величины в серии определений;  
 $n$  – количество повторностей.

Эта величина при большом числе определений наиболее соответствует истинному значению.

3. Квадратичная ошибка данного определения:

$$S = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}, \quad (4)$$

где  $S$  – квадратичная ошибка определения.

Квадратичная ошибка характеризует воспроизводимость метода: чем меньше  $S$ , тем больше воспроизводимость метода.

4. Квадратичная ошибка среднего значения данной серии:

$$S_{\bar{x}} = \frac{S}{\sqrt{n}} = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n(n - 1)}}, \quad (5)$$

где  $S_{\bar{x}}$  – квадратичная ошибка среднего значения серии.

Эта характеристика используется для расчета допустимого «размаха варьирования» и связана со средним квадратичным отклонением отдельного результата и числом определений  $n$ .

5. Результаты должны быть оценены на предмет выявления промахов, т.е. грубых отклонений.

Нельзя без предварительной оценки отбросить кажущиеся неподходящими значения. Прوماхи или грубые отклонения устанавливаются по «размаху варьирования».

Так как  $n$  невелико, для установления допустимого «размаха варьирования»  $E_2$  необходимо квадратичную ошибку среднего значения данной серии умножить на коэффициент  $\tau_{2k}$ , который зависит не только от надежности, но и от числа определений:

$$E_2 = S_{\bar{x}} \cdot \tau_{2k}, \quad (6)$$

где  $\tau_{2k}$  – табличный коэффициент, величина которого зависит от заданной вероятности в диапазоне 90-95 %;

$k$  – число степеней свободы,  $k = n - 1$ ;

$E_2$  – абсолютная ошибка, определяющая границы, внутри которых может заключаться величина  $x_i$  («размах варьирования»).

$$x_i = \bar{x} \pm E_2 \quad (7)$$

При заданной вероятности  $> 95\%$ : если разница между результатом  $x_i$  и средним результатом  $\bar{x}_{CP}$  больше удвоенного значения квадратичной ошибки данного определения ( $(x_i - \bar{x}) > 2S$ ), то результат является грубым, недостоверным, его отбрасывают и проводят повторную статистическую обработку результатов.

#### 6. Доверительный интервал.

Для ограниченного числа измерений истинное значение определяемой величины находится в пределах определенного интервала от среднего арифметического  $\Delta X$ , т.е. в пределах  $\bar{X} \pm \Delta X$ . Этот интервал называют доверительным и рассчитывают по методу, известному как метод Стьюдента.

В соответствии с этим методом предложено простое уравнение, связывающее доверительную вероятность ( $P$ ) и число определений ( $n$ ) с доверительным интервалом:

$$\Delta X = t \cdot S(\bar{X}), \quad (8)$$

где  $t$  – коэффициент Стьюдента для заданных  $n$  и  $P$  (см. табл. 1).

Число степеней свободы обозначается  $f$  и рассчитывается:

$$f = n - 1. \quad (9)$$

Доверительная вероятность ( $P$ ) – это соответствие экспериментального результата истинной величине, обычно принимается равной  $95\%$ .

Таблица 1

#### Значение коэффициента Стьюдента ( $t$ ) для различной доверительной вероятности

Число степеней свободы $f$	Доверительная вероятность $P$				Число степеней свободы $f$	Доверительная вероятность $P$			
	0,9	0,95	0,99	0,999		0,9	0,95	0,99	0,999
1	6,31	12,7	63,66	636	11	1,80	2,20	3,11	4,44
2	2,92	4,30	9,93	31,6	12	1,78	2,18	3,06	4,32
3	2,35	3,18	5,84	12,9	13	1,77	2,16	3,01	4,22
4	2,13	2,78	4,60	8,61	14	1,76	2,15	2,98	4,14
5	2,02	2,57	4,03	6,86	15	1,75	2,13	2,95	4,07
6	1,94	2,45	3,71	5,96	20	1,73	2,09	2,85	3,85
7	1,90	2,37	3,50	5,41	30	1,70	2,04	2,75	3,65
8	1,86	2,31	3,36	5,04	40	1,68	2,02	2,70	3,55
9	1,83	2,26	3,25	4,78	50	1,67	2,00	2,66	3,46
10	1,81	2,23	3,17	4,59	$\infty$	1,66	1,96	2,58	3,29

7. Относительная ошибка:

$$E_{\text{ОТН}} = \frac{E_2}{x} \cdot 100\%, \quad (10)$$

где  $x$  – значение определяемой величины в серии определений;

$E_{\text{ОТН}}$  – относительная ошибка;

$E_2$  – абсолютная ошибка («размах варьирования»).

Статистические расчеты обычно выполняются по форме, приведенной в таблице 2.

Таблица 2

**Примерная форма статистической обработки результатов анализа**

$N_{\text{ОПРЕД}}$	$x_i$	$x_i - \bar{x}$	$(x_i - \bar{x})^2$
1			
2			
3			
4			
5			
	$\bar{x} =$	$\Sigma =$	$\Sigma =$

**Пример расчета**

Результаты анализа заносятся в форму, аналогичную таблице 2 (см. таблицу 3).

Таблица 3

**Данные определения массовой доли в % некоторой субстанции в пробе препарата**

$N_{\text{ОПРЕД}}$	$\omega_i (\%)$	$\omega_i - \bar{\omega}$ с учетом 7	$(\omega_i - \bar{\omega})^2$ с учетом 7	$\omega_i - \bar{\omega}$	$(\omega_i - \bar{\omega})^2$
1	96,6	+0,87	0,7569	+0,6	0,36
2	95,4	-0,3286	0,1080	-0,6	0,36
3	95,5	-0,2286	0,0523	-0,5	0,25
4	96,5	+0,7714	0,5951	+0,5	0,25
5	96,1	+0,3714	0,1379	+0,1	0,01
6	95,9	+0,1714	0,0294	-0,1	0,01
7	94,1	-1,9	2,6523		
с учетом подозрительных результатов (7)	$\bar{x} = 95,7286$		$\Sigma = 4,3319$		
без учета подозрительных результатов	$\bar{x} = 96,0$				$\Sigma = 1,24$





# КАЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ

При исследовании состава вещества качественный анализ всегда предшествует количественному анализу, так как выбор метода количественного определения зависит от состава вещества.

Задача качественного анализа – обнаружение отдельных элементов или ионов, входящих в состав исследуемого вещества.

Существует несколько систем классификации катионов и анионов в качественном анализе. Наиболее удобна кислотно-щелочная система анализа, в которой катионы металлов поделены на шесть аналитических групп на основании их отношения к соляной и серной кислотам, к растворам едких щелочей и аммиака.

Анионы разделены на три группы на основании отношения к хлориду бария и нитрату серебра.

Анализ смеси катионов и анионов может проводиться систематическим и дробным методами.

## Сокращения и обозначения, принятые в таблицах

### КАЧЕСТВЕННЫЕ РЕАКЦИИ НА КАТИОНЫ

[ ] – комплексное соединение

↓ – осадок

t° – нагревание

в-ли – восстановители

гр. – группа

ДРОБ. – используется в дробном анализе

инд. – индикатор

к – капля

конц. – концентрированный

крист. – кристаллический

к-та – кислота

нас. – насыщенный

нер-м – нерастворимый

ок-ли – окислители

орг. – органический

ос-к – осадок

ПР – произведение растворимости

разб. – разбавленный

реаг-та – реагента

р-ль – растворитель

р-м – растворим

р-мый – растворимый

р-р – раствор

р-ция – реакция

ф-ф – фенол-фталеиновая

ц-т – центрифугат

эл-т – элемент

## КАЧЕСТВЕННЫЕ РЕАКЦИИ НА КАТИОНЫ I–VI АНАЛИТИЧЕСКИХ ГРУПП

РЕАКТИВ	РЕАКЦИЯ, ЕЕ ПРОВЕДЕНИЕ	АНАЛИТИЧЕСКИЙ СИГНАЛ И ЕГО ХАРАКТЕРИСТИКА	УСЛОВИЯ РЕАКЦИИ, МЕШАЮЩИЕ ИОНЫ	УДАЛЕНИЕ ИЗ СМЕСИ	ПРИМЕЧАНИЯ
1	2	3	4	5	6
<b>I ГРУППА: K<sup>+</sup>, Na<sup>+</sup>, NH<sub>4</sub><sup>+</sup> // ГР. РЕАКТИВА НЕТ</b>					
<b>K<sup>+</sup></b>					
NaHC <sub>4</sub> H <sub>4</sub> O <sub>6</sub> гидротартрат, кислый винно- кислый Na	1-2 к 1-2 к K <sup>+</sup> + HC <sub>4</sub> H <sub>4</sub> O <sub>6</sub> <sup>-</sup> →	Белый, мелкокристаллический ↓, р-мый при t <sup>o</sup> , в сильных кислотах, щелочах, но нер-мый в CH <sub>3</sub> COOH	1. Высокая [K <sup>+</sup> ]; 2. pH ≈ 4-7; 3. Охлаждение; 4. Потереть стекл. палочкой (центр кристаллизации); 5. Мешающие ионы – NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> , s <sup>2</sup> - и d-элементов		HOOC–CH–CH–OONa     OH OH
Na <sub>3</sub> [Co(NO <sub>2</sub> ) <sub>6</sub> ] гексанитрито- кобальтат Na	1-2 к 1-2 к K <sup>+</sup> + [Co(NO <sub>2</sub> ) <sub>6</sub> ] <sup>-</sup> →	Желтый мелкокристаллический ↓, р-мый в сильных кислотах	1. pH ≈ 4-7; 2. Свежеприготовленный концентрированный р-р реагента (неск. кристалликов растворить в капле воды); 3. Мешающие ионы – NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> , р- и d-элементов		В щел. среде разрушается реагент с выпадением бурого аморфного ↓ – Co(OH) <sub>3</sub>
Окрашивание пламени		Фиолетовый цвет (при наблюдении через синее стекло)			
<b>Na<sup>+</sup></b>					
KN <sub>2</sub> SbO <sub>4</sub> дигидростибат, дигидроантимонат, кислый сурьмянокислый K	1-2 к 1-2 к Na <sup>+</sup> + H <sub>2</sub> SbO <sub>4</sub> <sup>+</sup> →	Белый, мелкокристаллический ↓,	1. Высокая [Na <sup>+</sup> ]; 2. pH = 7; 3. Охлаждение; 4. Потереть стекл. палочкой (центр кристаллизации); Мешающие ионы – NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> , Li <sup>+</sup> , Mg <sup>2+</sup>		В щелочах ↓ растворяется, т.к. образуется средняя соль. В кислотах разрушается реагент с выпадением бел. аморф. ↓: H <sub>3</sub> SbO <sub>4</sub> → HSbO <sub>3</sub>
Окрашивание пламени		Интенсивно-желтый цвет			

1	2	3	4	5	6
<b>NH<sub>4</sub><sup>+</sup></b>					
Щелочь, t°	1-2 к 3-4 к NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> + OH <sup>-</sup> →	Выделение NH <sub>3</sub> обнаруживается по запаху или по изменению цвета влаж. инд. бумаги	«В газовой камере» В тигель поместить 3-5 к анализируемого раствора + 3-5 к р-ра щелочи. На предметное стекло прикрепить кусочек красной лакмусовой или ф-ф бумаги. Закрывать тигель стеклом и нагреть на водяной бане		Реакция специфична
Реактив Несслера K <sub>2</sub> [HgI <sub>4</sub> ] + KOH	1-2 к 3-4 к NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> + 2[HgI <sub>4</sub> ] <sup>2-</sup> + 4OH <sup>-</sup> → 3H <sub>2</sub> O + [OHg <sub>2</sub> NH <sub>4</sub> ]I↓ + 7 I <sup>-</sup>	Красно-бурый ↓ (иодид оксодимеркураммония)			Открывает следы NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>
<b>II ГРУППА: Ag<sup>+</sup>, Pb<sup>2+</sup>, Hg<sub>2</sub><sup>2+</sup> // ГР. РЕАКТИВ HCl (разб. 0,1 Н)</b>					
<b>Ag<sup>+</sup></b>					
Cl <sup>-</sup> (HCl (разб. 0,1 Н))	1-2 к 1-2 к Ag <sup>+</sup> + Cl <sup>-</sup> →	Белый, творожистый осадок, темнеющий на свету, нер-м в HNO <sub>3</sub> , р-м в NH <sub>4</sub> OH (→ [Ag(NH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ] <sup>+</sup> )		Растворение в изб. NH <sub>4</sub> OH	При встряхивании ↓ собирается в хлопья
Br <sup>-</sup> , I <sup>-</sup> (KHal (разб. 0,1 Н))	1-2 к 1-2 к Ag <sup>+</sup> + Hal <sup>-</sup> →	AgBr – бледно-желтый, кристаллический ↓, темнеющий на свету, нер-м в HNO <sub>3</sub> , р-м в NH <sub>4</sub> OH. AgI – желтый, кристаллический ↓, темнеющий на свету, нер-м в NH <sub>4</sub> OH, HNO <sub>3</sub> ; р-м в Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , KCN			
OH <sup>-</sup> (NaOH, KOH)	Ag <sup>+</sup> + OH <sup>-</sup> → AgOH↓ 2AgOH → Ag <sub>2</sub> O↓ + H <sub>2</sub> O	Ag <sub>2</sub> O – бурый ↓, р-м в NH <sub>4</sub> OH			
CrO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> (K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>4</sub> )	2-3 к 1-2 к Ag <sup>+</sup> + CrO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> →	Кирпично-красный, крист. ↓, р-м в HNO <sub>3</sub> , NH <sub>4</sub> OH; трудно р-м в CH <sub>3</sub> COOH	1. рН = 6,5-7,5; 2. В аммиачной и сильно кислой среде ↓ не образуется. 3. Мешающие ионы – Pb <sup>2+</sup> , Ba <sup>2+</sup> и др.		

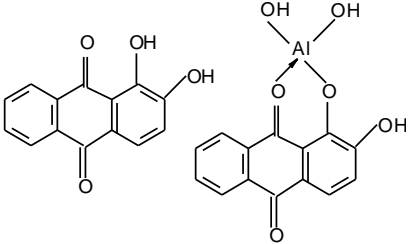
1	2	3	4	5	6
<b>Pb<sup>2+</sup></b>					
Cl <sup>-</sup> (HCl (разб. 0,1 Н))	1-2 к 1-2 к Pb <sup>2+</sup> + 2Cl <sup>-</sup> →	Белый ↓, р-м в горячей воде (t°), избытке HCl или хлорида щелочного металла		Промыть ↓ гор. водой, центрифугировать, проверить центрифугат на наличие Pb <sup>2+</sup> с KI	PbCl <sub>2</sub> ↓ + 2Cl <sup>-</sup> → [PbCl <sub>4</sub> ] <sup>-</sup>
OH <sup>-</sup>	Pb <sup>2+</sup> + OH <sup>-</sup> →	Белый ↓, р-м в сильных кислотах и конц. щелочах			Pb(OH) <sub>2</sub> + 2OH <sup>-</sup> → [Pb(OH) <sub>4</sub> ] <sup>2-</sup>
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	Pb <sup>2+</sup> + SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> →	Белый ↓, р-м (t°) в конц. щелочах; к-ты HCl и HNO <sub>3</sub> повышают р-мость за счет образования кислых солей; р-тся в 30%-ном CH <sub>3</sub> COONH <sub>4</sub>		Полное удаление Pb <sup>2+</sup> из р-ра возможно только в отсутствии HCl и HNO <sub>3</sub>	PbSO <sub>4</sub> ↓ + 4OH <sup>-</sup> → SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> + [Pb(OH) <sub>4</sub> ] <sup>2-</sup> 2PbSO <sub>4</sub> + 2CH <sub>3</sub> COONH <sub>4</sub> → (CH <sub>3</sub> COOPb) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> + (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
CrO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> , Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> <sup>2-</sup>	Pb <sup>2+</sup> + CrO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> → Pb <sup>2+</sup> + Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> <sup>2-</sup> + H <sub>2</sub> O →	Желтый ↓, мало р-тся в HNO <sub>3</sub> (разб.), нер-м в NH <sub>4</sub> OH, CH <sub>3</sub> COOH, (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> C <sub>4</sub> H <sub>4</sub> O <sub>6</sub>			
Г (KI) ДРОБ.	1-2 к 1-2 к (+ 5 к CH <sub>3</sub> COOH) Pb <sup>2+</sup> + 2I <sup>-</sup> →	Желтый ↓, при t° р-тся, при охлаждении выпадает снова	1. рН = 3-5; 2. ↓ р-тся в избытке KI (→ [PbI <sub>4</sub> ] <sup>2-</sup> ). 3. Мешающие ионы – Ag <sup>+</sup> , Bi <sup>3+</sup> , Hg <sup>2+</sup> , Hg <sub>2</sub> <sup>2+</sup> , Fe <sup>3+</sup> , Cu <sup>2+</sup>		Реакция позволяет открыть Pb <sup>2+</sup> в присутствии катионов всех других аналит. групп. (ДРОБ.)
Дитизон (в CCl <sub>4</sub> ) дифенилтио- карбазон	3-5 к 1 к 5 к Pb <sup>2+</sup> + дитизон + CCl <sub>4</sub> → → внутрикомплексное соединение	Кирпично-красная окраска орг. фазы	1. рН = –. 2. Энергично встряхнуть, дать отстояться		
<b>[Hg<sub>2</sub>]<sup>2+</sup></b>					
Cl <sup>-</sup> (HCl (разб. 0,1 Н))	[Hg <sub>2</sub> ] <sup>2+</sup> + 2Cl <sup>-</sup> →	Белый ↓, мало р-тся в изб. HCl с образованием комплекса; чернеет при действии NH <sub>4</sub> OH			[Hg <sub>2</sub> ]Cl <sub>2</sub> ↓ + 2NH <sub>4</sub> OH → [Hg <sub>2</sub> NH <sub>2</sub> ]Cl↓ + NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> + Cl <sup>-</sup> + 2H <sub>2</sub> O [Hg <sub>2</sub> ]Cl <sub>2</sub> ↓ → [NH <sub>2</sub> Hg]Cl↓ + Hg
NH <sub>4</sub> OH	[Hg <sub>2</sub> ] <sup>2+</sup> + NH <sub>4</sub> OH → [Hg <sub>2</sub> NH <sub>2</sub> ] <sup>+</sup> → [NH <sub>2</sub> Hg] <sup>+</sup> + Hg↓	Черный ↓			

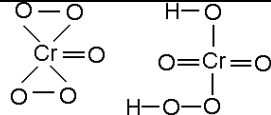
1	2	3	4	5	6
ОН <sup>-</sup>	$[\text{Hg}_2]^{2+} + 2\text{OH}^- \rightarrow [\text{Hg}_2]\text{O} \downarrow + \text{H}_2\text{O}$	Черный ↓			
CrO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> , Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> <sup>2-</sup>	$[\text{Hg}_2]^{2+} + \text{CrO}_4^{2-} \rightarrow$	Красный ↓, нер-м в щелочах и в HNO <sub>3</sub> (разб.)			
SnCl <sub>2</sub> (свеже-приготовленный)	1 к 2-3 к $2[\text{Hg}_2]^{2+} + \text{Sn}^{2+} \rightarrow$	Вначале образуется белый осадок $[\text{Hg}_2]\text{Cl}_2 \downarrow$ , потом он чернеет ( $\rightarrow \text{Hg} \downarrow$ )			
Cu (пластинка)	$[\text{Hg}_2]^{2+} + \text{Cu} \rightarrow$	При стоянии образуется серое пятно, при протирании фильтровальной бумагой → блестящее пятно	1. Пластинку предварительно очистить. 2. Дать постоять 2-3 мин 3. Работать под тягой. 4. Мешают ионы – сильные окислители		
Дитизон (в CCl <sub>4</sub> ) дифенилтиокарбазон	1 к 1 к 1 к $[\text{Hg}_2]^{2+} + \text{HNO}_3(2\%) + \text{дитизон}$	Синяя или фиолетовая окраска	1. Кислая среда. 2. Мешают ионы $\text{Hg}^{2+}$ , $\text{CrO}_4^{2-}$		1. $\text{Hg}^{2+}$ и $\text{CrO}_4^{2-}$ дают такую же окраску. 2. В нейтральных и уксуснокислых растворах дают окрашенные соединения $\text{Cu}^{2+}$ , $\text{Fe}^{2+}$ , $\text{Fe}^{3+}$ , $\text{Cr}^{3+}$ , $\text{Co}^{2+}$
<b>III ГРУППА: Ba<sup>2+</sup>, Sr<sup>2+</sup>, Ca<sup>2+</sup> // ГР. РЕАКТИВ H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (разб. 0,1 Н)</b>					
<b>Ba<sup>2+</sup></b>					
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (разб.)	$\text{Ba}^{2+} + \text{SO}_4^{2-} \rightarrow$	Белый ↓, нер-м в кислотах и щелочах			
SrSO <sub>4</sub> (нас. р-р)	$\text{Ba}^{2+} + \text{SrSO}_4 \rightleftharpoons$	Белый ↓, нер-м в кислотах и щелочах			PP(BaSO <sub>4</sub> )=1,1·10 <sup>-10</sup> PP(SrSO <sub>4</sub> )=3,2·10 <sup>-7</sup>
CrO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	$\text{Ba}^{2+} + \text{CrO}_4^{2-} \rightarrow$	Желтый ↓, нер-мый в CH <sub>3</sub> COOH, но р-мый в сильных к-тах	1. pH ≤ 7. 2. Способствует нагреванию. 3. Мешающие ионы – катионы, дающие ↓ с CrO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> (Sr <sup>2+</sup> , Ca <sup>2+</sup> , Pb <sup>2+</sup> )		
HPO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	$\text{Ba}^{2+} + \text{HPO}_4^{2-} \rightarrow$ pH>7: $3 \text{Ba}^{2+} + 2 \text{HPO}_4^{2-} + 2 \text{OH}^- \rightarrow$	Белый ↓, р-тся в HNO <sub>3</sub> (разб.), HCl, CH <sub>3</sub> COOH			

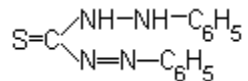
1	2	3	4	5	6
$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ДРОБ.	3 к 3 к 1 к $\text{CH}_3\text{COOH } t^0$ $\text{Ba}^{2+} + \text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow$	Желтый ↓, нер-мый в $\text{CH}_3\text{COOH}$ , но р-мый в сильных к-тах	1. pH = 3-5 (уксусноокислая среда позволяет открыть $\text{Ba}^{2+}$ в присутствии $\text{Sr}^{2+}$ , $\text{Ca}^{2+}$ ). (Ацетатная буферная смесь связывает $\text{H}^+$ и смещает $\rightleftharpoons \text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} \rightleftharpoons \text{CrO}_4^{2-}$ .) 2. $t^0$ на бане. 3. Мешающие ионы – катионы тяжелых металлов, (дающие ↓ с $\text{CrO}_4^{2-}$ ( $\text{Sr}^{2+}$ , $\text{Ca}^{2+}$ , $\text{Pb}^{2+}$ ))	1. 5–6 к р-ра + 5–6 к $\text{CH}_3\text{COOH}$ + 5–6 к $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ . 2. Перемешать стекл. палочкой. 3. Дать стоять 2–3 мин 4. Центрифугировать	Реакция (ДРОБ.) мешающие ионы удаляют действием порошка цинка
$(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ (оксалат аммония)	$\text{Ba}^{2+} + \text{C}_2\text{O}_4^{2-} \rightarrow$	Белый ↓, р-тся в $\text{HNO}_3$ (разб.), $\text{HCl}$ , при $t^0$ и в конц. $\text{CH}_3\text{COOH}$			$\text{PP}(\text{BaC}_2\text{O}_4) = 1,6 \cdot 10^{-7}$
Окрашивание пламени		Желто-зеленый цвет			
<b><math>\text{Sr}^{2+}</math></b>					
$\text{H}_2\text{SO}_4$ (разб.)	$\text{Sr}^{2+} + \text{SO}_4^{2-} \rightarrow$	Белый ↓, практически нер-м в кислотах			
$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	$\text{Sr}^{2+} + \text{SO}_4^{2-} \rightarrow$	Белый ↓, практически нер-м в кислотах	Мешающие ионы – $\text{Ba}^{2+}$	Отделение от $\text{Ca}^{2+}$ , сульфат которого р-м	
$\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (нас.) гипсовая вода	$\text{Sr}^{2+} + \text{SO}_4^{2-} \rightleftharpoons$	Белый ↓, практически нер-м в кислотах (незначительная муть, проявляется не сразу)	1. $t^0$ . 2. Для появления осадка дать постоять смеси 10-15 мин 3. Мешающие ионы – дающие труднор-мые ↓ с $\text{SO}_4^{2-}$		$\text{PP}(\text{CaSO}_4) = 2,5 \cdot 10^{-5}$ $\text{PP}(\text{SrSO}_4) = 3,2 \cdot 10^{-7}$
$(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ (оксалат аммония)	$\text{Sr}^{2+} + \text{C}_2\text{O}_4^{2-} \rightarrow$	Белый ↓, р-тся в $\text{HNO}_3$ (разб.), $\text{HCl}$ , при $t^0$ и в конц. $\text{CH}_3\text{COOH}$			$\text{PP}(\text{SrC}_2\text{O}_4) = 5,6 \cdot 10^{-8}$
$\text{HPO}_4^{2-}$	$\text{Sr}^{2+} + \text{HPO}_4^{2-} \rightarrow$	Белый ↓, р-тся в $\text{HNO}_3$ (разб.), $\text{HCl}$ , $\text{CH}_3\text{COOH}$			
Окрашивание пламени		Карминово-красный цвет			

1	2	3	4	5	6
<b>Ca<sup>2+</sup></b>					
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (разб.) МКС	Ca <sup>2+</sup> + SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> →	Белый ↓, р-мый в (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> в следствие → (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> [Ca(SO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> ]	Выпадает при большой концентрации кальция		Кристаллы в виде пучков или звездочек. Sr <sup>2+</sup> , Ba <sup>2+</sup> не мешают
(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> C <sub>2</sub> O <sub>4</sub> (оксалат аммония) ДРОБ.	3 к Ca <sup>2+</sup> + 1 к CH <sub>3</sub> COOH + 3 к (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> C <sub>2</sub> O <sub>4</sub> + 1-2 к NH <sub>3</sub>  Ca <sup>2+</sup> + C <sub>2</sub> O <sub>4</sub> <sup>2-</sup> →	Белый, мелкокристаллический ↓, р-тся в минеральных к-тах, но не р-тся в CH <sub>3</sub> COOH	1. Осаждение вести вначале при рН = 5-6, затем при рН = 7-8. 2. Для выпадения ↓ р-р должен постоять. 3. Мешающие ионы – Sr <sup>2+</sup> , Ba <sup>2+</sup> , катионы р- и d-эл-тов, сильные ок-ли		Можно использовать как (ДРОБ.) после удаления меш. ионов порошком цинка и Sr <sup>2+</sup> , Ba <sup>2+</sup> – в виде сульфатов. ПР(CaC <sub>2</sub> O <sub>4</sub> ) = 2,57·10 <sup>-9</sup>
HPO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	Ca <sup>2+</sup> + HPO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> →	Белый ↓, нер-м в к-тах, в т.ч. и CH <sub>3</sub> COOH			
Ацетон или спирт		Белый ↓			
Окрашивание пламени		Кирпично-красный цвет			
<b>IV ГРУППА: Cr<sup>3+</sup>, Al<sup>3+</sup>, Zn<sup>2+</sup>, Sn<sup>2+</sup>, Sn<sup>4+</sup>, As<sup>3+</sup>, As<sup>5+</sup> // ГР. РЕАКТИВ – ЩЕЛОЧЬ (разб. 0,1 Н) В ИЗБЫТКЕ.</b>					
<b>Al<sup>3+</sup></b>					
ОН <sup>-</sup>	Al <sup>3+</sup> + 3ОН <sup>-</sup> → ↓ Al(OH)↓ + 3ОН <sup>-</sup> →	Белый, студенистый ↓, р-мый в избытке реактива			
NH <sub>3</sub> (2Н р-р)	Al <sup>3+</sup> + 3NH <sub>4</sub> OH →	Белый, студенистый ↓, нер-мый в избытке реактива		Используется для отделения и обнаружения Al <sup>3+</sup> в присутствии Zn <sup>2+</sup> , Cr <sup>3+</sup> , Mn <sup>2+</sup> , Fe <sup>2+</sup> и др.	Если Al <sup>3+</sup> в р-ре в виде алюмината, необходимо разрушить комплекс действием минеральной кислоты

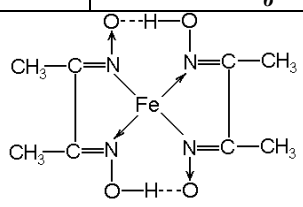


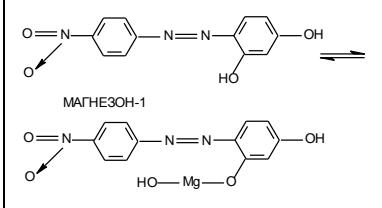
1	2	3	4	5	6
<p>Ализарин (1,2-диоксиантрахинон) в аммиачной среде ДРОБ.</p>	<p><math>Al^{3+} + \text{ализарин} + NH_3 \rightarrow</math> ализарат алюминия</p> 	<p>Ярко-красный «алюминиевый лак»</p>	<p>Проводится на фильтровальной бумаге.</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Нанести 1-2 к раствора.</li> <li>2. 1-2 мин подержать в парах <math>NH_3</math> (над склянкой с конц. <math>NH_3</math>) <math>\rightarrow Al(OH)_3 \downarrow</math>.</li> <li>3. + 1 к спиртового р-ра ализарина <math>\rightarrow</math> ализарат аммония красно-фиолетового цвета.</li> <li>4. Подсушить над пламенем горелки или над плиткой <math>\rightarrow</math> бледно-желтая окраска с розово-красным пятном «алюминиевого лака» в центре.</li> <li>5. Мешающие ионы – <math>Cr^{3+}</math>, <math>Zn^{2+}</math>, <math>Sn^{2+}</math>, <math>Fe^{3+}</math>, <math>Mn^{2+}</math></li> </ol>	<p>В присутствии мешающих ионов:</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. На фильтр. бумагу нанести 1к <math>K_4[Fe(CN)_6]</math>.</li> <li>2. В центр 1к исследуемого р-ра.</li> <li>3. 1-2 мин выдержать в парах <math>NH_3</math>.</li> <li>4. Пятно перечеркнуть капилляром с ализаринном.</li> <li>5. 1-2 мин выдержать в парах <math>NH_3</math>.</li> <li>6. Подсушить. При наличии <math>Al^{3+}</math> внешняя часть пятна оранжево-красная (кольцо)</li> </ol>	<p>Можно использовать как (ДРОБ.) после удаления меш. ионов связыванием <math>K_4[Fe(CN)_6]</math> нас. в малорые соединения</p>
<p><math>Co(NO_3)_2</math> Реакция сухим методом (пирохимическое определение)</p>	<p><math>2 Al_2(SO_4)_3 + 2 Co(NO_3)_2 + 2 H_2O \rightarrow 2 Co(AlO_2)_2 + 6 H_2SO_4 + 4 NO_2 \uparrow + O_2 \uparrow</math></p>	<p>Тенаровая синь</p>	<p>Проводится на фильтровальной бумаге.</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Нанести 3-4 к раствора + 1-2 к разб. <math>HNO_3</math>.</li> <li>2. Подсушить над горелкой.</li> <li>3. + 0,05 Н <math>Co(NO_3)_2</math>.</li> <li>4. Сжечь. Наблюдать цвет пепла или ободка вокруг обгоревшего пятна.</li> <li>5. Мешающие ионы – <math>Cr^{3+}</math>, <math>Zn^{2+}</math>, <math>Cu^{2+}</math>, <math>Ni^{2+}</math></li> </ol>		

1	2	3	4	5	6
Алюминон (аммонийная соль ауринтри-карбоновой кислоты)	$Al^{3+} + CH_3COOH + \text{алюминон} + t^{\circ}(\text{вод. баня}) + NH_3 (\text{до } pH > 7) + (NH_4)_2CO_3 (3-4 \text{ к } 2H) \rightarrow \text{внутрикомплексная соль} \downarrow$	$\downarrow$ или раствор красного цвета	1. 4-5 к $Al^{3+}$ + 2-3 к (2H) $CH_3COOH$ + 4-5 к (0,1%) алюминон, $t^{\circ}$ . 2. + $NH_3$ до $pH > 7$ + 2-3 к (2H) 3-4 к $(NH_4)_2CO_3(2H)$ . 3. Мешающие ионы – $Fe^{3+}$ , $Bi^{3+}$ . 4. $pH = 8,5-9$		
<b>Cr<sup>3+</sup></b>					
ОН	$Cr^{3+} + 3OH^- \rightarrow \downarrow$ $Cr(OH)\downarrow + 3OH^- \rightarrow$ изб.	$Cr(OH)_3$ – серо-зеленый или серо-фиолетовый $\downarrow$ . $[Cr(OH)_6]^{3-}$ – ярко-зеленый р-р, при $t^{\circ}$ разлагается на $Cr(OH)_3\downarrow$			
KMnO <sub>4</sub>	$5Cr_2(SO_4)_3 + 6KMnO_4 + 11H_2O$ $\xrightarrow{H_2SO_4(0,1H), t^{\circ}} 5K_2Cr_2O_7 + 6MnSO_4 + 6H_2SO_4 + 3K_2SO_4$	Малиновый цвет $\rightarrow$ оранжевый	1. 4-5 к $Cr^{3+}$ + 3-4 к $H_2SO_4$ (2H) + 10 к 0,1 Н $KMnO_4$ . 2. Нагреть на вод. бане		
H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (ДРОБ., специфичная)	1. $Cr^{3+} \rightarrow [Cr(OH)_6]^{3-}$ $pH > 7$ : $Cr^{3+} + 3OH^- \rightarrow Cr(OH)_3\downarrow$ $Cr(OH)\downarrow + 3OH^- \rightarrow [Cr(OH)_6]^{3-}$ $2[Cr(OH)_6]^{3-} + H_2O_2 + 2OH^- \rightarrow 2CrO_4^{2-} + 8H_2O$ 2. $[Cr(OH)_6]^{3-} \rightarrow CrO_5$ $pH < 7$ : $CrO_4^{2-} + 4H_2O_2 + 2H^+ \rightarrow 2CrO(O_2)_2$	$Cr(OH)_3$ – серо-зеленый $\downarrow \rightarrow [Cr(OH)_6]^{3-}$ – ярко-зеленый р-р $\rightarrow$ желтый р-р. Синяя окраска эфирного слоя указывает на наличие $CrO_5$ ( $H_2CrO_6$ )	1. 3-4 к $Cr^{3+}$ + 4 к $NaOH$ (2H) до р-я $\downarrow$ + 3-5 к $H_2O_2$ (3 %). 2. Нагреть до желтого цвета на вод. бане (3-4 мин). Охладить, $\downarrow$ отфильтровать, к фильтрату + 2 Н $HNO_3$ до оранж.окраски + 6-8 к смеси эфира и изоамилового спирта + 2-3 к $H_2O_2$		 <p>Пероксид хрома, надхромовая кислота. [Cr(L)O(O<sub>2</sub>)<sub>2</sub>] – голубой, где L-молекула орг. р-ля (эфир, пиридин, и т.д.)</p>
(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>8</sub> персульфат аммония	$2Cr^{3+} + 3S_2O_8^{2-} + 7H_2O \rightarrow Cr_2O_7^{2-} + 6SO_4^{2-} + 14H^+$	$\rightarrow$ оранжевый р-р	1. 5–6 к $(NH_4)_2S_2O_8$ + 1 к $H_2SO_4$ (2H) + 1 к $AgNO_3$ + 2-3 к $Cr_2(SO_4)_3$ или $Cr(NO_3)_3, t^{\circ}$ . 2. $pH = 1-2$ . 3. Мешающие ионы – восстановители, $Cl^-$		
<b>Zn<sup>2+</sup></b>					
NH <sub>3</sub> (2H р-р)	$Zn^{2+} + 2NH_4OH \rightarrow Zn(OH)_2\downarrow + 2NH_3$ $Zn(OH)_2 + 4NH_4OH \rightarrow [Zn(OH)_4]^{2-}$	Белый, студенистый $\downarrow$ , р-мый в избытке реактива			Позволяет отделить $Zn^{2+}$ от других ионов IV группы

1	2	3	4	5	6
$\text{CO}_3^{2-} (\text{NH}_4^+, \text{K}^+)$	$\text{Zn}^{2+} + \text{CO}_3^{2-} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow (\text{ZnOH})_2\text{CO}_3 \downarrow$	Белый $\downarrow$			
$\text{H}_2\text{S}, \text{Na}_2\text{S}$ ДРОБ.	$\text{Zn}^{2+} + \text{H}_2\text{S} \rightarrow$	Белый $\downarrow$ , нер-мый в изб. р-ля, щелочи, $\text{CH}_3\text{COOH}$ , р-мый в сильных к-тах	1. 3-4 к $\text{ZnCl}_2$ + 2-3 к $\text{CH}_3\text{COONa}$ + 5-7 к $\text{H}_2\text{S}$ . 2. Уксуснокислая среда. 3. Мешающие ионы – окислители, р- и d-элементы		Можно использовать как (ДРОБ.) в щелочной среде, после удаления меш. ионов в присутствии $\text{H}_2\text{O}_2$ и крист. $\text{Na}_2\text{SO}_4$
$\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ насыщ.	$3\text{Zn}^{2+} + 2[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-} + 2\text{K}^+ \rightarrow$	Белый $\downarrow$ , р-мый в щелочах, нер-мый в разб. $\text{HCl}$	Мешающие ионы – $s^2$ -, р-, d-элементов (кроме $\text{Fe}^{3+}$ , $\text{Cr}^{3+}$ ), ионы-ок-ли		Позволяет отличить $\text{Zn}^{2+}$ от $\text{Al}^{3+}$
Дитизон(в $\text{CCl}_4$ ) дифенилтио-карбазон	$\text{Zn}^{2+} + \text{NaOH}(2\text{H})$ + дитизон	Розово-красная окраска не только хлороформного слоя, но и нижнего водного (если окрашен только слой р-ля, это не говорит о наличие $\text{Zn}^{2+}$ )	1. 2-3 к $\text{Zn}^{2+}$ + 5 к $\text{NaOH}(2\text{H})$ отцентрифугировать $\downarrow$ . 2. 1 к центрифугата на предм. стекло + 2-3 к дитизон, перемешать стекл. палочкой		
$\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ Реакция сухим методом (пирохимическое определение)	$\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 + \text{Co}(\text{NO}_3)_2 \rightarrow \text{CoZnO}_2 + 4\text{NO}_2 \uparrow + \text{O}_2 \uparrow$	Зелень Римана	Проводится на фильтровальной бумаге. 1. Нанести 3-4 к раствора + 1-2 к разб. $\text{HNO}_3$ . 2. Подсушить над горелкой. 3. + 0,05 Н $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ . 4. Сжечь. Наблюдать цвет пепла или ободка вокруг обгоревшего пятна. Мешающие ионы – $\text{Cr}^{3+}$ , $\text{Al}^{3+}$ , $\text{Cu}^{2+}$ , $\text{Ni}^{2+}$		
<b><math>\text{Sn}^{2+}</math></b>					
$\text{H}_2\text{S}$	$\text{Sn}^{2+} + \text{H}_2\text{S} \rightarrow$	Темно-коричневый $\downarrow$	$\text{pH} < 7$ ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ )		
$\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$	$\text{Sn}^{2+} + 4\text{OH}^- (\text{изб}) \rightarrow [\text{Sn}(\text{OH})_4]^{2-} + \text{Bi}^{3+} + \text{OH}^- \rightarrow 2\text{Bi} \downarrow +$	Черный, бархатистый $\downarrow$	1. 4 к $\text{Sn}^{2+}$ + 6-7 к $\text{NaOH}(2\text{H})$ отцентрифугировать $\downarrow$ . 2. 2-3 к центрифугата + 1-2 к $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ . 3. Мешающий ион – $\text{Sb}^{3+}$ (при его наличии реакция ведется в присутствии анилина 1 к $\text{C}_6\text{H}_5\text{NH}_2$ )		

1	2	3	4	5	6
<b>Sn<sup>4+</sup></b>					
H <sub>2</sub> S	$\text{Sn}^{4+} + 2\text{H}_2\text{S} \rightarrow$	Желтый ↓, р-мый в конц. HCl	pH < 7 (CH <sub>3</sub> COOH)		
Mg, Fe (мет.)	$\text{Sn}^{4+} + 6\text{HCl} \rightarrow \text{H}_2[\text{SnCl}_6] + 4\text{H}^+$ $\text{Mg} + [\text{SnCl}_6]^{2-} \rightarrow \text{Mg}^{2+} + \text{Sn}^{2+} + 6\text{Cl}^-$ $\text{Sn}^{2+} + \text{OH}^- \rightarrow$ $[\text{Sn}(\text{OH})_4]^{2-} + \text{Bi}^{3+} + \text{OH}^- \rightarrow$	Черный, бархатистый ↓.	1. 4-5 к Sn <sup>4+</sup> + 2 к конц. HCl + 2 стружки х.ч. Mg + t° 3-4 мин на водяной бане. 2. + 7-8 к 2Н щелочи, отцентрифугировать ↓. 3. 2-3 к центрифугата + 1-2 к Bi(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>		
<b>As<sup>3+</sup></b>					
I <sub>2</sub> -aq	$\text{AsO}_3^{3-} + \text{I}_2 + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{AsO}_4^{3-} + 2\text{I}^- + 2\text{H}^+$	Обесцвечивание р-ра	1. pH = 7-8 2. 2-3 к NaAsO <sub>2</sub> + 1 кристаллик NaHCO <sub>3</sub> + 1 к I <sub>2</sub> -aq		Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> обесцвечивает I <sub>2</sub> -aq: $\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{NaOH} + \text{NaHCO}_3$ $2\text{NaOH} + \text{I}_2 \rightleftharpoons \text{NaI} + \text{NaIO} + \text{H}_2\text{O}$
AgNO <sub>3</sub>	$\text{AsO}_3^{3-} + \text{Ag}^+ \rightarrow \text{Ag}_3\text{AsO}_3 \downarrow$	Желтый ↓, р-мый в HNO <sub>3</sub> и NH <sub>4</sub> OH			
<b>As<sup>5+</sup></b>					
AgNO <sub>3</sub>	$\text{AsO}_4^{3-} + \text{Ag}^+ \rightarrow \text{Ag}_3\text{AsO}_4 \downarrow$	Шоколадно-бурый ↓, р-мый в HNO <sub>3</sub> и NH <sub>4</sub> OH			
KI (крахмал или бензол)	$\text{H}_2\text{AsO}_4^- + 2\text{I}^- + 3\text{H}^+ \rightarrow \text{HAsO}_2 + \text{I}_2 + \text{H}_2\text{O}$	Бурая окраска I <sub>2</sub> . Подтверждается крахмалом или экстрагированием бензолом	pH = 0 (1-2 к HCl конц.)		
<b>V ГРУППА: Fe<sup>2+</sup>, Fe<sup>3+</sup>, Mn<sup>2+</sup>, Mg<sup>2+</sup>, Bi<sup>3+</sup>, Sb<sup>3+</sup>, Sb<sup>5+</sup> // ГР. РЕАКТИВ – ЩЕЛОЧЬ (разб. 0,1 Н) В ИЗБЫТКЕ.</b>					
<b>Fe<sup>2+</sup></b>					
Щелочи	$\text{Fe}^{2+} + 2\text{OH}^- \rightarrow$	Свежеприготовленный – белый → в серозеленый, затем в бурый			$4\text{Fe}(\text{OH})_2 + 2\text{H}_2\text{O} + \text{O}_2 \rightarrow 4\text{Fe}(\text{OH})_3 \downarrow$
K <sub>3</sub> [Fe(CN) <sub>6</sub> ] ДРОБ.	$\text{Fe}^{2+} + [\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-} \rightarrow$	Синий ↓ турбулентной сини, нер-мый в к-тах, разлагается в щелочах с образованием Fe(OH) <sub>3</sub>	1. pH = 3. 2. Мешающие ионы – высокие [Fe <sup>3+</sup> ]		Другие катионы V группы не мешают. (ДРОБ.)

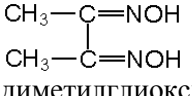
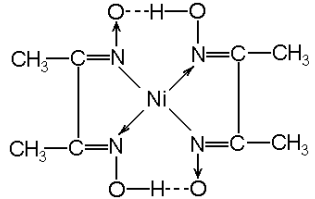
1	2	3	4	5	6
Реактив Чугаева (диметилглиоксим)	$2\text{C}_4\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_2 + \text{Fe}^{2+} \rightarrow 2\text{H}^+ + [\text{Fe}(\text{C}_4\text{H}_7\text{N}_2\text{O}_2)]$ $\text{CH}_3-\text{C}=\text{NOH}$ $\text{CH}_3-\text{C}=\text{NOH}$	Карминово-красное окрашивание	1. На предметном стекле: 1 к р-ра + 2 к р-ва Чугаева + 1 к $\text{NH}_4\text{OH}$ 2Н. 2. Мешающие ионы – $\text{Mn}^{2+}$ , $\text{Ni}^{2+}$ . 3. $\text{pH} \approx 9$		
<b>Fe<sup>3+</sup></b>					
Щелочи	$\text{Fe}^{3+} + 3\text{OH}^- \rightarrow$	Красновато-бурый ↓.	$\text{pH} = 7$ .		Соли аммония не мешают.
$\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ ДРОБ.	$\text{Fe}^{3+} + [\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-} \rightarrow$ 2-3 к р-ра + 3-4 к $\text{H}_2\text{O}$ + +1-2 к 2Н $\text{HCl}$ + 2 к $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$	Синий ↓ берлинской лазури, нер-мый в к-тах, разлагается в щелочах с образованием $\text{Fe}(\text{OH})_3$	1. $\text{pH} < 3$ . 2. Мешающие ионы – катионы ок-ли и в-ли ( $\text{Hg}^{2+}$ , $\text{Cu}^{2+}$ , $\text{Bi}^{3+}$ , $\text{Sn}^{2+}$ ) и анионы, образующие с $\text{Fe}^{3+}$ прочные комплексы ( $\text{F}^-$ , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ , $\text{PO}_4^{3-}$ , $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6^{2-}$ ). 3. Избыток $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ не желателен		ДРОБ. Можно проводить на фильтр. бумаге или на предм. стекле
$\text{NH}_4\text{CNS}$ или $\text{KCNS}$ (конц.) ДРОБ.	$\text{Fe}^{3+} + 6\text{CNS}^- \rightarrow$	Комплекс разного состава в зависимости от концентрации $\text{CNS}^-$ красного цвета	1. $\text{pH} < 3$ . 2. Меш. ионы – $\text{Co}^{2+}$ , $\text{Cu}^{2+}$ , $\text{Bi}^{3+}$ и анионы $\text{F}^-$ , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ , $\text{PO}_4^{3-}$ , $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6^{2-}$		ДРОБ., чувствительная
<b>Mn<sup>2+</sup></b>					
Щелочи, $\text{NH}_4\text{OH}$	$\text{Mn}^{2+} + 2\text{OH}^- \rightarrow$	Свежеприготовленный – белый (слегка розоватый), → в бурый, р-мый в к-тах, нер-мый в щелочах. Р-м в изб. $\text{NH}_4\text{OH}$ в присутствии солей аммония	$\text{pH} \approx 9-10$		$2\text{Mn}(\text{OH})_2 + \text{O}_2 \rightarrow 2\text{MnO}(\text{OH})_2 \downarrow$
$\text{NaBiO}_3$ ДРОБ.	$\text{Mn}^{2+} + \text{NaBiO}_3 + \text{H}^+ \rightarrow$	Малиновая окраска р-ра	1. 1-2 к $\text{Mn}^{2+}$ + 3-4 к 6Н $\text{HNO}_3$ + 5-6 к $\text{H}_2\text{O}$ , перемешать + 1-2 кристаллика $\text{NaBiO}_3$ . 2. Перемешать, центрифугировать		$\text{MnO}_4^-$ обесцвечивается $\text{H}_2\text{O}_2$ . Р-ция ДРОБ, специфичная

1	2	3	4	5	6
PbO <sub>2</sub>	$2\text{Mn}^{2+} + 5\text{PbO}_2 + 4\text{H}^+ \rightarrow$	Малиновая окраска р-ра	1. pH < 2, t°. 2. Мешающие ионы – в-ли, => <u>MnCl<sub>2</sub> (Br<sup>-</sup>, I<sup>-</sup>) не использовать.</u> 3. 5-7 к 2Н HNO <sub>3</sub> + PbO <sub>2</sub> t°. 4. Отцентрифугировать изб. PbO <sub>2</sub> , к бесцветному фильтрату + Mn <sup>2+</sup>		
(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>8</sub> персульфат аммония	$\text{Mn}^{2+} + \text{S}_2\text{O}_8^{2-} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow$	Малиновая окраска р-ра	1. pH < 2, t°. 2. Ag <sup>+</sup> – катализатор. 3. Мешающие ионы – в-ли, => <u>MnCl<sub>2</sub> (Br<sup>-</sup>, I<sup>-</sup>) не использовать.</u> 4. Min [Mn <sup>2+</sup> ]. 5. (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>8</sub> + 8 к 2Н HNO <sub>3</sub> + 2 к AgNO <sub>3</sub> , t°. 6. + Mn <sup>2+</sup> на стекл. палочке		
<b>Mg<sup>2+</sup></b>					
Щелочи, NH <sub>4</sub> OH	$\text{Mg}^{2+} + 2\text{OH}^- \rightarrow$	Белый аморфный↓, р-мый в к-тах, солях аммония, нер-мый в щелочах	pH ≈ 9-10		
Магнезон (нитробензол-азорезорцин) ДРОБ.	 <p>МАГНЕЗОН-1</p> <p>МАГНЕЗОН-2</p>	Темно-синяя окраска	1. pH > 10. 2. Мешающие ионы – NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> , Co <sup>2+</sup> , Ni <sup>2+</sup> , Cd <sup>2+</sup> . 3. На предм. стекло 1-2 к р-ра + 1-2 к щелочного р-ра реактива. (В сильно кислой среде – желтая окраска – добавить неск. капель щелочи)		ДРОБ.
<b>Bi<sup>3+</sup></b>					
Щелочи	$\text{Bi}^{3+} + 3\text{OH}^- \rightarrow$	Белый аморфный↓, р-м в к-тах, нер-м в щелочах			
Гидролиз ДРОБ.	$\text{Bi}^{3+} + 2\text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons 2\text{HCl} + \text{Bi}(\text{OH})_2\text{Cl}$ $\quad \quad \quad \checkmark \quad \quad \quad \searrow$ $\quad \quad \quad \text{BiOCl}\downarrow \quad \quad \quad \text{H}_2\text{O}$	Белый ↓, выпадающий при разбавлении, не р-мый в винной к-те и ее солях (в отличие от SbOCl)	1. ПР(BiOCl) < ПР(BiONO <sub>3</sub> ). 2. Если берется Bi(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> добавлять 2-3 к NH <sub>4</sub> Cl. 3. Мешающие ионы – Sb <sup>3+</sup>		

1	2	3	4	5	6
SnCl <sub>2</sub> ДРОБ.	$\text{Sn}^{2+} + 4\text{OH}^- \rightarrow [\text{Sn}(\text{OH})_4]^{2-}$ $\text{Bi}^{3+} + 3\text{OH}^- \rightarrow \text{Bi}(\text{OH})_3\downarrow$ $2\text{Bi}(\text{OH})_3\downarrow + 3[\text{Sn}(\text{OH})_4]^{2-} \rightarrow$ $2\text{Bi}\downarrow + 3\text{SnO}_3^{2-} + 9\text{H}_2\text{O}$	Черный бархатистый ↓	1. 3 к SnCl <sub>2</sub> + NaOH до р-я выпавшего ↓ + 2 к Bi <sup>3+</sup> . 2. Свежий SnCl <sub>2</sub> . 3. Мешающие ионы – Ag <sup>+</sup> , Hg <sup>2+</sup> , Sb <sup>3+</sup> и др., большой избыток щелочи		
<b>Sb<sup>3+</sup></b> ([SbHal <sub>4</sub> ] <sup>-</sup> , [SbHal <sub>6</sub> ] <sup>3-</sup> и др.)					
Гидролиз ДРОБ.	$\text{Sb}^{3+} + 2\text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons$	Белый ↓, выпадающий при разбавлении, р-мый в винной к-те и ее солях (в отличие от BiOCl)	Мешающие ионы – Bi <sup>3+</sup>		
Металл, E° которого < E°(Sb <sup>3+</sup> /Sb)	$\text{Sb}^{3+} + \text{Zn} \rightarrow$	Поверхность металла чернеет	1. Металлическую пластинку (Zn, Al, Fe) хорошо очистить нажд. бумагой. 2. pH = 1-2. 3. Время – 1-2 мин		
Щелочи	$\text{Sb}^{3+} + 3\text{OH}^- \rightarrow \text{HSbO}_2\downarrow + \text{H}_2\text{O}$	Белый ↓, р-мый в кислотах и щелочах			
H <sub>2</sub> S	$2\text{Sb}^{3+} + 3\text{S}^- \rightarrow \text{Sb}_2\text{S}_3\downarrow$	Оранжевый ↓			
<b>Sb<sup>5+</sup></b> (SbO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> , [SbHal <sub>6</sub> ] <sup>-</sup> и др.)					
Гидролиз ДРОБ.	$[\text{SbCl}_6]^- + 2\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{SbO}_2\text{Cl}\downarrow$	Белый ↓, выпадающий при разбавлении, р-мый в изб. HCl	Мешающие ионы – Bi <sup>3+</sup>		
Щелочи и аммиак	$[\text{SbCl}_6]^- + 5\text{OH}^- \rightarrow \text{HSbO}_3\downarrow + 2\text{H}_2\text{O} + 6\text{Cl}^-$	Белый ↓, р-мый в кислотах и щелочах			
Металл, E° которого < E°(Sb <sup>3+</sup> /Sb)	$2\text{Sb}^{5+} + 5\text{Zn} \rightarrow 2\text{Sb}\downarrow + 5\text{Zn}^{2+}$	Поверхность металла чернеет			

1	2	3	4	5	6
<b>VI ГРУППА: Cu<sup>2+</sup>, Ni<sup>2+</sup>, Co<sup>2+</sup>, Cd<sup>2+</sup>, Hg<sup>2+</sup> // ГР. РЕАКТИВ – NH<sub>4</sub>OH (конц.) В ИЗБЫТКЕ</b>					
<b>Cu<sup>2+</sup></b>					
Щелочи	$\text{Cu}^{2+} + 2\text{OH}^- \rightarrow \text{Cu}(\text{OH})_2 \downarrow (t^\circ) \rightarrow$	Голубой ↓, чернеющий при нагревании			
NH <sub>4</sub> OH	$\text{Cu}^{2+} + \text{SO}_4^{2-} + \text{NH}_4\text{OH} \rightarrow (\text{CuOH})_2\text{SO}_4 \downarrow + \text{NH}_4^+ \rightarrow$	Основная соль зеленоватого цвета, легко р-мая в изб. реагента. [ ] ярко-синего цвета, разрушается при подкислении или действии S <sup>2-</sup>			Высокочувствительная р-ция
Металл, E° которого < E°(Cu <sup>2+</sup> /Cu)	$\text{Cu}^{2+} + \text{Fe} \rightarrow$	Красноватое пятно на пластинке (Al, Fe, Zn)			Используется для отделения меди от кадмия
K <sub>4</sub> [Fe(CN) <sub>6</sub> ] ДРОБ.	$\text{Cu}^{2+} + [\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-} \rightarrow$ 2-3 к р-ра + 3-4 к H <sub>2</sub> O + 1-2 к 2HCl + 2 к K <sub>4</sub> [Fe(CN) <sub>6</sub> ]	Красно-бурый ↓, нер-мый в к-тах, р-мый в аммиаке, разлагается в щелочах с образованием Cu(OH) <sub>2</sub>	Мешающие ионы – Fe <sup>3+</sup> . Их удаляют р-ром аммиака		Можно проводить на фильтр. бумаге или на предм. стекле
KI ДРОБ.	$2\text{Cu}^{2+} + 4\text{I}^- \rightarrow \text{Cu}_2\text{I}_2 \downarrow + \text{I}_2$	Cu <sub>2</sub> I <sub>2</sub> ↓ – белый ↓, I <sub>2</sub> придает р-ру бурую окраску, в присутствии крахмала – синюю	1. рН = 2-3. 2. Мешающие ионы – Fe <sup>3+</sup> , Sb <sup>5+</sup>		
<b>Co<sup>2+</sup></b>					
Щелочи	$\text{Co}^{2+} + \text{OH}^- + \text{Cl}^- \rightarrow$ $\text{CoOHCl} + \text{OH}^- \rightarrow$	CoOHCl – сине-фиолет. ↓; Co(OH) – розовый ↓, р-мый в к-тах			
KCNS или NH <sub>4</sub> CNS (насыщ.) ДРОБ.	$\text{Co}^{2+} + \text{CNS}^- \rightarrow$	[ ] сине-голубого цвета, экстрагируется смесью амилового спирта с эфиром	1. 2-3 к р-ра + 8-10 к KCNS насыщ. + 5-6 к смеси р-лей. 2. На фильтр. бумаге: 1 к KCNS насыщ. + 1 к р-ра + выдержать в парах NH <sub>3</sub> + подсушить над плиткой. → периферич. часть пятна – синяя. 3. Мешающие ионы – Cu <sup>2+</sup> , Fe <sup>3+</sup> , Bi <sup>3+</sup>		Fe <sup>3+</sup> – связывают F <sup>-</sup> или PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> в бесцветные [FeF <sub>6</sub> ] <sup>3-</sup> , [Fe(PO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> ] <sup>3-</sup> . Cu <sup>2+</sup> – восстанавливают в Cu <sup>+</sup> SnCl <sub>2</sub> . Способ на бумаге позволяет открыть Co <sup>2+</sup> в присутствии меш. ионов



1	2	3	4	5	6
NH <sub>4</sub> OH конц.	$\text{Co}^{2+} + \text{SO}_4^{2-} + 2\text{NH}_4\text{OH} \rightarrow$ $(\text{CoOH})_2\text{SO}_4\downarrow + \text{NH}_4^+ \rightarrow$	CoOHAn – сине-фиолет.↓; [ ] – грязно-желтый			
<b>Ni<sup>2+</sup></b>					
Щелочи	$\text{Ni}^{2+} + \text{OH}^- \rightarrow$	Яблочно-зеленый ↓, р-мый и кислотах			
NH <sub>4</sub> OH конц.	$\text{Ni}^{2+} + \text{NH}_4\text{OH} \rightarrow$ $\text{Ni}(\text{OH})_2\downarrow + \text{NH}_4\text{OH} \rightarrow$	[ ] – синий			
Диметилглиоксим (реактив Чугаева) ДРОБ.	$2\text{C}_4\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_2 + \text{Ni}^{2+} \rightarrow 2\text{H}^+ +$ $+ [\text{Ni}(\text{C}_4\text{H}_7\text{N}_2\text{O}_2)]$ или в NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> -среде: $2\text{C}_4\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_2 + \text{Ni}^{2+} + 2\text{NH}_4\text{OH} \rightarrow$ $[\text{Ni}(\text{C}_4\text{H}_7\text{N}_2\text{O}_2)]\downarrow + 2\text{H}_2\text{O} + 2\text{NH}_4^+$   димерилглиоксим	Внутрикомплексная соль интенсивно-розового цвета или красный ↓	1. 4к соли Ni <sup>2+</sup> + 1-2к р-ра H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (окисление Fe <sup>2+</sup> →Fe <sup>3+</sup> ) + 5-6к NH <sub>4</sub> OH конц. 2. ↓, если не растворился отфильтровать. 3. На часовом стекле: 1к фильтрата + 1к диметилглиоксима. 4. pH = 7-9 (NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> -среда). 5. Мешающие ионы – Fe <sup>2+</sup> , Cu <sup>2+</sup> , Co <sup>2+</sup>	В присутствии меш. ионов на полоске фильтр. бумаги: 1к Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub> или NaF (для связывания меш. ионов) + 1к р-ра в центр пятна + при наличии Fe <sup>2+</sup> 1к H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> + 1к Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub> или NaF + 1к диметилглиоксима + обработать парами NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> . Окрашивается все пятно или его периферия	
<b>Cd<sup>2+</sup></b>					
Щелочи	$\text{Cd}^{2+} + \text{OH}^- \rightarrow$	Белый ↓, р-мый и кислотах			
Аммиак	$\text{Cd}^{2+} + \text{NH}_4\text{OH} \rightarrow$ $\text{Cd}(\text{OH})_2\downarrow + \text{NH}_3 \rightarrow$	[ ] – бесцветный			
H <sub>2</sub> S или Na <sub>2</sub> S ДРОБ.	$\text{Cd}^{2+} + \text{H}_2\text{S} \rightarrow$	CdS – желтый ↓, р-мый в конц. HCl и 2H HNO <sub>3</sub> , в нас. NaCl	1. Мешающие ионы – Sn <sup>2+</sup> , Cu <sup>2+</sup> , Hg <sup>2+</sup> , Hg <sub>2</sub> <sup>2+</sup> , Bi <sup>3+</sup> , Sb <sup>3+</sup> , Ag <sup>+</sup> (удаляют обработкой суспензией PbS, Pb <sup>2+</sup> осаждают в виде сульфата), окислители. 2. Уксуснокислая среда (pH = 0,5-4)	В присутствии меш. ионов: 3-4к р-ра + 6к H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> + 2-3 кристаллика Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + t <sup>o</sup> 2-3 мин (HgS и Cu <sub>2</sub> S ↓, в р-ре Co <sup>2+</sup> , Ni <sup>2+</sup> , Cd <sup>2+</sup> ). В другую пробирку 5-6к H <sub>2</sub> S-aq + 2-3к фильтрата	

1	2	3	4	5	6
Тиомочевина	$Cd^{2+} + 4CS(NH_2)_2 \rightarrow [Cd(CS(NH_2)_2)_4]^{2+}$	Бесцветный нестойкий [ ], легко разлагается $H_2S$ , даже в избытке реактива	3-4 к соли $Cd^{2+}$ + 3-4 кристаллика $CS(NH_2)_2$ перемешать, дать постоять 2-3 мин + 2-3 к $H_2S$ -aq		[ ] других катионов устойчивы
<b>Hg<sup>2+</sup></b>					
Щелочи	$Hg^{2+} + 2OH^- \rightarrow HgO \downarrow + H_2O$	Желтый ↓			
NH <sub>3</sub> (конц.)	$HgCl_2 + 2NH_4OH \rightarrow [HgNH_2]Cl \downarrow + NH_4Cl + 2H_2O$	Белый ↓ хлорида аминртути (II), р-мый в к-тах и изб. реаг-та			
KI ДРОБ.	$Hg^{2+} + 2I^- \rightarrow HgI_2 \downarrow$  В избытке реактива: $HgI_2 \downarrow + 2I^- \rightarrow [HgI_4]^{2-}$	Ярко-красный ↓, [ ] – бесцветный	1. В раствор внести палочку, смоченную реагентом. 2. Избыток реагента приводит к исчезновению ↓. 3. pH < 6. 4. Мешающие ионы – $Hg^{2+}$ , $Bi^{3+}$ , $Pb^{2+}$ , $Ag^+$ и др.		
Na <sub>2</sub> S	$Hg^{2+} + S^{2-} \rightarrow$	Черный ↓, р-мый в «царской водке» и избытке реагента			
Суспензия иодида меди(I) Cu <sub>2</sub> I <sub>2</sub> Хроматографич, ДРОБ.	$HgCl_2 + 2Cu_2I_2 \downarrow \rightarrow Cu_2[HgI_4] \downarrow + Cu_2Cl_2$	Красная окраска	1. На полоске фильтровальной бумаги: + 1 к свежеприготовленной взвеси $Cu_2I_2$ + 1 к $Hg^{2+}$ . 2. Мешающие ионы – $Fe^{3+}$ , $Ag^+$ (окисляют $Cu^+$ )		
Медная пластинка	$Hg^{2+} + Cu \rightarrow$	Серебристый налет	1. Пластинку зачистить, обработать $HNO_3$ , слегка подогреть + 1-2 к р-ра. 2. Мешающие ионы – $Ag^+$ , $Bi^{3+}$ , $[Hg_2]^{2+}$ , $Sb^{3+}$ . 3. !! В присутствии анилина $Sb^{3+}$ и $Bi^{3+}$ не мешают		

**КАЧЕСТВЕННЫЕ РЕАКЦИИ НА АНИОНЫ I–III АНАЛИТИЧЕСКИХ ГРУПП**

РЕАКТИВ	РЕАКЦИЯ, ЕЕ ПРОВЕДЕНИЕ	АНАЛИТИЧЕСКИЙ СИГНАЛ, ЕГО ХАРАКТЕРИСТИКА	УСЛОВИЯ РЕАКЦИИ, МЕШАЮЩИЕ ИОНЫ
1	2	3	4
<b>I ГРУППА: SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, SO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>, SiO<sub>3</sub><sup>2-</sup> // ГР. РЕАКТИВ BaCl<sub>2</sub></b>			
<b>SO<sub>4</sub><sup>2-</sup></b>			
BaCl <sub>2</sub>	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> + Ba <sup>2+</sup> →	Белый осадок	
<b>SO<sub>3</sub><sup>2-</sup></b>			
BaCl <sub>2</sub>	SO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> + Ba <sup>2+</sup> →	Белый осадок, растворим в кислотах	
KMnO <sub>4</sub>	SO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> + MnO <sub>4</sub> <sup>-</sup> + H <sup>+</sup> →	Раствор обесцвечивается	1 к KMnO <sub>4</sub> подкислить 3 каплями 0,1 Н HCl, добавить 1-2 к раствора сульфита
<b>CO<sub>3</sub><sup>2-</sup></b>			
BaCl <sub>2</sub>	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> + Ba <sup>2+</sup> →	Белый осадок, растворим в кислотах	
Кислоты	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> + 2H <sup>+</sup> →	Бесцветный газ без запаха	
<b>PO<sub>4</sub><sup>3-</sup></b>			
BaCl <sub>2</sub>	PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> + Ba <sup>2+</sup> →	Белый осадок, растворим в кислотах	
AgNO <sub>3</sub>	PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> + Ag <sup>+</sup> →	Желтый осадок, растворим в кислотах и NH <sub>3</sub>	
<b>SiO<sub>3</sub><sup>2-</sup></b>			
BaCl <sub>2</sub>	SiO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> + Ba <sup>2+</sup> →	Белый осадок, растворим в кислотах	
Кислоты	SiO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> + 2H <sup>+</sup> →	Гелеобразный осадок	Если осадок на холоде не образуется, то раствор необходимо нагреть
<b>II ГРУППА: Cl<sup>-</sup>, Br<sup>-</sup>, I<sup>-</sup>, S<sup>2-</sup> // ГР. РЕАКТИВ AgNO<sub>3</sub></b>			
<b>Cl<sup>-</sup></b>			
AgNO <sub>3</sub>	Cl <sup>-</sup> + Ag <sup>+</sup> →	Белый творожистый осадок, комкуется при встряхивании, нерастворимый в воде и кислотах, растворим в NH <sub>4</sub> OH, темнеет на свету	

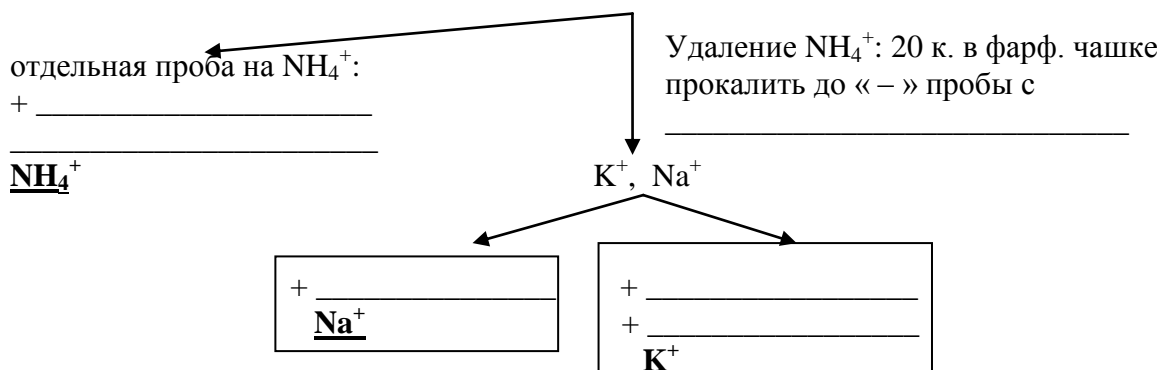
1	2	3	4
<b>Br<sup>-</sup></b>			
AgNO <sub>3</sub>	$\text{Br}^- + \text{Ag}^+ \rightarrow$	Желтый осадок, растворим в Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	
Хлорная вода Cl <sub>2</sub> + H <sub>2</sub> O	$\text{Br}^- + \text{Cl}_2 \rightarrow$	Бурая окраска	1-2 к раствора NaBr, подкислите 3 каплями 2 Н раствора серной кислоты, прибавьте 1-2 к хлорной воды. Раствор, бурет. Добавьте 5-6 капель бензола и взболтайте. Бензольное кольцо окрашивается в красновато-бурый цвет
<b>I<sup>-</sup></b>			
AgNO <sub>3</sub>	$\text{I}^- + \text{Ag}^+ \rightarrow$	Желтый осадок, растворим в Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	
Хлорная вода Cl <sub>2</sub> + H <sub>2</sub> O	$\text{I}^- + \text{Cl}_2 \rightarrow$	Бурая окраска	1-2 к раствора NaI, подкислите 3 каплями 2 Н раствора серной кислоты, прибавьте 1-2 к хлорной воды. Раствор, бурет. Добавьте 5-6 капель бензола и взболтайте. Бензольное кольцо окрашивается в розово-фиолетовый цвет
PbCl <sub>2</sub>	$\text{Pb}^{2+} + \text{I}^- \rightarrow$	Золотистый осадок при t <sup>o</sup> р-тся, при охлаждении выпадает снова	
<b>S<sup>2-</sup></b>			
AgNO <sub>3</sub>	$\text{S}^{2-} + \text{Ag}^+ \rightarrow$	Черный осадок, нерастворимый в растворе аммиака, но растворяется при нагревании в HNO <sub>3</sub>	
Кислоты	$\text{S}^{2-} + 2\text{H}^+ \rightarrow$	Бесцветный газ, специфичный запах	
<b>III ГРУППА: NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, NO<sub>2</sub><sup>-</sup>, CH<sub>3</sub>COO<sup>-</sup> // ГР. РЕАКТИВА НЕТ</b>			
<b>NO<sub>3</sub><sup>-</sup></b>			
(C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> NH дифениламин		Темно-синий раствор	
<b>NO<sub>2</sub><sup>-</sup></b>			
KI	$2\text{I}^- + 2\text{NO}_2^- + 4\text{H}^+ \rightarrow \text{I}_2 + 2\text{H}_2\text{O} + 2\text{NO}\uparrow$	Бурая окраска	К 4-5 каплям подкисленного H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> раствора нитрита прибавьте столько же раствора иодида калия. Выделяется свободный иод, который узнается по посинению крахмальной бумажки.
<b>CH<sub>3</sub>COO<sup>-</sup></b>			
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> конц.	$\text{CH}_3\text{COO}^- + \text{H}^+ \rightarrow \text{CH}_3\text{COOH}$	Специфичный запах раствора	

# СХЕМЫ АНАЛИЗА ГРУПП И СМЕСЕЙ ИОНОВ

## Лабораторная работа 1

### Схема анализа смеси катионов I аналитической группы

Смесь может содержать  $K^+$ ,  $Na^+$ ,  $NH_4^+$

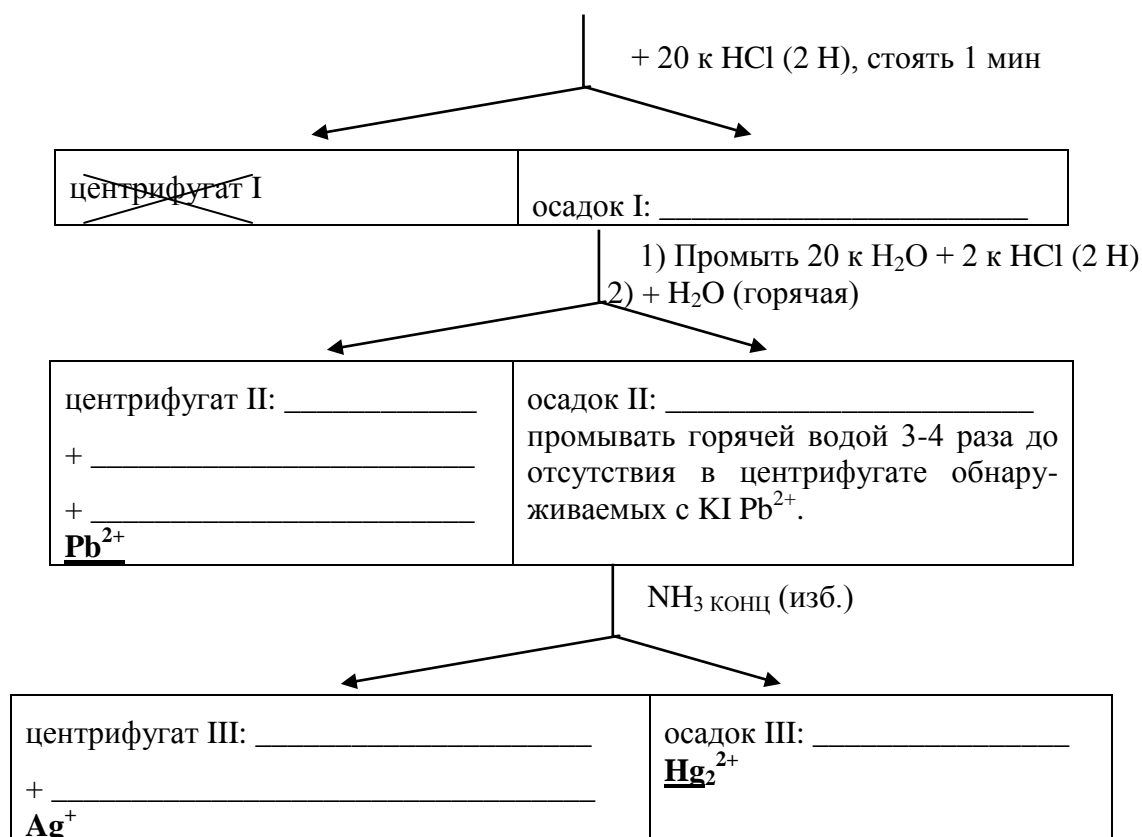


Вариант \_\_\_\_\_ Обнаруженные ионы: \_\_\_\_\_

## Лабораторная работа 2

### Схема анализа смеси катионов II аналитической группы

Смесь может содержать  $Ag^+$ ,  $Pb^{2+}$ ,  $Hg_2^{2+}$



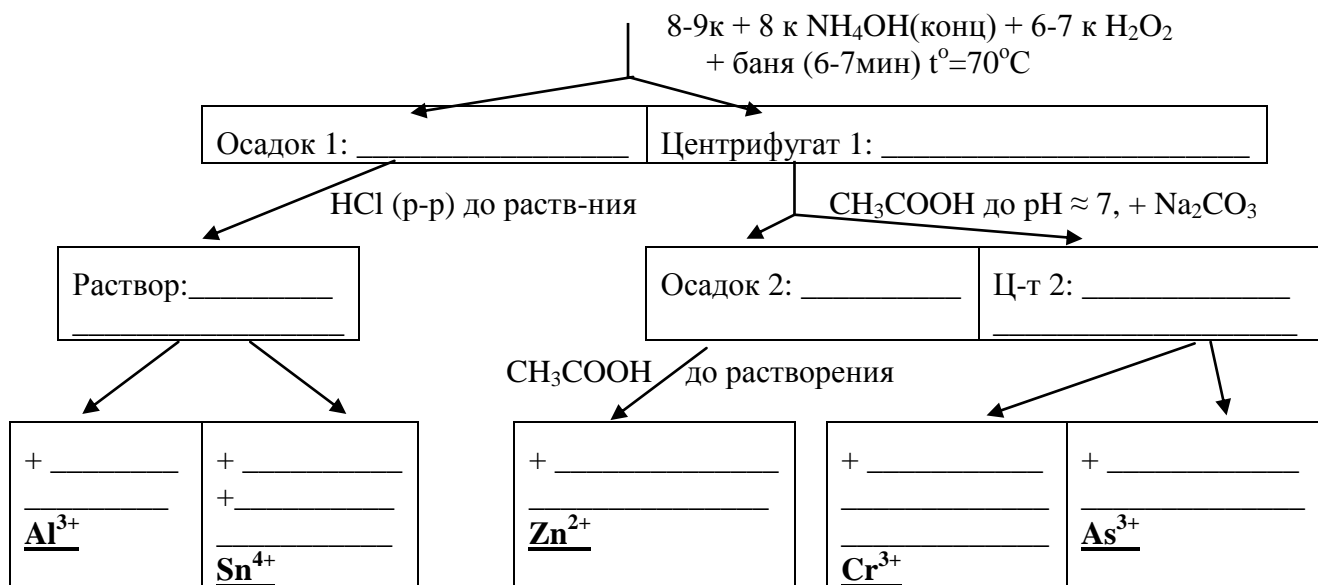
Вариант \_\_\_\_\_ Обнаруженные ионы: \_\_\_\_\_



### Лабораторная работа 4

#### Схема анализа смеси катионов IV аналитической группы

Смесь может содержать:  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Sn}^{2+}$ ,  $\text{Sn}^{4+}$ ,  $\text{As}^{3+}$ ,  $\text{As}^{5+}$



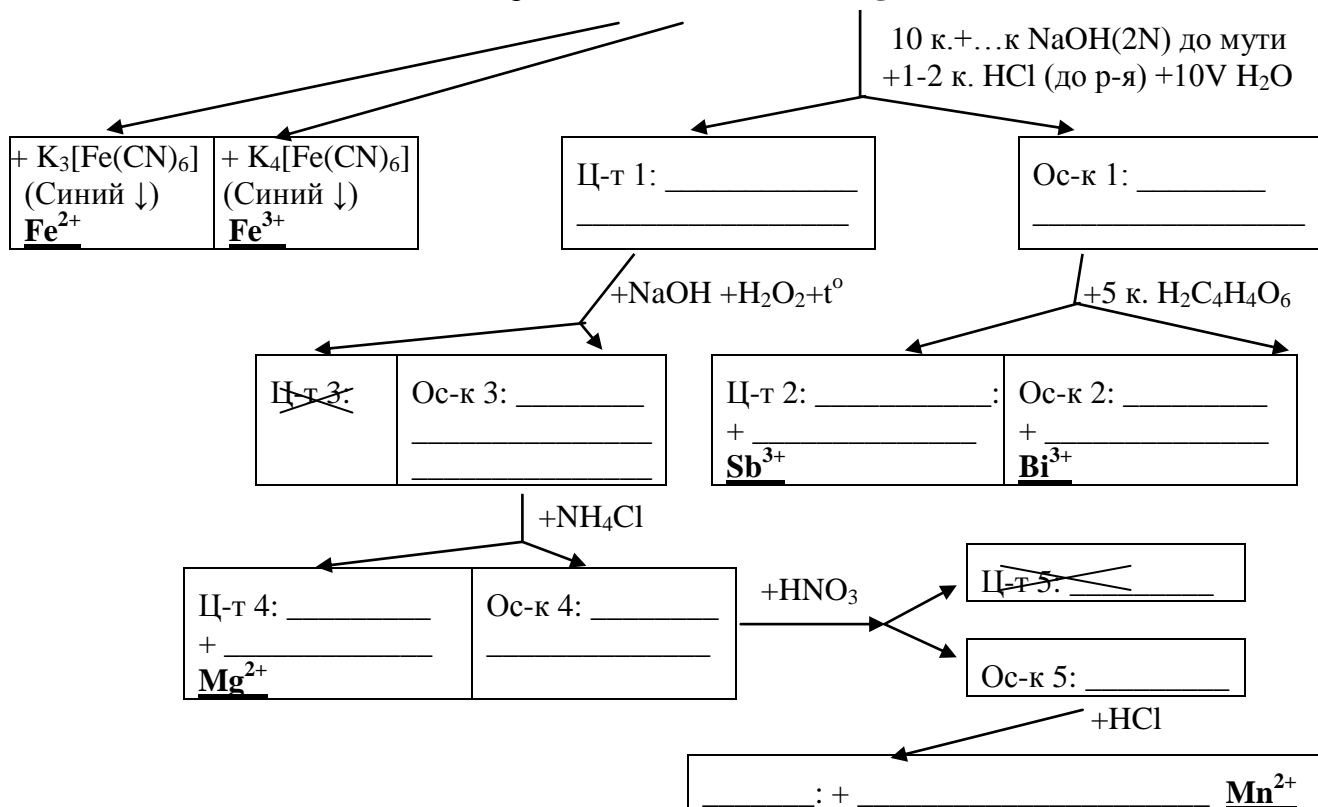
Вариант \_\_\_\_\_ Обнаруженные ионы: \_\_\_\_\_

### Лабораторная работа 5

#### Схема анализа смеси катионов V аналитической группы

Если раствор с осадком, не растворять его, а сразу центрифугировать.

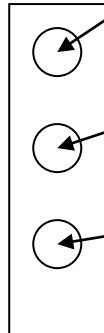
Смесь может содержать:  $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Bi}^{3+}$ ,  $\text{Sb}^{3+}$



Вариант \_\_\_\_\_ Обнаруженные ионы: \_\_\_\_\_

## Лабораторная работа 6

### Схема анализа смеси катионов VI группы дробным методом



+ KI:  $\text{Cu}^{2+} \rightarrow \text{CuI} + \text{I}_2$  (бурое пятно)  
 $\text{Hg}^{2+} \rightarrow \text{HgI}_2$  (подсушить над плиткой – по краям пятна оранжевые «лучики»)

+ диметилглиоксим (реактив Чугаева) в парах  $\text{NH}_3$ :  $\text{Ni}^{2+} \rightarrow$  красное пятно

+  $\text{NH}_4\text{CNS}$  (конец):  $\text{Co}^{2+} + \text{CNS}^- \rightarrow [\text{Co}(\text{CNS})_4]^{2-}$   
(подогреть над плиткой или спиртовкой – синий ободок по краям пятна)

Вариант \_\_\_\_\_ Обнаруженные ионы: \_\_\_\_\_

## Лабораторная работа 7

### Схема анализа смеси катионов I–VI аналитических групп

#### Предварительные испытания

##### 1. Анализ окраски:

Окрашенные ионы:

$\text{Cr}^{3+}$  – \_\_\_\_\_;  $\text{Fe}^{3+}$  – \_\_\_\_\_;  
 $\text{Cu}^{2+}$  – \_\_\_\_\_;  $\text{Co}^{2+}$  – \_\_\_\_\_;  
 $\text{Ni}^{2+}$  – \_\_\_\_\_.

##### 2. Определение pH:

При  $\text{pH} \approx 7$  в растворе нет гидролизующихся катионов (\_\_\_\_\_).

##### 3. Наличие некоторых групп:

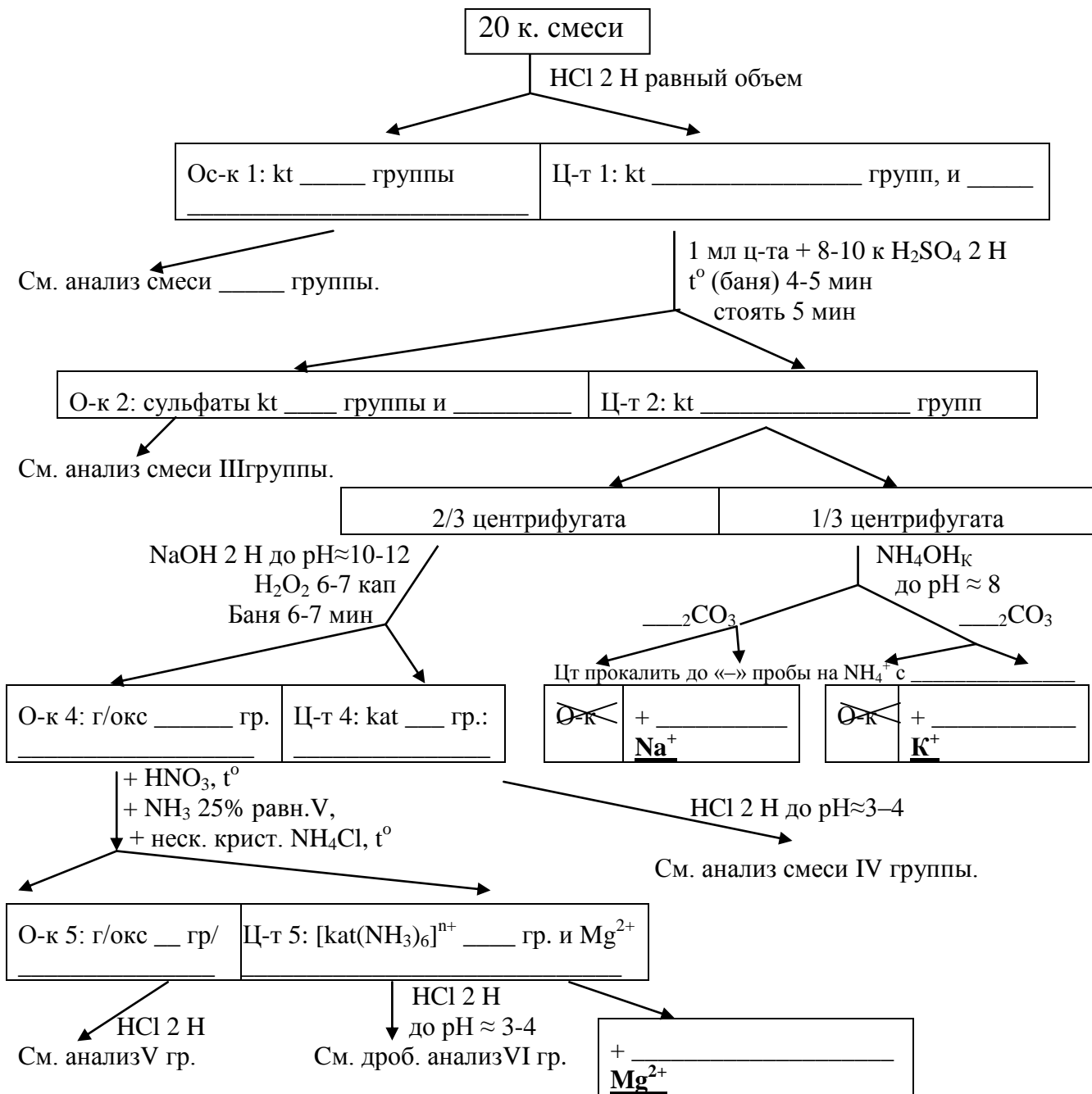
+  $\text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow$  отсутствие осадка: нет катионов \_\_\_ группы (\_\_\_\_\_) и \_\_\_\_\_;  
+  $\text{HCl} \rightarrow$  отсутствие осадка: нет катионов \_\_\_ группы (\_\_\_\_\_);  
+  $\text{SnCl}_2, t^\circ, \text{pH} \approx 7-9 \rightarrow$  отсутствие черного осадка: нет катионов – \_\_\_\_\_  
(\_\_\_\_\_).

4. Предварительные испытания из отдельных проб (проведение дробных, специфических реакций):

$\text{NH}_4^+$  – + \_\_\_\_\_: \_\_\_\_\_;  
 $\text{Fe}^{2+}$  – + \_\_\_\_\_: \_\_\_\_\_;  
 $\text{Fe}^{3+}$  – + \_\_\_\_\_: \_\_\_\_\_;  
 $\text{Mn}^{2+}$  – + \_\_\_\_\_: \_\_\_\_\_;



$\text{Co}^{2+}$  - + \_\_\_\_\_ : \_\_\_\_\_ ;  
 $\text{Cr}^{3+}$  - + \_\_\_\_\_ : \_\_\_\_\_ ;  
 $\text{Ni}^{2+}$  - + \_\_\_\_\_ : \_\_\_\_\_ ;  
 $\text{Zn}^{2+}$  - + \_\_\_\_\_ : \_\_\_\_\_ ;  
 $\text{Hg}_2^{2+}$  - + \_\_\_\_\_ : \_\_\_\_\_ .



Вариант \_\_\_\_\_ Обнаруженные ионы:

I группа	II группа	III группа	IV группа	V группа	VI группа

## Лабораторная работа 8

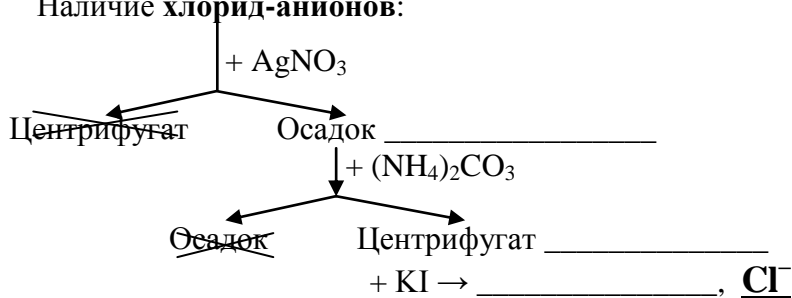
### Систематический анализ смеси анионов I–III аналитических групп

#### Предварительные испытания

1. Наличие групп анионов:
  - а) анионы I группы: + \_\_\_\_\_ рН  $\approx$  \_\_\_\_\_  $\rightarrow$  \_\_\_\_\_  
(\_\_\_\_\_);
  - б) анионы II группы: + \_\_\_\_\_ (в присутствии \_\_\_\_\_)  $\rightarrow$  \_\_\_\_\_  
(\_\_\_\_\_);
  - в) анионы III группы: \_\_\_\_\_ (\_\_\_\_\_).
2. Проба на выделение газа: + \_\_\_\_\_  $\rightarrow$  \_\_\_\_\_ (\_\_\_\_\_).
3. Определение рН: при рН  $> 7$  в растворе присутствуют гидролизующиеся анионы, т.е. анионы слабых кислот (\_\_\_\_\_).
4. Наличие анионов-окислителей (\_\_\_\_\_): + \_\_\_\_\_ + \_\_\_\_\_ + \_\_\_\_\_  
 $\rightarrow$  \_\_\_\_\_.
5. Наличие анионов-окислителей (\_\_\_\_\_): + \_\_\_\_\_ + \_\_\_\_\_  
+ \_\_\_\_\_  $\rightarrow$  \_\_\_\_\_.
6. Наличие галогенид-анионов: реакция с \_\_\_\_\_ по каплям в присутствии бензола  
+  $\text{Cl}_2\text{-aq} + \text{C}_6\text{H}_6 \rightarrow$  фиолетовое кольцо, следовательно, есть  $\text{I}^-$ , +  $\text{Cl}_2\text{-aq}$ (избыток)  $\rightarrow$  обесцвечивается ( $\text{IO}_3^-$ ), если есть  $\text{Br}^-$  проявляется оранжевое кольцо.

#### Доказательство отдельных анионов

7. Наличие **хлорид-анионов**:



8. Наличие **нитрат-анионов**:

Мешает  $\text{NO}_2^-$  – удалить нагреванием с \_\_\_\_\_  $\rightarrow \text{N}_2\uparrow$ .

- а) +  $\text{Cu}$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ (конц): голубой р-р,  $\text{NO} \rightarrow \text{NO}_2$ (бурый).
  - б) + дифениламин в конц.  $\text{H}_2\text{SO}_4$ : синяя окраска, мешают  $\text{Gal}^-$  – удалить  $\text{AgNO}_3$  и отцентрифугировать осадок.
9. Наличие **нитрит-анионов**:  
+ \_\_\_\_\_, рН \_\_\_\_\_  $\rightarrow$  \_\_\_\_\_.

10. Наличие  $\text{CH}_3\text{COO}^-$ :  
+  $\text{FeCl}_3 \rightarrow$  бурый  $\downarrow$ , мешают  $\text{SO}_3^{2-}$ ;  $\text{CO}_3^{2-}$ ;  $\text{PO}_4^{3-}$ ;  $\text{SiO}_3^{2-}$ ;  $\Gamma$ ;  $\text{S}^{2-}$  – осадить  $\text{BaCl}_2$ ,  $\text{AgNO}_3$  и отцентрифугировать осадок.
11. Наличие  $\text{SO}_3^{2-}$ :  
Предварительно удалить другие восстановители  $\text{Ag}^+$   
+  $\text{KMnO}_4 \rightarrow \text{pH} < 7$  – бесцветный;  $\text{pH} > 7$  – зеленый.
12.  $\text{S}^{2-}$ : +  $\text{Cd}^{2+} \rightarrow$  желтый  $\downarrow$ .
13.  $\text{SiO}_3^{2-}$ : +  $\text{HCl} \rightarrow \downarrow$  гель. Или +  $\text{NH}_4\text{Cl} \rightarrow \downarrow$  гель.
14.  $\text{PO}_4^{3-}$ : +  $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$  р-р в конц.  $\text{HNO}_3$  т<sup>о</sup>  $\rightarrow$  желтый  $\downarrow$ .
15.  $\text{CO}_3^{2-}$ : +  $\text{HCl} \rightarrow \uparrow$  (в пипетке  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , вставить в пробку), мешает  $\text{SO}_3^{2-}$ .

Вариант \_\_\_\_\_ Обнаруженные ионы: \_\_\_\_\_

### Лабораторная работа 9

#### Определение индивидуального вещества

1. Наличие цвета сухого вещества, предполагаемые ионы \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_.
2. Определение растворимости и цвета раствора:
  - а) в воде \_\_\_\_\_;
  - б) в  $\text{HCl}$  (2Н) \_\_\_\_\_;
  - в) в  $\text{HNO}_3$  (2Н) \_\_\_\_\_.
3. Предположение, к какому классу соединений может относиться вещество \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_.
4. Определение рН, наличие гидролизующихся ионов \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_.
5. Принадлежность катиона к группе (групповой реагент) \_\_\_\_\_
6. Определение катиона (качественная реакция) \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_.
7. Принадлежность аниона к группе (групповой реагент) \_\_\_\_\_
8. Определение аниона (качественная реакция) \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_.

Вариант \_\_\_\_\_ Обнаруженные ионы: \_\_\_\_\_

**Лабораторная работа 10**  
**Определение смеси веществ**

1. Наличие цвета сухого вещества, предполагаемые ионы \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_
2. \_\_\_\_\_ .
3. Определение растворимости и цвета раствора:
  - а) в воде \_\_\_\_\_;
  - б) в HCl (2H) \_\_\_\_\_;
  - в) в HNO<sub>3</sub> (2H) \_\_\_\_\_.
4. Предположение, к каким классам соединений могут относиться вещества \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_
5. Определение pH, наличие гидролизующихся ионов \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_
6. Принадлежность катионов к группе (групповые реагенты) \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_
7. Определение катионов (качественные реакции) \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_
8. Принадлежность анионов к группе (групповые реагенты) \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_
9. Определение анионов (качественные реакции) \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

Вариант \_\_\_\_\_ Обнаруженные ионы: \_\_\_\_\_

# КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ

Количественный анализ призван установить отношения между макро- и микрокомпонентами в смеси.

Вариантов количественного анализа достаточно много. В данном разделе представлены классические виды количественного анализа, не утратившие своей актуальности по настоящее время.

## ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

Титриметрический анализ имеет ряд преимуществ: скорость выполнения определений, относительную простоту, достаточную точность получаемых результатов. Указанные положения ставят титриметрию на одно из первых мест в лабораторной практике исследовательской и проектной деятельности в школах и лабораториях.

## КИСЛОТНО-ОСНОВНОЕ ТИТРОВАНИЕ В ВОДНЫХ РАСТВОРАХ (МЕТОД НЕЙТРАЛИЗАЦИИ)

### Лабораторная работа 11

#### Алкалиметрия. Определение содержания серной кислоты в растворе

##### РЕАКТИВЫ И ОБОРУДОВАНИЕ

Рабочий раствор – 0,1 Н раствор КОН (NaOH) ( $V = 200$  мл)

Установочное вещество – HCl

Стандартный раствор – 0,1000 Н раствор HCl

Исследуемый раствор – 0,1 Н раствор  $H_2SO_4$  ( $V = 100$  мл)

Индикатор – фенолфталеин

Мерные колбы на 200 мл, 100 мл, 1000 мл

Стеклянная воронка

Фарфоровый тигель

Технохимические весы

Аналитические весы

Стеклянный цилиндр для измерения плотности

Набор ареометров

Мерные пипетки на 1 мл, 10 мл

Дозатор

Коническая колба для титрования

Химический стакан на 200 мл

## ХОД РАБОТЫ

### 1. Приготовление 0,1 Н раствора титранта КОН

Сделать необходимые расчеты для взятия навески:

$C_N(\text{KOH}) = 0,1$ моль/л	
$V(\text{р-ра KOH}) = 200$ мл	
$m(\text{KOH}) = ?$	

Вычисленную навеску КОН взвесить на теххимических весах. *Твердую щелочь взвешивать в фарфоровой посуде!*

Объяснить, почему нельзя использовать для взвешивания фильтровальную или вощеную бумагу

Почему нужно производить взвешивание с максимальной скоростью



**Рис. 3**  
Вид поверхности смазывающей жидкости в стеклянной трубке

Заполнить мерную колбу на 200 мл примерно на 1/3 дистиллированной водой, количественно перенести навеску через стеклянную воронку в мерную колбу, перемешивать круговыми движениями до полного растворения навески.

Разбавить раствор, немного не доводя до метки, закрыть пробкой и перемешать, несколько раз опрокинув колбу.

Довести объем раствора до метки по нижнему мениску (см. рисунок 4). Закрыть пробкой, перемешать.

### 2. Приготовление 0,1000 Н стандартного раствора HCl (из «фиксанала»)

См. методику приготовления титрованных растворов из фиксанала (стр. 10).

Готовит дежурный.

### 3. Приготовление исследуемого 0,1 Н раствора $\text{H}_2\text{SO}_4$ из имеющегося раствора путем его разбавления

Определить плотность имеющейся в лаборатории серной кислоты по ареометру.

По справочнику найти соответствующее значение массовой доли или молярной концентрации серной кислоты.

$\rho =$  г/мл,  $\omega =$  %,  $C_M =$  моль/л

Сделать необходимые расчеты для приготовления раствора кислоты:

$C_N(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ моль/л}$	
$V_1(\text{р-ра } \text{H}_2\text{SO}_4) = 100 \text{ мл}$	
$V_0(\text{р-ра } \text{H}_2\text{SO}_4) = ?$	

Отмерить вычисленный объем концентрированного раствора серной кислоты пипеткой и перенести через воронку в мерную колбу, заполненную небольшим количеством дистиллированной воды. Разбавить раствор, немного не доводя до метки, закрыть пробкой и перемешать, несколько раз опрокинув колбу. Довести объем раствора до метки по нижнему мениску. Закрывать пробкой, перемешать.

#### 4. Стандартизация раствора титранта

Заполнить бюретку раствором титранта, предварительно бюретку ополоснуть несколькими порциями дистиллированной воды, а затем раствора титранта, удалить из носика бюретки пузырьки воздуха, установить уровень жидкости на нулевое деление.

Уравнение реакции:

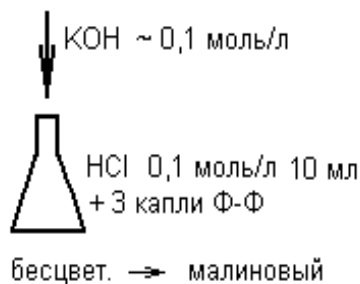


Рис. 4

Схема титрования

$V_1 =$             мл,       $V_2 =$             мл,       $V_3 =$             мл,       $V_4 =$             мл.

По результатам титрования вычислить среднее значение  $V_{\text{CP}}$ :

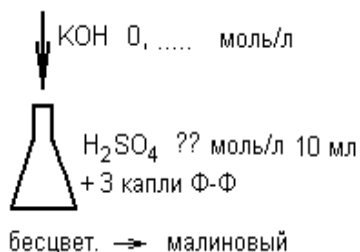
Вычислить точную концентрацию раствора титранта:

$C_N(\text{HCl}) = 0,1 \text{ моль/л}$	
$V(\text{р-ра } \text{HCl}) = 10 \text{ мл}$	
$V_{\text{CP}}(\text{р-ра } \text{KOH}) =$ мл	
$C_N(\text{KOH}) = ?$	

Какой вариант титрования использовался в данном определении?

### 5. Определение содержания серной кислоты в исследуемом растворе

Уравнение реакции титрования:



**Рис. 5**  
**Схема титрования**

В коническую колбу для титрования мерной пипеткой внести аликвоту исследуемого раствора серной кислоты, добавить 3 капли раствора фенолфталеина.

Закончить схему титрования (см. рис. 5).

Титровать раствором КОН до появления не исчезающей слабо-розовой окраски от одной лишней капли титранта.

Титрование повторять до получения трех одинаковых или близких (отличающихся не более чем на 0,1 мл) результатов.

Записать результаты титрования:

$V_1 =$             мл,             $V_2 =$             мл,             $V_3 =$             мл,             $V_4 =$             мл.

По результатам титрования вычислить среднее значение  $V_{\text{ср}}$ :

Вычислить точную концентрацию исследуемого раствора:

$C_N(\text{KOH}) =$             моль/л

$V(\text{p-ра } H_2SO_4) = 10$  мл

$V_{\text{ср}}(\text{p-ра KOH}) =$             мл

$C_N(\frac{1}{2} H_2SO_4) = ?$

Какой вариант титрования использовался в данном определении?

## Лабораторная работа 12

### Ацидиметрия. Определение содержания гидроксида калия в растворе

#### РЕАКТИВЫ

Рабочий раствор – 0,1 Н раствор  $H_2SO_4$  ( $V = 250$  мл)

Установочное вещество –  $Na_2B_4O_7 \cdot 10 H_2O$

Стандартный раствор – 0,1 Н раствор  $Na_2B_4O_7$

Исследуемый раствор – 0,1 Н раствор КОН ( $V = 100$  мл)

Индикатор – метиловый оранжевый



## ХОД РАБОТЫ

### 1. Приготовление 0,1 Н раствора титранта $\text{H}_2\text{SO}_4$ из концентрированного раствора, имеющегося в лаборатории

Определить плотность имеющейся в лаборатории концентрированной серной кислоты по ареометру.

По справочнику найти соответствующее значение массовой доли или молярной концентрации серной кислоты.

$\rho =$  \_\_\_\_\_ г/мл,                       $\omega =$  \_\_\_\_\_ %,                       $C_M =$  \_\_\_\_\_ моль/л

Сделать необходимые расчеты для взятия навески:

$C_N(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1$ моль/л	_____
$V_1(\text{р-ра } \text{H}_2\text{SO}_4) = 250$ мл	_____
$V_0(\text{р-ра } \text{H}_2\text{SO}_4) = ?$	_____
_____	_____
_____	_____
_____	_____

Приготовить раствор титранта (подробная инструкция дана в предыдущей работе).

### 2. Приготовление 0,1 Н стандартного раствора $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ из точной навески и расчет его точной концентрации

Сделать необходимые расчеты для взятия навески:

$C_N(\frac{1}{2} \text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7) = 0,1$ моль/л	_____
$V(\text{р-ра } \text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7) = 100$ мл	_____
$m(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}) = ?$	_____
_____	_____

Взвесить на аналитических весах вымытый и высушенный до постоянной массы тигель, записать показания весов.

Вычисленную навеску буры взвесить на техномических весах, перенести во взвешенный тигель, определить точную массу навески на аналитических весах.

$m(\text{пустого тигля № } \quad ) =$  \_\_\_\_\_ г

$m(\text{тигля с навеской}) =$  \_\_\_\_\_ г,

$m(\text{навески}) =$  \_\_\_\_\_ г

*I вариант приготовления:* заполнить мерную колбу на 100 мл примерно на 1/2 дистиллированной водой, количественно перенести навеску через стеклянную воронку, нагревать на водяной бане, перемешивая содержимое вращательными движениями до полного растворения навески.

Охладить раствор до комнатной температуры.

Разбавить раствор, немного не доводя до метки, закрыть пробкой и перемешать, несколько раз перевернув колбу, одной рукой придерживая пробку, а другой – ее дно.

Довести объем раствора до метки по нижнему мениску (см. рис. 3, стр. 45). Закрыть пробкой, перемешать.

*II вариант приготовления:* нагреть в термостойком стакане на электрической плитке примерно до 70°C (до появления первых пузырьков на дне колбы) дистиллированную воду. Налить горячую воду в мерную колбу на 100 мл примерно до половины, количественно перенести навеску через стеклянную воронку, перемешивать круговыми движениями до полного растворения навески.

Охладить колбу с раствором проточной водой до комнатной температуры.

Разбавить раствор, немного не доводя до метки, закрыть пробкой и перемешать, несколько раз опрокинув колбу.

Довести объем раствора до метки по нижнему мениску. Закрыть пробкой, перемешать.

|| Приготовление титрованного раствора буры из фиксанала.  
 || Готовят дежурные в мерной колбе объемом 1 л. Методику приготовления см. выше  
 || (стр.10).

Рассчитать точную концентрацию приготовленного титрованного раствора.

$m(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}) =$	г	
$V(\text{р-ра } \text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7) = 100$	мл	
$C_N(\frac{1}{2} \text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7) = ?$		

Обосновать, почему буру можно использовать как установочное вещество.

---



---



---



---



---

### 3. Приготовление исследуемого 0,1 Н раствора KOH

Сделать необходимые расчеты для взятия навески:

$C_N(\text{KOH}) = 0,1 \text{ моль/л}$	
$V(\text{р-ра KOH}) = 50 \text{ мл}$	
$m(\text{KOH}) = ?$	

Вычисленную навеску KOH взвесить на теххимических весах в предварительно взвешенном на аналитических весах тигле.

Определить точную массу тигля с навеской на аналитических весах.

$m(\text{пустого тигля № } \quad ) =$	г	$m(\text{тигля с навеской}) =$	г,
$m(\text{навески}) =$	г		

### 4. Приготовление «свидетеля»

Титрование со «свидетелем» – титрование анализируемого раствора до окраски контрольного раствора, представляющего собой титрованный раствор в конечной точке титрования.

В коническую колбу с помощью мерной пробирки наливают ожидаемый в конце титрования объем дистиллированной воды (~ \_\_\_\_\_ мл), добавляют индикатор (как в методике титрования) и одну каплю титранта.

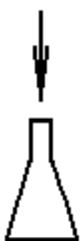


Рис. 6  
Схема титрования

### 5. Стандартизация раствора титранта

Уравнение реакции титрования:

\_\_\_\_\_

Закончить схему титрования (см. рис. 6).

Переход окраски при титровании: \_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

Заполнить бюретку раствором титранта (\_\_\_\_\_).

В коническую колбу для титрования мерной пипеткой внести аликвоту (**10 мл**) стандартного раствора буре, добавить **3 капли** раствора метилового-оранжевого.

Титровать раствором серной кислоты до появления устойчивой розовато-оранжевой окраски от одной лишней капли титранта (окраска должна совпасть с окраской «свидетеля»).

Титрование повторять до получения трех одинаковых или близких (отличающихся не более чем на 0,1 мл) результатов.

Записать результаты титрования:

$V_1 =$	мл,	$V_2 =$	мл,	$V_3 =$	мл,	$V_4 =$	мл.
---------	-----	---------	-----	---------	-----	---------	-----

По результатам титрования вычислить среднее значение  $V_{\text{CP}}$ :

Вычислить точную концентрацию раствора титранта:

$C_N(\frac{1}{2} \text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7) =$ моль/л	
$V(\text{p-ра Na}_2\text{B}_4\text{O}_7) = 10$ мл	
$V_{\text{CP}}(\text{p-ра H}_2\text{SO}_4) =$ мл	
$C_N(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = ?$	

Какой вариант титрования использовался в данном определении?

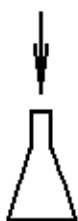


Рис. 7

Схема титрования

### 6. Определение содержания серной кислоты в исследуемом растворе

Уравнение реакции титрования:

\_\_\_\_\_

Закончить схему титрования (см. рис. 7).

Переход окраски при титровании: \_\_\_\_\_.

В коническую колбу для титрования мерной пипеткой внести аликвоту исследуемого раствора щелочи, добавить 3 капли раствора метилового-оранжевого.

Титровать до появления не исчезающей окраски, совпадающей со «свидетелем» от одной лишней капли титранта. Титрование повторять до получения трех одинаковых или близких (отличающихся не более чем на 0,1 мл) результатов.

Записать результаты титрования:

$V_1 =$  мл,  $V_2 =$  мл,  $V_3 =$  мл,  $V_4 =$  мл.

По результатам титрования вычислить среднее значение  $V_{\text{CP}}$ :

Вычислить точную концентрацию исследуемого раствора:

$C_N(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) =$ моль/л	
$V_{\text{CP}}(\text{p-ра H}_2\text{SO}_4) =$ мл	
$V(\text{p-ра KOH}) = 10$ мл	

Какой вариант титрования использовался в данном определении?

# КОМПЛЕКСОМЕТРИЧЕСКОЕ ТИТРОВАНИЕ (МЕТОД КОМПЛЕКСОМЕТРИИ)

## Лабораторная работа 13

### Определение общей, кальциевой и магниевой жесткости воды

#### Основные условия комплексонометрического титрования

Дать обоснование каждому пункту условий титрования, где необходимо привести уравнения реакций.

1. Титрование проводят в щелочной среде ( $\text{pH} = 10$ ), используя аммонийную буферную смесь.

---

---

---

2. Используют сухую смесь индикатора с хлоридом натрия в отношении 1:100.

---

---

---

#### РЕАКТИВЫ

Рабочий раствор – 0,05 Н раствор трилона Б ( $V = 250$  мл)

Установочное вещество –  $\text{CaCl}_2$

Стандартный раствор – 0,05 Н раствор  $\text{CaCl}_2$  ( $V = 500$  мл)

Исследуемый раствор – водопроводная вода или вода природных источников

Индикаторы – хромоген черный (для определения общей жесткости),

мурексид (для определения кальциевой жесткости)

Аммонийная буферная смесь

Раствор  $\text{NaOH}$  2 Н

Написать уравнения реакций, используемых в работе (в ионной форме), указать константы нестойкости комплексов, участвующих в процессах, сравнить их.

---

---

---

---

---

---

Изобразить структурные формулы веществ:

Трилон Б	
Хромоген черный	
Мурексид	

### 1. Приготовление 0,05 Н раствора титранта трилона Б

Сделать необходимые расчеты для взятия навески:

$C_N(\dots \text{Tr}) = 0,05 \text{ моль/л}$	
$V(\text{р-ра Tr}) = 200 \text{ мл}$	
$m(\text{Tr}) = ?$	

Приготовить рабочий раствор из грубой навески.

- || Приготовление рабочего раствора из фиксажа.
- || Готовят дежурные в мерной колбе объемом \_\_\_\_\_ л.
- || В этом случае стандартизации не требуется.

### 2. Приготовление 0,05 Н стандартного раствора $\text{CaCl}_2$

Сделать необходимые расчеты для взятия навески:

$C_N(\dots \text{CaCl}_2) = 0,05 \text{ моль/л}$	
$V(\text{р-ра CaCl}_2) = 500 \text{ мл}$	
$m(\text{CaCl}_2) = ?$	

Приготовить стандартный раствор.

$m(\text{пустого тигля № } \quad ) =$	г
$m(\text{тигля с навеской}) =$	г,
$m(\text{навески}) =$	г

Рассчитать точную концентрацию приготовленного титрованного раствора.

$m(\text{CaCl}_2) =$ _____ г	
$V(\text{р-ра CaCl}_2) = 500$ мл	
$C_N(\dots \text{CaCl}_2) = ?$	

|| Приготовление титрованного раствора из фиксанала.

|| Готовят дежурные в мерной колбе объемом \_\_\_\_\_ л.

### 3. Забор проб исследуемой воды

Для анализа достаточно 200-250 мл воды.

### 4. Стандартизация раствора титранта

Закончить схему титрования (см. рис. 8).

Переход окраски при титровании: \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_.

Заполнить бюретку раствором титранта (\_\_\_\_\_).

Приготовить раствор-«свидетель». Для этого в коническую колбу налить ожидаемый в конце титрования объем дистиллированной воды (~\_\_\_\_\_ мл), с помощью аммонийного буфера довести рН до 10, добавить индикатор (как в методике титрования) и **1 каплю титранта**.



**Рис. 8**  
**Схема титрования**

В коническую колбу для титрования мерной пипеткой внести аликвоту (**10 мл**) стандартного раствора  $\text{CaCl}_2$ , прибавлять по каплям аммонийный буфер до рН = 10 (при первом определении считать капли, после каждой определяя рН, при последующих – определить рН только после добавления определенного количества капель буферной смеси). Взвесить на технических весах 20-30 мг сухой смеси хромогена черного с хлоридом натрия, внести в колбу для титрования (при последующих определениях вносить глазной лопаточкой примерно такой же объем смеси индикатора с  $\text{NaCl}$ ).

Титровать до перехода красной окраски в синюю от одной лишней капли титранта (окраска должна совпасть с окраской «свидетеля»).

Записать результаты титрования:

$V_1 =$  \_\_\_\_\_ мл,       $V_2 =$  \_\_\_\_\_ мл,       $V_3 =$  \_\_\_\_\_ мл,       $V_4 =$  \_\_\_\_\_ мл.

По результатам титрования вычислить среднее значение  $V_{\text{CP}}$ :

Вычислить точную концентрацию раствора титранта:

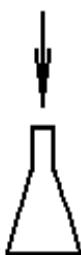
$C_N(\dots \text{CaCl}_2) =$ моль/л	
$V(\text{р-ра CaCl}_2) = 10$ мл	
$V_{\text{ср}}(\text{р-ра Tr}) =$ мл	
$C_N(\dots \text{Tr}) = ?$	

Какой вариант титрования использовался в данном определении? \_\_\_\_\_

### 5. Определение общей, кальциевой и магниевой жесткости

Закончить схему титрования (см. рис. 9).

Переход окраски при титровании: \_\_\_\_\_



**Рис. 9**  
**Схема титрования**

Приготовить раствор-«свидетель» (если проводилась стандартизация титранта, «свидетель» используется тот же). Для этого в коническую колбу налить ожидаемый в конце титрования объем дистиллированной воды (~\_\_\_\_\_ мл), с помощью аммонийного буфера довести рН до 10, добавить индикатор (как в методике титрования) и **1 каплю титранта**.

Титрование со «свидетелем». В коническую колбу для титрования мерной пипеткой внести аликвоту (**10 мл**) исследуемой воды, прибавлять по каплям аммонийный буфер до рН = 10 (при первом определении считать капли, после каждой определяя рН, при последующих – определить рН только после добавления определенного количества капель буферной смеси). Внести в колбу для титрования глазной лопаточкой смесь хромогена черного с NaCl.

Титровать до перехода красной окраски в синюю от одной капли титранта (окраска должна совпасть с окраской «свидетеля»).

Записать результаты титрования:

$V_1 =$             мл,                       $V_2 =$             мл,                       $V_3 =$             мл,                       $V_4 =$             мл.

По результатам титрования вычислить среднее значение  $V_{\text{ср}}$ :

Вычислить точную концентрацию ионов кальция и магния в воде:

$C_N(\dots \text{Tr}) =$ моль/л	
$V(\text{воды}) = 10$ мл	
$V_{\text{ср}}(\text{р-ра Tr}) =$ мл	
$C_N(\dots \text{Ca}^{2+}, \dots \text{Mg}^{2+}) = ?$	



Какой вариант титрования использовался в данном определении? \_\_\_\_\_

### 6. Определение кальциевой жесткости

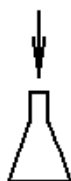


Рис. 10  
Схема титрования

Закончить схему титрования (см. рис. 10).

Переход окраски при титровании: \_\_\_\_\_

Заполнить бюретку раствором титранта (\_\_\_\_\_).

Приготовить раствор-«свидетель». Для этого в коническую колбу налить ожидаемый в конце титрования объем дистиллированной воды (\_\_\_\_\_мл), прибавить 2 мл

2 Н раствора NaOH, добавить индикатор и 1 каплю рабочего раствора из бюретки.

В коническую колбу для титрования мерной пипеткой внести аликвоту (**10 мл**) исследуемой воды, прибавить 2 мл 2 Н раствора NaOH. Внести в колбу для титрования глазной лопаточкой смесь мурексида с NaCl.

Титровать до сине-фиолетовой окраски, не исчезающей в течение 2 мин, от одной капли титранта (окраска должна совпасть с окраской «свидетеля»).

Записать результаты титрования:

$V_1 =$     мл,                       $V_2 =$     мл,                       $V_3 =$     мл,                       $V_4 =$     мл.

По результатам титрования вычислить среднее значение  $V_{\text{ср}}$ :

Вычислить концентрацию ионов кальция в воде:

$C_N(\dots \text{Tr}) =$	моль/л	
$V(\text{воды}) = 10$ мл		
$V_{\text{ср}}(\text{p-ра Tr}) =$	мл	
$C_N(\dots \text{Ca}^{2+}) = ?$		

Рассчитать концентрацию ионов магния:

Какой вариант титрования использовался в данном определении? \_\_\_\_\_

### 7. Статистическая обработка результатов анализа

Рассчитать доверительный интервал определения общей жесткости воды в таблице 6, используя результаты, полученные всеми студентами подгруппы.

Таблица 6

Данные определения общей жесткости воды ( $C_N(1/2 Ca, Mg)$ , моль/л)

№ ОПРЕД	Ф.И.О.	$C_{Ni}$ (моль/л)	$C_{Ni} - \overline{C_N}$ с учетом подоз- рительных результатов	$(C_{Ni} - \overline{C_N})^2$ с учетом подоз- рительных результатов	$C_{Ni} - \overline{C_N}$ без учета подо- зрительных результатов	$(C_{Ni} - \overline{C_N})^2$ без учета подо- зрительных результатов
1						
2						
3						
4						
5						
6						
7						
8						
9						
10						
11						
12						
13						
14						
15						
с учетом подозритель- ных результатов		$\overline{x} =$		$\Sigma =$		
без учета подозри- тельных результатов		$\overline{x} =$				$\Sigma =$

---



---



---



---



---



---



---

**Лабораторная работа 14**  
**Комплексонометрия. Определение содержания свинца в воде**

**Основные условия комплексонометрического титрования**

Дать обоснование каждому пункту условий титрования, где необходимо привести уравнения реакций.

1. Титрование проводят в кислой среде ( $pH = 5$ ), используя ацетатную буферную смесь.

---



---



---

2. Используют титрование со «свидетелем».

---



---



---

**РЕАКТИВЫ**

Рабочий раствор –  $\sim 0,05$  Н раствор трилона Б

Установочное вещество –  $ZnSO_4$

Стандартный раствор –  $0,05$  Н раствор  $ZnSO_4$

Исследуемый раствор – сточные воды с содержанием свинца

Индикаторы: – хромоген черный с  $NaCl$  1:100,

– ксиленоловый оранжевый 0,1% водный раствор

Аммонийная буферная смесь  $pH \sim 10$

Ацетатная буферная смесь  $pH \sim 5$

**1. Приготовление рабочего раствора  $\sim 0,05$  Н трилона Б из грубой навески**

Сделать необходимые расчеты для взятия навески:

$C_N(\dots Tr) = 0,05$ моль/л	
$V(p\text{-ра } Tr) = 200$ мл	
$m(Tr) = ?$	

Приготовить рабочий раствор из грубой навески.

**2. Приготовление  $0,05$  Н стандартного раствора  $ZnSO_4$**

Сделать необходимые расчеты для взятия навески:

$C_N(\dots ZnSO_4) = 0,05$ моль/л	
$V(p\text{-ра } ZnSO_4) = 500$ мл	
$m(ZnSO_4) = ?$	

Приготовить стандартный раствор.

$m(\text{пустого тигля № } \quad ) = \quad \text{г}, \quad m(\text{тигля с навеской}) = \quad \text{г},$

$m(\text{навески}) = \quad \text{г}$

Рассчитать точную концентрацию приготовленного титрованного раствора.

$m(\text{ZnSO}_4) = \quad \text{г}$

$V(\text{р-ра ZnSO}_4) = 50 \text{ мл}$

$C_N(\dots \text{ZnSO}_4) = ?$

|| Приготовление титрованного раствора из фиксаля.

|| Готовят дежурные в мерной колбе объемом \_\_\_\_\_ л.



### 3. Стандартизация раствора титранта

Закончить схему титрования (см. рис. 11).

Переход окраски при титровании: \_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_.

Заполнить бюретку раствором титранта (\_\_\_\_\_).

Рис. 11

Схема титрования

Титрование со «свидетелем».

Приготовить раствор-«свидетель».

Опираясь на методику титрования, описать порядок приготовления «свидетеля»:

---

---

---

---

---

---

---

---

В коническую колбу для титрования мерной пипеткой внести аликвоту (**10 мл**) стандартного раствора  $\text{ZnSO}_4$ , прибавить 5 мл аммонийного буфера. Внести в колбу для титрования глазной лопаточкой 20-30 мг сухой смеси хромогена черного с хлоридом натрия.

Титровать до перехода красно-фиолетовой окраски в синюю от одной лишней капли титранта (окраска должна совпасть с окраской «свидетеля»).

Записать результаты титрования:

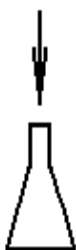
$V_1 = \quad \text{мл}, \quad V_2 = \quad \text{мл}, \quad V_3 = \quad \text{мл}, \quad V_4 = \quad \text{мл}.$

По результатам титрования вычислить среднее значение  $V_{CP}$ :

Вычислить точную концентрацию раствора титранта:

$C_N(\dots ZnSO_4) =$ моль/л	
$V(p\text{-pa } ZnSO_4) = 10$ мл	
$V_{CP}(p\text{-pa } Tr) =$ мл	
$C_N(\dots Tr) = ?$	

Какой вариант титрования использовался в данном определении? \_\_\_\_\_



#### 4. Определение содержания свинца

Закончить схему титрования (см. рис. 12).

Переход окраски при титровании: \_\_\_\_\_

Титрование со «свидетелем».

Приготовить раствор-«свидетель».

**Рис. 12**  
Схема титрования

Опираясь на методику титрования, описать порядок приготовления «свидетеля».

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

В коническую колбу для титрования мерной пипеткой внести аликвоту (**10 мл**) исследуемого раствора, прибавить 5 мл ацетатного буфера. Добавить в колбу для титрования несколько капель индикатора ксиленолового оранжевого.

Титровать до перехода красной окраски в желтую от одной капли титранта (окраска должна совпасть с окраской «свидетеля»).

Записать результаты титрования:

$V_1 =$  мл,       $V_2 =$  мл,       $V_3 =$  мл,       $V_4 =$  мл.



## Данные определения содержания свинца, мг/л

№ ОПРЕД	Ф.И.О.	$T_i$ , (моль/л)	$T_i - \bar{T}$ с учетом подозрительных результатов	$(T_i - \bar{T})^2$ с учетом подозрительных результатов	$T_i - \bar{T}$ без учета подозрительных результатов	$(T_i - \bar{T})^2$ без учета подозрительных результатов
1						
2						
3						
4						
5						
6						
7						
8						
9						
10						
11						
12						
13						
14						
15						
с учетом подозрительных результатов		$\bar{T} =$		$\Sigma =$		
без учета подозрительных результатов		$\bar{T} =$				$\Sigma =$

**ОКИСЛИТЕЛЬНО-ВОССТАНОВИТЕЛЬНОЕ ТИТРОВАНИЕ  
(МЕТОД РЕДОКСИМЕТРИИ)**

**Лабораторная работа 15**

**Определение содержания железа (II) в соли Мора перманганатометрическим методом**

**Основные условия перманганатометрического титрования**

Дать обоснование каждому пункту условий титрования, где необходимо привести уравнения реакций.

1. Сернокислая реакция среды.

---

---

---

2. Медленное титрование, особенно вначале.

---

---

---

3. Возможно безындикаторное титрование.

---

---

---

4. Используется нагревание реакционной смеси.

---

---

---

5. Следует избегать соприкосновения раствора  $\text{KMnO}_4$  с резиновыми трубками или пробками; при титровании необходимо пользоваться бюретками со стеклянными кранами (краны на бюретках нельзя смазывать вазелином, нужно слегка смазать концентрированной серной кислотой).

---

---

---

6. Раствор титранта готовится за 7-14 дней до работы и отстаивается в темноте в бутылках из темного стекла. Перед употреблением фильтруется через стеклянный фильтр или сливается без взмучивания осадка.

---

---

---



## РЕАКТИВЫ

Рабочий раствор – 0,05 Н раствор  $\text{KMnO}_4$  ( $V = 250$  мл)

Установочное вещество –  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$

Стандартный раствор – 0,05 Н раствор  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$

Исследуемый раствор – 0,05 Н раствор соли Мора ( $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ ) ( $V = 100$  мл)

Серная кислота 2 Н

Написать уравнения реакций, используемых в работе (расставить коэффициенты электронно-ионным методом, привести значения стандартных электродных потенциалов, определить факторы эквивалентности для веществ).

Стандартизация титранта:

---

---

---

---

---

Титрование соли железа (II):

---

---

---

---

### 1. Приготовление 0,05 Н раствора титранта $\text{KMnO}_4$

|| Раствор готовит дежурный из фиксанала за неделю до работы.

|| Объем используемой мерной колбы \_\_\_\_\_ мл.

### 2. Приготовление 0,05 Н стандартного раствора $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$

Сделать необходимые расчеты для взятия навески:

$C_N(\dots \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 0,05$ моль/л	
$V(\text{p-ра } \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 200$ мл	
$m(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}) = ?$	

Приготовить стандартный раствор. Методику приготовления см. в предыдущих работах.

$m(\text{пустого тигля № } \quad ) = \quad \text{г}$                        $m(\text{тигля с навеской}) = \quad \text{г},$   
 $m(\text{навески}) = \quad \text{г}$

Рассчитать точную концентрацию приготовленного титрованного раствора.

$m(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}) = \quad \text{г}$	
$V(\text{р-ра H}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 200 \text{ мл}$	
$C_N(\dots \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) = ?$	

|| Приготовление титрованного раствора щавелевой кислоты из фиксанала.  
 || Готовят дежурные в мерной колбе объемом \_\_\_\_ л.

### 3. Приготовление исследуемого 0,05 Н раствора соли Мора

Сделать необходимые расчеты для взятия навески:

$C_N(\text{(NH}_4\text{)}_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4) = 0,05 \text{ моль/л}$	
$V(\text{р-ра } (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4) = 100 \text{ мл}$	
$m(\text{(NH}_4\text{)}_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}) = ?$	

$m(\text{пустого тигля № } \quad ) = \quad \text{г}$                        $m(\text{тигля с навеской}) = \quad \text{г},$   
 $m(\text{навески}) = \quad \text{г}$

Приготовить исследуемый раствор.

Объяснить, почему вместо простой соли железа (II) для исследований используют двойную – сульфат железа (II)-аммония?

### 4. Стандартизация раствора титранта

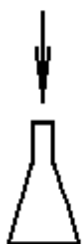


Рис. 13  
 Схема титрования

Закончить схему титрования (см. рис. 13).

Переход окраски при титровании: \_\_\_\_\_

Заполнить бюретку раствором титранта (\_\_\_\_\_).

В термостойкую коническую колбу для титрования мерной пипеткой внести аликвоту (**10 мл**) стандартного раствора щавелевой кислоты, прибавить **10 мл 2 Н** серной кислоты, нагреть на плитке примерно до **70°C** (до появления пузырьков на дне колбы).

Приливать раствор перманганата калия к горячему раствору первичного стандарта по каплям, причем каждую следующую каплю прибавлять после того, как исчезнет окраска от предыдущей.

Титровать до появления не исчезающей в течение 1 мин розовой окраски от одной капли титранта.

$V_1 =$       мл,                       $V_2 =$       мл,                       $V_3 =$       мл,                       $V_4 =$       мл.  

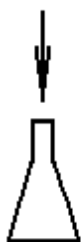

---

 $V_{CP} =$

Вычислить точную концентрацию раствора титранта:

$C_N(\dots \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) =$ моль/л	
$V(\text{р-ра } \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 10$ мл	
$V_{CP}(\text{р-ра } \text{KMnO}_4) =$ мл	
$C_N(\dots \text{KMnO}_4) = ?$	

Какой вариант титрования использовался в данном определении? \_\_\_\_\_



**Рис. 14**  
**Схема титрования**

### 5. Определение содержания соли Мора в исследуемом растворе

Закончить схему титрования (см. рис. 14).

Переход окраски при титровании: \_\_\_\_\_

В коническую колбу для титрования мерной пипеткой внести аликвоту (**10 мл**) раствора соли Мора, прибавить 10 мл 2 Н серной кислоты.

Данное титрование производят на холоде. Почему?

Титровать до появления не исчезающей в течение 1 мин розовой окраски от одной капли титранта.

$V_1 =$       мл,                       $V_2 =$       мл,                       $V_3 =$       мл,                       $V_4 =$       мл.  


---

 $V_{CP} =$

Вычислить точную концентрацию раствора соли Мора:

$C_N(\dots \text{KMnO}_4) =$ моль/л	
$V(\text{p-ра } (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4) = 10$ мл	
$V_{\text{CP}}(\text{p-ра } \text{KMnO}_4) =$ мл	
$C_N(\dots (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4) = ?$	

Какой вариант титрования использовался в данном определении? \_\_\_\_\_

### 6. Расчет погрешности определения

Рассчитать теоретическую и практическую массы  $\text{Fe}^{2+}$  во взятом образце. Определить относительную ошибку опыта.

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

## Лабораторная работа 16 Определение меди в растворе медного купороса иодометрическим методом

### Основные условия иодометрического титрования

Дать обоснование каждому пункту условий титрования, где необходимо привести уравнения реакций.

1.  $E^0(\text{определяемого вещества}) > E^0(\text{I}_2/2 \text{ I}^-)$ . Привести потенциалы, объяснить.

---

---

---

2. Нейтральная или слабокислая реакция среды.

В щелочной –

---

---

---

В сильнокислой –

---

---

---

3. Выдержка реакционной смеси – 3-10 минут в темном месте с закрытой пробкой.

---

---

---

4. Добавление специфического индикатора крахмала *в конце* титрования.

---

---

---

5. 10–20-кратный избыток иодида калия.

---

---

---

#### РЕАКТИВЫ

Рабочий раствор – 0,05 Н раствор  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  ( $V = 250$  мл).

Вспомогательное вещество – 1 Н, 5 % (0,05 Н) раствор или  $\text{KI}_{\text{ТВ}}$ .

Установочное вещество –  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$

Стандартный раствор – 0,05 Н раствор  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$

Исследуемый раствор – 0,05 Н раствор  $\text{CuSO}_4$  ( $V = 100$  мл)

Специфический индикатор – крахмал

Серная кислота 2 Н, 4 Н

Написать уравнения реакций, используемых в работе (расставить коэффициенты электронно-ионным методом, привести значения стандартных электродных потенциалов, определить факторы эквивалентности для веществ).

Образование титруемого вещества при стандартизации титранта:

---

---

---

---

---

Образование титруемого вещества при определении концентрации исследуемого вещества:

---

---

---

---

---

Непосредственно титрование:

---

---

---

---

---

Изобразить структурные формулы тиосульфата и тетрагидротетратионата натрия, указать степень окисления атомов серы в них:

--	--

**1. Приготовление 0,05 Н раствора титранта  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$**

|| Приготовление рабочего раствора из фиксанала.

|| Готовят дежурные в мерной колбе объемом \_\_\_\_\_ л.

Из точной навески приготовление раствора ведется с соблюдением особых условий. Объяснить необходимость соблюдения указанных особенностей приготовления раствора титранта  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .

А. Свежепрокипяченная дистиллированная вода.

---

---

Б. Добавление антисептиков (бензоат натрия, соли ртути (II) и др.).

---

---

В. Введение карбоната натрия из расчета 0,2 г на один литр раствора.

---

---

Г. Раствор титранта готовится за 7-14 дней до работы и отстаивается в темноте в бутылках из темного стекла. Если при стоянии в растворе появляется муть, то раствор не пригоден к употреблению.

Привести уравнение реакции.

---

---

---

## 2. Приготовление 0,05 Н стандартного раствора $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (готовится на группу дежурными)

Сделать необходимые расчеты для взятия навески:

$C_N(\dots \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0,05$ моль/л	
$V(\text{р-ра } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 500$ мл	
$m(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = ?$	

Приготовить стандартный раствор.

$m(\text{пустого тигля}) =$                       г,                       $m(\text{тигля с навеской}) =$                       г,

$m(\text{навески}) =$                       г

Рассчитать точную концентрацию приготовленного титрованного раствора.

$m(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) =$ _____ г	
$V(\text{р-ра } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 500$ мл	
$C_N(\dots \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = ?$	

|| Приготовление титрованного раствора дихромата калия из фиксанала в мерной колбе  
|| объемом \_\_\_\_\_ л.

### 3. Приготовление исследуемого 0,05 Н раствора медного купороса

Сделать необходимые расчеты для взятия навески:

$C_N(\dots \text{CuSO}_4) = 0,05$ моль/л	
$V(\text{р-ра } \text{CuSO}_4) = 100$ мл	
$m(\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}) = ?$	

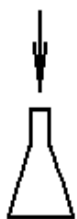
$m(\text{пустого тигля } \text{№} \quad ) =$ _____ г	$m(\text{тигля с навеской}) =$ _____ г,
$m(\text{навески}) =$ _____ г	

Приготовить исследуемый раствор.

### 4. Стандартизация рабочего раствора

Закончить схему титрования (см. рис. 15).

Переход окраски при титровании: \_\_\_\_\_



Заполнить бюретку раствором титранта (\_\_\_\_\_).

В коническую колбу для титрования мерной пипеткой внести аликвоту (**10 мл**) стандартного раствора дихромата калия, прибавить **20 мл** 2 Н серной кислоты и **20 мл** 5 %-го или 0,05 Н раствора иодида калия. Перед титрованием выдержать 5 минут в темном месте.

Рис. 15

Схема титрования

В конце титрования (светло-коричневая окраска раствора) добавляется крахмал.

Титровать до исчезновения синей окраски.

Будет ли раствор в точке эквивалентности абсолютно бесцветен? Каким ионом обусловлена остаточная окраска? \_\_\_\_\_

$V_1 =$ _____ мл,	$V_2 =$ _____ мл,	$V_3 =$ _____ мл,	$V_4 =$ _____ мл.
$V_{CP} =$ _____			



Вычислить точную концентрацию раствора титранта:

$C_N(\dots K_2Cr_2O_7) =$ моль/л	
$V(\text{р-ра } K_2Cr_2O_7) = 10$ мл	
$V_{CP}(\text{р-ра } Na_2S_2O_3) =$ мл	
$C_N(\dots Na_2S_2O_3) = ?$	

Какой вариант титрования использовался в данном определении? \_\_\_\_\_

Почему нельзя оттитровать тиосульфатом натрия непосредственно дихромат?

---



---



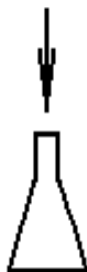
---



---



---



**Рис. 16**  
Схема титрования

### 5. Определение содержания меди в исследуемом растворе

Закончить схему титрования (см. рис. 16).

Переход окраски при титровании: \_\_\_\_\_

В коническую колбу для титрования мерной пипеткой внести аликвоту (**10 мл**) исследуемого раствора сульфата меди (II), прибавить **1 мл** 4 Н серной кислоты и **10 мл** 1 Н раствора или **3-5 г** кристаллического иодида калия. Перед титрованием выдержать 5 минут в темном месте.

В конце титрования (светло-коричневая окраска раствора) добавляется крахмал.

Титрование заканчивают, когда исчезнет синяя окраска раствора и останется бледно-розовый осадок (\_\_\_\_\_).

$V_1 =$       мл,       $V_2 =$       мл,       $V_3 =$       мл,       $V_4 =$       мл.

$V_{CP} =$

Вычислить точную концентрацию меди в растворе:

$C_N(\dots \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) =$ моль/л	
$V(\text{p-ра CuSO}_4) = 10$ мл	
$V_{\text{CP}}(\text{p-ра Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) =$ мл	
$C_N(\dots \text{Cu}^{2+}) = ?$	

Какой вариант титрования использовался в данном определении? \_\_\_\_\_

Почему в данной реакции используют большой избыток иодида калия?

### 6. Расчет погрешности определения

Рассчитать теоретическую и практическую массовую долю  $\text{Cu}^{2+}$  во взятом образце. Определить относительную ошибку опыта.

### 7. Статистическая обработка результатов анализа

Рассчитать доверительный интервал определения в таблице 8, используя результаты, полученные всеми студентами подгруппы.



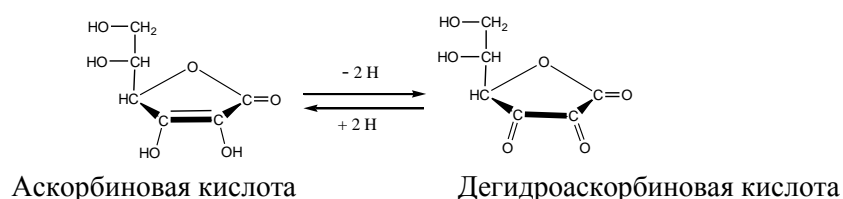
## Лабораторная работа 17

### Количественное определение аскорбиновой кислоты (витамина С) иодометрическим методом

Слово «витамины» происходит от латинского слова: *vita*, что обозначает *жизнь* и химического названия *амины* – содержащие NH<sub>2</sub>-группу, т.е. *амины жизни*. Такое название этой группе веществ дал польский ученый Казимир Функ в 1912 году.

Наиболее изученным витамином является аскорбиновая кислота – витамин С. Витамин С синтезируется растительными организмами. Человеческий организм витамин С не синтезирует, поэтому уровень его зависит от поступления с пищей. Отсутствие его в организме приводит к развитию тяжелого заболевания – цинги.

По своей химической природе аскорбиновая кислота является производным углевода. Формула аскорбиновой кислоты:



Дегидроаскорбиновая кислота – это окисленная форма собственно аскорбиновой кислоты. Она как витамин мало активна.

Аскорбиновая кислота легко окисляется при доступе воздуха. Учитывая данное обстоятельство, необходимо помнить, что при любой обработке (тепловой, нетепловой) овощей и фруктов для сохранения витамина С надо не допускать свободного доступа кислорода воздуха. При длительном хранении овощей и фруктов аскорбиновая кислота также частично разрушается и содержание ее в продукте снижается. Для человека суточная потребность в витамине С от 7 до 100 мг. Среднее содержание аскорбиновой кислоты в продуктах питания представлено в таблице 9. Для определения аскорбиновой кислоты в различных овощах и фруктах используют ее легкую окисляемость.

Таблица 9

#### Среднее содержание аскорбиновой кислоты в некоторых продуктах

Наименование продукта	Содержание аскорбиновой кислоты в мг на 100 г продукта
Шиповник сухой	1500
Смородина черная	300
Калина	70
Земляника	60
Малина	30
Яблоки (Антоновка)	30
Лимоны	40
Апельсины	40
Петрушка, укроп	150
Капуста белокочанная	20
Капуста квашенная	20
Картофель свежий	10

## Определение аскорбиновой кислоты РЕАКТИВЫ И ОБОРУДОВАНИЕ

Ступка с пестиком  
Стекло (кварцевый песок)  
Коническая колба  
Мерная колба на 50 мл  
Пипетка на 2 мл  
Бюретка (+ 1 бюретка на группу для  $K_2Cr_2O_7$ )  
Технохимические весы  
Аналитические весы  
Стеклянная воронка (фильтр, вата)  
Мерная пробирка (пипетка Мора на 5 или 10 мл)  
Нож (скальпель)  
Чашка Петри (стекло)  
Рабочий раствор – 0,003 Н раствор иода ( $V= 200$  мл)  
Установочное вещество – 0,01 Н раствор  $Na_2S_2O_3$   
HCl, 2 %-ный раствор  
Первичный стандарт – 0,1 Н раствор  $K_2Cr_2O_7$

### ПРОДУКТЫ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Картофель отварной, запеченный в «мундире» и сырой  
Капуста свежая, отварная и квашеная  
Яблоки  
Лимоны, апельсины, мандарины  
Петрушка, укроп свежие  
Лук зеленый, репчатый лук и др.

#### 1. Приготовление 2 %-го раствора соляной кислоты

Определить плотность имеющейся в лаборатории концентрированной соляной кислоты по ареометру.

По справочнику найти соответствующее значение массовой доли или молярной концентрации соляной кислоты.

$\rho =$                     г/мл,                     $\omega =$                     %,                     $C_M =$                     моль/л

---

Сделать необходимые расчеты:

$\omega_1(HCl) = 2 \%$

$V_1(p\text{-ра } HCl) = 100 \text{ мл}$

$V_0(p\text{-ра } HCl) = ?$

---

---

---

Отмерить вычисленный объем концентрированного раствора соляной кислоты пипеткой и перенести через воронку в мерную колбу, заполненную небольшим количеством дистиллированной воды. Разбавить раствор, немного не доводя до метки, закрыть пробкой и перемешать, несколько раз опрокинув колбу.

Довести объем раствора до метки по нижнему мениску. Закрыть пробкой, перемешать.

## 2. Приготовление 0,003 Н раствора иода

Раствор готовится из

Сделать необходимые вычисления и приготовить раствор иода.

$C_{N1}(^{1/2} I_2) = 0,003$ моль/л	
$V_1(\text{р-ра } I_2) = 100$ мл	
$V_0(\text{р-ра } I_2) = ?$	

## 3. Приготовление 0,01 Н стандартного раствора $Na_2S_2O_3$

Приготовить 1 л 0,1 Н раствора  $Na_2S_2O_3$  из фиксанала.

(Если используется раствор  $Na_2S_2O_3$ , оставшийся от предыдущих работ, его следует предварительно стандартизировать по 0,1 Н раствору дихромата калия. Описание дано в лабораторной работе № 17).

Стандартизация проводится дежурными.

Сделать необходимые расчеты для взятия навески:

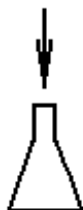
$C_N(\dots K_2Cr_2O_7) = 0,1$ моль/л	
$V(\text{р-ра } K_2Cr_2O_7) = 100$ мл	
$m(K_2Cr_2O_7) = ?$	

Приготовить стандартный раствор.

$m(\text{пустого тигля № } \quad ) =$	г,	$m(\text{тигля с навеской}) =$	г,
$m(\text{навески}) =$	г		

Рассчитать точную концентрацию приготовленного титрованного раствора.

$m(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) =$ г	
$V(\text{р-ра } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 500$ мл	
$C_N(\dots \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = ?$	



Стандартизация рабочего раствора.

Закончить схему титрования (см. рис. 17).

Переход окраски при титровании: \_\_\_\_\_

$V_1 =$ мл,	$V_2 =$ мл,
$V_3 =$ мл,	$V_4 =$ мл.
$V_{CP} =$	

**Рис. 17**  
**Схема титрования**

Вычислить точную концентрацию раствора титранта:

$C_N(\dots \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) =$ моль/л	
$V(\text{р-ра } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 10$ мл	
$V_{CP}(\text{р-ра } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) =$ мл	
$C_N(\dots \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = ?$	

Сделать необходимые расчеты для приготовления 0,01 Н раствора из 0,1 Н раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ :

$C_{N1}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,01$ моль/л	
$V_1(\text{р-ра } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 100$ мл	
$C_{N0}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1$ моль/л	
$V_0(\text{р-ра } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = ?$	

Приготовить 100 мл 0,01 Н раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .

#### 4. Стандартизация титранта – раствора иода по раствору $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Закончить схему титрования (см. рис. 18).

Переход окраски при титровании: \_\_\_\_\_

Заполнить бюретку раствором титранта (\_\_\_\_\_).

В коническую колбу для титрования мерной пипеткой внести аликвоту (**10 мл**) стандартного раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .

В колбу для титрования добавляется 1 мл крахмала.



Рис. 18

Схема титрования

Титрование заканчивают, когда устанавливается синяя окраска иод-крахмального комплекса.

Написать уравнение реакции, расставить коэффициенты электронно-ионным методом, указать факторы эквивалентов веществ:

---



---



---



---



---



---

$V_1 =$           мл,                   $V_2 =$           мл,                   $V_3 =$           мл,                   $V_4 =$           мл.

$V_{\text{CP}} =$

Вычислить точную концентрацию иода в растворе:

$C_N(\dots \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) =$ моль/л	
$V(\text{p-ра } \text{I}_2) = 10$ мл	
$V_{\text{CP}}(\text{p-ра } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) =$ мл	
$C_N(\dots \text{I}_2) = ?$	

Какой вариант титрования использовался в данном определении? \_\_\_\_\_

#### 5. Приготовление исследуемого раствора

Взвесить на аналитических весах вымытую и высушенную до постоянной массы чашку Петри, записать показания весов.

$m(\text{пустой чашки Петри}) =$  \_\_\_\_\_ г



Примерно 2 г исследуемого продукта ( \_\_\_\_\_ ) взвесить на теххимических весах, перенести в предварительно взвешенную чашку Петри (Ч.П.), определить точную массу навески на аналитических весах.

$m(\text{пустой Ч.П.}) =$	г,	$m(\text{Ч.П. с навеской}) =$	г,
$m(\text{навески}) =$	г		

Продукт мелко порезать в чашке Петри, перенести в ступку с небольшим количеством толченого стекла.

Ополоснуть чашку 2-3 мл 2 %-ной соляной кислоты, слить в ступку.

Хорошо растереть, постепенно добавляя 7-8 мл 2 %-ной соляной кислоты.

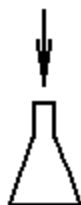
Разбавленная соляная кислота добавляется для инактивирования фермента аскорбиноксидазы, окисляющей в присутствии кислорода воздуха аскорбиновую кислоту.

Хорошо растертую и перемешанную массу количественно перенести в мерную колбу на 50 мл, довести до метки дистиллированной водой.

### 6. Йодометрическое титрование исследуемого раствора

Закончить схему титрования (см. рис. 19).

Переход окраски при титровании: \_\_\_\_\_



**Рис. 19**  
Схема титрования

К 10 мл исследуемого раствора прилить 1 мл 0,5 %-ного раствора крахмала и титровать рабочим раствором  $\approx 0,003$  Н иода до появления синего окрашивания от одной капли титранта.

Оттитровать раствором иода не менее трех раз.

$V_1 =$	мл,	$V_2 =$	мл,
$V_3 =$	мл,	$V_4 =$	мл.
$V_{\text{CP}} =$			

Вычислить концентрацию аскорбиновой кислоты (АК) в исследуемом растворе:

$C_N(\dots I_2) =$	моль/л	
$V(\text{р-ра АК}) = 10$	мл	
$V_{\text{CP}}(\text{р-ра } I_2) =$	мл	
$C_N(\dots \text{ АК}) = ?$		
$T(\dots \text{ АК}) = ?$		

## 7. Пересчет на 100 г продукта

---

---

---

---

Сравнить полученный результат с табличным значением. Чем может быть обусловлена разница? \_\_\_\_\_

---

---

## ОСАДИТЕЛЬНОЕ ТИТРОВАНИЕ (МЕТОД СЕДИМЕТРИИ)

### Основные условия осадительного титрования

Дать обоснование каждому пункту условий титрования, где необходимо привести уравнения реакций.

1. Осадок должен быть практически нерастворим и выпадать с достаточной скоростью.

---

---

---

2. Должен существовать метод фиксации точки эквивалентности.  
Возможно ли безындикаторное определение? Объяснить.

---

---

---

Какие виды индикаторов применяют для определения момента окончания реакции? Привести примеры.

---

---

---

---

3. Адсорбция посторонних веществ может искажать результаты титрования. Объяснить, почему.

---

---

---

---

---

Для уменьшения адсорбции используют приемы:

---

---

---

---

---

---

---

---

**Лабораторная работа 18**  
**Аргентометрия. Роданометрия.**  
**Определение брома в бромиде калия**

**РЕАКТИВЫ**

Рабочий раствор 1 – 0,05 Н раствор  $\text{AgNO}_3$  ( $V = 200$  мл).

Установочное вещество 1 –  $\text{KCl}$

Стандартный раствор 1 – 0,05 Н раствор  $\text{KCl}$

Индикатор-реагент 1 –  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  (5 %-ный раствор)

Рабочий раствор 2 – 0,05 Н раствор  $\text{KCNS}$  ( $V = 250$  мл).

Установочное вещество 2 –  $\text{AgNO}_3$

Стандартный раствор 2 – 0,05 Н раствор  $\text{AgNO}_3$

Индикатор-реагент 2 – железоммонийные квасцы (насыщенный раствор)

Исследуемый раствор – 0,05 Н раствор  $\text{KBr}$  ( $V = 100$  мл)

Универсальная индикаторная бумага

### 1. Приготовление 0,05 Н раствора AgNO<sub>3</sub>

Сделать необходимые расчеты для взятия навески:

$C_N(\text{AgNO}_3) = 0,05$ моль/л	
$V(\text{р-ра AgNO}_3) = 200$ мл	
$m(\text{AgNO}_3) = ?$	

Приготовить раствор из грубой навески.

Почему не готовится раствор из точной навески?

### 2. Приготовление 0,05 Н стандартного раствора KCl

Сделать необходимые расчеты для взятия навески:

$C_N(\dots \text{KCl}) = 0,05$ моль/л	
$V(\text{р-ра KCl}) = 500$ мл	
$m(\text{KCl}) = ?$	

Приготовить стандартный раствор из точной навески.

$m(\text{пустого тигля}) =$	г,	$m(\text{тигля с навеской}) =$	г,
$m(\text{навески}) =$	г		

Рассчитать точную концентрацию приготовленного титрованного раствора.

$m(\text{KCl}) =$	г	
$V(\text{р-ра KCl}) = 500$ мл		
$C_N(\dots \text{KCl}) = ?$		

|| Приготовление титрованного раствора хлорида калия из фиксанала.

|| Готовят дежурные в мерной колбе объемом \_\_\_\_\_ л.

### 3. Приготовление 0,05 Н раствора титранта KCNS

Сделать необходимые расчеты для взятия навески:

$C_N(\dots \text{KCNS}) = 0,05$ моль/л	
$V(\text{р-ра KCNS}) = 250$ мл	
$m(\text{KCNS}) = ?$	

Приготовить раствор из грубой навески.

### 4. Приготовление исследуемого раствора KBr

Сделать необходимые расчеты для взятия навески:

$C_N(\dots \text{KBr}) = 0,05$ моль/л	
$V(\text{р-ра KBr}) = 100$ мл	
$m(\text{KBr}) = ?$	

Приготовить раствор.

$m(\text{пустого тигля № } \quad ) =$	г,	$m(\text{тигля с навеской}) =$	г,
$m(\text{навески}) =$	г		

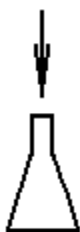


Рис. 20  
Схема титрования

### 5. Стандартизация раствора титранта $\text{AgNO}_3$ по раствору KCl

Закончить схему титрования (см. рис. 20).

Переход окраски при титровании: \_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

Уравнения реакций в молекулярной и ионной формах:

---

---

---

---

---

---

---

---

Привести значения ПР осадков. Объяснить, почему более растворимый осадок выпадает первым?

---



---



---



---

Заполнить бюретку раствором титранта (\_\_\_\_\_).

В коническую колбу для титрования мерной пипеткой внести аликвоту (**10 мл**) стандартного раствора KCl, прибавить **0,5 мл** 5 %-го раствора K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>.

Среда в растворе должна быть \_\_\_\_\_.

Определить значение pH среды в растворе (pH = \_\_\_\_\_).

С помощью буферной смеси (какой? \_\_\_\_\_) скорректировать, если необходимо, характер среды.

Оттитровать раствором нитрата серебра не менее трех раз.

Титрование следует закончить, когда желтый цвет жидкости со взмученным осадком приобретет от одной капли титранта красноватый оттенок.

V<sub>1</sub> =            мл,            V<sub>2</sub> =            мл,            V<sub>3</sub> =            мл,            V<sub>4</sub> =            мл.

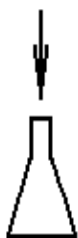
V<sub>CP</sub> = \_\_\_\_\_

Вычислить точную концентрацию раствора титранта:

C <sub>N</sub> (... KCl) =            моль/л	_____
V(p-ра KCl) = 10 мл	_____
V <sub>CP</sub> (p-ра AgNO <sub>3</sub> ) =            мл	_____
C <sub>N</sub> (... AgNO <sub>3</sub> ) = ?	_____

Какой вариант титрования использовался в данном определении? \_\_\_\_\_

Какой ученый предложил данный способ титрования? \_\_\_\_\_



### 6. Стандартизация раствора титранта KCNS по раствору AgNO<sub>3</sub>

Закончить схему титрования (см. рис. 21).

Переход окраски при титровании: \_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_.

Рис. 21

Схема титрования

Уравнения реакций в молекулярной и ионной формах:

---

---

---

---

---

Привести значения ПР осадков.

---

Заполнить бюретку раствором титранта (\_\_\_\_\_).

В коническую колбу для титрования из бюретки прилить **10 мл** раствора  $\text{AgNO}_3$ , прибавить **2 мл** насыщенного раствора квасцов (\_\_\_\_\_) и 2 капли 2 Н азотной кислоты.

Оттитровать раствором роданида калия не менее трех раз.

Титрование следует закончить, когда белый цвет жидкости со взмученным осадком приобретет от одной капли титранта красноватый оттенок.

$V_1 =$       мл,       $V_2 =$       мл,       $V_3 =$       мл,       $V_4 =$       мл.

$V_{\text{CP}} =$

---

Вычислить точную концентрацию раствора титранта  $\text{KCNS}$ :

$C_{\text{N}}(\dots \text{AgNO}_3) =$       моль/л

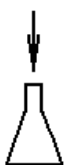
$V(\text{p-ра } \text{AgNO}_3) = 10$  мл

$V_{\text{CP}}(\text{p-ра } \text{KCNS}) =$       мл

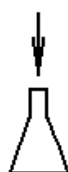
$C_{\text{N}}(\dots \text{KCNS}) = ?$


### 7. Определение брома в бромиде калия

I



II



Закончить схему титрования(см. рис. 22).

Переход окраски при титровании:

---

---

Рис. 22

Схема титрования

В коническую колбу для титрования мерной пипеткой внести аликвоту (**10 мл**) стандартного раствора  $KBr$ , прилить из бюретки **I** избыток (15 мл) титрованного раствора  $AgNO_3$ .

Затем, не отфильтровывая осадок, прилить 2 мл насыщенного раствора квасцов.

Оттитровать непрореагировавшее количество нитрата серебра раствором роданида калия не менее трех раз.

Титрование следует закончить, когда белый цвет жидкости со взмученным осадком приобретет от одной капли титранта красноватый оттенок.

$V_1 =$             мл,                     $V_2 =$             мл,                     $V_3 =$             мл,                     $V_4 =$             мл.

$V_{CP} =$  \_\_\_\_\_

Вычислить точную концентрацию раствора  $KBr$ :

$V(p\text{-ра } KBr) = 10$ мл	_____
$V(p\text{-ра } AgNO_3) = 15$ мл	_____
$C_N(\dots AgNO_3) =$ моль/л	_____
$V_{CP}(p\text{-ра } KCNS) =$ мл	_____
$C_N(\dots KCNS) =$ моль/л	_____
$C_N(\dots KBr) = ?$	_____

Какой вариант титрования использовался в данном определении? \_\_\_\_\_

Какой ученый предложил данный способ титрования? \_\_\_\_\_

### 8. Расчет погрешности определения

Рассчитать теоретическую и практическую массовую долю  $Br^-$  во взятом образце. Определить относительную ошибку опыта.

\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_



### 9. Статистическая обработка результатов анализа

Рассчитать доверительный интервал определения в таблице 10, используя результаты, полученные всеми студентами подгруппы.

Таблица 10

Данные определения массовой доли в % брома в бромиде калия

№ ОПРЕД	Ф.И.О.	$x_i$ (%)	$x_i - \bar{x}$ с учетом подозритель- ных результатов	$(x_i - \bar{x})^2$ с учетом подозри- тельных результатов	$x_i - \bar{x}$	$(x_i - \bar{x})^2$
1						
2						
3						
4						
5						
6						
7						
8						
9						
10						
11						
12						
13						
14						
15						
с учетом подозри- тельных результатов		$\bar{x} =$		$\Sigma =$		
без учета подозри- тельных результатов		$\bar{x} =$				$\Sigma =$

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

## ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

В основе гравиметрического анализа лежит закон постоянства состава.

Гравиметрический анализ состоит в определении массы и содержания какого-либо элемента или химического соединения, находящегося в испытуемой пробе, в процентах.

### Лабораторная работа 19 Определение бария в хлориде бария

#### РЕАКТИВЫ И ОБОРУДОВАНИЕ

$\text{BaCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$  (кристаллический)

$\text{H}_2\text{SO}_4$  (концентрированная)

$\text{H}_2\text{SO}_4$  2 Н

$\text{NH}_4\text{NO}_3$  33 %-ый

$\text{AgNO}_3$

Фарфоровый тигель № 3 с крышкой № \_\_\_\_\_

Технохимические весы

Аналитические весы № \_\_\_\_\_

Эксикатор № \_\_\_\_\_

Стекланный цилиндр для измерения плотности

Набор ареометров

Мерные пипетки на 1 мл, 10 мл

Дозатор

Химический стакан на 300 мл (2 шт.)

Химический стакан на 100 мл (2 шт.)

Беззольные фильтры

Стекланная палочка с резиновым наконечником

Сушильный шкаф

Муфельная печь, муфельные щипцы

#### ХОД РАБОТЫ

##### 1. Выполнение необходимых расчетов

*Анализ реакции*

Уравнение:

---

Осаждаемая форма –

Гравиметрическая (весовая) форма –

---

Обосновать возможность использования сульфата бария в качестве гравиметрической формы.

---

---

---

---

Почему в качестве осадителя используют серную кислоту, а не ее соли?

---

---

*Расчет навески образца*

При расчете учитывается структура образующейся осаждаемой формы и оптимальная масса гравиметрической формы.

Структура осадка –

---

Масса гравиметрической формы:

---

$m(\text{BaSO}_4)_{\text{MIN}} =$  \_\_\_\_\_ г,                       $m(\text{BaSO}_4)_{\text{MAX}} =$  \_\_\_\_\_ г

---

$m(\text{BaCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O})_{\text{MIN}}$

---

$m(\text{BaCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O})_{\text{MAX}}$

---

*Расчет количества осадителя*

Расчет ведется с учетом избытка осадителя, который определяется его природой.

Природа осадителя (летучесть) –

---

Избыток –

---

Почему осадитель берут в избытке? \_\_\_\_\_

---

Определить плотность имеющейся в лаборатории серной кислоты по ареометру.

По справочнику найти соответствующее значение массовой доли или молярной концентрации серной кислоты.

$\rho =$  \_\_\_\_\_ г/мл,                       $\omega =$  \_\_\_\_\_ %,                       $C_M =$  \_\_\_\_\_ моль/л

---

По максимальной или минимальной массе навески ведется расчет? \_\_\_\_\_

---

Почему нельзя брать слишком большой избыток осадителя? \_\_\_\_\_

---

---

---

---

Рассчитать объем раствора серной кислоты, необходимый для приготовления осадителя.

---

---

---

*Расчет объема воды для растворения навески*

Принято считать осаждение практически полным, когда количество осаждаемой формы в растворе не превышает ошибку взвешивания ( $10^{-4}$  г). А значит, потеря за счет растворения осаждаемой формы не должна превышать  $2 \cdot 10^{-4}$  г.

$PP(\text{BaSO}_4) =$

---

$C_M(\text{BaSO}_4) = S(\text{BaSO}_4) =$

---

$V(\text{H}_2\text{O}) = V(\text{p-ра}) =$

---

Рассчитанный объем воды делят на растворение навески ( $\approx 2/3$  объема) и разведение осадителя ( $\approx 1/3$ ).

При этом учитывают воду, уже имеющуюся в концентрированном растворе осадителя. Таким образом, общий объем готового осадителя не должен превышать рассчитанный.

Объем воды на растворение навески –

---

Объем готового осадителя –

---

## 2. Взятие навески

Взвесить на аналитических весах вымытый и высушенный до постоянной массы тигель, записать показания весов.

Вычисленную навеску хлорида бария взвесить на теххимических весах, перенести во взвешенный тигель, определить точную массу навески на аналитических весах.

$m(\text{пустого тигля № } \quad ) =$  \_\_\_\_\_ г

---

$m(\text{тигля с навеской}) =$  \_\_\_\_\_ г,

---

$m(\text{навески}) =$  \_\_\_\_\_ г

---

## 3. Переведение навески вещества в раствор

Мерным цилиндром отмерить рассчитанный на растворение навески объем дистиллированной воды (\_\_\_\_\_ мл), перенести ее в пустую промывалку.

Количественно перенести взятую навеску в химический стакан на 300 мл. Для этого пересыпать соль в стакан, а оставшиеся крупинки на стенках тигля смыть туда же дистиллированной водой из промывалки.

Остатки отмеренного объема воды долить в стакан с растворенной навеской.

Перемешивать стеклянной палочкой до полного растворения навески.

К полученному раствору добавить 3-5 мл 2 Н раствора соляной кислоты. Повышение концентрации  $H^+$  приводит к возрастанию растворимости осадка за счет \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_. В результате тормозится первая стадия процесса кристаллизации, и осадок выпадает в виде более крупных кристаллов.

#### 4. Приготовление раствора осадителя

В чистый химический стакан налить вычисленный для приготовления осадителя объем воды (\_\_\_\_\_мл). Внести в воду с помощью пипетки рассчитанное количество серной кислоты, перемешать.

#### 5. Получение осаждаемой формы

Стаканы с растворами навески и осадителя нагреть примерно до  $70^{\circ}C$  (до появления пузырьков на дне стакана). Кипения не допускать!

Медленно, по каплям приливать горячий раствор осадителя к раствору хлорида бария, постоянно перемешивая смесь стеклянной палочкой. Палочку из раствора не вынимать.

Дать осадку отстояться.

В отстоявшейся жидкости проверить полноту осаждения бария: по стенке стакана прилить несколько капель 1 М раствора  $H_2SO_4$ , не взмучивая осадок. Осаждение полное, если не появилось помутнение.

Когда весь раствор осадителя будет прилит, стакан закрыть подписанным влажным фильтром, не вынимая из него палочки. Фильтр обжать руками.

В таком виде смесь оставить на созревание до следующего занятия.

Какие процессы происходят с осадком во время созревания?

---

---

#### 6. Фильтрование и промывание осадка

В двух стаканах готовят промывные жидкости для осадка.

*Жидкость 1:* примерно 2 мл 2 Н  $H_2SO_4$  растворяют в 100 мл воды.

Почему для промывания осадка сульфата бария используют разбавленный раствор серной кислоты, а не дистиллированную воду?

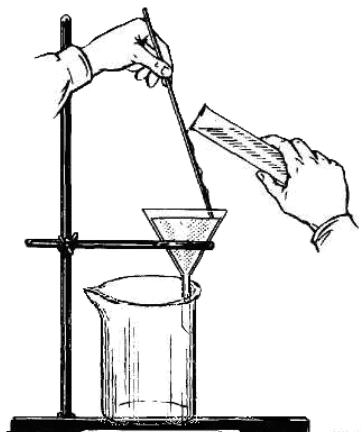
---

---

*Жидкость 2:* примерно 1,5 мл 33 %-го раствора нитрата аммония растворяют в 50 мл воды.

Полученный раствор используется для отмывания осадка от хлорид-ионов и для контроля чистоты осадка.

Для фильтрования осадка используют беззольный фильтр «синяя лента». Если содержание золы фильтра больше 0,0001 г (указано на упаковке фильтров), то в последующем из полученной массы сухого осадка необходимо вычесть массу золы фильтра.



**Рис. 23**  
**Техника**  
**фильтрования**

Сначала по каплям пропускают через фильтр отстоявшуюся часть жидкости, не взмучивая осадок (см. рис. 23).

Затем промывают осадок небольшими порциями (~ 10 мл) промывной жидкости 1. Дают отстояться и по каплям пропускают через фильтр отстоявшуюся часть жидкости, не взмучивая осадок. Операцию повторяют 2-3 раза.

Новыми порциями промывной жидкости количественно переносят осадок на фильтр. Когда весь осадок окажется перенесенным на фильтр, стакан протирают небольшим кусочком фильтровальной бумаги (смоченной промывной жидкостью), используя стеклянную палочку с резиновым наконечником. Вынутый из стакана кусочек фильтра кладут в основной фильтр к осадку.

Перенесенный на фильтр осадок промывают жидкостью 2 до отрицательной реакции на хлорид-анионы в промывных водах. Для контроля 1-2 капли фильтрата из воронки переносят в чистую пробирку, добавляют 1 каплю \_\_\_\_\_. Осадок отмыт от хлорид-ионов, если отсутствует аналитический сигнал \_\_\_\_\_. Используют реакцию:

## **7. Высушивание и прокаливание осадка. Получение гравиметрической формы и ее взвешивание**

Воронку вместе с осадком покрывают подписанным листком фильтровальной бумаги, обжимают края фильтра влажными руками и помещают в сушильный шкаф для высушивания. Высушивание производят до полувлажного состояния, так как сухой фильтр ломается при сворачивании.

После подсушивания фильтр вынимают из воронки, сворачивают и помещают в прокаленный и взвешенный тигель.

При помощи тигельных щипцов тигель помещают в муфельную печь и прокаливают при температуре 600-800°C в течение 40-45 минут.

После прокаливания при помощи тигельных щипцов тигель ставят в эксикатор и по охлаждению взвешивают.

Прокаливание осадка и его взвешивание повторяют до постоянной массы (допустимая разница между следующими друг за другом показаниями весов не более 0,0002 г).

$m(\text{тигля с осадком после прокаливания}) =$  \_\_\_\_\_ г



## Данные определения массовой доли в % бария в кристаллогидрате хлорида бария

№ ОПРЕД	Ф.И.О.	$\omega_i$ (моль/л)	$\omega_i - \bar{\omega}$ с учетом подоз- рительных результатов	$(\omega_i - \bar{\omega})^2$ с учетом подоз- рительных результатов	$\omega_i - \bar{\omega}$ без учета подо- зрительных результатов	$(\omega_i - \bar{\omega})^2$ без учета подо- зрительных результатов
1						
2						
3						
4						
5						
6						
7						
8						
9						
10						
11						
12						
13						
14						
15						
с учетом подозритель- ных результатов		$\bar{\omega} =$		$\Sigma =$		
без учета подозри- тельных результатов		$\bar{\omega} =$				$\Sigma =$



## ВОПРОСЫ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ ПОДГОТОВКИ

### Основы качественного анализа

1. Классификация методов анализа.
2. Характеристика аналитических реакций. Чувствительность аналитических реакций.
3. Анализ мокрым и сухим путем. Микрористаллоскопический анализ. Капельный анализ. Макро-, полумикро-, микро- и ультрамикроанализ.
4. Систематический и дробный анализ смесей ионов.
5. Составление схем качественного анализа для предложенных смесей веществ.

### Основы титриметрического анализа

1. Титриметрический анализ, обоснование, сущность.
2. Требования к реакциям, применяемым в титриметрическом анализе.
3. Основные понятия титриметрии: титрование, титрованный раствор, точка эквивалентности, конечная точка титрования, индикатор, аликвота.
4. Способы фиксирования конечной точки титрования.
5. Химические индикаторы, их классификация.
6. Классификация титриметрических методов:
  - а) по типу химической реакции (кислотно-основный, окислительно-восстановительный, осадительный, комплексометрический);
  - б) по приему (варианту) титрования (прямой, обратный, заместительный, реверсивный);
  - в) по способу титрования (отдельных навесок и пипетирования).
7. Способы приготовления титрованных растворов. Расчёт массы навески вещества для приготовления раствора:
  - а) по точной навеске (стандартные растворы);
  - б) по приблизительной навеске (стандартизованные растворы);
  - в) из фиксаля;
  - г) из растворов известной концентрации.
8. Стандартные (исходные и установочные) вещества. Требования к ним. Примеры.
9. Способы выражения концентрации титрантов, связь между ними:
  - а) молярная концентрация ( $C_M$ );
  - б) молярная концентрация эквивалента ( $C_N$ );
  - в) титр (по рабочему веществу, по определяемому веществу, титриметрический фактор пересчёта);
  - г) поправочный коэффициент, его сущность и значение.
10. Закон эквивалентов и его математическое выражение.

## Теория и практика методов гравиметрии

1. Обоснование и сущность гравиметрического анализа.
2. Классификация методов гравиметрического анализа.
3. Осаждаемая и гравиметрическая формы. Требования, предъявляемые к ним.
4. Теория кристаллизации. Условия образования кристаллических аморфных осадков.
5. Строение коллоидных частиц. Коагуляция. Пептизация.
6. Факторы, влияющие на полноту осаждения: концентрация ионов водорода, температура, комплексообразование, одноимённые ионы, сильные электролиты (не имеющие одноименных осадку ионов), солевой эффект.
7. Соосаждение, окклюзия, адсорбция. Роль соосаждения в гравиметрии. Способы уменьшения соосаждения.
8. Созревание и старение осадка. Значение их в гравиметрии.
9. Фильтрование осадка. Выбор воронки, фильтра. Техника фильтрования.
10. Способы промывания осадка. Промывные жидкости и их значение.
11. Высушивание осадков. Озоление осадков (с фильтром и без). Прокаливание.
12. Дать понятие аналитического множителя. Вычислить аналитический множитель для определения S в  $\text{BaSO}_4$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  в  $\text{FePO}_4$ , Cl в  $\text{AgCl}$ , Fe в  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .
13. Возможности, достоинства и недостатки гравиметрического метода.
14. Математическая обработка результатов количественного определения.

## ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ ПОДГОТОВКИ

### Чувствительность аналитических реакций. Способы выражения состава растворов

#### **Вариант 1**

1. Открываемый минимум ионов  $\text{Ag}^+$  соляной кислотой равен 0,1 мкг. Предельное разбавление раствора равно 10 000 мл/г. Вычислить минимальный объем исследуемого раствора.
2. В мерной колбе в 1 л растворили навеску 1,57 г  $\text{AgNO}_3$ . Найдено, что при разбавлении этого раствора в 25 раз удается реакция на ион  $\text{Ag}^+$  с хроматом калия. При более сильном разбавлении реакция становится ненадежной. Определить открываемый минимум и предельное разбавление для этой реакции, если она получается с каплей раствора объемом 0,02 мл.
3. Какой объем воды надо прибавить к 50 г 30%-ного раствора азотной кислоты, чтобы получить 10%-ный раствор  $\text{HNO}_3$ ?
4. Рассчитать, сколько миллилитров 30%-ного раствора соляной кислоты плотностью 1,15 г/мл, необходимо для приготовления 2 л 0,2 М раствора.
5. Слили 200 мл 10%-ного раствора  $\text{HCl}$  (плотностью 1,05 г/мл) и 300 мл 30%-ного раствора  $\text{HCl}$  (плотностью 1,15 г/мл). Какова массовая доля (в %)  $\text{HCl}$  в полученном растворе?
6. Рассчитать титр и нормальную концентрацию раствора соли, если в 250 мл воды растворили 5,3 г безводной  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .
7. Сколько воды необходимо прибавить к 2 л 0,5 М раствора  $\text{HCl}$ , чтобы получить 0,4М раствор?
8. Вычислить титр раствора серной кислоты, если для 0,01Н раствора  $K = 0,9123$ .
9. Сколько мл 30%-ного раствора соляной кислоты ( $\rho = 1,15$  г/мл) необходимо взять для приготовления 5 л  $\sim 0,1$  М раствора?

#### **Вариант 2**

1. Открываемый минимум ионов  $\text{Cu}^{2+}$  в растворе объемом 0,05 мл составляет 0,2 мкг. Вычислить предельное разбавление раствора.
2. В 1 л воды растворили 1,7 г  $\text{CdCl}_2$ . Будет ли наблюдается реакция на ион  $\text{Cd}^{2+}$  с уротропином в присутствии роданида аммония, если предельная концентрация составляет 1 : 1000 г/мл? Ответ подтвердить расчетом.
3. К 200 г 20%-ного раствора  $\text{HCl}$  добавили 100 мл воды. Какова массовая доля (в %)  $\text{HCl}$  в полученном растворе?
4. Сколько миллилитров 62%-ного раствора серной кислоты плотностью 1,52 г/мл следует взять для приготовления 1 л 10%-ного раствора плотностью 1,07 г/мл?
5. Сколько мл 0,1000 Н раствора соляной кислоты можно приготовить из 200 мл 20%-ного раствора  $\text{H}_2\text{SO}_4$  плотностью 1,145 г/мл?
6. Каков титр 0,1 М раствора  $\text{NaOH}$ ?

7. Найти титр раствора хлорида натрия, если навеску 3,2816 г растворили в мерной колбе на 1 000 мл и раствор довели до метки.
8. К 550,0 мл 0,1925 М раствора HCl прибавили 50 мл раствора HCl с титром 0,02370 г/мл. Вычислить нормальную концентрацию и титр полученного раствора.
9. Вычислить титр гидроксида калия, если для 0,05 М раствора его  $K = 0,8549$ .

### **Вариант 3**

1. Открываемый минимум реакции  $Ni^{2+}$  с диметилглиоксимом равен 0,16 мкг, предельное разбавление составляет 300 000 мл/г. Вычислить минимальный объем.
2. Для определения чувствительности реакции на ион  $Pb^{2+}$  с иодидом калия приготовлен раствор  $Pb(NO_3)_2$ , содержащий 1 г  $Pb^{2+}$  в 1 л. Было найдено, что при разбавлении этого раствора в 14 раз реакция удаётся. Определить открываемый минимум и предельное разбавление для этой реакции при условии, что она удаётся с каплей раствора объемом  $9,8 \cdot 10^{-4}$  мл.
3. Сколько граммов 80 %-ной и 20 %-ной фосфорной кислоты следует взять для приготовления 3 000 г 50 %-ного раствора?
4. Сколько миллилитров 20 %-ного раствора соляной кислоты (плотностью 1,1 г/мл) надо взять для приготовления 10 л 5 %-ного раствора плотностью 1,025 г/мл?
5. Сколько мл 1 М раствора  $Na_2CO_3$  надо взять для приготовления 2 л 0,25 Н раствора?
6. Сколько граммов дихромата калия надо взять для приготовления 200 мл раствора, имеющего титр 0,004904 г/мл, если этот раствор используют как окислитель.
7. Навеску щавелевой кислоты  $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$  в 0,8615 г растворили в мерной колбе на 250 мл. Какова нормальная концентрация раствора?
8. Сколько мл дымящей соляной кислоты ( $\rho = 1,19$  г/мл), содержащей 38,32% HCl, следует разбавить до 1 500 мл, чтобы получить 0,2000 М раствор?
9. Нормальная концентрация раствора КОН равна 0,09617 моль/л. Рассчитать  $T_{кон}$  и  $T_{кон/HCl}$ .

## **Закон действующих масс и электролитическая диссоциация.**

### **Кислотно-основное титрование**

#### **Вариант 1**

1. Концентрация ионов водорода  $[H^+]$  и ацетат-ионов  $[CH_3COO^-]$  равна 0,00132 моль/л. Вычислить константу ионизации, если раствор 0,1 М.
2. Вычислить ионную силу и активность иона хлора  $\alpha_{Cl^-}$  в 0,1 М растворе хлорида натрия NaCl.
3. Определить активность иона натрия и сульфат-иона в растворе, взяв условия предыдущей задачи.
4. Вычислить константу и степень гидролиза соли ацетата калия  $CH_3COOK$ , если в 1 л раствора содержится 11,76 г этой соли.
5. Вычислить константу, степень гидролиза  $h_{гидр}$  соли и pH раствора при гидролизе (по первой ступени), если в 250 мл этого раствора содержится 2,88 г карбоната аммония  $(NH_4)_2CO_3$  при 20°C.

6. Какова нормальная концентрация раствора буры  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ , если навеску её в 2,6113 г растворили в 200 мл дистиллированной воды?

7. Для установки титра  $\text{HCl}$  навеска безводной соды 2,6030 г растворена в мерной колбе на 250 мл. На титрование 25,0 мл полученного раствора расходуется 26,18 мл  $\text{HCl}$ . Определить  $C_N(\text{HCl})$ ,  $T_{\text{кон/НСI}}$ .

8. Рассчитать индикаторную ошибку титрования 0,1 М раствора  $\text{HCl}$  0,1 М раствором  $\text{NaOH}$  с фенолфталеином ( $pT = 9$ ).

### **Вариант 2**

1. Степень ионизации ( $\alpha_{\text{ион}}$ ) 0,14 М раствора муравьиной кислоты  $\text{HCOOH}$  равна 4,24 %. Вычислить константу ионизации этой кислоты.

2. Вычислить ионную силу и активную концентрацию катиона алюминия в 0,005 М растворе хлорида алюминия  $\text{AlCl}_3$ .

3. Рассчитать коэффициент активности и активность иона хлора в 0,015 М растворе хлорида цинка  $\text{ZnCl}_2$ .

4. Определить степень гидролиза раствора соли хлорида аммония и  $pH$  его, если в 1 л растворили 10,7 г ее.

5. Определить  $K_{\text{гидр}}$ ,  $h_{\text{гидр}}$  соли ацетата свинца  $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$  в ее растворе (по первой ступени), если константа ионизации  $\text{Pb}(\text{OH})_2$  равна  $4,8 \cdot 10^{-11}$ .

6. Вычислить нормальную концентрацию раствора серной кислоты, титр которого равен 0,01223 г/мл.

7. Навеску  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  в 0,6000 г растворили в мерной колбе ёмкостью 100,0 мл. На титрование 20,0 мл полученного раствора израсходовали 18,34 мл раствора  $\text{NaOH}$ . Вычислить нормальную концентрацию раствора  $\text{NaOH}$  и его титр по  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ .

8. Можно ли оттитровать 0,1 М раствор аммиака 0,1 М раствором  $\text{HCl}$  с фенолфталеином ( $pT=9$ )?

### **Вариант 3**

1. Определить константу ионизации уксусной кислоты  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , если степень ионизации ее в 0,2 М растворе равна 0,932%.

2. Определить ионную силу раствора, содержащего в 1 л 0,01 моль  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  и 0,01 моль  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ .

3. Какова активность ионов кальция  $\alpha_{\text{Ca}^{2+}}$  и хлора  $\alpha_{\text{Cl}^-}$  в  $10^{-4}$  М растворе хлорида кальция  $\text{CaCl}_2$ , к которому добавлено столько ацетата калия, чтобы ионная сила раствора была равна 0,2?

4. Рассчитать константу гидролиза и степень гидролиза соли  $\text{HCOONH}_4$ , а также  $pH$  0,1 М раствора ее.

5. Определить  $h_{\text{гидр}}$  и  $pOH$  0,012 М раствора хлорида марганца  $\text{MnCl}_2$  (по первой ступени).

6. Какова нормальная концентрация раствора соляной кислоты, если на титрование 0,1946 г химически чистой  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  идёт 20,45 мл этого раствора?

7. Навеску буры  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$  в 6,2270 г растворили в мерной колбе на 250,0 мл. На 25,00 мл полученного раствора расходуется 24,17 мл  $\text{HCl}$ . Вычислить нормальную концентрацию раствора  $\text{HCl}$ .

8. С каким индикатором можно оттитровать раствор уксусной кислоты, чтобы кислотная ошибка не превышала 0,1 %?

### Равновесие в растворах комплексных соединений.

#### Комплексонометрия

##### *Вариант 1*

1. Сколько молей KCN надо внести в 1 л  $1 \cdot 10^{-3}$  М нитрата кадмия, чтобы снизить концентрацию ионов  $\text{Cd}^{2+}$  до  $1 \cdot 10^{-8}$  моль/л?

2. Образуется ли осадок сульфида кадмия, если к 0,1 М раствору соли состава  $[\text{Cd}(\text{NH}_3)_4]\text{Cl}_2$  добавили равный объем 0,1 М раствора сульфида натрия?

3. Для установки титра рабочего раствора трилона Б взято 1,3250 г высушенного карбоната кальция и растворено в мерной колбе ёмкостью 250 мл. На титрование 25 мл этого раствора расходуется 26,47 мл раствора трилона Б. Определить титр по кальцию и нормальность раствора трилона Б.

4. Рассчитать концентрацию магния в воде в ммоль/л, если при титровании 100,0 мл воды трилоном Б с хромогеном черным до синей окраски пошло 19,20 мл 0,1012 Н раствора трилона Б.

##### *Вариант 2*

1. Вычислить концентрацию ионов  $\text{Hg}^{2+}$  в растворе, содержащем в 1 л 0,01 моль  $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$  и 0,08 моль иодида калия.

2. Рассчитайте, образуется ли осадок FeS, если к 0,2 М раствору комплексного соединения состава  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$  добавить равный объем 0,02 М раствора  $\text{Na}_2\text{S}$ .

3. Сколько г трилона Б надо взять для приготовления 2,5 л  $\sim 0,1\text{N}$  раствора.

4. Для определения кальция и магния взято 2,0850 г минерала и растворено в мерной колбе на 250 мл. На титрование 25,00 мл этого раствора израсходовано 11,20 мл 0,0524 Н рабочего раствора трилона Б, а на титрование 100,0 мл (после отделения  $\text{Ca}^{2+}$ ) пошло 21,65 мл. Вычислить массовые доли (в %) кальция и магния в образце.

##### *Вариант 3*

1. Сколько молей аммиака необходимо ввести в 1 л 0,5 М  $\text{AgNO}_3$ , чтобы снизить концентрацию  $\text{Ag}^+$  до  $10^{-5}$  моль/л, если в растворе образуется комплексный ион  $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$ ?

2. Произойдет ли разрушение комплекса, если к 0,2 М раствору соли состава  $\text{Na}[\text{AgS}_2\text{O}_3]$  прилить равный объем 0,2 М раствора иодида калия? Ответ подтвердить расчетом.

3. Рассчитать нормальную концентрацию циркония в растворе, если при титровании 20,00 мл этого раствора с хромогеном черным до синей окраски пошло 10,15 мл 0,100 Н раствора трилона Б.

4. Для определения кальция и магния взято 2,0850 г минерала и растворено в мерной колбе на 250 мл. На титрование 25,00 мл этого раствора израсходовано 11,20 мл 0,0524 Н рабочего раствора трилона Б, а на титрование 100,0 мл (после отделения  $\text{Ca}^{2+}$ ) пошло 21,65 мл. Вычислить массовые доли (в %) кальция и магния в образце.

## Равновесие в гетерогенных системах. Осадительное титрование

### Вариант 1

1. Растворимость  $\text{AgI}$  при  $t = 25^\circ\text{C}$  равна 2,865 г/л. Вычислить произведение растворимости  $\text{AgI}$ .
2. Во сколько раз растворимость  $\text{CaC}_2\text{O}_4$  в 0,01 М растворе  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$  меньше растворимости его в чистой воде с учетом и без учета коэффициента активности?
3. Во сколько раз уменьшится концентрация ионов  $\text{Ag}^+$ , если: а) к 0,005 Н раствору  $\text{AgNO}_3$  добавить эквивалентное количество  $\text{HCl}$  и б) к тому же раствору  $\text{AgNO}_3$  добавить 10 %-ный избыток  $\text{HCl}$ ?
4. Сколько граммов  $\text{BaSO}_4$  остается в 200 мл раствора при осаждении бария эквивалентным количеством  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ? Можно ли считать осаждение в этих условиях полным?
5. Во сколько раз растворимость оксалата кальция в 0,01 М растворе оксалата аммония меньше по сравнению с растворимостью в чистой воде?
6. К раствору, содержащему ионы  $\text{Cl}^-$  и  $\text{CrO}_4^{2-}$ , концентрация которых равна 0,1 моль/л, прибавили по каплям раствор нитрата серебра. Найти: а) при какой наименьшей концентрации ионов  $\text{Cl}^-$  в растворе начнется выпадение  $\text{Ag}_2\text{CrO}_4$ ; б) сколько граммов хлора будет при этом в растворе.
7. Сколько мл 0,0500 Н  $\text{AgNO}_3$  пойдет на титрование 20,00 мл раствора, полученного растворением 0,1052 г  $\text{NaCl}$  в воде?
8. Навеска хлорида в 1,4790 г растворена в мерной колбе на 250 мл. 25 мл полученного раствора обработаны 50 мл раствора  $\text{AgNO}_3$  ( $K = 0,9580$  к 0,1 Н). На титрование избытка серебра расходуется 25,50 мл раствора  $\text{NH}_4\text{SCN}$  ( $K = 1,1200$  к 0,1 Н). Вычислить процент по массе хлора в хлориде.

### Вариант 2

1. Растворимость  $\text{Ag}_2\text{CrO}_4$  при  $t = 25^\circ\text{C}$  равна  $1,31 \cdot 10^{-4}$  моль/л. Вычислить произведение растворимости хромата серебра.
2. Растворимость  $\text{CaSO}_4$  равна 2 г/л. Насыщенный раствор сульфата кальция смешивают с равным объемом раствора оксалата аммония, содержащего 0,0248 г  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$  в 1 л. Вычислить произведения концентраций  $\text{Ca}^{2+}$  и  $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$  в момент смешивания растворов и решить будет ли выпадать осадок  $\text{CaC}_2\text{O}_4$ .
3. Сколько миллиграммов  $\text{MgNH}_4\text{PO}_4$  растворится в 250 мл раствора, содержащего: а) 0,05 моль/л ионов магния; б) 0,25 моль/л ионов аммония?
4. Для осаждения серебра из 100 мл раствора содержащего 0,3398 г  $\text{AgNO}_3$ , израсходовано 17 мл 0,1 М раствора  $\text{HCl}$ . Вычислить количество серебра (в молях), оставшегося неосажденным.
5. Как изменится растворимость сульфата бария в 0,01 М растворе сульфата калия по сравнению с растворимостью в чистой воде?
6. Вычислить, при каких отношениях концентраций сульфат- и оксалат-ионов возможно превращение оксалата стронция в сульфат стронция.
7. Из навески  $\text{NaCl}$  приготовлен раствор в колбе на 500 мл. К 25 мл раствора прилито 50,00 мл 0,1 Н  $\text{AgNO}_3$ . На титрование избытка  $\text{AgNO}_3$  израсходовано 25 мл 0,1Н  $\text{NH}_4\text{SCN}$ . Какая была взята навеска  $\text{NaCl}$ ?

8. Навеска серебряного сплава в 1,7450 г растворена в азотной кислоте, раствор разбавлен водой в мерной колбе ёмкостью 200 мл. На титрование 10,00 мл полученного раствора расходуется 11,75 мл раствора  $\text{NH}_4\text{SCN}$  ( $K = 0,9344$  к  $0,05$  Н). Сколько % серебра содержит сплав?

### **Вариант 3**

1. По растворимости  $\text{PbSO}_4$  и  $\text{PbI}_2$ , равной соответственно 0,045 и 0,300 г/л, вычислить произведение растворимости этих солей.

2. Во сколько раз растворимость  $\text{CaC}_2\text{O}_4$  в 0,01 М растворе  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$  меньше растворимости его в чистой воде с учетом и без учета коэффициента активности?

3.  $\text{IP}_a(\text{BaC}_2\text{O}_4) = 1,2 \cdot 10^{-10}$  (произведение активности). Вычислить растворимость с учетом коэффициента активности этой соли и концентрацию ионов  $\text{Ba}^{2+}$  в молях на литр раствора.

4. Образуется ли осадок при смешении равных объемов 0,001 Н растворов хлорида стронция и сульфата калия?

5. Рассчитать растворимость хромата бария в воде и в 500 мл раствора, содержащего 0,97 г хромата калия.

6. Возможно ли превращение хромата бария в карбонат при действии на него раствора карбоната натрия? Каковы условия превращения?

7. К раствору 0,2266 г вещества, содержащего хлор, прибавили 30,00 мл 0,1121 Н раствора  $\text{AgNO}_3$ , а затем избыток  $\text{AgNO}_3$  оттитровали 0,50 мл 0,1158 Н раствора  $\text{NH}_4\text{SCN}$ . Рассчитать процент по массе хлора в анализируемом веществе.

8. Навеска  $\text{NaCl}$  в 2,9014 г растворена в мерной колбе ёмкостью 1 000 мл. На 25 мл этого раствора расходуется 25,80 мл раствора  $\text{AgNO}_3$ . Определить нормальность и титр  $\text{AgNO}_3$ .

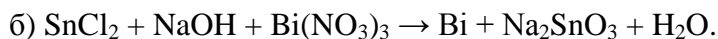
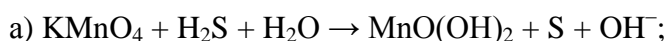
## **Окислительно-восстановительные процессы. Редоксиметрия**

### **Вариант 1**

1. Можно ли сульфат хрома  $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$  окислить азотной кислотой в  $\text{H}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ?

2. Какая будет величина редокс-потенциала в растворе, содержащем пару  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}/2\text{Cr}^{3+}$ , при условии, что  $C_{\text{ОКС}} = 0,22$  моль/л,  $C_{\text{РЕД}} = 0,32$  моль/л и  $C_{\text{HNO}_3} = 0,5$  моль/л?

3. Написать уравнения реакций и подобрать коэффициенты:



4. Вычислить константу равновесия и установить направление реакции, протекающей по уравнению  $2\text{HNO}_2 + 2\text{I}^- + 2\text{H}^+ \rightleftharpoons \text{NO} + \text{I}_2 + \text{H}_2\text{O}$ .

5. Навеску железной проволоки растворили в серной кислоте и восстановили. На титрование всего этого раствора пошло 42,33 мл 0,05795 Н раствора перманганата калия. Определить массу железа в растворе.

6. Для определения титра перманганата калия по хрому взяли 1,00 г стали, содержащей 2,12 % хрома. Стальные стружки растворили в смеси кислот, хром окислили персульфатом аммония, нагрели до прекращения выделения газа. После нагревания прибавили 25,00 мл раствора соли Мора  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ . Избыток этой соли



оттитровали раствором перманганата калия, затратив 10,12 мл этого раствора. Соотношение между перманганатом калия и солью Мора равно 24 : 25. Рассчитать  $T$  ( $\text{KMnO}_4/\text{Cr}$ ).

7. 20 мл 0,1132 Н раствора перманганата калия прилили к раствору иодида калия и серной кислоты. Иод, который выделился, оттитровали 25,85 мл раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ . Определить нормальную концентрацию раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .

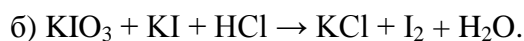
8. Навеску соли свинца поместили в мерную колбу на 250 мл. 25,00 мл этого раствора обработали хроматом калия, осадок отфильтровали, промыли и растворили в хлороводородной кислоте. К раствору добавили иодида калия и выделившийся иод оттитровали, затратив 31,53 мл 0,1002 Н раствора тиосульфата натрия. Определить молярную концентрацию свинца.

### **Вариант 2**

1. Будет ли протекать процесс растворения серебра  $\text{Ag}$  в разбавленной серной кислоте  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ? Дайте объяснение.

2. Вычислить потенциал системы  $\text{AsO}_4^{3-}/\text{AsO}_3^{3-}$  при  $n = 2$ ,  $m = 2$  (используя развернутое уравнение Нернста и подставляя значения в формулу), при  $\text{pH} = 1$  и  $E_0 = 0,559$  В.

3. Написать уравнения реакций и подобрать коэффициенты:



4. Вычислить константу равновесия и установить направление реакции, протекающей по уравнению  $2\text{Cr}^{3+} + 6\text{Fe}^{3+} + 7\text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} + 6\text{Fe}^{2+} + 14\text{H}^+$ .

5. Рассчитать навеску железной руды, которую следует взять для анализа на определение железа, если руда содержит около 50 % железа и на титрование затрачено 20,00 мл 0,1000 Н раствора перманганата калия.

6. Навеску пиролюзита в 0,4200 г растворили в 50,00 мл 0,2000 Н раствора оксалата аммония  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  (подкисленного  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), избыток которого оттитровали 0,1200 Н раствором перманганата калия, затратив 20,60 мл. Определить содержание  $\text{MnO}_2$  в пиролюзите (в % по массе).

7. Сколько мл хлорной воды, содержащей примерно 2 % активного хлора, было взято, если после прибавления  $\text{KI}$  и  $\text{H}_2\text{SO}_4$  выделившийся иод оттитровали 29,86 мл раствора тиосульфата натрия  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , имеющего титр по  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  равный 0,02504 г/мл?

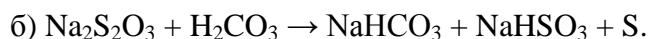
8. Сколько мл пероксида водорода, полученного путём разбавления в 10 раз 3%-ного раствора, нужно взять, чтобы на титрование его после добавления иодида калия и серной кислоты было израсходовано 25,00 мл 0,1500 Н раствора тиосульфата натрия?

### **Вариант 3**

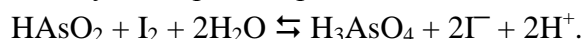
1. Рассчитать редокс-потенциал перманганат-ионов при концентрациях  $[\text{MnO}_4^-] = 0,1$  моль/л,  $[\text{Mn}^{2+}] = 0,01$  моль/л и при  $\text{pH}$  раствора, равном 7.

2. Определить, будет ли протекать редокс-реакция при сливании растворов  $\text{KMnO}_4$  и  $\text{KBr}$ , если  $[\text{MnO}_4^-] = 1$  моль/л,  $[\text{Mn}^{2+}] = 1$  моль/л,  $[\text{H}^+] = 10^{-3}$  моль/л.

3. Написать уравнения реакций и подобрать коэффициенты:



4. Вычислить константу равновесия при рН раствора равном 7,8 и установить, в каком направлении пойдёт следующая редокс-реакция:



5. Вычислить навеску технического сульфита натрия по следующим данным: содержание его в образце 46 %, мерная колба на 250 мл, для титрования взято 25 мл раствора, в бюретку на 50 мл налит 0,05200 Н раствор перманганата калия.

6. Навеску стали в 0,2500 г, содержащую 0,09 % марганца, растворили в смеси кислот ( $\text{H}_3\text{PO}_4$  и  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ). Добавили раствор персульфата аммония и нитрата серебра, прокипятили до прекращения выделения газа. Затем добавили к этому раствору 25 мл 0,1000 Н раствора сульфата железа (II). Избыток железа (II) оттитровали 0,0833 Н раствором перманганата калия. Вычислить сколько мл раствора перманганата калия израсходуется в этом случае.

7. Для анализа отвесили 3,6000 г белильной извести, перенесли в колбу на 200 мл, перемешали и 20,00 мл этой суспензии обработали раствором иодида калия в кислой среде. На титрование выделившегося иода затратили 18,04 мл 0,09800 Н раствора тиосульфата натрия. Определить массовую долю (в %) активного хлора в белильной извести.

8. На титрование сернистого газа, полученного при сжигании нормали (образец стали с определённым содержанием серы), пошло 17 мл раствора иода. Навеска нормали равна 1,0000 г, а содержание серы в ней 0,03 %. Определить массу серы в анализируемой стали, если на титрование пошло 12,06 мл раствора иода, а навеска стали равна 0,9500 г.

### Коллоидные растворы в аналитической химии. Гравиметрия

#### *Вариант 1*

1. Какую навеску купороса  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  требуется взять для определения в нем железа в виде оксида железа  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , считая, что оптимальная масса  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  равна 0,2 г?

2. Сколько миллилитров 0,1 Н раствора  $\text{BaCl}_2$  необходимо взять для осаждения сульфат-ионов  $\text{SO}_4^{2-}$ , если растворено 2 г медного купороса, содержащего 5% примесей?

3. В растворе бромида натрия осадил бром в виде бромида серебра. После высушивания масса осадка была равна 0,2510 г. Вычислить содержание бромида натрия в растворе.

4. Осадок, содержащий  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  и  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , обработали смесью плавиковой и серной кислот для удаления кремнезёма. При этом масса осадка уменьшилась на 0,2607 г. Написать уравнения реакций и вычислить массу кремния в первоначальном осадке.

5. Какова масса железа в образце карбоната железа  $\text{FeCO}_3$  в виде Fe и FeO, если после растворения, окисления, осаждения и прокаливания оно превращено в оксид железа (III)  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  массой 1,0000 г?

#### *Вариант 2*

1. Какую навеску сплава, содержащего около 2 % цинка, нужно взять для определения в нем цинка в виде  $\text{Zn}_2\text{P}_2\text{O}_7$ , учитывая, что осаждаемая форма имеет состав  $\text{ZnNH}_4\text{PO}_4$ ?

2. Сколько мл 0,1 Н раствора соляной кислоты надо взять для осаждения серебра из навески в 0,6 г  $\text{AgNO}_3$ ?

3. В растворе хлорида магния осадил магний в виде  $\text{MgNH}_4\text{PO}_4$ . После прокаливания масса полученного осадка  $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$  была равна 0,1113 г. Написать уравнения реакций и вычислить содержание магния в растворе.

4. Из 2,851 г чугуновых стружек после прокаливания получили 0,0824 г кремнезёма. Вычислить массовую долю (в %) кремния в анализируемом чугуне.

5. Кусочек серебряной монеты массой 0,2000 г после растворения даёт с избытком хлорида натрия осадок хлорида серебра массой 0,2393 г. Какова массовая доля (в %) серебра в монете?

### **Вариант 3**

1. Какую навеску сульфида железа, содержащего около 30 % серы, следует взять для определения в нем серы в виде  $\text{BaSO}_4$ ?

2. Сколько мл 0,5 Н раствора  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$  потребуется для осаждения ионов кальция из раствора, полученного при растворении 0,7 г  $\text{CaCO}_3$ ?

3. В растворе сульфата железа (III) было осаждено железо в виде гидроксида. Масса прокалённого осадка железа (III) оказалась равной 0,3288 г. Написать уравнения реакций и вычислить: а) содержание ионов железа в растворе; б) содержание сульфата железа (III) в растворе.

4. Из навески серебряного сплава в 0,2466 г после соответствующей обработки был получен осадок хлорида серебра массой 0,2675 г. Вычислить массовую долю (в %) серебра в сплаве.

5. Каков состав латуни, содержащей только медь, свинец и цинк, если 0,5 г образца её даёт 0,0023 г сульфата свинца  $\text{PbSO}_4$  и 0,4108 г  $\text{ZnNH}_4\text{PO}_4$ ?

## **Семестровое задание 1**

### **Типы аналитических реакций**

Составить схему разделения и анализа смеси веществ, предложенных преподавателем.

1 вариант:  $\text{CaCO}_3$ , Cu, KBr,  $\text{MnCl}_2$ .

2 вариант:  $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$ ,  $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ ,  $\text{NH}_4\text{Cl}$ ,  $\text{Fe}(\text{OH})_3$ .

3 вариант:  $\text{K}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{BaCl}_2$ , NaI,  $\text{NiCl}_2$ .

4 вариант: Fe,  $\text{NH}_4\text{Cl}$ ,  $\text{MnSO}_4$ ,  $\text{KNO}_3$ .

5 вариант:  $\text{BaCO}_3$ , CuO,  $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ , KBr.

6 вариант:  $\text{CuSO}_4$ , Fe,  $\text{MnCl}_2$ ,  $\text{PbO}_2$ .

7 вариант:  $\text{CuCl}_2$ ,  $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$ ,  $\text{K}_2\text{CO}_3$ , NaI.

8 вариант:  $\text{NiSO}_4$ ,  $\text{CaCO}_3$ ,  $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Cu}$ , KBr.

9 вариант: Fe,  $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ ,  $\text{BaCO}_3$ ,  $\text{NiCl}_2$ .

10 вариант:  $\text{MnSO}_4$ ,  $\text{KNO}_3$ , Cu,  $\text{NH}_4\text{Cl}$ .

11 вариант:  $\text{MnCl}_2$ ,  $\text{K}_2\text{CO}_3$ , CuO,  $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ .

12 вариант: NaI,  $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CuSO}_4$ .

13 вариант:  $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$ , KBr,  $\text{NiCl}_2$ ,  $\text{NaNO}_3$ .

14 вариант:  $\text{NiSO}_4$ ,  $\text{BaCO}_3$ , Cu, NaI.

## Семестровое задание 2

### Гравиметрический анализ

1. Термогравиметрический и электрогравиметрический анализ.

- принцип метода и его теоретическое обоснование;
- цели и задачи метода;
- применение (привести примеры).

2. Сделать все необходимые расчеты для определения компонента в образце методом осаждения.

1 вариант: Al в  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ .

2 вариант: Mg в  $\text{MgCl}_2$ , если осаждаемая форма –  $\text{MgNH}_4\text{PO}_4$ , гравиметрическая форма –  $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ .

3 вариант: Br в NaBr.

4 вариант: Zn в  $\text{ZnSO}_4$ .

5 вариант: Fe в  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ .

6 вариант: Fe в  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ , если осаждаемая форма –  $\text{Fe}(\text{OH})_3$ , гравиметрическая форма –  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ .

7 вариант: фтор в растворе фторида натрия в виде фторохлорида свинца  $\text{PbClF}$  действием  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  и  $\text{KCl}$ .

8 вариант: медь в медном купоросе при обработке роданидом калия в присутствии восстановителя – сернистой кислоты в виде  $\text{CuSCN}$

9 вариант: иод в иодиде калия, если осаждаемая форма –  $\text{Pdl}_2$ , гравиметрическая форма – металлический палладий.

10 вариант: никель в специальной стали в виде никельдиметилглиоксима.

11 вариант: фосфор в апатите в виде  $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{MoO}_3$ .

12 вариант: K в виде  $\text{K}_2\text{Na}[\text{Co}(\text{NO}_2)_6] \cdot \text{H}_2\text{O}$ .

## РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

### Основная литература

1. Аналитическая химия: в 3 т.: учеб. для вузов / ред. Л.Н. Москвин. – М.: Академия, 2010. – 365 с.
2. Васильев В.П. Аналитическая химия: в 2 кн.: учеб. для вузов / В.П. Васильев. – М.: Дрофа, 2009. – 383 с.
3. Вершинин В.И. Аналитическая химия: учеб. для вузов / В.И. Вершинин, И.В. Власова, И.А. Никифорова. – М.: Академия, 2011. – 443 с.
4. Основы аналитической химии: в 2 кн. / ред. Ю.А. Золотов. – М.: Академия, 2010. – 384 с.

### Дополнительная литература и справочные издания

5. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа: учеб. пособие / М.А. Иванова, М.В. Белоглазкина, И.В. Богомолова, Е.В. Федоренко. – М.: Риор, 2006. – 289 с.
6. Жебентяев А.И. Аналитическая химия. Химические методы анализа: учеб. пособие для вузов / А.И. Жебентяев, А.К. Жерносек, И.Е. Талуть. – М.: Инфра-М, 2011. – 541 с.
7. Краткий справочник физико-химических величин / под ред. А.А. Равделя, А.М. Пономаревой. – СПб.: Специальная литература, 1999.
8. Кристиан Г. Аналитическая химия: в 2 т.; пер. с англ. / Г. Кристиан; пер. А.В. Гармаша [и др.] – М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2009. – 504 с.
9. Логинов Н.Я. Аналитическая химия / Н.Я. Логинов, А.Г. Воскресенский, И.С. Солодкин. – М.: Просвещение, 1979.
10. Логинов Н.Я. Сборник задач и упражнений по качественному анализу. / Н.Я. Логинов, М.Н. Орлова. – М.: Просвещение, 1976.
11. Лурье Ю.Ю. Справочник по аналитической химии / Ю.Ю. Лурье. – М.: Химия, 1989.
12. Меркушева С.А. Методика решения задач по аналитической химии: учеб. пособие для студ. хим. и биол. спец. пед. ин-тов / С.А. Меркушева. – Минск: Высшейш. шк., 1985. – 223 с.
13. Рабинович В.А. Краткий химический справочник / В.А. Рабинович, З.Я. Хавин. – Л.: Химия, Ленинградское отделение, 1991.
14. Справочник химика. – Т. 3. – М.: Химия, 1964. – 1005 с.
15. Справочник химика. – Т. 4. – М.: Химия, 1965. – 919 с.
16. Справочные материалы по химии / сост. Е.Г. Турбина, В.А. Сычев, С.Г. Левина [и др.] – изд. 2-е, испр. и доп. – Челябинск: Изд-во ЧГПУ, 2004. – 140 с.



## СОДЕРЖАНИЕ

<b>ВВЕДЕНИЕ</b> .....	3
<b>Инструкция по внутреннему распорядку и технике безопасности при работе с электроприборами и реактивами в химической лаборатории</b> .....	4
<b>Работа с весами</b> .....	6
<b>Правила работы с мерной посудой</b> .....	8
<b>Приготовление титрованных растворов</b> .....	9
<b>Статистическая обработка результатов анализа</b> .....	10
<b>КАЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ</b> .....	17
<b>Сокращения и обозначения, принятые в таблицах</b> .....	17
<b>Качественные реакции на катионы I–VI аналитических групп</b> .....	18
<b>Качественные реакции на анионы I–III аналитических групп</b> .....	34
<b>Схемы анализа групп и смесей ионов</b>	
<i>Лабораторные работы</i>	
1. Схема анализа смеси катионов I аналитической группы.....	36
2. Схема анализа смеси катионов II аналитической группы.....	36
3. Схема анализа смеси катионов I–III аналитических групп.....	37
4. Схема анализа смеси катионов IV аналитической группы.....	38
5. Схема анализа смеси катионов V аналитической группы.....	38
6. Схема анализа смеси катионов VI группы дробным методом.....	39
7. Схема анализа смеси катионов I–VI аналитических групп.....	39
8. Систематический анализ смеси анионов I–III аналитических групп.....	41
9. Определение индивидуального вещества.....	42
10. Определение смеси веществ.....	43
<b>КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ</b> .....	44
<b>Титриметрический анализ</b> .....	44
<b>Кислотно-основное титрование в водных растворах (метод нейтрализации)</b>	
<i>Лабораторные работы</i>	
11. Алкалиметрия. Определение содержания серной кислоты в растворе.....	44
12. Ацидиметрия. Определение содержания гидроксида калия в растворе.....	47

## **Комплексометрическое титрование (метод комплексометрии)**

### *Лабораторные работы*

13. Определение общей, кальциевой и магниевой жесткости воды..... 52
14. Определение содержания свинца в воде..... 58

## **Окислительно-восстановительное титрование (метод редоксиметрии)**

### *Лабораторные работы*

15. Определение содержания железа (II) в соли Мора перманганатометрическим методом..... 62
16. Определение меди в растворе медного купороса иодометрическим методом..... 67
17. Количественное определение аскорбиновой кислоты (витамина С)..... 75

## **Осадительное титрование (метод седиметрии)..... 81**

### *Лабораторная работа*

18. Аргентометрия. Роданометрия. Определение брома в бромиде калия..... 82

## **Гравиметрический анализ..... 89**

### *Лабораторная работа*

19. Определение бария в хлориде бария..... 89

## **ВОПРОСЫ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ ПОДГОТОВКИ..... 96**

## **ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ ПОДГОТОВКИ**

Чувствительность аналитических реакций. Способы выражения состава растворов..... 98

Закон действующих масс и электролитическая диссоциация.

Кислотно-основное титрование..... 99

Равновесие в растворах комплексных соединений. Комплексометрия..... 101

Равновесие в гетерогенных системах. Осадительное титрование..... 102

Окислительно-восстановительные процессы. Редоксиметрия..... 103

Коллоидные растворы в аналитической химии. Гравиметрия..... 105

Семестровое задание 1. Типы аналитических реакций..... 106

Семестровое задание 2. Гравиметрический анализ..... 107

## **РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА..... 108**

Для заметок..... 109



*Учебное издание*

# **ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ**

**РАБОЧАЯ ТЕТРАДЬ**

Составители:

**Карпенко Ирина Геннадьевна**

**Лисун Наталья Михайловна**

**ISBN 978-5-906777-89-8**

Работа рекомендована РИСом университета.

Протокол № 11 (пункт 6) от 21.04.2016 г.

Экспертиза В.А. Сычев

Издательство ЧГПУ

454080, г. Челябинск, пр. Ленина, 69

Редактор О.В. Угрюмова

Компьютерная верстка О.М. Нежиренко

Бумага типографская

Объем 4,0 уч.-изд. л.

Формат 60x84/8

Подписано в печать 27.06.2016

Тираж 100 экз.

Заказ №

Отпечатано с готового оригинал-макета

в типографии ЧГПУ

454080, г. Челябинск, пр. Ленина, 69