

**АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ
И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ
АНАЛИЗА**

РАБОЧАЯ ТЕТРАДЬ

студента _____

группы _____



МИНИСТЕРСТВО ПРОСВЕЩЕНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего образования
«ЮЖНО-УРАЛЬСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ
ГУМАНИТАРНО-ПЕДАГОГИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ
И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Рабочая тетрадь

Челябинск
2024

УДК 543.5(076)(021)

ББК 24.46я73

А 64

Аналитическая химия и физико-химические методы анализа: рабочая тетрадь / сост. И.Г. Карпенко; Министерство просвещения Российской Федерации, Южно-Уральский государственный гуманитарно-педагогический университет. – Челябинск: Изд-во ЮУрГГПУ, 2024. – 176 с. – ISBN 978–5–907869–47–9. – Текст: непосредственный.

Издание содержит инструкции по технике безопасности и правилам работы в лаборатории аналитической химии; включает задания для лабораторных работ по темам «Качественный анализ», «Титриметрический анализ», «Гравиметрический анализ», «Физико-химические методы анализа», а также вопросы и задания для внеаудиторной работы.

Пособие составлено в соответствии с действующими программами по дисциплине «Аналитическая химия» и учебной практике «Физико-химические методы анализа». Рабочая тетрадь предназначена для самостоятельной аудиторной и внеаудиторной работы студентов педагогических вузов, обучающихся по профилю «Биология. Химия».

ISBN 978–5–907869–47–9

Рецензенты: Н.С. Гаранина, канд. хим. наук

А.А. Сутягин, канд. хим. наук, доцент

© Карпенко И.Г., 2024

© Издательство Южно-Уральского
государственного гуманитарно-
педагогического университета, 2024

ВВЕДЕНИЕ

Рабочая тетрадь по аналитической химии и физико-химическим методам анализа является частью учебно-методического комплекса по аналитической химии и учебной практике «Физико-химические методы анализа». В процессе выполнения лабораторных работ особое внимание уделяется формированию у учащихся навыков самостоятельной работы в химической лаборатории. Опыт лабораторных работ, приобретенный в ходе лабораторного практикума, позволяет успешно выполнять задания последующих дисциплин химического блока. Все работы, включенные в сборник, многократно воспроизведены. Это позволяет сопоставлять полученные результаты с теоретически ожидаемыми, оценивать тщательность работы студентов и уровень их подготовки.

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), формирование умения абстрагироваться от второстепенного материала, совершенствование умения выделять существенные признаки.

Решение этой задачи достигается:

- при подготовке индивидуального задания – в ходе изучения 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 для контроля 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 проектных работ.

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

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

Самостоятельная работа студентов осуществляется в двух формах работы: аудиторной (выполнение лабораторных работ, решение расчетных задач, ответы на контрольные вопросы к лабораторным работам, тестирование результатов обучения, работа с таблицами) и внеаудиторной (подготовка к аудиторным занятиям, лабораторным работам; выполнение индивидуальных внеаудиторных заданий; подготовка докладов).

Результаты выполнения включенных в практикум аналитических работ оформляются в виде представленного в данной рабочей тетради протокола. Кроме непосредственно методики определения, записи результата анализа, в каждой работе предложены вопросы, требующие анализа, обоснования той или иной операции или условий ее проведения.

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

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

ИНСТРУКЦИЯ ПО ВНУТРЕННЕМУ РАСПОРЯДКУ И ТЕХНИКЕ БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ РАБОТЕ С ЭЛЕКТРОПРИБОРАМИ И РЕАКТИВАМИ В ХИМИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ [4]

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 вещества или выносить их 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 ее 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 возгорании 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) обожженное место обработать крепким раствором перманганата калия, смазать синтомициновой эмульсией (из аптечки).

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

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, рассчитывается по формуле (1):

$$D = x - X_{\text{ист.}}, \quad (1)$$

где D – абсолютная ошибка;

x – среднее значение определяемой величины;

$X_{\text{ист.}}$ – истинное значение определяемой величины.

Относительная ошибка находится как отношение абсолютной ошибки к истинному значению определяемой величины (формула (2)):

$$D_{\text{отн.}} = \frac{|D|}{X_{\text{ист.}}} \cdot 100 \%, \quad (2)$$

где $D_{\text{отн.}}$ – относительная ошибка;

$|D|$ – модульное значение абсолютной ошибки;

$X_{\text{ист.}}$ – истинное значение 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

Один из основных признаков системной ошибки – ее обусловленность 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 для сравнения, то к ошибкам метода относят ошибки использования образцов сравнения, обусловленные несоответствием истинного и номинального содержания компонентов, различием состава и структуры анализируемого образца и образца сравнения.

2. Ошибки методики определения. Являются самыми распространенными. Это ошибки отбора пробы, перевода 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, равновесие которых сильно смещено 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 том числе 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:



Рисунок 1 – Определение истинного значения по результатам параллельных определений

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

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

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

Правильность результатов зависит от систематической погрешности: отражает близость результата анализа к нулевой системной ошибке; характеризует отклонение полученного результата от истинного значения измеряемой величины (М).

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.



Рисунок 2 –
Кривая Гауса

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).

На графике 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 = 1 000 %, это соответствует 100 %-й, 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 $x_1, x_2, x_3, \dots, x_n$.

2. Вычисляют среднее арифметическое значение определяемой величины (формула (3)):

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

где \bar{x} – среднее значение определяемой величины;

x_i – значение определяемой величины в серии определений;

n – количество повторностей определения.

Эта величина при большом числе определений наиболее соответствует истинному значению.

3. Рассчитывают квадратичную ошибку данного определения (формула (4)):

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

где S – квадратичная ошибка определения;

\bar{x} – среднее значение определяемой величины;

x_i – значение определяемой величины в серии определений;

n – количество повторностей.

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

4. Квадратичная ошибка среднего значения данной серии (формула (5)):

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

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 τ_{2k} , который зависит не только от надежности, но и от числа определений (формула (6)):

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

где τ_{2k} – табличный коэффициент, величина которого зависит от заданной вероятности в диапазоне 90–950 %;

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

E_2 – абсолютная ошибка, определяющая границы, внутри которых может заключаться величина x_i («размах варьирования», формула (7)):

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

При заданной вероятности > 950 %: если разница между результатом x_i и средним результатом \bar{x} 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.

б. Доверительный интервал.

Для ограниченного числа измерений истинное значение определяемой величины находится в пределах определенного интервала от среднего арифметического ΔX , 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 (формула (8)):

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

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

Число степеней свободы обозначается **f** и рассчитывается по формуле (9):

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

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	63,6	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	∞	1,66	1,96	2,58	3,29

7. Относительная ошибка с учетом статистической обработки результатов анализа рассчитывается по формуле (10):

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

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

*E*_{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

№ определения	x_i	$x_i - \bar{x}$	$(x_i - \bar{x})^2$
1			
2			
3			
4			
...			
	$\bar{x} =$	$\Sigma =$	$\Sigma =$

Пример расчета

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

Таблица 3 – Данные определения массовой доли в % компонента в пробе препарата (до выявления промахов)

№ определения	ω_i (%)	$\omega_i - \bar{\omega}$	$(\omega_i - \bar{\omega})^2$	$\omega_i - \bar{\omega}$	$(\omega_i - \bar{\omega})^2$
1	96,6	0,9143	0,8359		
2	95,4	-0,3286	0,1080		
3	95,5	-0,2286	0,0523		
4	96,5	0,7714	0,5951		
5	96,1	0,3714	0,1379		
6	95,9	0,1714	0,0294		
7	93,8	-1,9286	3,7195		
С учетом подозри- тельных результатов (n = 7)	$\bar{\omega} = 95,6857$		$\Sigma(\omega_i - \bar{\omega})^2 =$ $= 5,4780$		
Без учета подозри- тельных результатов (n = ...)					

1. Вносим результаты анализа в столбцы 1 и 2 таблицы 3. Записываем номер определения либо фамилию студента, получившего результат (столбец 1), и рассчитанную массовую долю компонента в серии определений либо результаты, полученные всеми студентами подгруппы ω_i (столбец 2).

2. Найдем среднее значение всех результатов серии, то есть с учетом подозрительных, $\bar{\omega}$.

3. Для каждого результата серии рассчитаем отклонение от среднего значения ($\omega_i - \bar{\omega}$) (таблица 3, столбец 3).

4. Квадрат отклонения от среднего значения вносим в столбец 4.

5. Определяем сумму значений $\Sigma(\omega_i - \bar{\omega})^2$ (таблица 3, столбец 4).

6. Рассчитаем квадратичную ошибку определения по формуле (4):

$$S = \sqrt{\frac{\Sigma(x_i - \bar{x})^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{\Sigma(\omega_i - \bar{\omega})^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{5,4780}{7-1}} = 0,9555.$$

7. Выявляем определения, являющиеся промахами:

а) обычно в аналитических определениях значение доверительной вероятности принимают за 95 %. В этом случае промахом считается определение, для которого разница между модулем результата и средним значением больше удвоенного значения квадратичной ошибки данного определения: $(\omega_i - \bar{\omega}) > 2S$, то есть $(\omega_i - \bar{\omega}) > 1,9110$;

б) выбираем значения массовой доли компонента с отклонением от среднего, превышающим допустимое: максимальное отклонение от среднего имеет результат № 7, $|-1,9286| > 1,9110$, следовательно, данный результат является промахом, и в последующих расчетах не учитывается. Остальные результаты укладываются в допустимый интервал отклонений.

8. Повторяем вычисления без учета промахов. Заполняем вторую часть таблицы (таблица 4).

Таблица 4 – Данные определения массовой доли в % компонента в пробе препарата (после выявления промаха)

№ определения	ω_i (%)	$\omega_i - \bar{\omega}$	$(\omega_i - \bar{\omega})^2$	$\omega_i - \bar{\omega}$	$(\omega_i - \bar{\omega})^2$
1	96,6	0,9143	0,8359	0,6000	0,3600
2	95,4	-0,3286	0,1080	-0,3286	0,1080
3	95,5	-0,2286	0,0523	-0,2286	0,0523
4	96,5	0,7714	0,5951	0,7714	0,5951
5	96,1	0,3714	0,1379	0,3714	0,1379
6	95,9	0,1714	0,0294	0,1714	0,0294
7	93,8	-1,9286	3,7195		
С учетом подозрительных результатов (n = 7)	$\bar{\omega} = 95,6857$		$\Sigma(\omega_i - \bar{\omega})^2 = 5,4780$		
Без учета подозрительных результатов (n = 6)	$\bar{\omega} = 96,0$				$\Sigma(\omega_i - \bar{\omega})^2 = 1,2826$

9. Рассчитаем квадратичную ошибку определения и квадратичную ошибку среднего значения серии без учета промахов по формулам (4) и (5):

$$S = \sqrt{\frac{\sum(x_i - \bar{x})^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{\sum(\omega_i - \omega)^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{1,2826}{6-1}} = 0,5065.$$

$$S_{\bar{x}} = \frac{S}{\sqrt{n}} = \frac{0,5065}{\sqrt{6}} = 0,2068.$$

10. Рассчитаем доверительный интервал по формуле (8):

$$\Delta X = t \cdot S_{\bar{x}}$$

Значение коэффициента Стьюдента t выбираем из таблицы 1 по заданной доверительной вероятности ($P = 95\%$) и числу степеней свободы ($f = n - 1$, где n – количество учтенных определений, формула (9)).

В данном примере коэффициент Стьюдента равен 2,57 (таблица 1).

$$\Delta X = t \cdot S_{\bar{x}} = 2,57 \cdot 0,2068 = 0,5315.$$

Таким образом, истинное значение массовой доли компонента в препарате находится в пределах:

$$\omega (\%) = \bar{X} \pm \Delta X = 96,00 \pm 0,5315.$$

Обычно результат отображается в виде диаграммы (см. рис. 3).

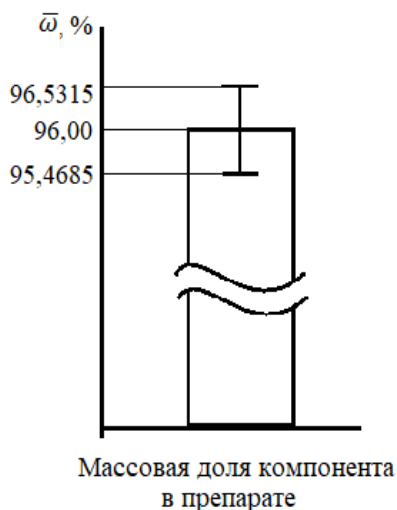


Рисунок 3 – Диаграмма содержания компонента с учетом доверительного интервала

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 разделены 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.

Качественные реакции на катионы и анионы, а также схемы качественного анализа приведены в табл. 5–6 с использованием [2, 4].

Сокращения и обозначения, принятые в таблицах 5, 6

КАЧЕСТВЕННЫЕ РЕАКЦИИ НА КАТИОНЫ И АНИОНЫ

[] – комплексное соединение

↓ – осадок

t° – нагревание

в-ль(-и) – восстановитель(-и)

гр. – группа

ДРОБ. – используется в дробном анализе

инд. – индикатор

изб. – избыток

к – капля

конц. – концентрированный

крист. – кристаллический

к-та – кислота

нас. – насыщенный

нер-м – нерастворим

ок-ль(-и) – окислитель(-и)

орг. – органический

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

Таблица 5 – 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
I ГРУППА: K⁺, Na⁺, NH₄⁺ // ГР. РЕАКТИВА НЕТ					
K⁺					
NaHC ₄ H ₄ O ₆ гидротартрат, кислый винно- кислый Na	1–2 к 1–2 к K ⁺ + HC ₄ H ₄ O ₆ ⁻ →	Белый, мелкокристаллический ↓, р-мый при t°, в сильных кислотах, щелочах, но нер-мый в CH ₃ COOH	1. Высокая [K ⁺]. 2. pH ≈ 4–7. 3. Охлаждение. 4. Потереть стекл. палочкой (центр кристаллизации). 5. Мешающие ионы – NH ₄ ⁺ , s ²⁻ и d-элементов		HOOC–CH–CH–OONa OH OH
Na ₃ [Co(NO ₂) ₆] гексанитрито- кобальтат Na	1–2 к 1–2 к K ⁺ + [Co(NO ₂) ₆] ³⁻ →	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 ₄ ⁺ , р- и d-элементов		В щелочной среде разрушается реагент с выпадением бурого аморфного ↓ – Co(OH) ₃
Окрашивание пламени		Фиолетовый цвет (при наблюдении через синее стекло)			
Na⁺					
KN ₂ SbO ₄ Дигидростибат, дигидроантимонат, кислый сурьмяно-кислый K	1–2 к 1–2 к Na ⁺ + H ₂ SbO ₄ ⁻ →	Белый, мелкокристаллический ↓,	1. Высокая [Na ⁺]. 2. pH = 7. 3. Охлаждение. 4. Потереть стекл. палочкой (центр кристаллизации). Мешающие ионы – NH ₄ ⁺ , Li ⁺ , Mg ²⁺		В щелочах ↓ растворяется, т.к. образуется средняя соль. В кислотах разрушается реагент с выпадением белого аморфного ↓: H ₃ SbO ₄ → HSbO ₃
Окрашивание пламени		Интенсивно-желтый цвет			

1	2	3	4	5	6
NH₄⁺					
Щелочь, t°	1–2 к 3–4 к NH ₄ ⁺ + OH ⁻ →	Выделение NH ₃ обнаруживается по запаху или по изменению цвета влажной индикаторной 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 ₂ [HgI ₄] + KOH	1–2 к 3–4 к NH ₄ ⁺ + 2[HgI ₄] ²⁻ + 4OH ⁻ → 3H ₂ O + [OHg ₂ NH ₄]I↓ + 7 I ⁻	Красно-бурый ↓ (иодид оксодимеркураммония)			Открывает следы NH ₄ ⁺
II ГРУППА: Ag⁺, Pb²⁺, Hg₂²⁺ // ГР. РЕАКТИВ HCl (разб. 0,1 Н)					
Ag⁺					
Cl ⁻ (HCl (разб. 0,1 Н))	1–2 к 1–2 к Ag ⁺ + Cl ⁻ →	Белый, творожистый осадок, темнеющий на свету, нер-м в HNO ₃ , р-м в NH ₄ OH (→ [Ag(NH ₃) ₂] ⁺)		Растворение изб. NH ₄ OH	в При встряхивании ↓ собирается в хлопья
Br ⁻ , I ⁻ (KHal (разб. 0,1 Н))	1–2 к 1–2 к Ag ⁺ + Hal ⁻ →	AgBr – бледно-желтый, кристаллический ↓, темнеющий на свету, нер-м в HNO ₃ , р-м в NH ₄ OH. AgI – желтый, кристаллический ↓, темнеющий на свету, нер-м в NH ₄ OH, HNO ₃ ; р-м в Na ₂ S ₂ O ₃ , KCN			
OH ⁻ (NaOH, KOH)	Ag ⁺ + OH ⁻ → AgOH↓ 2AgOH → Ag ₂ O↓ + H ₂ O	Ag ₂ O – бурый ↓, р-м в NH ₄ OH			
CrO ₄ ²⁻ (Cr ₂ O ₇ ²⁻)	2–3 к 1–2 к Ag ⁺ + CrO ₄ ²⁻ → Ag ⁺ + Cr ₂ O ₇ ²⁻ →	Кирпично-красный, крист. ↓, р-м в HNO ₃ , NH ₄ OH; трудно р-м в CH ₃ COOH	1. pH = 6,5–7,5. 2. В аммиачной и сильно кислой среде ↓ не образуется. 3. Мешающие ионы – Pb ²⁺ , Ba ²⁺ и др.		

1	2	3	4	5	6
Pb²⁺					
Cl ⁻ (HCl (разб. 0,1 Н))	1–2 к 1–2 к Pb ²⁺ + Cl ⁻ →	Белый ↓, р-м в горячей воде (t°), избытке HCl или хлорида щелочного металла		Промыть ↓ горя- чей водой, цент- рифугировать, проверить цент- рифугат на нали- чие Pb ²⁺ с KI	PbCl ₂ ↓ + 2Cl ⁻ → [PbCl ₄] ⁻
OH ⁻	Pb ²⁺ + OH ⁻ →	Белый ↓, р-м в сильных кислотах и конц. щелочах			Pb(OH) ₂ + 2OH ⁻ → → [Pb(OH) ₄] ²⁻
SO ₄ ²⁻	Pb ²⁺ + SO ₄ ²⁻ →	Белый ↓, р-м (t°) в конц. щелочах; к-ты HCl и HNO ₃ повышают растворимость за счет образования кислых солей; р-тся в 30 %-м CH ₃ COONH ₄		Полное удаление Pb ²⁺ из р-ра возможно только в отсут- ствии HCl и HNO ₃	PbSO ₄ ↓ + 4OH ⁻ → SO ₄ ²⁻ + + [Pb(OH) ₄] ²⁻ 2PbSO ₄ + 2CH ₃ COONH ₄ → → (CH ₃ COOPb) ₂ SO ₄ + + (NH ₄) ₂ SO ₄
CrO ₄ ²⁻ , Cr ₂ O ₇ ²⁻	Pb ²⁺ + CrO ₄ ²⁻ → Pb ²⁺ + Cr ₂ O ₇ ²⁻ + H ₂ O →	Желтый ↓, мало р-тся в HNO ₃ (разб.), нер-м в NH ₄ OH, CH ₃ COOH, (NH ₄) ₂ C ₄ H ₄ O ₆			
Γ (KI) ДРОБ.	1–2 к 1–2 к (+ 5 к CH ₃ COOH) Pb ²⁺ + Γ ⁻ →	Желтый ↓, при t° р-тся, при охлаждении выпадает снова	1. pH = 3–5. 2. ↓ р-тся в избытке KI (→ [PbI ₄] ²⁻). 3. Мешающие ионы – Ag ⁺ , Bi ³⁺ , Hg ²⁺ , Hg ₂ ²⁺ , Fe ³⁺ , Cu ²⁺		Реакция позволяет открыть Pb ²⁺ в присутствии катио- нов всех других анали- тических групп (ДРОБ.)
Дитизон (в CCl ₄) дифенилтио- карбазон	3–5 к 1 к 5 к Pb ²⁺ + дитизон + CCl ₄ → → внутрикомплексное соединение	Кирпично-красная окраска орг. фазы	1. pH = –. 2. Энергично встряхнуть, дать отстояться		
[Hg₂]²⁺					
Cl ⁻ (HCl (разб. 0,1 Н))	[Hg ₂] ²⁺ + Cl ⁻ →	Белый ↓, мало р-тся в изб. HCl с образованием комплекса; чернеет при действии NH ₄ OH			[Hg ₂]Cl ₂ ↓ + 2NH ₄ OH → [Hg ₂ NH ₂]Cl↓ + NH ₄ ⁺ + Cl ⁻ + 2H ₂ O [Hg ₂]Cl ₂ ↓ → [NH ₂ Hg]Cl↓ + Hg
NH ₄ OH	[Hg ₂] ²⁺ + NH ₄ OH → [Hg ₂ NH ₂] ⁺ → [NH ₂ Hg] ⁺ + Hg↓	Черный ↓			

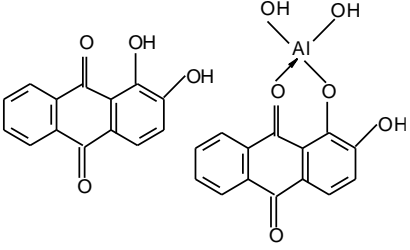
1	2	3	4	5	6
ОН ⁻	$[\text{Hg}_2]^{2+} + 2\text{OH}^- \rightarrow [\text{Hg}_2]\text{O} \downarrow + \text{H}_2\text{O}$	Черный ↓			
CrO ₄ ²⁻ , Cr ₂ O ₇ ²⁻	$[\text{Hg}_2]^{2+} + \text{CrO}_4^{2-} \rightarrow$	Красный ↓, нер-м в щелочах и в HNO ₃ (разб.)			
SnCl ₂ (свеже-приготовленный)	1 к 2–3 к $[\text{Hg}_2]^{2+} + \text{Sn}^{2+} \rightarrow$	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 ₄) 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 Hg^{2+} , CrO_4^{2-}		1. Hg^{2+} и CrO_4^{2-} дают такую же окраску. 2. В нейтральных и уксуснокислых растворах дают окрашенные соединения Cu^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Cr^{3+} , Co^{2+}

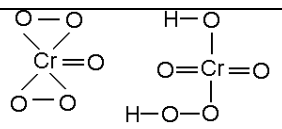
III ГРУППА: Ba²⁺, Sr²⁺, Ca²⁺ // ГР. РЕАКТИВ H₂SO₄ (разб. 0,1 Н)

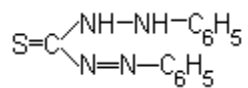
Ba²⁺					
H ₂ SO ₄ (разб.)	$\text{Ba}^{2+} + \text{SO}_4^{2-} \rightarrow$	Белый ↓, нер-м в кислотах и щелочах			
SrSO ₄ (нас. р-р)	$\text{Ba}^{2+} + \text{SrSO}_4 \rightleftharpoons$	Белый ↓, нер-м в кислотах и щелочах			PP(BaSO ₄) = 1,1 · 10 ⁻¹⁰ PP(SrSO ₄) = 3,2 · 10 ⁻⁷
CrO ₄ ²⁻	$\text{Ba}^{2+} + \text{CrO}_4^{2-} \rightarrow$	Желтый ↓, нер-мый в CH ₃ COOH, но р-мый в сильных кислотах	1. pH ≤ 7. 2. Мешающие ионы – катионы, дающие ↓ с CrO ₄ ²⁻ (Sr ²⁺ , Ca ²⁺ , Pb ²⁺)		
HPO ₄ ²⁻	$\text{Ba}^{2+} + \text{HPO}_4^{2-} \rightarrow$ pH > 7: ... Ba ²⁺ + ... HPO ₄ ²⁻ + ... OH ⁻ →	Белый ↓, р-тся в HNO ₃ (разб.), HCl, CH ₃ COOH			
Родизонат натрия	→ внутрикомплексное соединение	Розово-красный ↓ или раствор, <u>НЕ</u> обесцвечивающийся в HCl	1. Мешающие ионы – Pb ²⁺ . 2. Свежеприготовленный р-р. 3. Выполнять на фильтре.		

1	2	3	4	5	6
$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ДРОБ.	3 к 3 к 1 к CH_3COOH t° $\text{Ba}^{2+} + \text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow$	Желтый ↓, нер-мый в CH_3COOH , но р-мый в сильных к-тах	1. pH = 3–5 (уксуснокислая среда позволяет открыть Ba^{2+} в присутствии Sr^{2+} , Ca^{2+}). (Ацетатная буферная смесь связывает H^+ и смещает $\rightleftharpoons \text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} \rightleftharpoons \text{CrO}_4^{2-}$.) 2. t° на бане. 3. Мешающие ионы – катионы тяжелых металлов (дающие ↓ с CrO_4^{2-} (Sr^{2+} , Ca^{2+} , Pb^{2+}))	1. 5–6 к р-ра + 5–6 к CH_3COOH + 5–6 к $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$. 2. Перемешать 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 HNO_3 (разб.), HCl , при t° и в конц. CH_3COOH			$\text{PP}(\text{BaC}_2\text{O}_4) = 1,6 \cdot 10^{-7}$
Окрашивание пламени		Желто-зеленый цвет			
Sr^{2+}					
H_2SO_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 – Ba^{2+}	Отделение от 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° . 2. Для появления осадка дать постоять смеси 10–15 мин 3. Мешающие ионы – дающие труднорастворимые ↓ с 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-м в HNO_3 (разб.), HCl , при t° и в конц. CH_3COOH			$\text{PP}(\text{SrC}_2\text{O}_4) = 5,6 \cdot 10^{-8}$
HPO_4^{2-}	$\text{Sr}^{2+} + \text{HPO}_4^{2-} \rightarrow$	Белый ↓, р-м в HCl , HNO_3 (разб.), CH_3COOH			
Окрашивание пламени		Карминово-красный цвет			
Родизонат натрия	→ внутрикомплексное соединение	Розово-красный ↓ или раствор (на фильтре оранжевый), обесцвечивающийся в HCl	1. Мешающие ионы – Pb^{2+} 2. Свежеприготовленный раствор 3. Выполнять на фильтре.		

1	2	3	4	5	6
Ca²⁺					
H ₂ SO ₄ (разб.) МКС	Ca ²⁺ + SO ₄ ²⁻ →	Белый ↓, р-мый в (NH ₄) ₂ SO ₄ в следствие → (NH ₄) ₂ [Ca(SO ₄) ₂]	Выпадает при большой концентрации кальция		Кристаллы в виде пучков или звездочек. Sr ²⁺ , Ba ²⁺ не мешают
(NH ₄) ₂ C ₂ O ₄ (оксалат аммония) ДРОБ.	3 к Ca ²⁺ + 1 к CH ₃ COOH + 3 к (NH ₄) ₂ C ₂ O ₄ + 1–2 к NH ₃ Ca ²⁺ + C ₂ O ₄ ²⁻ →	Белый, мелкокристаллический ↓, р-тся в минеральных к-тах, но не р-тся в CH ₃ 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 ²⁺ , Ba ²⁺ , катионы р- и d-эл-тов, сильные ок-ли		Можно использовать как (ДРОБ.) после удаления меш. ионов порошком цинка и Sr ²⁺ , Ba ²⁺ в виде сульфатов. ПР(CaC ₂ O ₄) = 2,57·10 ⁻⁹
HPO ₄ ²⁻	Ca ²⁺ + HPO ₄ ²⁻ →	Белый ↓, нер-м в к-тах, в т.ч. и в CH ₃ COOH			
Ацетон или спирт		Белый ↓			
Окрашивание пламени		Кирпично-красный цвет			
IV ГРУППА: Cr³⁺, Al³⁺, Zn²⁺, Sn²⁺, Sn⁴⁺, As³⁺, As⁵⁺ // ГР. РЕАКТИВ – ЩЕЛОЧЬ (разб. 0,1 Н) В ИЗБЫТКЕ					
Al³⁺					
ОН ⁻	Al ³⁺ + OH ⁻ → ↓ Al(OH)↓ + OH ⁻ →	Белый, студенистый ↓, р-мый в избытке реактива			
NH ₃ (2 Н р-р)	Al ³⁺ + NH ₄ OH →	Белый, студенистый ↓, нер-мый в избытке реактива		Используется для отделения и обнаружения Al ³⁺ в присутствии Zn ²⁺ , Cr ³⁺ , Mn ²⁺ , Fe ²⁺ и др.	Если Al ³⁺ в р-ре в виде алюмината, необходимо разрушить комплекс действием минеральной кислоты

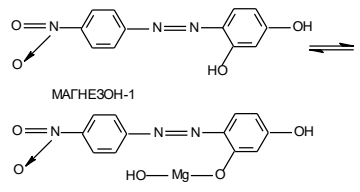
1	2	3	4	5	6
<p>Ализарин (1,2-диоксиантрахинон) в аммиачной среде ДРОБ.</p>	<p>$Al^{3+} + \text{ализарин} + NH_3 \rightarrow$ ализарат алюминия</p> 	<p>Ярко-красный «алюминиевый лак»</p>	<p>Проводится на фильтровальной бумаге.</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Нанести 1–2 к раствора. 2. 1–2 мин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

1	2	3	4	5	6
Алюминон (аммонийная соль ауринтри- карбоновой кислоты)	$Al^{3+} + CH_3COOH + \text{алюминон} + t^\circ(\text{вод. баня}) + NH_3 (\text{до } pH > 7) + (NH_4)_2CO_3 (3-4 \text{ к } 2H) \rightarrow$ $\rightarrow \text{внутрикомплексная соль} \downarrow$	\downarrow или раствор красного цвета	1. 4–5 к $Al^{3+} + 2-3$ к (2H) $CH_3COOH + 4-5$ к (0,1 %) алюминон, t° . 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. $pH = 8,5-9$		
Cr³⁺					
ОН ⁻	$Cr^{3+} + OH^- \rightarrow \downarrow$ $Cr(OH)\downarrow + OH^- \rightarrow$ изб.	$Cr(OH)_3$ – серо-зеленый или серо-фиолетовый \downarrow . $[Cr(OH)_6]^{3-}$ – ярко-зеленый р-р, при t° разлагается на $Cr(OH)_3\downarrow$			
KMnO ₄	$\dots Cr_2(SO_4)_3 + \dots KMnO_4 + \dots H_2O$ $\xrightarrow{H_2SO_4(0,1H), t^\circ}$	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 водяной бане		
H ₂ O ₂ (ДРОБ., специфичная)	1. $Cr^{3+} \rightarrow [Cr(OH)_6]^{3-}$ при $pH > 7$: $Cr^{3+} + OH^- \rightarrow \downarrow$ $Cr(OH)\downarrow + OH^- \rightarrow$ $\dots [Cr(OH)_6]^{3-} + \dots H_2O_2 + \dots OH^- \rightarrow$ 2. $[Cr(OH)_6]^{3-} \rightarrow CrO_5$ при $pH < 7$: $\dots CrO_4^{2-} + \dots H_2O_2 + \dots H^+ \rightarrow$ $\rightarrow \dots CrO(O_2)_2$	$Cr(OH)_3$ – 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		Пероксид хрома, надхромовая кислота. $[Cr(L)O(O_2)_2]$ – голубой, где L-молекула орг. р-ля (эфир, пиридин и т.д.)
$(NH_4)_2S_2O_8$ 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° . 2. $pH = 1-2$. 3. Мешающие ионы – восстановители, Cl^-		

1	2	3	4	5	6
Zn²⁺					
NH ₃ (2 Н р-р)	Zn ²⁺ + NH ₄ OH → ↓ Zn(OH) ₂ + NH ₄ OH →	Белый, студенистый ↓, р-мый в избытке реактива			Позволяет отделить Zn ²⁺ от других ионов IV группы
CO ₃ ²⁻ (NH ₄ ⁺ , K ⁺)	Zn ²⁺ + CO ₃ ²⁻ + H ₂ O →	Белый ↓			Учесть совместный гидролиз образующейся соли
H ₂ S, Na ₂ S ДРОБ.	Zn ²⁺ + H ₂ S →	Белый ↓, нер-мый в изб. р-ля, щелочи, CH ₃ COOH, р-мый в сильных к-тах	1. 3–4 к ZnCl ₂ + 2–3 к CH ₃ COONa + 5–7 к H ₂ 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 H ₂ O ₂ и крист. Na ₂ SO ₄
K ₄ [Fe(CN) ₆] насыщ.	...Zn ²⁺ + ... [Fe(CN) ₆] ⁴⁻ + ...K ⁺ →	Белый ↓, р-мый в щелочах, нер-мый в разб. HCl	Мешающие ионы – s ²⁻ , р-, d-элементов (кроме Fe ³⁺ , Cr ³⁺), ионы-ок-ли		Позволяет отличить Zn ²⁺ от Al ³⁺
Дитизон (в CCl ₄) дифенилтио- карбазон	Zn ²⁺ + NaOH(2H) + дитизон	Розово-красная окраска не только хлороформного слоя, но и нижнего водного (если окрашен только слой р-ля, это не говорит о наличии Zn ²⁺)	1. 2–3 к Zn ²⁺ + 5 к NaOH(2H) отцентрифугировать ↓. 2. 1 к центрифугата на предметное стекло + 2–3 к дитизон, перемешать палочкой		
Co(NO ₃) ₂ Реакция сухим методом (пиро- химическое оп- ределение)	Zn(NO ₃) ₂ + Co(NO ₃) ₂ → → CoZnO ₂ + 4NO ₂ ↑ + O ₂ ↑	Зелень Римана	Проводится на фильтровальной бумаге. 1. Нанести 3–4 к раствора + 1-2 к разб. HNO ₃ . 2. Подсушить над горелкой. 3. + 0,05 Н Co(NO ₃) ₂ . 4. Сжечь. Наблюдать цвет пепла или ободка вокруг обгоревшего пятна. Мешающие ионы – Cr ³⁺ , Al ³⁺ , Cu ²⁺ , Ni ²⁺		

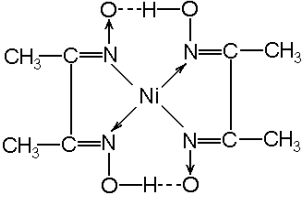
1	2	3	4	5	6
Sn²⁺					
H ₂ S	Sn ²⁺ + H ₂ S →	Темно-коричневый ↓	pH < 7 (CH ₃ COOH)		
Bi(NO ₃) ₃	Sn ²⁺ + OH ⁻ _(изб.) → ...[Sn(OH) ₄] ²⁻ + ...Bi ³⁺ + ...OH ⁻ → ...Bi↓ +	Черный, бархатистый ↓	1. 4 к Sn ²⁺ + 6–7 к NaOH(2Н) отцентрифугировать ↓. 2. 2–3 к центрифугата + 1–2 к Bi(NO ₃) ₃ . 3. Мешающий ион – Sb ³⁺ (при его наличии реакция ведется в присутствии анилина 1 к C ₆ H ₅ NH ₂)		
Sn⁴⁺					
H ₂ S	Sn ⁴⁺ + H ₂ S →	Желтый ↓, р-мый в конц. HCl	pH < 7(CH ₃ COOH)		
As³⁺					
I ₂ -aq	...AsO ₃ ³⁻ + ...I ₂ + ...H ₂ O →	Обесцвечивание р-ра	1. pH = 7–8 2. 2–3 к NaAsO ₂ + 1 кристаллик NaHCO ₃ + 1 к I ₂ -aq		Na ₂ CO ₃ обесцвечивает I ₂ -aq: Na ₂ CO ₃ + H ₂ O ⇌ NaOH + NaHCO ₃ 2NaOH + I ₂ ⇌ NaI + NaIO + H ₂ O
AgNO ₃	AsO ₃ ³⁻ + Ag ⁺ → ↓	Желтый ↓, р-мый в HNO ₃ и NH ₄ OH			
As⁵⁺					
AgNO ₃	AsO ₄ ³⁻ + Ag ⁺ → ↓	Шоколадно-бурый ↓, р-мый в HNO ₃ и NH ₄ OH			
KI (крахмал или бензол)	...H ₂ AsO ₄ ⁻ + ...I ⁻ + ...H ⁺ →	Бурая окраска I ₂ . Подтверждается крахмалом или экстрагированием бензолом	pH = 0 (1–2 к HCl конц.)		
V ГРУППА: Fe²⁺, Fe³⁺, Mn²⁺, Mg²⁺, Bi³⁺, Sb³⁺, Sb⁵⁺ // ГР. РЕАКТИВ – ЩЕЛОЧЬ (разб. 0,1 Н) В ИЗБЫТКЕ					
Fe²⁺					
Щелочи	Fe ²⁺ + OH ⁻ →	Свежеприготовленный – белый → в серозеленый, затем в бурый			4Fe(OH) ₂ + 2H ₂ O + O ₂ → 4Fe(OH) ₃ ↓
K ₃ [Fe(CN) ₆] ДРОБ.	...Fe ²⁺ + ... [Fe(CN) ₆] ³⁻ →	Синий ↓ турнбулевой сини, нер-мый в к-тах, разлагается в щелочах с образованием Fe(OH) ₃	1. pH = 3. 2. Мешающие ионы – высокие [Fe ³⁺]		Другие катионы V группы не мешают (ДРОБ.)

1	2	3	4	5	6
Реактив Чугаева (диметилглиоксим)	$2\text{C}_4\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_2 + \text{Fe}^{2+} \rightarrow 2\text{H}^+ + [\text{Fe}(\text{C}_4\text{H}_7\text{N}_2\text{O}_2)]$ $\begin{array}{c} \text{CH}_3-\text{C}=\text{NOH} \\ \\ \text{CH}_3-\text{C}=\text{NOH} \end{array}$	Карминово-красное окрашивание	1. На предметном стекле: 1 к р-ра + 2 к реактива Чугаева + 1 к NH_4OH 2Н. 2. Мешающие ионы – Mn^{2+} , Ni^{2+} . 3. $\text{pH} \approx 9$		
Fe³⁺					
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.	$2-3 \text{ к р-ра} + 3-4 \text{ к } \text{H}_2\text{O} +$ $+ 1-2 \text{ к } 2\text{HCl} + 2 \text{ к } \text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ $\dots\text{Fe}^{3+} + \dots[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-} \rightarrow$	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 (Hg^{2+} , Cu^{2+} , Bi^{3+} , Sn^{2+}) и анионы, образующие с Fe^{3+} прочные комплексы (F^- , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, 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 фильтре или на предметном стекле
NH_4CNS или KCNS (конц.) ДРОБ.	$\text{Fe}^{3+} + \text{CNS}^- \rightarrow$	Комплекс разного состава в зависимости от концентрации CNS^- красного цвета	1. $\text{pH} < 3$. 2. Меш. ионы – Co^{2+} , Cu^{2+} , Bi^{3+} и анионы F^- , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, PO_4^{3-} , $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6^{2-}$		ДРОБ., чувствительная
Mn²⁺					
Щелочи, NH_4OH	$\text{Mn}^{2+} + \text{OH}^- \rightarrow$	Свежеприготовленный – белый (слегка розоватый), → в бурый, р-мый в к-тах, нер-мый в щелочах. Р-м в изб. NH_4OH в присутствии солей аммония	$\text{pH} \approx 9-10$		$2\text{Mn}(\text{OH})_2 + \text{O}_2 \rightarrow 2\text{MnO}(\text{OH})_2 \downarrow$
NaBiO_3 ДРОБ.	$\dots\text{Mn}^{2+} + \dots\text{NaBiO}_3 + \dots\text{H}^+ \rightarrow$	Малиновая окраска р-ра	1. 1–2 к Mn^{2+} + 3–4 к 6Н HNO_3 + 5–6 к H_2O , перемешать + 1–2 кристаллика NaBiO_3 . 2. Перемешать, центрифугировать		MnO_4^- обесцвечивается H_2O_2 . Р-ция ДРОБ, специфичная

1	2	3	4	5	6
PbO ₂	...Mn ²⁺ + ...PbO ₂ + ...H ⁺ →	Малиновая окраска р-ра	1. pH < 2, t°. 2. Мешающие ионы – в-ли, => <u>MnCl₂ (Br⁻, I⁻) не использовать.</u> 3. 5–7 к 2Н HNO ₃ + PbO ₂ t°. 4. Отцентрифугировать изб. PbO ₂ , к бесцветному фильтрату + Mn ²⁺		
(NH ₄) ₂ S ₂ O ₈ персульфат аммония	...Mn ²⁺ + ...S ₂ O ₈ ²⁻ + ...H ₂ O →	Малиновая окраска р-ра	1. pH < 2, t°. 2. Ag ⁺ – катализатор. 3. Мешающие ионы – в-ли, => <u>MnCl₂ (Br⁻, I⁻) не использовать.</u> 4. Min [Mn ²⁺]. 5. (NH ₄) ₂ S ₂ O ₈ + 8 к 2Н HNO ₃ + 2 к AgNO ₃ , t°. 6. + Mn ²⁺ на стекл. палочке		
Mg²⁺					
Щелочи, NH ₄ OH	Mg ²⁺ + OH ⁻ →	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 ₄ ⁺ , Co ²⁺ , Ni ²⁺ , Cd ²⁺ . 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.
Bi³⁺					
Щелочи	Bi ³⁺ + OH ⁻ →	Белый аморфный↓, р-м в к-тах, нер-м в щелочах			
Гидролиз ДРОБ.	$\text{Bi}^{3+} + 2\text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons 2\text{HCl} + \text{Bi}(\text{OH})_2\text{Cl}$ $\quad \quad \quad \checkmark \quad \quad \quad \searrow$ $\quad \quad \quad \text{BiOCl}\downarrow \quad \text{H}_2\text{O}$	Белый ↓, выпадающий при разбавлении, не р-мый в винной к-те и ее солях (в отличие от SbOCl)	1. ПР(BiOCl) < ПР(BiONO ₃). 2. Если взят Bi(NO ₃) ₃ , добавлять 2–3 к NH ₄ Cl. 3. Мешающие ионы – Sb ³⁺		

1	2	3	4	5	6
SnCl ₂ ДРОБ.	Sn ²⁺ + OH ⁻ → Bi ³⁺ + OH ⁻ → ...Bi(OH) ₃ ↓ + ...[Sn(OH) ₄] ²⁻ →	Черный бархатистый ↓	1. 3 к SnCl ₂ + NaOH до растворения выпавшего ↓ + 2 к Bi ³⁺ . 2. Свежий SnCl ₂ . 3. Мешающие ионы – Ag ⁺ , Hg ²⁺ , Sb ³⁺ и др., большой избыток щелочи		
Sb³⁺ ([SbHal₄]⁻, [SbHal₆]³⁻ и др.)					
Гидролиз ДРОБ.	Sb ³⁺ + H ₂ O ⇌	Белый ↓, выпадающий при разбавлении, р-мый в винной к-те и ее солях (в отличие от BiOCl)	Мешающие ионы – Bi ³⁺		
Металл, E° которого < E°(Sb ³⁺ /Sb)	Sb ³⁺ + Zn →	Поверхность металла чернеет	1. Металлическую пластинку (Zn, Al, Fe) хорошо очистить нажд. бумагой. 2. pH = 1–2. 3. Время – 1–2 мин		
H ₂ S, Na ₂ S	Sb ³⁺ + S ⁻ → ↓	Оранжевый ↓			
Sb⁵⁺ (SbO₄³⁻, [SbHal₆]⁻ и др.)					
Гидролиз ДРОБ.	[SbCl ₆] ⁻ + H ₂ O → ↓	Белый ↓, выпадающий при разбавлении, р-мый в изб. HCl	Мешающие ионы – Bi ³⁺		
Металл, E° которого < E°(Sb ³⁺ /Sb)	Sb ⁵⁺ + Zn →	Поверхность металла чернеет			
VI ГРУППА: Cu²⁺, Ni²⁺, Co²⁺, Cd²⁺, Hg²⁺ // ГР. РЕАКТИВ – NH₄OH (конц.) В ИЗБЫТКЕ					
Cu²⁺					
Щелочи	Cu ²⁺ + OH ⁻ → Cu(OH) ₂ ↓ (t°) →	Голубой ↓, чернеющий при нагревании			

1	2	3	4	5	6
NH ₄ 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 ²⁻			Высокочувствительная р-ция
Металл, E° которого < E°(Cu ²⁺ /Cu)	$\text{Cu}^{2+} + \text{Fe} \rightarrow$	Красноватое пятно на пластинке (Al, Fe, Zn)			Используется для отделения меди от кадмия
K ₄ [Fe(CN) ₆] ДРОБ.	2–3 к р-ра + 3–4 к H ₂ O + 1–2 к 2HCl + 2 к K ₄ [Fe(CN) ₆] $\text{Cu}^{2+} + [\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-} \rightarrow$	Красно-бурый ↓, нер-мый в к-тах, р-мый в аммиаке, разлагается в щелочах с образованием Cu(OH) ₂	Мешающие ионы – Fe ³⁺ . Их удаляют р-ром аммиака		Можно проводить на фильтр. бумаге или на предм. стекле
KI ДРОБ.	$\dots\text{Cu}^{2+} + \dots\text{I}^- \rightarrow \downarrow$	Cu ₂ I ₂ ↓ – белый↓, I ₂ придает р-ру бурю окраску, в присутствии крахмала – синюю	1. pH = 2–3. 2. Мешающие ионы – Fe ³⁺ , Sb ⁵⁺		
Co²⁺					
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 ₄ 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 ₃ + подсушить над плиткой. → периферическая часть пятна – синяя. 3. Мешающие ионы – Cu ²⁺ , Fe ³⁺ , Bi ³⁺		Fe ³⁺ – связывают F ⁻ или PO ₄ ³⁻ в бесцветные [FeF ₆] ³⁻ и [Fe(PO ₄) ₃] ³⁻ . Cu ²⁺ – восстанавливают в Cu ⁺ SnCl ₂ . Способ на бумаге позволяет открыть Co ²⁺ в присутствии меш. ионов
NH ₄ OH конц.	$\text{Co}^{2+} + \text{SO}_4^{2-} + \text{NH}_4\text{OH} \rightarrow$ $(\text{CoOH})_2\text{SO}_4\downarrow + \text{NH}_4^+ \rightarrow$	CoOHAn – сине-фиолет. ↓; [] – грязно-желтый			

1	2	3	4	5	6
Ni²⁺					
Щелочи	$Ni^{2+} + OH^{-} \rightarrow$	Яблочно-зеленый ↓, р-мый и кислотах			
NH ₄ OH конц.	$Ni^{2+} + NH_4OH \rightarrow$ $Ni(OH)_2 \downarrow + NH_4OH \rightarrow$	[] – синий			
Диметилглиоксим (реактив Чугаева) ДРОБ.	$2C_4H_8N_2O_2 + Ni^{2+} \rightarrow 2H^{+} + [Ni(C_4H_7N_2O_2)]$ или в NH ₄ ⁺ -среде: $2C_4H_8N_2O_2 + Ni^{2+} + 2NH_4OH \rightarrow [Ni(C_4H_7N_2O_2)] \downarrow + 2H_2O + 2NH_4^{+}$ CH ₃ —C=NOH CH ₃ —C=NOH диметилглиоксим	Внутрикомплексная соль интенсивно-розового цвета или красный ↓ 	1. 4к соли Ni ²⁺ + 1–2к р-ра H ₂ O ₂ (окисление Fe ²⁺ →Fe ³⁺) + 5–6к NH ₄ OH конц. + 2 к реактива Чугаева. 2. ↓, если не растворился отфильтровать. 3. На часовом стекле: 1к фильтрата + 1к диметилглиоксима. 4. pH = 7–9 (NH ₄ ⁺ -среда). 5. Мешающие ионы – Fe ²⁺ , Cu ²⁺ , Co ²⁺		В присутствии меш. ионов на полоске фильт. бумаги: 1к Na ₂ HPO ₄ или NaF (для связывания меш. ионов) + 1к р-ра в центр пятна + при наличии Fe ²⁺ 1к H ₂ O ₂ + 1к Na ₂ HPO ₄ или NaF + 1к диметилглиоксима + обработать парами NH ₄ ⁺ . Окрашивается всё пятно или его периферия
Cd²⁺					
Щелочи	$Cd^{2+} + OH^{-} \rightarrow$	Белый ↓, р-мый и кислотах			
Аммиак	$Cd^{2+} + NH_4OH \rightarrow$ $Cd(OH)_2 \downarrow + NH_3 \rightarrow$	[] – бесцветный			
H ₂ S или Na ₂ S ДРОБ.	$Cd^{2+} + H_2S \rightarrow$	CdS – желтый ↓, р-мый в конц. HCl и 2H HNO ₃ , в нас. NaCl	1. Мешающие ионы – Sn ²⁺ , Cu ²⁺ , Hg ²⁺ , Hg ₂ ²⁺ , Bi ³⁺ , Sb ³⁺ , Ag ⁺ (удаляют обработкой суспензией PbS, Pb ²⁺ осаждают в виде сульфата), окислители. 2. Уксуснокислая среда (pH = 0,5–4)		В присутствии меш. ионов: 3–4к р-ра + 6к H ₂ SO ₄ + 2–3 кристаллика Na ₂ S ₂ O ₃ + t° 2–3 мин (HgS и Cu ₂ S ↓, в р-ре Co ²⁺ , Ni ²⁺ , Cd ²⁺). В другую пробирку 5–6к H ₂ 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
Hg²⁺					
Щелочи	$Hg^{2+} + 2OH^- \rightarrow HgO \downarrow + H_2O$	Желтый ↓			
NH ₃ (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.	$Hg^{2+} + I^- \rightarrow \downarrow$ В избытке реактива: $HgI_2 \downarrow + I^- \rightarrow$	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 ₂ S	$Hg^{2+} + S^{2-} \rightarrow$	Черный ↓, р-мый в царской водке и избытке реагента			
Суспензия иодида меди(I) Cu ₂ I ₂ 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 ₂ I 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		

Таблица 6 – КАЧЕСТВЕННЫЕ РЕАКЦИИ НА АНИОНЫ I–III АНАЛИТИЧЕСКИХ ГРУПП

РЕАКТИВ	РЕАКЦИЯ, ЕЕ ПРОВЕДЕНИЕ	АНАЛИТИЧЕСКИЙ СИГНАЛ, ЕГО ХАРАКТЕРИСТИКА	УСЛОВИЯ РЕАКЦИИ, МЕШАЮЩИЕ ИОНЫ
1	2	3	4
I ГРУППА: SO₄²⁻, SO₃²⁻, CO₃²⁻, PO₄³⁻, SiO₃²⁻ // ГР. РЕАКТИВ BaCl₂			
SO₄²⁻			
BaCl ₂	SO ₄ ²⁻ + Ba ²⁺ →	Белый осадок	
SO₃²⁻			
BaCl ₂	SO ₃ ²⁻ + Ba ²⁺ →	Белый осадок, растворим в кислотах	
KMnO ₄	...SO ₃ ²⁻ + ...MnO ₄ ⁻ + ...H ⁺ →	Раствор обесцвечивается	1 к KMnO ₄ подкислить 3 каплями 0,1 Н НСl, добавить 1–2 к раствора сульфита
CO₃²⁻			
BaCl ₂	CO ₃ ²⁻ + Ba ²⁺ →	Белый осадок, растворим в кислотах	В пипетке (РИСУНОК!)
Кислоты	CO ₃ ²⁻ + H ⁺ →	Бесцветный газ без запаха	
PO₄³⁻			
BaCl ₂	PO ₄ ³⁻ + Ba ²⁺ →	Белый осадок, растворим в кислотах	
AgNO ₃	PO ₄ ³⁻ + Ag ⁺ →	Желтый осадок, растворим в кислотах и NH ₃	
(NH ₄) ₃ MoO ₄		Желтое окрашивание или желтый осадок	Дать постоять 1 мин или нагреть
SiO₃²⁻			
BaCl ₂	SiO ₃ ²⁻ + Ba ²⁺ →	Белый осадок, растворим в кислотах	
Кислоты	SiO ₃ ²⁻ + 2H ⁺ →	Гелеобразный осадок	Если осадок на холоде не образуется, раствор необходимо нагреть
II ГРУППА: Cl⁻, Br⁻, I⁻, S²⁻ // ГР. РЕАКТИВ AgNO₃			
Cl⁻			
AgNO ₃	Cl ⁻ + Ag ⁺ →	Белый творожистый осадок, комкуется при встряхивании, нерастворимый в воде и кислотах, растворим в NH ₄ OH, темнеет на свету	

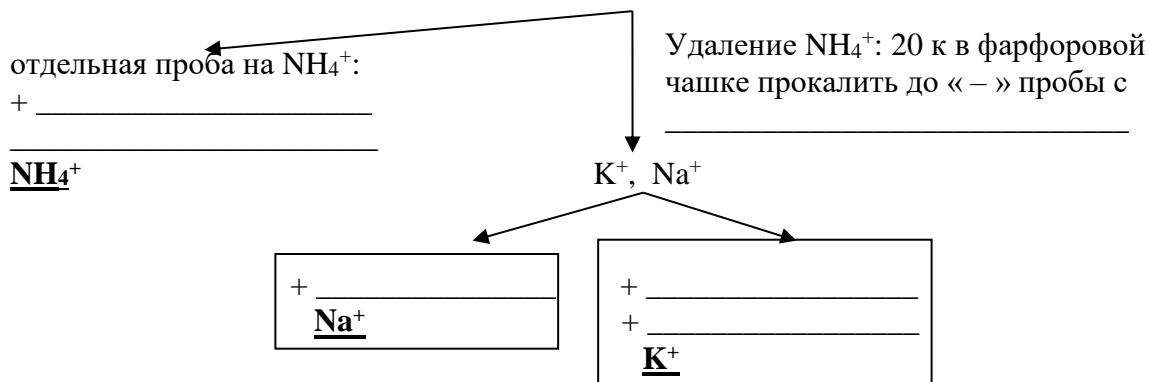
1	2	3	4
Br⁻			
AgNO ₃	Br ⁻ + Ag ⁺ →	Желтый осадок, растворим в Na ₂ S ₂ O ₃	
Хлорная вода Cl ₂ + H ₂ O	Br ⁻ + Cl ₂ →	Бурая окраска	1–2 к раствора NaBr подкислите 3 каплями 2 Н раствора серной кислоты, прибавьте 1–2 к хлорной воды. Раствор бурет. Добавьте 5–6 капель бензола и взболтайте. Бензольное кольцо окрашивается в красновато-бурый цвет
I⁻			
AgNO ₃	I ⁻ + Ag ⁺ →	Желтый осадок, растворим в Na ₂ S ₂ O ₃	
Хлорная вода Cl ₂ + H ₂ O	I ⁻ + Cl ₂ →	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
Pb(NO ₃) ₂	Pb ²⁺ + I ⁻ →	Золотистый осадок при t ^o растворяется, при охлаждении выпадает снова	
S²⁻			
AgNO ₃	S ²⁻ + Ag ⁺ →	Черный осадок, нерастворимый в растворе аммиака, но р-тся при нагревании в HNO ₃	
Кислоты	S ²⁻ + H ⁺ →	Бесцветный газ, специфичный запах	
III ГРУППА: NO₃⁻, NO₂⁻, CH₃COO⁻ // ГР. РЕАКТИВА НЕТ			
NO₃⁻			
(C ₆ H ₅) ₂ NH дифениламин		Темно-синий раствор	
NO₂⁻			
KI	...I ⁻ + ...NO ₂ ⁻ + ...H ⁺ →	Бурая окраска	К 4–5 каплям подкисленного H ₂ SO ₄ раствора нитрита прибавьте столько же раствора иодида калия. Выделяется свободный иод, который узнается по посинению крахмальной бумажки
CH₃COO⁻			
H ₂ SO ₄ конц. или 70 %	CH ₃ COO ⁻ + H ⁺ →	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^+

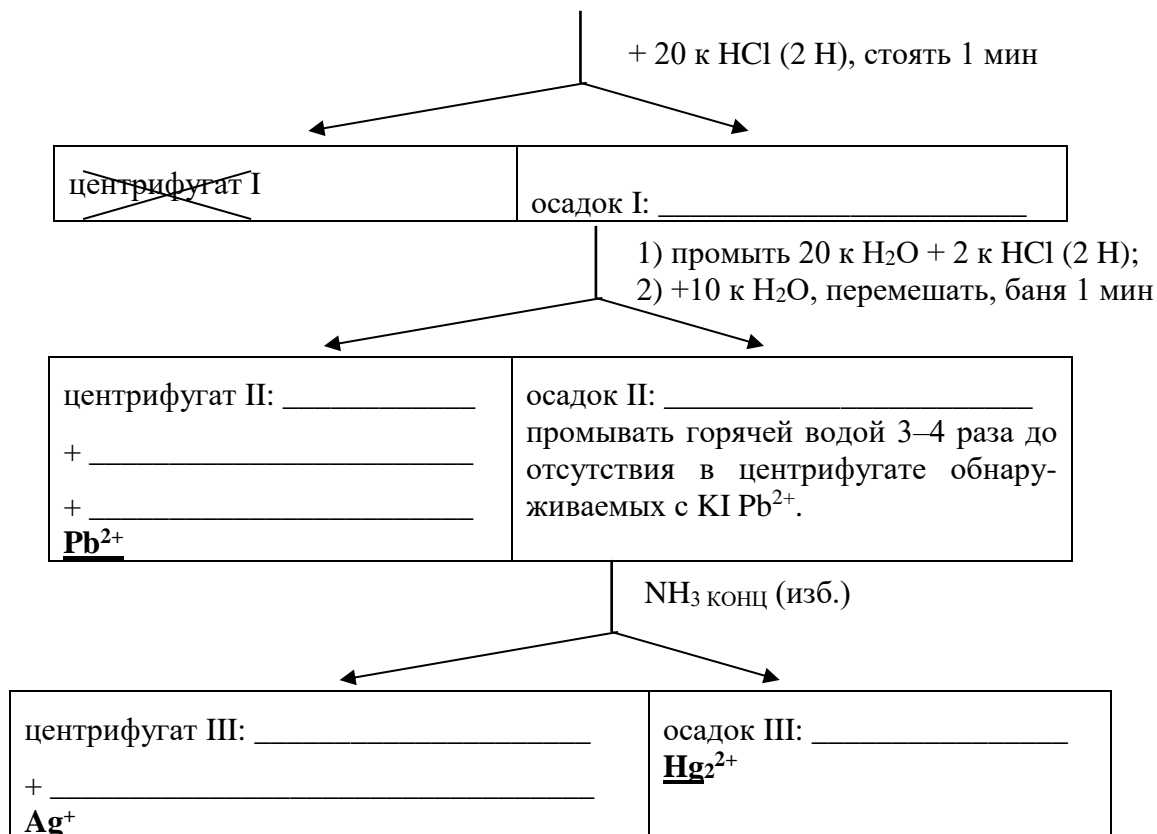


Вариант _____ Обнаруженные ионы: _____

Лабораторная работа 2

Схема анализа смеси катионов II аналитической группы

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



Вариант _____ Обнаруженные ионы: _____

Лабораторная работа 3
Переведение сульфата бария в раствор

Предложить цепочку превращений, позволяющую перевести ионы бария из сульфата в растворимое в воде состояние.

Проиллюстрировать превращения уравнениями реакций.

Написать уравнение реакции взаимодействия сульфата бария с карбонатом натрия в молекулярной и ионных формах. Определить, обратима ли реакция, и в каком направлении смещено равновесие при эквимольном содержании ионов. Привести необходимые справочные данные.

Предложить факторы, смещающие равновесие процесса в сторону образования карбоната бария.

Обосновать каждое из применяемых в превращении условий проведения реакции.

1. Нагревание системы.

2. Использование насыщенного раствора Na_2CO_3 .

3. Удаление из системы SO_4^{2-} .

РЕАКТИВЫ И ОБОРУДОВАНИЕ

BaCl_2 0,1 Н раствор

H_2SO_4 1 Н раствор

Na_2CO_3 насыщенный раствор

HNO_3 2 Н раствор

CH_3COOH 2 Н раствор

$\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,2 Н раствор

Родизонат натрия свежеприготовленный насыщенный раствор

Универсальная индикаторная бумага

Центрифуга лабораторная

Плитка электрическая с водяной баней

Палочка стеклянная

Пробирки лабораторные

ХОД РАБОТЫ

1. Приготовить взвесь сульфата бария: к 3 кап. 0,5 Н BaCl_2 добавить 5 кап. 1 Н H_2SO_4 .
Перемешать, дать постоять 5 минут.

2. Осадок отцентрифугировать.

3. Осадок промыть 20 кап. воды, отцентрифугировать. Повторить промывание 2 раза.

4. Промывную жидкость (центрифугат) проверить на отсутствие Ba^{2+} : добавить к прозрачному центрифугату 2 кап. H_2SO_4 , осадка не должно быть. Бария в виде ионов в системе нет.

5. К осадку добавить 20 кап. Na_2CO_3 , перемешать стеклянной палочкой, нагревать на бане 2 мин; отцентрифугировать.

6. Процедуру, указанную в п. 5, повторить 3 раза.

7. Центрифугат проверить на отсутствие SO_4^{2-} :

– по каплям внести 2 Н HNO_3 до рН 1–2 (нанести раствор стеклянной палочкой на полоску универсальной индикаторной бумаги);

– прибавить 2 кап. $BaCl_2$, осадка не должно быть. Если SO_4^{2-} в системе нет, сульфат переведен в карбонат полностью.

Если обнаруживаются сульфат-ионы, процедуру, указанную в п. 5, повторить до отрицательной реакции с $BaCl_2$.

Для чего перед добавлением хлорида бария центрифугат обрабатывают азотной кислотой до кислой реакции среды?

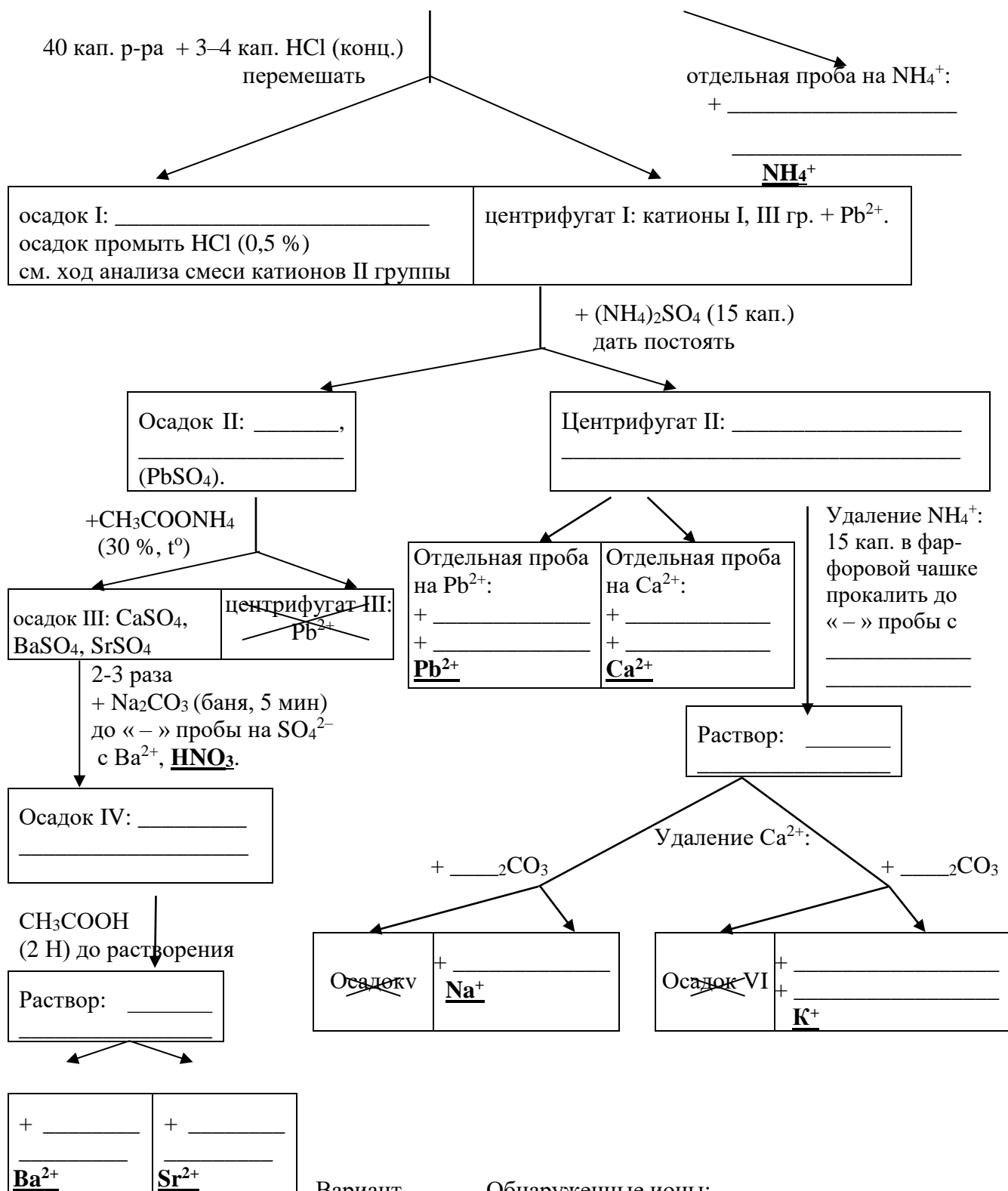
8. Растворить осадок в 2 Н CH_3COOH .

9. Доказать наличие в растворе ионов бария (родизонат, SO_4^{2-} , хромат, дихромат). Привести уравнение качественной реакции и аналитический сигнал.

Лабораторная работа 4

Схема анализа смеси катионов I–III аналитических групп

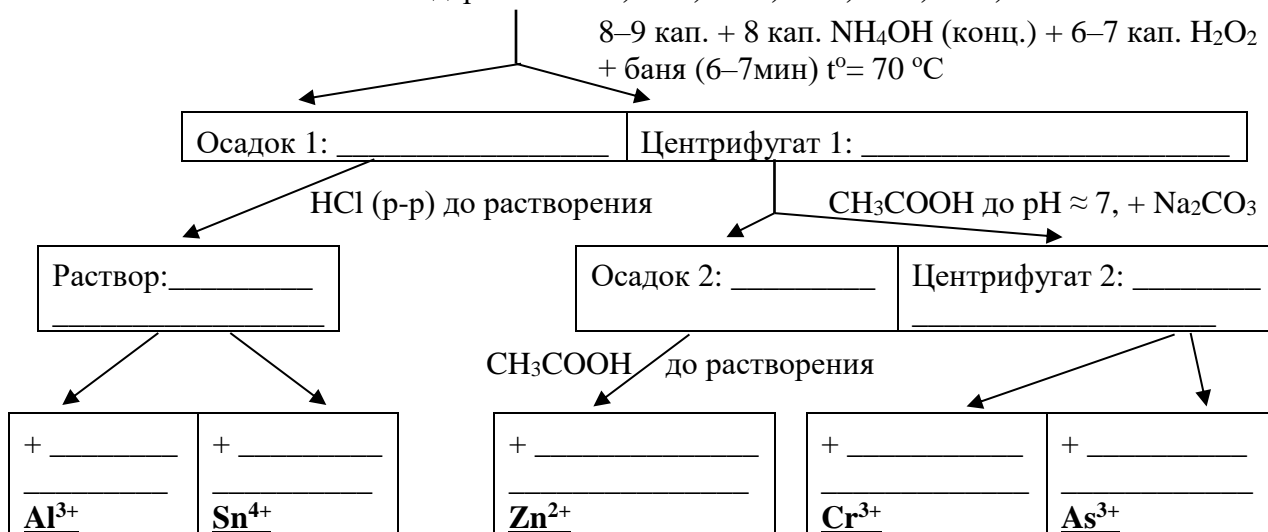
Смесь может содержать: Na^+ , K^+ , NH_4^+ , Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} , Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+}



Лабораторная работа 5

Схема анализа смеси катионов IV аналитической группы

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

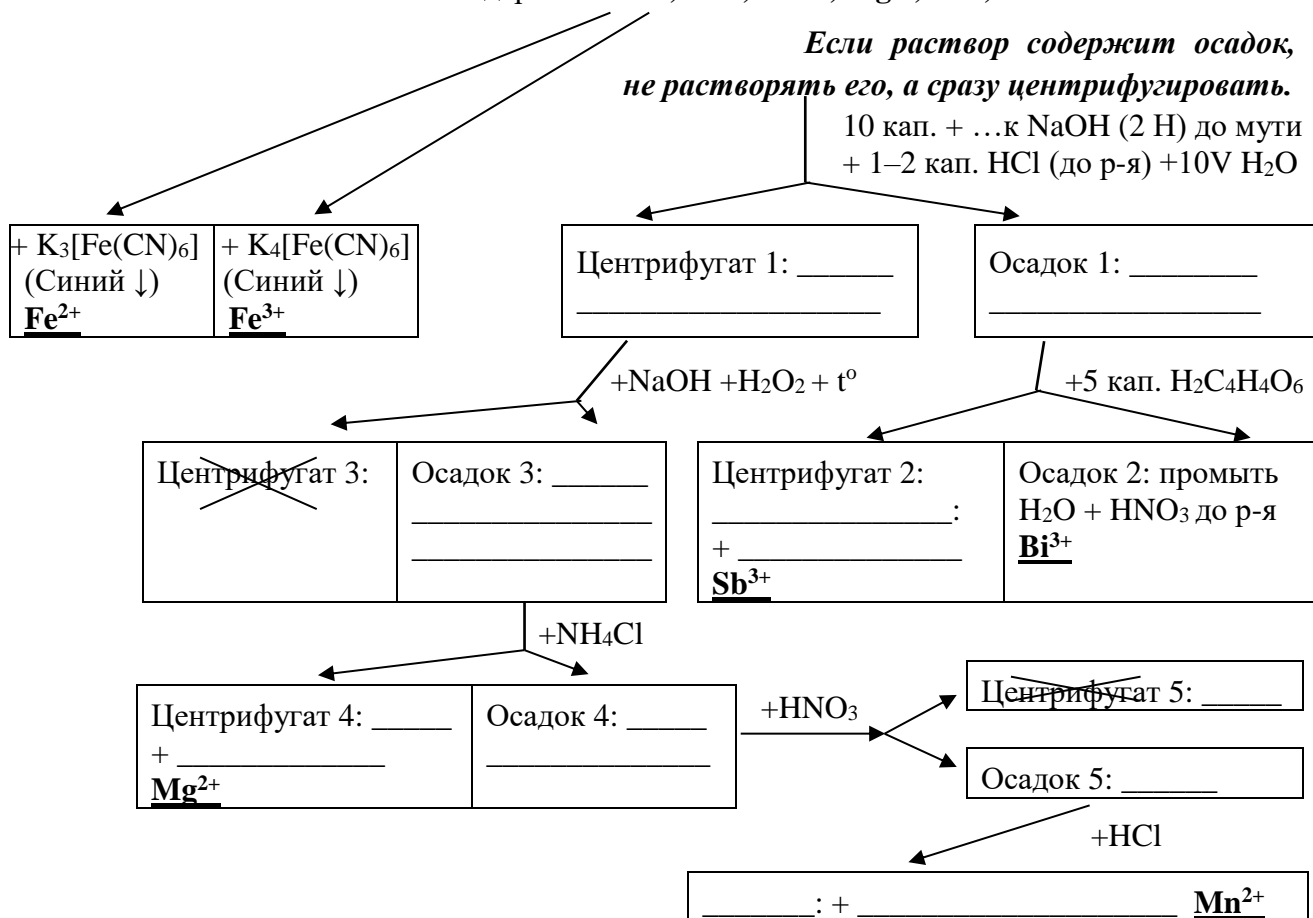


Вариант _____ Обнаруженные ионы: _____

Лабораторная работа 6

Схема анализа смеси катионов V аналитической группы

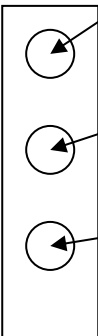
Смесь может содержать: Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Mg^{2+} , Bi^{3+} , Sb^{3+}



Вариант _____
Обнаруженные ионы: _____.

Лабораторная работа 7

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 NH_3 : $\text{Ni}^{2+} \rightarrow$ красное пятно

+ NH_4CNS (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 8

Схема анализа смеси катионов I–VI аналитических групп

(в виде нитратов)

Предварительные испытания

1. Анализ окраски:

Окрашенные ионы:

Cr^{3+} – _____; Fe^{3+} – _____;
 Cu^{2+} – _____; Co^{2+} – _____.
 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):

NH_4^+ – + _____: _____;

Fe^{2+} – + _____: _____;

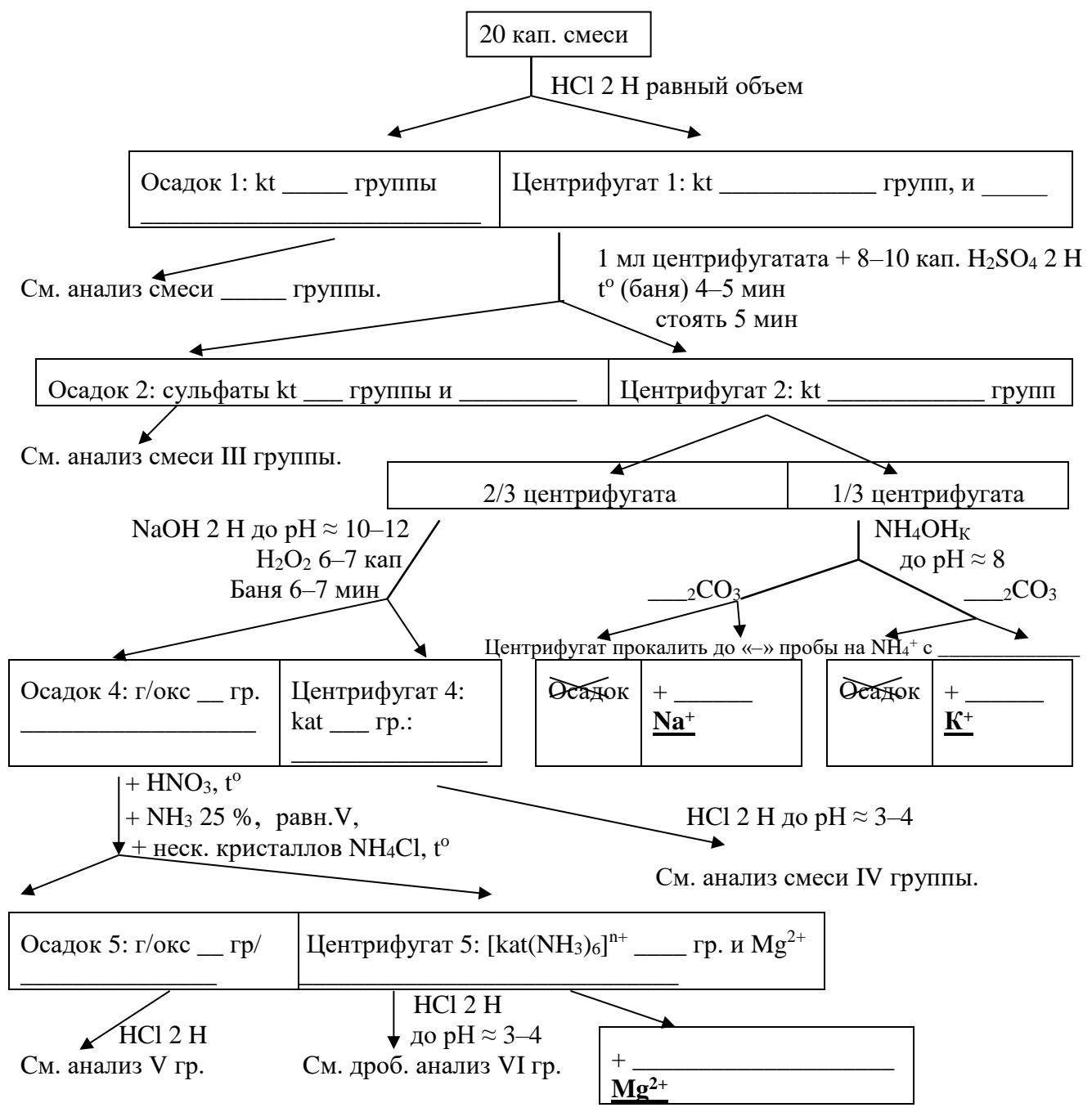
Fe^{3+} – + _____: _____;

Mn^{2+} – + _____: _____;

Co^{2+} – + _____: _____;

Cr^{3+} – + _____: _____;

Ni^{2+} - + _____ : _____ ;
 Zn^{2+} - + _____ : _____ ;
 Hg_2^{2+} - + _____ : _____ .



Вариант _____ Обнаруженные ионы:

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

Лабораторная работа 9

Систематический анализ смеси анионов I–III аналитических групп

(в виде калиевых или натриевых солей)

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 _____.

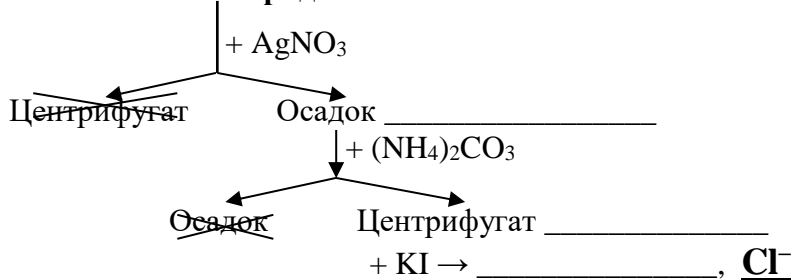
5. Наличие анионов-восстановителей (_____): + _____ + _____ \rightarrow _____.

6. Наличие галогенид-анионов: реакция с _____ по каплям в присутствии бензола:

+ $\text{Cl}_2\text{-aq}$ + C_6H_6 \rightarrow фиолетовое кольцо, следовательно, есть I^- , + $\text{Cl}_2\text{-aq}$ (избыток) \rightarrow обесцвечивается (IO_3^-), если есть Br^- проявляется оранжевое кольцо.

Доказательство наличия отдельных анионов

7. Наличие хлорид-анионов:



1. Наличие нитрат-анионов:

Мешает NO_2^- – удалить нагреванием с _____ $\rightarrow \text{N}_2\uparrow$ (_____).

а) + Cu , H_2SO_4 (конц.): голубой р-р, $\text{NO} \rightarrow \text{NO}_2$ (бурый).

б) + дифениламин в конц. H_2SO_4 : синяя окраска, мешают Gal^- – удалить AgNO_3 и отцентрифугировать осадок.

2. Наличие нитрит-анионов:

+ _____, рН _____ \rightarrow _____ (_____).

3. Наличие CH_3COO^- :

+ FeCl_3 \rightarrow бурый \downarrow , мешают SO_3^{2-} ; CO_3^{2-} ; PO_4^{3-} ; SiO_3^{2-} ; I^- ; S^{2-} – осадить BaCl_2 , AgNO_3 и отцентрифугировать осадок.

4. Наличие SO_3^{2-} :

Предварительно удалить другие восстановители:

+ $\text{KMnO}_4 \rightarrow \text{pH} < 7$ – бесцветный; $\text{pH} > 7$ – зеленый.

5. $\text{S}^{2-} + \text{Cd}^{2+} \rightarrow$ желтый \downarrow .

6. $\text{SiO}_3^{2-} + \text{HCl} \rightarrow \downarrow$ гель. Или $+ \text{NH}_4\text{Cl} \rightarrow \downarrow$ гель.

7. $\text{PO}_4^{3-} + (\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ р-р в конц. HNO_3 $t^\circ \rightarrow$ желтый \downarrow .

8. $\text{CO}_3^{2-} + \text{HCl} \rightarrow \uparrow$ (в пипетке $\text{Ca}(\text{OH})_2$, вставить в пробку), мешает SO_3^{2-} .

Вариант _____ Обнаруженные ионы: _____.

Лабораторная работа 10

Определение индивидуального вещества

1. Наличие цвета сухого вещества, предполагаемые ионы:

2. Определение растворимости и цвета раствора:

а) в воде _____;

б) в 2 Н HCl (если не растворилось в воде) _____;

в) в 2 Н HNO_3 (если не растворилось в воде и 2 Н HCl)

3. Предположение, к какому классу соединений может относиться вещество:

4. Принадлежность катиона к группе (групповой реагент) _____.

Уравнение реакции с групповым реагентом, аналитический сигнал:

5. Определение катиона (качественная реакция)

6. Принадлежность аниона к группе (групповой реагент)

7. Определение аниона (качественная реакция)

Вариант _____ Обнаруженные ионы: _____.

Лабораторная работа 11
Определение смеси веществ

1. Наличие цвета сухого вещества; предполагаемые ионы

2. Определение растворимости и цвета раствора:

а) в воде _____;

б) в HCl (2 H) _____;

в) в HNO₃ (2 H) _____.

3. Предположение, к каким классам соединений могут относиться вещества:

4. Принадлежность катионов к группе (групповые реагенты):

5. Определение катионов (качественные реакции):

6. Принадлежность анионов к группе (групповые реагенты):

7. 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 12

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 H₂SO₄ (V = 100 мл)

Индикатор – фенолфталеин

Колбы мерные на 200, 100, 1000 мл

Воронка стеклянная

Фарфоровый тигель

Технохимические весы

Аналитические весы

Стеклянный цилиндр для измерения плотности

Набор ареометров

Пипетки мерные на 1, 10 мл

Дозатор

Колба коническая для титрования

Стакан химический 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.

Объясните, почему нужно производить взвешивание с максимальной скоростью.

Правила взвешивания и приготовления растворов в мерной колбе приведены в приложениях 1, 2, 3.



Рисунок 4 – Вид поверхности смачивающей жидкости в стеклянной трубке

Заполнить мерную колбу на 200 мл примерно на $\frac{1}{3}$ 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. рис. 4). Закрыть пробкой, перемешать.

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

См. методику приготовления титрованных растворов из фиксанала в приложении 4.

Готовит дежурный.

3. Приготовление исследуемого 0,1 Н раствора H₂SO₄ 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:

$$\rho = \text{_____ г/мл}, \quad \omega = \text{_____} \%, \quad C_M = \text{_____ моль/л.}$$

Сделать необходимые расчеты для приготовления раствора кислоты:

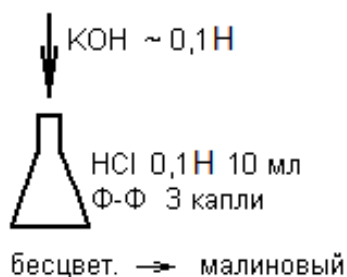
$C_N(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ моль/л}$	
$V_1(\text{p-ра H}_2\text{SO}_4) = 100 \text{ мл}$	
$V_0(\text{p-ра H}_2\text{SO}_4) = ?$	

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. Закрыть 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:



В коническую колбу для титрования мерной пипеткой внести аликвоту (**10 мл**) стандартного раствора соляной кислоты, добавить **3** капли раствора фенолфталеина.

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

Титровать раствором KOH до появления устойчивой слабо-розовой окраски от одной лишней капли титранта (см. рис. 5).

Рисунок 5 –
Схема титрования

Записать результаты титрования:

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

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

$$V_{\text{ср.}} = \text{_____}$$

Вычислить точную концентрацию раствора титранта:

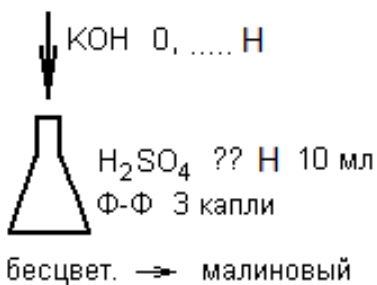
$C_N(\text{HCl}) = 0,1$ моль/л	
$V(\text{p-ра HCl}) = 10$ мл	
$V_{\text{ср.}}(\text{p-ра KOH}) =$ мл	
$C_N(\text{KOH}) = ?$	

Какой вариант титрования использовался в данном определении?

5. Определение содержания серной кислоты в исследуемом растворе

Уравнение реакции титрования:

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



Закончить схему титрования (см. рис. 6).

Титровать раствором KOH 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.

Рисунок 6 –
Схема титрования

Записать результаты титрования:

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

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

$V_{\text{ср.}} =$

Вычислить точную концентрацию исследуемого раствора:

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

Какой вариант титрования использовался в данном определении?

Лабораторная работа 13

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 – Н раствор $Na_2B_4O_7$

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

Индикатор – метиловый оранжевый

ХОД РАБОТЫ

1. Приготовление ~0,1 Н раствора титранта H_2SO_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:

$C_N(\frac{1}{2} H_2SO_4) = 0,1$ моль/л	
$V_1(p-ра H_2SO_4) = 250$ мл	
$V_0(p-ра H_2SO_4) = ?$	

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

2. Приготовление 0,1 Н стандартного раствора $Na_2B_4O_7 \cdot 10 H_2O$ из точной навески и расчет его точной концентрации

Сделать необходимые расчеты для взятия навески:

$C_N(\frac{1}{2} Na_2B_4O_7) = 0,1$ моль/л	
$V(p-ра Na_2B_4O_7) = 100$ мл	
$m(Na_2B_4O_7 \cdot 10 H_2O) = ?$	

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

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

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

I вариант приготовления: заполнить мерную колбу на 100 мл примерно на $\frac{1}{2}$ 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 – дно колбы.

Довести объем раствора до метки по нижнему мениску (см. рис. 4, с. 52). Закрывать 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. Закрывать пробкой, перемешать.

Рассчитать точную концентрацию приготовленного титрованного раствора.

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

Обосновать, почему буру можно использовать как установочное вещество.

3. Приготовление исследуемого 0,1 Н раствора КОН

Сделать необходимые расчеты для взятия навески:

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

Вычисленную навеску КОН 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.

5. Стандартизация раствора титранта

Уравнение реакции титрования:



Рисунок 7 –
Схема титрования

Закончить схему титрования (см. рис. 7).

Переход окраски при титровании: _____.

Заполнить бюретку раствором титранта (_____).

В коническую колбу для титрования мерной пипеткой внести аликвоту (**10** мл) стандартного раствора буры, 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 $V_{\text{ср.}}$:

$V_{\text{ср.}} =$

Вычислить точную концентрацию раствора титранта:

$C_N(\frac{1}{2}Na_2B_4O_7) =$ моль/л	
$V(\text{р-ра } Na_2B_4O_7) = 10$ мл	
$V_{\text{ср.}}(\text{р-ра } H_2SO_4) =$ мл	
$C_N(\frac{1}{2} H_2SO_4) = ?$	

Какой вариант титрования использовался в данном определении?

6. Определение содержания гидроксида натрия в исследуемом растворе

Уравнение реакции титрования:



Рисунок 8 –
Схема титрования

Закончить схему титрования (см. рис. 8).

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 от одной лишней капли титранта неисчезающей окраски, совпадающей со «свидетелем».

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 $V_{\text{ср.}}$:

$V_{\text{ср.}} =$

Вычислить точную концентрацию исследуемого раствора:

$C_N(\frac{1}{2} H_2SO_4) =$ моль/л	
$V_{\text{ср.}}(\text{р-ра } H_2SO_4) =$ мл	
$V(\text{р-ра } KOH) = 10$ мл	
$C_N(\text{р-ра } KOH) = 10$ мл	

Какой вариант титрования использовался в данном определении?

Лабораторная работа 14

Определение содержания карбоната кальция в смеси

Определение карбонатов кальция и магния имеет большое значение для характеристики основных физико-химических и механических свойств почв. Некоторые почвы содержат большое количество карбонатов; во многих случаях в пересчете на CaCO_3 содержание их составляет 10–20 % от веса почвы, достигая в отдельных случаях 30 % и выше.

Установлена прямая связь между содержанием в почвах общих и активных карбонатов и качеством произрастающей на данной почве продукции. Избыток карбонатов в почве оказывает отрицательное действие на развитие и плодоношение культур. Высокое содержание карбонатов в корнеобитаемом слое вызывает нарушение минерального питания растений, что выражается прежде всего в их заболеваниях.

Определение карбонатов производится способом отдельных проб методом обратного титрования (титрования по остатку).

РЕАКТИВЫ

Рабочий раствор – ~0,1 Н раствор NaOH

Установочное вещество – HCl

Стандартный раствор – 0,1000 Н раствор HCl

Исследуемое вещество – CaCO_3 в песке ($\omega(\text{CaCO}_3) \sim 5\%$)

Индикатор – фенолфталеин

ХОД РАБОТЫ

1. Приготовление 0,1000 Н стандартного раствора HCl (из фиксаля).

2. Приготовление ~0,1 Н раствора титранта NaOH.

3. Стандартизация раствора титранта.

Заполнить бюретку раствором титранта, удалить из носика бюретки пузырьки воздуха, установить уровень жидкости на нулевое деление.

В коническую колбу для титрования мерной пипеткой внести аликвоту (10 мл) стандартного раствора соляной кислоты, добавить 3 капли раствора фенолфталеина.

Титровать раствором NaOH до появления устойчивой слабо-розовой окраски от одной лишней капли титранта.

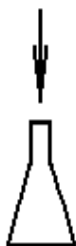


Рисунок 9 –
Схема титрования

Титрование повторять до получения трех одинаковых или близких (отличающихся не более чем на 0,2 мл) результатов.

Закончить схему титрования (см. рис. 9).

Переход окраски при титровании: _____.

Уравнение реакции титрования

Записать результаты титрования:

$$V_1 = \underline{\hspace{2cm}} \text{ мл}, \quad V_2 = \underline{\hspace{2cm}} \text{ мл}, \quad V_3 = \underline{\hspace{2cm}} \text{ мл}, \quad V_4 = \underline{\hspace{2cm}} \text{ мл}.$$

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

$$V_{\text{ср.}} =$$

Вычислить точную концентрацию раствора титранта:

$$C_N(\text{HCl}) = 0,1 \text{ моль/л}$$

$$V(\text{р-ра HCl}) = 10 \text{ мл}$$

$$V_{\text{ср.}}(\text{р-ра NaOH}) = \quad \text{мл}$$

$$C_N(\text{NaOH}) = ?$$

Какой вариант титрования использовался в данном определении?

4. Определение содержания карбонатов в исследуемой почве.

В чистый сухой тигель на электронных весах поместить навеску исследуемой смеси массой примерно 1 г, записать массу тигля с навеской. Затем перенести навеску в коническую колбу для титрования, взвесить пустой тигель, записать его массу. По разнице масс вычислить точную массу навески.

К навеске с помощью пипетки Мора прибавить 10 мл 0,1 Н раствора соляной кислоты, перемешивать до прекращения выделения газа (не менее 1 мин).

Добавить 3 капли раствора фенолфталеина.

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

Закончить схему титрования (см. рис. 10).

Переход окраски при титровании: _____.



Рисунок 10 –
Схема титрования

Уравнение реакции титрования:

Определение повторить 3 раза.

Записать результаты аналитических операций:

№ определения	m (навески)	V (титранта)
1		
2		
3		

Какой вариант титрования использовался в данном определении?

Вычислить массовую долю карбоната кальция в смеси.

Определение 1

m(навески) =	г	
$C_N(\text{NaOH}) =$	моль/л	
$V(\text{p-ра HCl}) = 10$	мл	
$V(\text{p-ра NaOH}) =$	мл	
$\omega(\text{CaCO}_3) = ?$		

Определение 2

m(навески) =	г	
$C_N(\text{NaOH}) =$	моль/л	
$V(\text{p-ра HCl}) = 10$	мл	
$V(\text{p-ра NaOH}) =$	мл	
$\omega(\text{CaCO}_3) = ?$		

Определение 3

$m(\text{навески}) =$	г	
$C_N(\text{NaOH}) =$	моль/л	
$V(\text{р-ра HCl}) = 10$	мл	
$V(\text{р-ра NaOH}) =$	мл	
$\omega(\text{CaCO}_3) = ?$		

По результатам титрования вычислить среднее значение $\omega(\text{CaCO}_3)$ в смеси.

Вывести расчетную формулу для получения результата анализа в один прием.

КОМПЛЕКСОМЕТРИЧЕСКОЕ ТИТРОВАНИЕ (МЕТОД КОМПЛЕКСОМЕТРИИ)

Лабораторная работа 15

Определение общей, кальциевой и магниевой жесткости воды

Основные условия комплексометрического титрования

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

1. Титрование проводят в щелочной среде ($pH = 10$), 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 – $CaCl_2$

Стандартный раствор – Н раствор $CaCl_2$ ($V = 500$ мл)

Исследуемый раствор – водопроводная вода или вода природных источников

Индикатор: хромоген черный (для определения общей жесткости),

мурексид (для определения кальциевой жесткости)

Аммонийная буферная смесь

$NaOH$ 2 Н раствор

Написать уравнения реакций, используемых в работе (в молекулярной и ионной форме) на примере иона Ca^{2+} , указать константы нестойкости комплексов, участвующих в процессах, сравнить их, показать направление смещения равновесия в обратимых процессах.

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 фиксанала.
- || Готовят дежурные в мерной колбе объемом ____ л.
- || В этом случае стандартизации не требуется.

2. Приготовление 0,05 Н стандартного раствора CaCl₂

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.

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

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

$m(\text{навески}) = \quad \text{г.}$

Рассчитать точную концентрацию приготовленного титрованного раствора.

$m(\text{CaCl}_2) = \quad \text{г}$

$V(\text{р-ра CaCl}_2) = 500 \text{ мл}$

$C_N(\dots \text{CaCl}_2) = ?$

|| Приготовление титрованного раствора из фиксанала.

|| Готовят дежурные в мерной колбе объемом _____ л.

3. Забор проб исследуемой воды

Для анализа достаточно 200–250 мл воды.

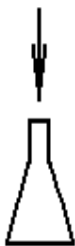


Рисунок 11 –
Схема титрования

4. Стандартизация раствора титранта

Закончить схему титрования (см. рис. 11).

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.

В коническую колбу для титрования мерной пипеткой внести аликвоту (10 мл) стандартного раствора 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 NaCl).

Титровать до перехода красной 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 $V_{\text{ср.}}$:

$V_{\text{ср.}} =$

Вычислить точную концентрацию раствора титранта:

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

Какой вариант титрования использовался в данном определении?

5. Определение общей, кальциевой и магниевой жесткости

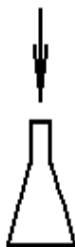


Рисунок 12 –
Схема титрования

Закончить схему титрования (см. рис. 12).

Переход окраски при титровании: _____.

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 $V_{\text{ср.}}$:

$V_{\text{ср.}} =$

Вычислить точную концентрацию ионов кальция и магния в воде:

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

Какой вариант титрования использовался в данном определении?

6. Определение кальциевой жесткости

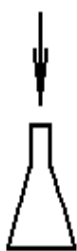


Рисунок 13 –
Схема титрования

Закончить схему титрования (см. рис. 13).

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 $V_{\text{ср.}}$:

$V_{\text{ср.}} =$

Какой вариант титрования использовался в данном определении?

Вычислить концентрацию ионов кальция в воде:

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

Рассчитать концентрацию ионов магния:

7. Статистическая обработка результатов анализа

Рассчитать доверительный интервал определения общей жесткости воды в таблице 7, используя результаты, полученные всеми студентами подгруппы.

Таблица 7 – Данные определения общей жесткости воды (C_N ($\frac{1}{2}$ Ca, Mg), моль/л)

№ определения	C_{Ni} , (моль/л)	$C_{Ni} - \overline{C_N}$ с учетом подозрительных результатов	$(C_{Ni} - \overline{C_N})^2$ с учетом подозрительных результатов	$C_{Ni} - \overline{C_N}$ без учета подозрительных результатов	$(C_{Ni} - \overline{C_N})^2$ без учета подозрительных результатов
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					
9					
10					
11					
12					
13					
14					
15					
с учетом подозрительных результатов	$\overline{\overline{C_N}} =$		$\Sigma =$		
без учета подозрительных результатов	$\overline{\overline{C_N}} =$				$\Sigma =$

Лабораторная работа 16

Определение содержания свинца в воде

Растворимые соединения свинца представляют серьезную угрозу для биологических систем. Способность ионов свинца (II) взаимодействовать с сульфгидрильными группами белков приводит к дезактивации ферментов, повреждению клеточных мембран и многим другим негативным явлениям в живом организме. Люди, получающие превышающие ПДК дозы свинца, страдают серьезными расстройствами эндокринной, нервной и других систем организма. В частности, у людей (особенно у детей) снижается концентрация внимания, память, ухудшается сон, наблюдаются вспышки агрессии, развиваются некоторые формы кретинизма.

ПДК свинца в сточных водах промышленных предприятий не должно превышать значения 0,03 мг/л.

Проанализируйте образец сточной воды аккумуляторного завода (производит кислотно-свинцовые аккумуляторы). Какие способы дополнительной очистки можно предложить применить, чтобы уберечь окружающую среду от «зловещего» свинца?

Основные условия комплексонометрического титрования

РЕАКТИВЫ

Рабочий раствор – ~0,05 Н раствор $ZnSO_4$

Установочное вещество – трилон Б

Стандартный раствор – 0,05 Н трилон Б

Вспомогательный реагент – 0,05 Н трилон Б

Исследуемый раствор – сточные воды с содержанием свинца

Индикатор – хромоген черный с NaCl 1 : 100

Аммонийная буферная смесь pH ~10

1. Приготовление 0,05 Н раствора трилона Б из фиксанала

- || Приготовление титрованного раствора из фиксанала.
- || Готовят дежурные в мерной колбе объемом _____ л.

2. Приготовление ~0,05 Н рабочего раствора ZnSO₄

Сделать необходимые расчеты для взятия навески:

$C_N(\dots \text{ZnSO}_4) = 0,05 \text{ моль/л}$	
$V(\text{р-ра ZnSO}_4) = 500 \text{ мл}$	
$m(\text{ZnSO}_4) = ?$	

Приготовить стандартный раствор.

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

Рассчитать точную концентрацию приготовленного титрованного раствора.

$m(\text{ZnSO}_4) =$	г	
$V(\text{р-ра ZnSO}_4) = 50 \text{ мл}$		
$C_N(\dots \text{ZnSO}_4) = ?$		



Рисунок 14 –
Схема титрования

3. Стандартизация раствора титранта

Закончить схему титрования (см. рис. 14).

Переход окраски при титровании: _____.

Заполнить бюретку раствором титранта (_____).

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 ZnSO₄, 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:

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

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

$V_{\text{ср.}} =$

Вычислить точную концентрацию раствора титранта:

$C_{\text{N}}(\dots \text{ZnSO}_4) =$ моль/л

$V(\text{p-ра ZnSO}_4) = 10$ мл

$V_{\text{ср.}}(\text{p-ра Tr}) =$ мл

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

Какой вариант титрования использовался в данном определении?

Написать уравнения реакций, используемых в определении (в ионной форме), указать константы нестойкости комплексов, участвующих в процессах, сравнить их, показать направление смещения равновесия в обратимых процессах.

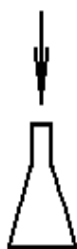


Рисунок 15 –
Схема титрования

4. Определение содержания свинца

Закончить схему титрования (см. рис. 15).

Переход окраски при титровании: _____.

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) исследуемого раствора, другой мерной пипеткой внести 10 мл 0,05 Н раствора трилона Б, прибавить с помощью мерной пробирки 5 мл аммонийного буфера. Внести в колбу для титрования глазной лопаточкой 20–30 мг сухой смеси хромогена черного с хлоридом натрия.

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

Записать результаты титрования:

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

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

$$V_{\text{ср.}} =$$

В коническую колбу для титрования мерной пипеткой внести аликвоту (**10** мл) исследуемого раствора, другой мерной пипеткой внести 10 мл 0,05 Н раствора трилона Б, прибавить с помощью мерной пробирки 5 мл аммонийного буфера. Внести в колбу для титрования глазной лопаточкой 20–30 мг сухой смеси хромогена черного с хлоридом натрия.

Написать уравнения реакций, используемых в данном определении (в ионной форме), указать константы нестойкости комплексов, участвующих в процессах, сравнить их, показать направление смещения равновесия в обратимых процессах.

Вычислить точную концентрацию ионов свинца в исследуемом растворе:

$C_N(\dots \text{Tr}) =$	моль/л	
$C_N(\dots \text{ZnSO}_4) =$	моль/л	
$V(\text{p-ра Pb}^{2+}) = 10$	мл	
$V(\text{Tr}) =$	мл	
$V_{\text{ср.}}(\text{p-ра ZnSO}_4) =$	мл	
$C_N(\dots \text{Pb}^{2+}) = ?$		
$T(\text{Pb}^{2+}) = ?$ (мг/л)		

Какой вариант титрования использовался в данном определении?

Превышено ли содержание свинца по сравнению с ПДК для сточных вод в исследуемом растворе (значение ПДК привести)?

5. Статистическая обработка результатов анализа

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

Таблица 8 – Данные определения содержания свинца, мг/л

№ определения	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 17

Определение содержания железа (II) в соли Мора перманганатометрическим методом

Основные условия перманганатометрического титрования

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

1. Сернокислая реакция среды.

2. Медленное титрование, особенно вначале.

3. Возможность безындикаторного титрования.

4. Использование нагревания реакционной смеси.

5. Минимизация соприкосновения раствора KMnO_4 с резиновыми трубками или пробками: при титровании желательно использование бюреток со стеклянными кранами, в качестве смазки кранов на бюретках использовать не вазелин, а небольшое количество концентрированной серной кислоты.

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 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)
 H_2SO_4 2 Н раствор

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

Стандартизация титранта:

Титрование соли железа (II):

ХОД РАБОТЫ

1. Приготовление 0,05 Н раствора титранта KMnO_4

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

|| 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	
$V(\text{р-ра } \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 200$ 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.

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

Рассчитать точную концентрацию приготовленного титрованного раствора.

$m(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}) =$ _____ г	
$V(\text{р-ра } \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 200$ 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:

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

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

Приготовить исследуемый раствор.

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

4. Стандартизация раствора титранта



Рисунок 16 –
Схема титрования

Закончить схему титрования (см. рис. 16).

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 °С** (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 неисчезающей в течение 1 мин розовой окраски от одной капли титранта.

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

$V_{\text{ср.}} =$ _____

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

$V_{\text{ср.}}(\text{р-ра } \text{KMnO}_4) =$ _____ мл

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

Какой вариант титрования использовался в данном определении?

5. Определение содержания соли Мора в исследуемом растворе

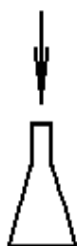


Рисунок 17 –
Схема титрования

Закончить схему титрования (см. рис. 17).

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.

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.

$V_{\text{ср.}} =$ _____

Данное титрование производят на холоде. Почему?

Вычислить точную концентрацию раствора соли Мора:

$C_N(\dots \text{KMnO}_4) =$ _____ моль/л

$V(\text{р-ра } (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4) = 10$ мл

$V_{\text{ср.}}(\text{р-ра } \text{KMnO}_4) =$ _____ 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 Fe^{2+} во взятом образце. Определить относительную ошибку опыта.

Лабораторная работа 18

Определение состава кристаллогидрата медного купороса

$\text{CuSO}_4 \cdot n \text{H}_2\text{O}$ йодометрическим методом

Йодометрия является наиболее распространенным способом определения меди, широко используемым при анализе сплавов, руд и т.п. Это определение основано на замещении ионов двухвалентной меди эквивалентным количеством молекулярного йода с последующим его титрованием раствором тиосульфата. Заместительное титрование проводят в две стадии. На первой добавляют к раствору Cu^{2+} избыток раствора, содержащего йодид-ионы (раствор реактива Брунса: смесь йодида и роданида калия). Ионы Cu^{2+} окисляют ионы I^- до молекулярного йода:

Эта реакция обратима, и для смещения ее в прямом направлении используют:

1) осаждение меди (II) в виде мало растворимого йодида (роданида) меди (I);

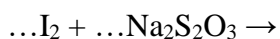
2) создание кислой среды реакции с помощью добавления **серной кислоты**, для подавления гидролиза солей меди. Соляная кислота, прилитая в большом количестве, снижает точность определения вследствие комплексообразования между Cl^- и Cu^{2+} , поэтому обычно пользуются серной кислотой;

3) добавление в качестве осадителя раствора смеси **KI и KCNS** (реактив Брунса). Это приводит к более полному смещению реакции в прямом направлении за счет того, что тиоцианат меди CuCNS значительно менее растворим, чем йодид меди CuI (привести ПР осадков), вследствие чего возможен процесс:



Йодид калия регенерируется и реагирует с новыми порциями меди (II) до тех пор, пока вся медь не перейдет в CuCNS .

На второй стадии данного титрования выделившийся йод оттитровывают раствором тиосульфата натрия по реакции:



Основные условия йодометрического титрования

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

1. E^0 (определяемого вещества) $> E^0$ ($I_2/2 I^-$). Привести потенциалы, объяснить, почему не титруют Cu^{2+} йодом или йодидом.

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 йодида калия (если не используется реактив Брунса).

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 $\text{KI}_{\text{тв}}$.

Смесь Брунса (20 г KI + 64 г NH_4CNS → на 1 л водного раствора)

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

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

Исследуемое вещество – медный купорос (кристаллический)

Исследуемый раствор – ~0,05 Н раствор CuSO_4 ($V = 100$ мл)

Специфический индикатор – крахмал (0,5 %-й раствор)

H_2SO_4 2 Н раствор

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:

--	--

ХОД РАБОТЫ

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 образования помутнения.

2. Приготовление 0,05 Н стандартного раствора $K_2Cr_2O_7$ (готовится на группу дежурными)

Стандартизировать рабочий раствор, если он готовился из навески или стоял продолжительное время.

Сделать необходимые расчеты для взятия навески:

$$C_N(\dots K_2Cr_2O_7) = 0,05 \text{ моль/л}$$

$$V(\text{р-ра } K_2Cr_2O_7) = 500 \text{ мл}$$

$$m(K_2Cr_2O_7) = ?$$

Приготовить стандартный раствор.

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

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

Рассчитать точную концентрацию приготовленного титрованного раствора.

$$m(K_2Cr_2O_7) = \quad \text{г}$$

$$V(\text{р-ра } K_2Cr_2O_7) = 500 \text{ мл}$$

$$C_N(\dots K_2Cr_2O_7) = ?$$

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

3. Приготовление исследуемого 0,05 Н раствора медного купороса

Сделать необходимые расчеты для взятия навески:

$$C_N(\dots CuSO_4) = 0,05 \text{ моль/л}$$

$$V(\text{р-ра } CuSO_4) = 100 \text{ мл}$$

$$m(CuSO_4 \cdot 5 H_2O) = ?$$

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

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

Приготовить исследуемый раствор.

4. Стандартизация рабочего раствора

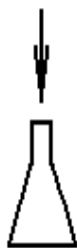


Рисунок 18 –
Схема титрования

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 дихромата калия, прибавить **20 мл** 2 Н серной кислоты и **20 мл** 5 %-го или 0,05 Н раствора йодида калия или **1 г KI (крист.)**.

Перед титрованием выдержать 5 минут в темном месте.

В конце титрования (светло-коричневая окраска раствора) добавляется 1 мл крахмала.

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.

$V_{\text{ср.}} =$ _____

Вычислить точную концентрацию раствора титранта:

$C_N(\dots K_2Cr_2O_7) =$ _____ моль/л

$V(\text{p-ра } K_2Cr_2O_7) = 10$ мл

$V_{\text{ср.}}(\text{p-ра } Na_2S_2O_3) =$ _____ мл

$C_N(\dots Na_2S_2O_3) = ?$

Какой вариант титрования использовался в данном определении?

Почему нельзя оттитровать тиосульфатом натрия непосредственно дихромат?

5. Определение содержания меди в исследуемом растворе

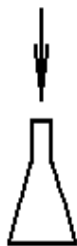


Рисунок 19 –
Схема титрования

Закончить схему титрования (см. рис. 19).

Переход окраски при титровании: _____.

В коническую колбу для титрования мерной пипеткой внести аликвоту (**10** мл) исследуемого раствора сульфата меди (II), прибавить с помощью мерной пробирки **2** мл 2 Н серной кислоты и **7** мл реактива Брунса (или **3–5** г кристаллического йодида калия).

При использовании **реактива Брунса немедленно** титруют выделившийся йод тиосульфатом, не обращая внимания на образующийся осадок тиоцианата меди, снимая основную часть окраски, получившегося мутного красноватого раствора.

В конце титрования, когда раствор с взмученным осадком будет иметь бледную (еле различимую) соломенно-желтую окраску, приливают приблизительно 2 мл раствора крахмала и дотитровывают до обесцвечивания раствора. Добиваются, чтобы синеватая окраска жидкости исчезла от одной последней капли тиосульфата.

При использовании кристаллического йодида смесь перед титрованием выдержать 5 минут в темном месте.

Титрование повторяют не менее трех раз, до трех сходимых результатов.

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

$V_{\text{ср.}} =$ _____

Вычислить точную концентрацию меди в растворе:

$C_N(\dots \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) =$ _____ моль/л

$V(\text{р-ра } \text{CuSO}_4) = 10$ мл

$V_{\text{ср.}}(\text{р-ра } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) =$ _____ мл

$C_N(\dots \text{Cu}^{2+}) = ?$

Какой вариант титрования использовался в данном определении? _____

6. Расчет содержания кристаллизационной воды в кристаллогидрате.

$\text{CuSO}_4 \cdot n \text{H}_2\text{O}$

$n = ?$

7. Статистическая обработка результатов анализа

Рассчитать доверительный интервал определения в таблице 9, используя результаты, полученные всеми студентами подгруппы.

Таблица 9 – Данные определения массовой доли меди в медном купоросе, в %

№ определения	ω_i (%)	$\omega_i - \bar{\omega}$ с учетом подозрительных результатов	$(\omega_i - \bar{\omega})^2$ с учетом подозрительных результатов	$\omega_i - \bar{\omega}$ без учета подозрительных результатов	$(\omega_i - \bar{\omega})^2$ без учета подозрительных результатов
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					
9					
10					
11					
12					
13					
14					
15					
с учетом подозрительных результатов	$\bar{\omega} =$		$\Sigma =$		
без учета подозрительных результатов	$\bar{\omega} =$				$\Sigma =$

**ОСАДИТЕЛЬНОЕ ТИТРОВАНИЕ
(МЕТОД СЕДИМЕТРИИ)**

Основные условия осадительного титрования

Дать обоснование каждому пункту условий титрования. Если 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 19
Аргентометрия. Роданометрия.
Определение брома в бромиде калия

РЕАКТИВЫ

Рабочий раствор 1 – ~0,01 Н раствор AgNO_3 ($V = 200$ мл)

Установочное вещество 1 – KCl

Стандартный раствор 1 – Н раствор KCl

Индикатор-реагент 1 – K_2CrO_4 (5 %-й раствор)

Рабочий раствор 2 – ~0,01 Н раствор KCNS ($V = 250$ мл).

Установочное вещество 2 – AgNO_3

Стандартный раствор 2 – Н раствор AgNO_3

Индикатор-реагент 2 – железоммонийные квасцы (насыщенный раствор)

Исследуемый раствор – ~0,01 Н раствор KBr ($V = 100$ мл)

Универсальная индикаторная бумага

ХОД РАБОТЫ

1. Приготовление ~0,01 N раствора AgNO₃

Сделать необходимые расчеты для взятия навески:

$C_N(\dots \text{AgNO}_3) = 0,05 \text{ моль/л}$	
$V(\text{р-ра AgNO}_3) = 1000 \text{ мл}$	
$m(\text{AgNO}_3) = ?$	

Приготовить раствор из грубой навески.

Почему не готовится раствор из точной навески?

2. Приготовление стандартного раствора KCl

Сделать необходимые расчеты для взятия навески:

$C_N(\dots \text{KCl}) = 0,01 \text{ моль/л}$	
$V(\text{р-ра KCl}) = 1000 \text{ мл}$	
$m(\text{KCl}) = ?$	

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	
$V(\text{р-ра KCl}) = 1000 \text{ мл}$	
$C_N(\dots \text{KCl}) = ?$	

|| Приготовление титрованного раствора хлорида калия из фиксанала.
|| Готовят дежурные в мерной колбе объемом _____ л.

3. Приготовление ~0,01 Н раствора титранта KCNS

Сделать необходимые расчеты для взятия навески:

$C_N(\dots \text{KCNS}) = 0,01$ моль/л	
$V(\text{р-ра KCNS}) = 1000$ мл	
$m(\text{KCNS}) = ?$	

Приготовить раствор из грубой навески.

4. Приготовление исследуемого раствора KBr

Сделать необходимые расчеты для взятия навески:

$C_N(\dots \text{KBr}) = 0,01$ моль/л	
$V(\text{р-ра KBr}) = 100$ мл	
$m(\text{KBr}) = ?$	

Приготовить раствор.

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

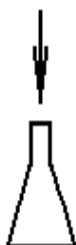


Рисунок 20 –
Схема титрования

5. Стандартизация раствора титранта AgNO_3 по раствору KCl

Закончить схему титрования (см. рис. 20).

Переход окраски при титровании: _____.

Заполнить бюретку раствором титранта (_____).

В коническую колбу для титрования мерной пипеткой внести аликвоту (**10** мл) стандартного раствора KCl, прибавить **0,2** мл 5 %-го раствора K_2CrO_4 .

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.

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

Вычислить точную концентрацию раствора титранта:

$C_N(\dots \text{KCl}) =$	моль/л	
$V(\text{р-ра KCl}) = 10$	мл	
$V_{\text{ср.}}(\text{р-ра AgNO}_3) =$	мл	
$C_N(\dots \text{AgNO}_3) = ?$		

Какой вариант титрования использовался в данном определении?

Уравнения реакций в молекулярной и ионной формах:

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

Какой ученый предложил данный способ титрования? _____

6. Стандартизация раствора титранта KCNS по раствору AgNO₃

Закончить схему титрования (см. рис. 21).

Переход окраски при титровании: _____

Заполнить бюретку раствором титранта (_____).

В коническую колбу для титрования из бюретки прилить **10** мл раствора AgNO₃, прибавить **1** мл насыщенного раствора квасцов (_____) и 2 капли 2 Н азотной кислоты.

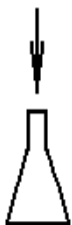


Рисунок 21 –
Схема титрования

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.

$V_{\text{ср.}} =$

Вычислить точную концентрацию раствора титранта KCNS:

$C_N(\dots \text{AgNO}_3) =$ _____ моль/л

$V(\text{p-ра AgNO}_3) = 10$ мл

$V_{\text{ср.}}(\text{p-ра KCNS}) =$ _____ мл

$C_N(\dots \text{KCNS}) = ?$

Уравнения реакций в молекулярной и ионной формах:

Привести значения ПР осадков.

7. Определение брома в бромиде калия

Закончить схему титрования (см. рис. 22).

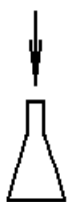


Рисунок 22 –
Схема титрования

Переход окраски при титровании: _____

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

Затем, не отфильтровывая осадок, прилить **1** 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.

$V_{\text{ср.}} =$

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

№ определения	X_i (%)	$X_i - \bar{X}$ с учетом подозрительных результатов	$(X_i - \bar{X})^2$ с учетом подозрительных результатов	$X_i - \bar{X}$ без учета подозрительных результатов	$(X_i - \bar{X})^2$ без учета подозрительных результатов
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					
9					
10					
11					
12					
13					
14					
15					
с учетом подозрительных результатов	$\bar{X} =$		$\Sigma =$		
без учета подозрительных результатов	$\bar{X} =$				$\Sigma =$

ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

В основе гравиметрического анализа лежит закон постоянства состава.

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

Лабораторная работа 20 Определение бария в хлориде бария [1]

РЕАКТИВЫ И ОБОРУДОВАНИЕ

$\text{BaCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ (кристаллический)
 H_2SO_4 (концентрированная)
 H_2SO_4 2 Н раствор
 NH_4NO_3 33 %-й раствор
 AgNO_3 1 %-й раствор (в капельнице)
 BaCl_2 1 %-й раствор (в капельнице)
Фарфоровый тигель № 3 с крышкой № _____
Технохимические весы
Аналитические весы № _____
Эксикатор № _____
Цилиндр стеклянный для измерения плотности
Набор ареометров
Пипетки мерные на 1, 10 мл
Дозатор
Стакан химический на 300 мл (2 шт.)
Стакан химический на 100 мл (2 шт.)
Фильтры беззольные (синяя лента)
Стеклянная 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:

$m(\text{BaSO}_4)_{\min} =$ _____ г, $m(\text{BaSO}_4)_{\max} =$ _____ г.

$m(\text{BaCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O})_{\min} =$ _____

$m(\text{BaCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O})_{\max} =$ _____

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 не допускается 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.

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

$$C_{\text{M}}(\text{BaSO}_4) = S(\text{BaSO}_4) =$$

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

Рассчитанный объем воды делят на величину растворения навески ($\approx \frac{2}{3}$ объема) и разведение осадителя ($\approx \frac{1}{3}$).

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

Объем воды для растворения 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.

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

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

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 °С (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 обжечь руками.

В таком виде смесь оставить на созревание до следующего занятия.

Какие процессы происходят с осадком во время созревания?

6. Фильтрация 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- и сульфат-ионов и для контроля чистоты осадка.

Для фильтрации 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.

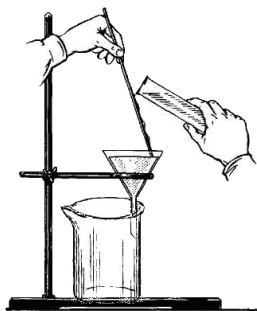


Рисунок 23 –
Техника фильтрации

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. Вынутый из стакана кусочек фильтра кладут в основной фильтр к осадку.

Перенесенный на фильтр осадок промывают жидкостью 2 до отрицательной реакции на хлорид- и сульфат-анионы в промывных водах. Для контроля по 1–2 капли фильтрата из воронки переносят в две чистые пробирки. Выполняют пробы на указанные ионы. Если мешающие ионы отсутствуют, промывание прекращают.

Осадок отмыт от сульфат-ионов, если отсутствует аналитический сигнал с _____ . Используют реакцию:

Осадок отмыт от хлорид-ионов, если отсутствует аналитический сигнал с _____ . 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 °С 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.

8. Расчет результатов

По полученным данным рассчитать массовую долю бария в кристаллогидрате хлорида бария.

$m(\text{BaCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}) =$ _____ г	_____
$m(\text{BaSO}_4) =$ _____ г	_____
$\omega(\text{Ba}) = ?$	_____

9. Расчет погрешности определения

Рассчитать теоретическую (истинную) массовую долю бария в кристаллогидрате хлорида бария.

Таблица 11 – Данные определения массовой доли в % бария в кристаллогидрате хлорида бария

№ определения	ω_i (%)	$\omega_i - \bar{\omega}$ с учетом подозрительных результатов	$(\omega_i - \bar{\omega})^2$ с учетом подозрительных результатов	$\omega_i - \bar{\omega}$ без учета подозрительных результатов	$(\omega_i - \bar{\omega})^2$ без учета подозрительных результатов
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					
9					
10					
11					
12					
13					
14					
15					
с учетом подозрительных результатов	$\bar{\omega} =$		$\Sigma =$		
без учета подозрительных результатов	$\bar{\omega} =$				$\Sigma =$

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Физико-химические методы анализа объединяют физические и химические методы. При проведении физико-химического (инструментального) анализа результат химической реакции наблюдается по изменению физических свойств вещества или его раствора. Физико-химические методы получили широкое распространение и в настоящее время интенсивно развиваются.

МЕТОДЫ РАЗДЕЛЕНИЯ И ВЫДЕЛЕНИЯ ВЕЩЕСТВ

Успешное решение аналитических проблем, обусловленных присутствием мешающих ионов либо недостатком чувствительности реакций при следовом содержании микрокомпонентов, непосредственно связано с разработкой более эффективных методов анализа. Постоянно ощущается необходимость в простых по выполнению, точных, чувствительных методиках, которые позволяли бы определять компонент в сложной по составу смеси. Для решения этой задачи используют методы разделения, выделения и концентрирования, которые позволяют в значительной степени устранить сложные ситуации.

Лабораторная работа 21

Разделение и анализ смеси катионов методом экстракции

РЕАКТИВЫ И ОБОРУДОВАНИЕ

HCl 2 М раствор
H₂SO₄ 1 М раствор
KI 1 М раствор
CH₃COONa (кристаллический)
Na₂S₂O₃ (кристаллический)
Раствор аммиака 2 М
Растворы солей Hg²⁺, Zn²⁺, Cd²⁺
Четыреххлористый углерод
Раствор дитизона в CCl₄
Универсальный индикатор
Воронка капельная на 5 мл
Колба коническая на 50 мл
Пробирки
Пробки для пробирок
Пипетка
Штатив

ХОД РАБОТЫ

Предварительные испытания

Для предварительных испытаний брать 3–5 капель индивидуальных растворов солей.

1. Обнаружение Hg (II)

Для обнаружения Hg^{2+} в 3–5 каплях водной фазы проверить pH, который должен быть равен 1–2.



Рисунок 24 –
Распределение
водной и
органической фаз

Добавить 5 капель CCl_4 и 1 каплю раствора дитизона в четыреххлористом углероде.

Закрывать пробирку и встряхивать в течение 2 минут.

В присутствии Hg^{2+} органическая фаза окрашивается в оранжево-красный цвет.

Показать на рисунке 24 распределение водной и органической фаз.

Пробирку с реакционной смесью оставить в качестве «свидетеля» для последующей работы.

2. Обнаружение Zn

К нескольким каплям раствора соли цинка прибавить по каплям 2 М водный раствор NH_3 до pH 5–6, внести 5 капель CCl_4 , 1 каплю раствора дитизона в CCl_4 .

Закрывать пробирку пробкой и энергично встряхивать 2–3 мин.

В присутствии Zn^{2+} органическая фаза окрашивается в малиново-красный цвет.

Пробирку с реакционной смесью оставить в качестве «свидетеля».

3. Обнаружение Cd

К 3–5 каплям раствора соли кадмия прибавить по каплям 2 М водный раствор NH_3 до pH 5–6, внести 5 капель CCl_4 , 1 каплю раствора дитизона в CCl_4 .

Закрывать пробирку пробкой и энергично встряхивать 1 мин.

В присутствии Cd^{2+} органическая фаза окрашивается в красный цвет.

Пробирку с реакционной смесью оставить в качестве «свидетеля».

Изобразить структурную формулу дифенилтиокарбазона (дитизона):

Дитизон	
---------	--

К какому типу экстрагируемых соединений относятся дитизонаты данных металлов?

Анализ смеси катионов Hg^{2+} , Zn^{2+} , Cd^{2+}

Вариант _____

1. Обнаружение и отделение Hg^{2+}

В водном растворе прежде всего обнаруживают Hg (II), поскольку Hg^{2+} мешает обнаружению Zn^{2+} и Cd^{2+} .

Для этого 2–3 капли водной фазы перенести в пробирку (pH 1–2), добавить 5 капель CCl_4 и 1 каплю раствора дитизона в CCl_4 .

Закрывать пробирку пробкой и встряхивать 2 мин. В присутствии Hg (II) органическая фаза окрашивается в оранжево-красный цвет (сравнить с цветом «свидетеля»).

Наличие ртути: _____

Если Hg^{2+} присутствует, половину выданного раствора перенести в капельную воронку, добавить **7–8** капель CCl_4 и **2–3** капли раствора дитизона в CCl_4 .

Закрывать воронку пробкой и встряхивать **2** минуты (органическая фаза в присутствии Hg^{2+} окрашена в оранжево-красный цвет).

После расслаивания фазы разделить, сливая органическую фазу в колбочку с помощью делительной воронки.

Примечание. Для подтверждения присутствия Hg^{2+} реэкстрагировать ее в течение **1–2** минут из органической фазы раствором: **20** капель **1 М** KI и **3–4** капли **1 М** H_2SO_4 .

В реэкстракте обнаружить ртуть реакцией с дитизоном: в пробирке к **4–5** каплям реэкстракта добавляют водный раствор NH_3 до **pH 8**, прибавить **5** капель CCl_4 и **1** каплю раствора дитизона в CCl_4 . Встряхивать **1–2** мин. Оранжево-красный цвет органической фазы указывает на присутствие дитизоната ртути.

2. Обнаружение и отделение Zn^{2+}

К **2–3** каплям водной фазы (см. п. 1), предположительно содержащей Zn^{2+} и Cd^{2+} , добавляют каплю раствора CH_3COONa (до **pH 4–5**), твердый $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ($\frac{1}{2}$ шпателя) для образования комплексного соединения Cd^{2+} , **5** капель CCl_4 , каплю раствора дитизона в CCl_4 .

Закрывают пробирку пробкой и встряхивают **1–2** мин. В присутствии цинка органическая фаза окрашивается в малиново-красный цвет (сравнить с цветом «свидетеля»).

Наличие цинка: _____

Если цинк присутствует, то ко всей водной фазе в делительной воронке добавляют раствор CH_3COONa до **pH 4–5**, твердый $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ($\frac{1}{2}$ шпателя), **7–8** капель CCl_4 , **3–5** капель дитизона в CCl_4 .

Закрывают воронку пробкой и встряхивают **3** мин.

После расслаивания фазы разделяют с помощью делительной воронки.

Органическая фаза содержит:

Водная фаза –

3. Обнаружение Cd^{2+}

Несколько капель (**3–5**) водной фазы (см. п. 2) переносят в пробирку, добавляют **1** каплю **2 М** HCl , **2 М** NH_3 до **pH 3**, **5** капель CCl_4 , **1** каплю раствора дитизона в CCl_4 .

Закрывают пробирку пробкой и энергично встряхивают **1–2** мин. В присутствии $\text{Cd}(\text{II})$ органическая фаза окрашивается в красный цвет.

Полученную окраску сравнивают с контрольным опытом, который готовят следующим образом: к нескольким каплям воды добавляют **1** каплю **2 М** HCl , **1–3** капли раствора CH_3COONa до **pH 5**, твердый $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ($\frac{1}{4}$ шпателя), раствор NH_3 до **pH 8**, **5** капель CCl_4 , **1** каплю раствора дитизона в CCl_4 .

Закрывают пробирку пробкой и встряхивают в течение **1–2** мин.

Наличие кадмия: _____.

Вывод: *в исследуемом растворе содержатся ионы* _____.

РАЗДЕЛЕНИЕ И АНАЛИЗ СМЕСИ КАТИОНОВ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМ МЕТОДОМ. ХРОМАТОГРАФИЯ НА БУМАГЕ

Создателем метода является русский ученый М.С. Цвет (1903 г.), впервые разделивший на колонке, заполненной карбонатом кальция, растительный пигмент хлорофилл на отдельные компоненты.

Хроматографические методы основаны на различном распределении компонентов смеси между двумя несмешивающимися фазами (подвижной и неподвижной) в результате многократно повторяющихся динамических сорбционных и десорбционных процессов.

Хроматографический анализ состоит из следующих этапов:

1. Отбор и подготовка проб.
2. Введение пробы в хроматографическую систему.
3. Хроматографирование.
4. Регистрация хроматограммы.
5. Обработка хроматограммы.
6. Расчет результатов.

Распределительная бумажная хроматография – это метод разделения и обнаружения компонентов смеси, основанный на их распределении между двумя несмешивающимися жидкими фазами, одна из которых неподвижна и нанесена на хроматографическую бумагу.

Носителем (сорбентом) является специальная бумага квалификации «для хроматографии». Сорты бумаги отличаются плотностью и, следовательно, способностью впитывать растворитель и обеспечивать его продвижение по бумаге: быстро- (марка «Б»), средне- (марка «С») и медленнофильтрующая (марка «М»).

Можно использовать обычную плотную фильтровальную бумагу с содержанием влаги до 20 %, что является вполне достаточным количеством в том случае, если неподвижной фазой служит вода, а подвижной – несмешивающийся с водой органический растворитель.

Принцип: на полоску бумаги наносят небольшую порцию анализируемого раствора, затем элюируют компоненты подходящим растворителем или смесью растворителей. Растворитель анализируемого раствора, закрепляясь на полосках бумаги, выполняет роль неподвижной жидкой фазы, а подвижной жидкой фазой является элюент.

Для проведения анализа бумагу разрезают на полосы, длина которых приблизительно равна высоте камеры, а ширина в см ориентировочно определяется по формуле (11):

$$A = 3 \cdot (K + 1), \quad (11)$$

где A – ширина полосы (см),

K – количество наносимых проб.

Особенности хроматографии на бумаге:

- хроматографирование проводится в стеклянных хроматографических камерах, цилиндрах, пробирках с пришлифованными крышками, пробками, чашке Петри;
- при использовании камеры растворитель помещают в специальный сосуд – лодочку. Камера снабжается устройством для закрепления листа хроматографической бумаги в рабочем положении и для ввода в лодочку подвижной фазы.

Растворитель готовится в вытяжном шкафу при включенной тяге. Объем реагентов отмеряется мерным цилиндром. После приготовления колбу с растворителем плотно закрыть, мерный цилиндр вымыть.

Изобразить структурные формулы веществ:

Изоамиловый спирт	
Ацетон	

2. Подготовка к хроматографированию

Отрезать полоску хроматографической бумаги размером 3 x 55 см, отметить графитовым карандашом линию старта на расстоянии 8 см от одного из концов полоски.

В центре этой линии при помощи микропипетки нанести ~0,02 мл исследуемого раствора в несколько приемов, каждый раз подсушивая каплю над электрической плиткой. Диаметр капли не должен превышать 3 мм.

Далее полоску строго вертикально закрепить стеклянной палочкой в кювете с растворителем хроматографической колонки так, чтобы пятно не касалось стенки кюветы. Колонку герметически закрыть крышкой, обвязать полиэтиленовой пленкой.

3. Собственно хроматографирование

Оставить хроматограмму для разгонки не более чем на сутки.

Через 12–24 часа (после опускания по бумаге растворителя ~ на 25 см) полоски вынуть из колонок, **отметить простым карандашом линию фронта растворителя.**

Полоски высушить, развесив их в вытяжном шкафу.

4. Проявка хроматограммы

Проявитель наносить пульверизатором. В случае его отсутствия можно воспользоваться кисточкой (ватным тампоном, закрепленным на стеклянной палочке), проводя ей поперек полоски бумаги. Кисточка должна быть не слишком мокрой, чтобы избежать размывания пятна.

Начинать поочередное нанесение проявителей с противоположных концов полоски.

Написать уравнения реакций, применяющихся при проявке данных ионов, и аналитические сигналы.

Fe³⁺:

Cu²⁺:

Co²⁺:

Ni²⁺:

Далее карандашом отметить контур каждого пятна, указать его центр.

5. Результаты эксперимента

Вычислить относительную скорость движения каждого катиона по формуле (12):

$$R_f = \frac{H_I}{H_P}, \quad (12)$$

где: R_f – коэффициент хроматографической подвижности (относительная скорость движения катиона);

H_I – расстояние, пройденное катионом от линии старта до центра пятна;

H_P – расстояние, пройденное фронтом растворителя.

Результаты занести в таблицу 12. Сравнить полученные результаты со справочными данными. _____

Указать используемое справочное издание:

Таблица 12 – Коэффициенты хроматографической подвижности ионов

Катионы	H _I , см	H _P , см	R _f (эксперимент.)	R _f (справочник)
Fe ³⁺				
Cu ²⁺				
Co ²⁺				
Ni ²⁺				

Вариант № _____. Смесь содержит _____

Сделать вывод о точности данного метода определения ионов.

Школьный вариант лабораторной работы 22

Разделение смеси катионов методом восходящей бумажной хроматографии

Вариант _____

РЕАКТИВЫ И ОБОРУДОВАНИЕ

Растворитель: этанол и 25 %-ый аммиак в объемном отношении 1 : 5

Проявители: $K_4[Fe(CN)_6]$ (раствор), реактив Чугаева, KCNS (насыщенный раствор)

Колба коническая с притертой пробкой

Стакан на 500 мл без «носика» для хроматографии

Бумага для хроматографии № 2

Микропипетка

Линейка

Графитовый карандаш

Кисточки для проявления (ватные тампоны, стеклянная палочка) или пульверизаторы

ХОД РАБОТЫ

1. Для разделения используется смесь солей, содержащая два из перечисленных ионов Fe^{3+} , Cu^{2+} , Ni^{2+} , Co^{2+} .

2. Приготовить элюент – смесь 25 %-го аммиака с этанолом в соотношении 5 : 1. Объем готового элюента должен составлять ~ 20–25 мл.

Сделать расчет объема смешиваемых растворов.

$V(\text{р-ра } NH_4OH) : V(C_2H_5OH) = 5 : 1$

$V(\text{р-ля}) = 24 \text{ мл}$

$V(\text{р-ра } NH_4OH) = ?$

$V(C_2H_5OH) = ?$

Растворитель готовится в вытяжном шкафу при включенной тяге. Объем реагентов отмеряется мерным цилиндром. После приготовления колбу с растворителем плотно закрыть, мерный цилиндр вымыть.

3. На полоске хроматографической бумаги № 2 размером 3 x 20 см отметить графитовым карандашом линию старта на расстоянии 2 см от одного из концов полоски.

4. В центре этой линии нанести стеклянным капилляром пятно раствора, содержащего смесь ионов. Капилляром необходимо коснуться полоски 5–8 раз, каждый раз подсушивая пятно над плиткой, причем размер пятна не должен превышать 3 мм в диаметре.

5. Полоску внести в стакан линией старта книзу, укрепить ее вертикально, загнув край. Залить элюент так, чтобы пятно не погружалось в жидкость. Закрыть стакан покровным стеклом или чашкой Петри.

6. Через некоторое время растворитель проходит по полоске. Необходимо, чтобы фронт растворителя (расстояние, которое растворитель прошел по полоске) не доходил до конца полоски.

7. Извлечь хроматограмму, подсушить на воздухе и смочить из пульверизатора раствором проявителя. Отметить окраску пятен. Написать уравнения аналитических реакций.

8. После подсушивания отметить контур каждого пятна, указать его центр и вычислить R_f .

9. Результаты эксперимента занести в таблицу 13.

Сравнить полученные результаты со справочными данными. _____

Указать используемое справочное издание:

Таблица 13 – Коэффициенты хроматографической подвижности ионов

Катионы	Окраска пятна	H_i , см	H_p , см	R_f (эксперимент.)	R_f (справочник)

Вариант № _____. Смесь содержит _____

ОПТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Оптические методы анализа основаны на измерении оптических свойств вещества (испускание, поглощение, рассеяние, отражение, преломление, поляризация света), проявляющихся при взаимодействии электромагнитного излучения с веществом.

РЕФРАКТОМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

Рефракцией называют изменение направления прямолинейного распространения света при переходе из одной среды в другую вследствие взаимодействия света со средой (рис. 25).

Метод рефрактометрии включает в себя измерение преломления света и все его возможные практические приложения.

Преломление света оценивается по показателю преломления, который зависит от состава индивидуальных веществ и систем, а также от того, какие молекулы и в какой концентрации встречает на своем пути световой поток.

Показатель преломления воды при 20 °C составляет 1,33299.



Рисунок 25 –
Преломление
светового луча
на границе
раздела фаз

Значения показателей преломления растворов зависят от их концентрации. Растворенные вещества повышают показатель преломления, причем, как правило, существует линейная зависимость от их концентрации. В связи с этим рефрактометрический метод получил широкое применение при анализе растворов.

Это дает возможность устанавливать содержание сухих веществ в растворах, что особенно важно при исследовании пищевых продуктов.

Измерение коэффициента преломления жидкостей является быстрой процедурой, требующей очень малого количества анализируемого вещества.

Измерение показателя преломления является простой операцией, которая может быть осуществлена с высокой точностью и затратами малого

количества вещества и минимального времени.

Принцип измерения основан на определении предельного угла полного внутреннего отражения.

Отношение синуса угла падения светового луча к синусу угла преломления называется *относительным показателем преломления второго вещества по отношению к первому* ($n_{2/1}$). Оно равно отношению скоростей распространения света в одном веществе и в другом (v_1 и v_2) (формула (13)):

$$n_{2/1} = \frac{\sin \alpha}{\sin \beta} = \frac{v_1}{v_2} \quad (13)$$

Практически показатели преломления веществ измеряют по отношению к воздуху.

Принцип действия рефрактометра основан на преломлении света или на полном внутреннем отражении светового луча при прохождении через границу твердой и жидкой фаз.

Целью работы является установление характера зависимости показателя преломления раствора сахарозы от его концентрации.

Лабораторная работа 23

Рефрактометрическое и пикнометрическое определение этилового спирта и сахарозы в водном растворе

РЕАКТИВЫ И ОБОРУДОВАНИЕ

Вода
Этанол
Сахароза
Аналитические весы
Дозатор
Колба мерная на 100 мл
Мягкая ткань
Набор ареометров
Осветитель
Пикнометр с пробкой
Пипетка на 10 мл
Рефрактометр ИРФ–454
Стеклопалочка
Термостат
Шприц без иглы на 10 мл

ХОД РАБОТЫ

1. Приготовление исследуемого раствора

Сделать расчеты и приготовить 100 г раствора, содержащего примерно по 5 % этилового спирта и сахарозы.

Раствор готовится из раствора спирта с $\omega = \underline{\hspace{2cm}}$ % (плотностью = $\underline{\hspace{2cm}}$ г/мл) и сахарозы (ч.д.а.).

$m(\text{р-ра}) = 100 \text{ г}$	
$\omega(\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}) = 5 \text{ \%}$	
$\omega(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}) = 5 \text{ \%}$	
$V(\text{р-ра C}_2\text{H}_5\text{OH}) = ? \text{ мл}$	
$m(\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}) = 5 \text{ \%}$	

2. Определение относительной плотности раствора

Для определения плотности раствора с точностью до четвертого знака используют пикнометр.

Промытый и высушенный пикнометр взвешивают на аналитических весах (пикнометр закрыт пробкой). Массу его записывают и обозначают m_0 .

$m_0 = \underline{\hspace{2cm}}$ г.

Этот пикнометр заполняют с помощью маленькой воронки (шприца) исследуемым раствором и ставят на 10–15 мин в термостат (при температуре 20 °С).

После выдержки в термостате пикнометр доводят до метки, удаляя избыток жидкости полоской фильтровальной бумаги, закрывают пробкой и обтирают наружную поверхность чистым полотенцем (фильтром).

Затем пикнометр взвешивают на аналитических весах, получают массу пикнометра с исследуемым раствором – m_1 :

$$m_1 = \underline{\hspace{2cm}} \text{ г.}$$

Исследуемую жидкость выливают, ополаскивают пикнометр несколько раз дистиллированной водой, заполняют его дистиллированной водой, выдерживают в термостате (при 20 °С), доводят до метки, обтирают и взвешивают, получают массу пикнометра с дистиллированной водой – m_2 .

$$m_2 = \underline{\hspace{2cm}} \text{ г.}$$

Рассчитывают относительную плотность исследуемой жидкости, отнесенную к плотности воды при 4 °С, по формуле (14):

$$d_4^{20} = \frac{m_1 - m_0}{m_2 - m_0} \cdot 0,99823 \text{ г/мл}, \quad (14)$$

где: d_4^{20} – относительная плотность исследуемой жидкости при 20 °С, отнесенная к плотности воды при 4 °С;

m_0 – масса пустого пикнометра;

m_1 – масса пикнометра с исследуемой жидкостью;

m_2 – масса пикнометра с дистиллированной водой.

3. Определение коэффициента преломления раствора

Измерить коэффициенты преломления полученных растворов с помощью рефрактометра (см. приложение 5).

Всего должно быть выполнено пять замеров. Из них рассчитать среднее значение.

$n_D^{20} 1 =$	$n_D^{20} 2 =$	$n_D^{20} 3 =$
$n_D^{20} 4 =$	$n_D^{20} 5 =$	$n_D^{20} \text{ ср.} =$

После последнего замера следует промыть призмы пикнометра водой и просушить.

4. Расчет содержания спирта и сахарозы в растворе

Рассчитывают условную разность показателей преломления раствора и воды по формуле (15):

$$(n_D^{20} - 1,333) \cdot 10^4. \quad (15)$$

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

Методы спектрофотометрии – методы исследования и анализа веществ, основанные на поглощении молекулами вещества монохроматического электромагнитного излучения в ультрафиолетовой (УФ), видимой и инфракрасной (ИК) областях спектра.

Лабораторная работа 24

Фотоколориметрическое определение хлорида кобальта

Метод основан на измерении количества поглощенного полихроматического излучения раствором хлорида кобальта (определение по собственной окраске).



РЕАКТИВЫ И ОБОРУДОВАНИЕ

H_2SO_4 2 Н раствор

$\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (кристаллический)

Фотоэлектроколориметр (КФК-3-01, КФК-3)

Колбы мерные на 25 мл – 5 шт. на человека

Колбы мерные на 100 мл – 1 шт. на человека

Пипетки мерные 1, 5 мл

Пипетки Мора на 5, 10 мл

ХОД РАБОТЫ

1. Приготовление 10 %-го раствора хлорида кобальта

Сделать необходимые расчеты для взятия навески:

$\omega(\text{CoCl}_2) = 10 \%$	
$V(\text{р-ра } \text{CoCl}_2) = 100 \text{ мл}$	
$\rho(\text{р-ра } \text{CoCl}_2) = \text{_____} \text{ г/мл}$	
$m(\text{CoCl}_2 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O}) = ?$	

Приготовить стандартный раствор из точной навески в мерной колбе на 100 мл.

Взвесить тигель на аналитических весах. На технических весах взять грубую навеску.

На аналитических весах довести массу до рассчитанной.

Точную навеску кристаллогидрата хлорида кобальта перенести в мерную колбу на 100 см^3 , растворить в небольшом количестве дистиллированной воды, перемешать и довести водой до метки.

2. Приготовление эталонных растворов

В пять пронумерованных мерных колб вместимостью 25 см^3 внести пипеткой **2, 4, 6, 8, 10 см³** приготовленного **10 %**-го раствора хлорида кобальта, прибавить **1 см³** 2 Н раствора серной кислоты, перемешать и довести объем водой до метки.

3. Расчет массовой доли хлорида кобальта в эталонных растворах

4. Выбор аналитической длины волны

Измерить оптическую плотность эталонного раствора № 3 на фотоколориметре в кювете толщиной 1 см относительно раствора сравнения при разных длинах волн. В качестве раствора сравнения использовать дистиллированную воду (см. приложение б).

Провести два параллельных измерения, результаты которых занести в таблицу 14.

По полученным данным построить график зависимости оптической плотности раствора от длины волны (см. рис. 27). Для дальнейшей работы выбирают ту длину волны λ_{max} , при которой наблюдается максимум оптической плотности.

($\lambda_{\text{max}} = \underline{\hspace{2cm}}$ нм).

Таблица 14 – Зависимость оптической плотности от длины волны

λ , нм	A_1	A_2	$A_{\text{ср.}}$
315			
364			
400			
440			
490			
540			
590			
610			
630			

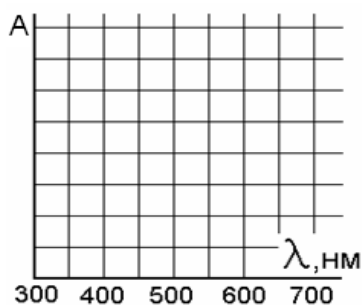


Рисунок 27–
Зависимость оптической
плотности от длины волны

5. Выбор кюветы

Кюветы, начиная с самой маленькой, наполняют раствором № 5 из эталонной серии (содержит наибольшую концентрацию определяемого компонента) и измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре.

Значение оптической плотности должно находиться в пределах **0,2–0,8**.

Если значение оптической плотности больше, чем 0,8, то берут кювету меньшего размера. Если значение оптической плотности меньше 0,2, то берут кювету большего размера.

Оптическая длина слоя – _____ мм.

6. Измерение оптических плотностей эталонных растворов

Измеряют оптическую плотность приготовленных эталонных растворов в кювете толщиной 1 см при выбранной аналитической длине волны относительно раствора сравнения, проводят два параллельных измерения и заносят результаты в таблицу 15.

Таблица 15 – Оптические характеристики эталонных растворов хлорида кобальта

№ раствора	ω , (%)	A_1	A_2	$A_{\text{ср.}}$	e
1					
2					
3					
4					
5					

Вывести формулу и рассчитать удельный коэффициент поглощения для каждого эталонного раствора по закону Бугера – Ламберта – Бера:

Закон Бугера – Ламберта – Бера: _____, где

A –

ω – _____

l – _____

e – _____

Вывести формулу для расчета и рассчитать по ней удельный коэффициент поглощения для каждого из растворов серии.

$e_1 =$

$e_2 =$

$e_3 =$

$e_4 =$

$e_5 =$

Из пяти рассчитанных значений удельных коэффициентов поглощения найти среднее значение.

$e_{cp.} =$

7. Построение градуировочного графика

По данным таблицы 15 на миллиметровой бумаге построить градуировочный график, откладывая на оси абсцисс концентрацию растворов ω (%), а на оси ординат – оптическую плотность A . График приложить к работе.

8. Определение концентрации хлорида кобальта в растворе

Точный объем раствора **10** мл (индивидуальное задание) поместить в мерную колбу вместимостью **25** см³, прибавить **1** см³ 2 Н раствора серной кислоты, перемешать, довести объём водой до метки.

Измерить оптическую плотность полученного раствора.

$$A_1 = \text{_____}, \quad A_2 = \text{_____}, \quad A_3 = \text{_____}, \quad A_{\text{ср.}} = \text{_____}.$$

А. По градуировочному графику находят концентрацию ω (%) анализируемого раствора.

ω (разведения) =

Рассчитать ω анализируемого раствора.

Б. Рассчитать концентрацию анализируемого раствора по значению удельного коэффициента поглощения ϵ по закону Бугера – Ламберта – Бера.

В. Рассчитать концентрацию анализируемого раствора по способу добавок стандарта, используя экспериментальные данные эталонного раствора № 5 ($A_{\text{ст.}}$, $C_{\text{ст.}}$).

Сделать вывод, каким из способов удобнее пользоваться при разовых и серийных определениях.

Лабораторная работа 25

Определение никеля с диметилглиоксимом в присутствии окислителей при отсутствии посторонних ионов

Метод основан на измерении интенсивности буро-красной окраски растворов, образующихся при взаимодействии Ni^{2+} с диметилглиоксимом в щелочных растворах в присутствии окислителя.

В качестве окислителей могут применяться I_2 , Br_2 , персульфат аммония, H_2O_2 .

В условиях проведения реакции происходит окисление Ni^{2+} , вероятно, до Ni^{3+} .

Определение состава соединений указывает на соотношение Ni : дитизон = 1 : 3. Для соединения, образующегося в присутствии щелочи, при $\lambda = 470$ нм и $\varepsilon = 1,3 \cdot 10^4$.

Определению мешают вещества, имеющие собственную окраску, и катионы, образующие гидроксиды в щелочной среде.

РЕАКТИВЫ И ОБОРУДОВАНИЕ

Диметилглиоксим 1 %-й раствор в 20 % щелочи (свежеприготовленный)

I_2 0,05 моль/л раствор

$\text{NiSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ (кристаллический)

Стандартный раствор никеля, содержащий 0,1 мг Ni в 1 мл. Раствор с содержанием 0,01 мг в 1 мл готовят разбавлением индивидуально

Пипетки мерные

Колбы мерные емкостью 50 мл – 6 шт.

Фотоэлектроколориметр (КФК-3-01)

ХОД РАБОТЫ

1. Приготовление эталонных растворов

Сделать необходимые расчеты для взятия навески:

$T(\text{Ni}^{2+}) = 0,1$ мг/мл	
$V(\text{p-ра NiSO}_4) = 1$ л	
$m(\text{NiSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}) = ?$	

Приготовить стандартный раствор из точной навески в мерной колбе на 1 л (готовят дежурные).

Взвесить тигель на аналитических весах, довести до постоянной массы в сушильном шкафу. На технических весах взять грубую навеску. На аналитических весах довести массу до рассчитанной.

Стандартный раствор соли никеля разбавить в десять раз (в мерную колбу на 100 мл внести 10 мл раствора и довести до метки дистиллированной водой).

Для приготовления эталонных растворов берут 5 мерных колб емкостью 50 мл, вводят в каждую 20 мл дистиллированной воды.

В каждую колбу внести соответственно 2, 4, 6, 8 и 10 мл полученного рабочего раствора.

Далее в каждую колбу внести 0,5 мл раствора I_2 , 0,5 мл диметилглиоксима и объем довести до метки дистиллированной водой.

Растворы оставляют на 10 минут для завершения реакции.

Рассчитать содержание никеля в каждом из эталонных растворов.

Данные внести в таблицу 16.

Таблица 16 – Содержание никеля в эталонных растворах

№ колбы	1	2	3	4	5
Объем добавленного раствора с титром Ni^{2+} 0,01 мг/мл, мл	2	4	6	8	10
Масса введенного Ni^{2+} , мг					
Титр Ni^{2+} в эталонном растворе, мг/мл					
$C_M(Ni^{2+})$ в эталонном растворе, моль/л					

2. Выбор аналитической длины волны

Измеряют оптическую плотность эталонного раствора № 3 на фотоколориметре относительно раствора сравнения (дистиллированной воды) при разных длинах волн в кювете 1 см (см. приложение б).

Результаты заносят в таблицу 17.

Таблица 17 – Зависимость оптической плотности от длины волны

№ светофильтра	λ светофильтра, нм	A
1	345	
2	364	
3	400	
4	440	
5	470	
6	490	
7	540	
8	590	
9	610	

Для дальнейшей работы выбирают ту длину волны, при которой наблюдается максимум оптической плотности: ($\lambda = \underline{\hspace{2cm}}$ нм).

3. Выбор кюветы

Кюветы, начиная с самой маленькой, наполняют раствором № 5 из эталонной серии (содержит наибольшую концентрацию определяемого компонента) и измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре.

Значение оптической плотности должно находиться в пределах **0,2–0,8**.

Если значение оптической плотности больше, чем 0,8, то берут кювету меньшего размера. Если значение оптической плотности меньше 0,2, берут кювету большего размера.

Оптическая длина слоя – $\underline{\hspace{2cm}}$ мм.

4. Построение градуировочного графика по серии эталонных растворов

Через 10 минут после приготовления измеряют оптическую плотность приготовленных эталонных растворов в выбранной кювете при выбранной аналитической длине волны относительно раствора сравнения.

В качестве раствора сравнения берут дистиллированную воду.

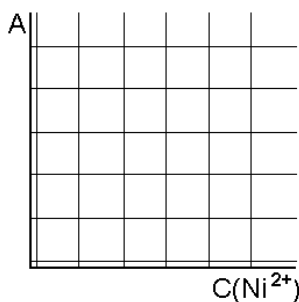
Результаты заносят в таблицу 18.

Таблица 18 – Оптические характеристики эталонных растворов

№ раствора	m Ni в 1 мл раствора, г	C(Ni ²⁺), моль/л	A	$\epsilon, \frac{\text{л}}{\text{см} \cdot \text{моль}}$
1				
2				
3				
4				
5				
ε (среднее), л/см · моль				

Рассчитать молярный коэффициент поглощения ϵ для каждого эталонного раствора и среднее значение.

Расчет ведется по формуле: _____.



По данным таблицы 18 на миллиметровой бумаге строят калибровочный график, откладывая на оси абсцисс концентрацию раствора C, а на оси ординат – оптическую плотность A. Примерный вид координатной сетки для графика см. рис. 28. График приложить к работе.

Рисунок 28 – Вид калибровочного графика

5. Определение концентрации никеля в исследуемом растворе

Для определения никеля в исследуемом растворе, предложенном преподавателем, берут 20 мл этого раствора, помещают в мерную колбу емкостью 50 мл.

Проводят те же операции с добавлением реагентов в тех же количествах, которые были указаны выше при приготовлении эталонных растворов.

Определение никеля производят по ранее построенному градуировочному графику или по рассчитанному молярному коэффициенту поглощения.

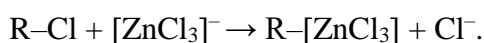
Лабораторная работа 26

Разделение ионов никеля и цинка методом ионообменной хроматографии и их количественное определение

Для разделения катионов цинка и никеля используют способность ионов цинка образовывать ионы $[\text{ZnCl}_3]^-$. Ионы никеля не образуют таких комплексов.

При пропускании через колонку с **анионитом** в Cl-форме раствора, содержащего катионы никеля и комплексные анионы $[\text{ZnCl}_3]^-$, происходит поглощение последних, а ионы никеля остаются в растворе непоглощенными и уходят в фильтрат.

Поглощение хлоридного комплекса цинка анионитом можно представить следующим уравнением:



Ионы цинка извлекают из анионита промыванием дистиллированной водой. При этом хлоридный комплекс цинка разрушается и катионы цинка проходят в фильтрат.

РЕАКТИВЫ И ОБОРУДОВАНИЕ

ZnSO₄ раствор с T(Zn²⁺) = 1 мг/мл

NiSO₄ раствор с T(Ni²⁺) = 0,1 мг/мл

Диметилглиоксим 1 %-й раствор в 20 %-м NaOH

HCl 2 Н, 4 Н раствор

K₄[Fe(CN)₆] раствор

I₂ 0,05 Н в KI раствор

NaOH 1–2 Н раствор

Трилон Б 0,01 Н раствор

Аммиак 25 %-й раствор

Эриохром черный Т смесь с NaCl 1 : 100

Бюретки для титрования

Воронки стеклянные

Колба для титрования на 100 мл (2 шт.)
 Колбы мерные на 1 000 мл (2 шт.)
 Колбы мерные на 50, 100, 250 мл
 Микропипетки
 Пипетки Мора на 10 мл
 Подготовленная бюретка с анионитом
 Тигли № 3 (2 шт.)

ХОД РАБОТЫ

1. Подготовка хроматографических колонок

Колонки готовятся за неделю до лабораторной работы (см. приложение 7).

2. Приготовление 0,01 Н раствора трилона Б

0,1 Н раствор готовится дежурными из фиксанала в мерной колбе на _____ л. Затем готовится необходимое разведение в _____ раз: в мерную колбу на 1 л помещается точно отмеренный объем (_____ мл) исходного 0,1 Н раствора.

3. Приготовление исследуемых растворов с титром Zn^{2+} (1 мг/мл) и Ni^{2+} (0,2 мг/мл) (объем каждого 1 л)

Сделать необходимые расчеты.

$V(\text{р-ра } Zn^{2+}) = 1 \text{ л}$	
$T(Zn^{2+}) = 1 \text{ мг/мл}$	
$m(ZnSO_4 \cdot 7 H_2O) = ?$	

$V(\text{р-ра } Ni^{2+}) = 1 \text{ л}$	
$T(Ni^{2+}) = 0,1 \text{ мг/мл}$	
$m(NiSO_4 \cdot 7 H_2O) = ?$	

Взвесить тигель на аналитических весах, довести до постоянной массы в сушильном шкафу. На технических весах взять грубую навеску соли. На аналитических весах довести массу до рассчитанной.

Приготовить раствор из точной навески в мерной колбе на 1 000 мл (растворы готовятся на подгруппу).

4. Приготовление разведения для хроматографического разделения ионов

В мерную колбу на **50** мл внести пипеткой по **10** мл приготовленных растворов ($T(\text{Ni}^{2+}) = 0,2$ мг/мл; $T(\text{Zn}^{2+}) = 1$ мг/мл), довести объем до метки дистиллированной водой.

В мерную колбу на **100** мл перелить приготовленную смесь Zn^{2+} и Ni^{2+} . Мерную колбу на 50 мл ополоснуть небольшим количеством 4 Н раствора HCl, перенести в мерную колбу на 100 мл. Довести объем до метки 4 Н раствором HCl.

При этом катионы цинка образуют хлоридные комплексные анионы. Написать уравнение соответствующей реакции.

Чему равна концентрация соляной кислоты в полученном разведении?

$C_N(\text{HCl}) =$

Чему равна концентрация цинка и никеля в полученном разведении?

$T(\text{Zn}^{2+}) =$

$T(\text{Ni}^{2+}) =$

5. Подготовка колонки

Промыть колонку 50 мл 2 Н раствора HCl.

6. Разделение ионов цинка и никеля

Мерную колбу с пометкой Ni^{2+} емкостью **250** мл поместить под колонку.

В неё собрать **весь** раствор, пропущенный через ионит. В эту же колбу через колонку пропустить **50** мл 2 Н HCl.

Проверить полноту вымывания никеля. Для этого на часовое стекло поместить **1** каплю раствора из бюретки, добавить **2–3** капли 25 %-го раствора NH_3 и **1** каплю 1 %-го диметилглиоксима в щелочи. В случае наличия Ni^{2+} (появление красной окраски) пропустить дополнительно порцию 2 Н HCl.

Довести до метки дистиллированной водой.

Мерную колбу с пометкой Zn^{2+} емкостью **250** мл поместить под колонку.

Промыть колонку **200** мл дистиллированной воды. Проверить полноту вымывания цинка. Для этого в пробирку поместить **1** каплю раствора из бюретки, прибавить **2** капли гексацианоферрата (II) калия. В случае наличия Zn^{2+} (появление белого осадка) пропустить дополнительно порцию дистиллированной воды.

Написать уравнение соответствующей реакции.

Довести до метки дистиллированной водой.

7. Определение цинка методом комплексонометрии

Оттитровать собранный цинк, используя схему титрования (рис. 29).

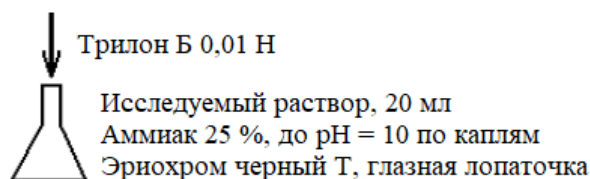


Рисунок 29 – Схема титрования

Переход окраски: **красный** → **синий**.

Титровать до перехода красной окраски в синюю от одной капли титранта.

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

$V_{\text{ср.}} =$ _____

Вычислить содержание ионов цинка в собранном растворе:

$C_N(\text{--- Tr}) = 0,05$ моль/л

$V_{\text{ср.}}(\text{p-ра Tr}) =$ _____ мл

$m(\text{Zn}^{2+}) = ?$

Какой вариант титрования использовался в данном определении?

Рассчитать титр цинка в исследуемом растворе по данным комплексонометрического определения и потери цинка по отношению к исходному раствору.

Сделайте предположение, на каком этапе анализа могли произойти «потери» иона?

8. Определение никеля фотометрическим методом.

В мерную колбу емкостью **50** мл поместить **5** мл испытуемого раствора.

Довести рН раствора до **10**, добавляя по каплям 1–2 Н раствор щелочи.

Добавить **0,5** мл **0,05** М раствора йода и **0,5** мл диметилглиоксима (1 %-й раствор в 20 %-м растворе щелочи).

Объем довести до метки дистиллированной водой.

Таблица 19 – Данные определения содержания ионов цинка в растворе

№ определения	T_i (мг/мл)	$T_i - \bar{T}$ 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	$\bar{T} =$				$\Sigma =$

Рассчитать доверительный интервал определения ионов никеля в растворе в таблице 20, используя результаты, полученные всеми студентами подгруппы.

Таблица 20 – Данные определения содержания ионов никеля в растворе

№ определения	T_i (мг/мл)	$T_i - \bar{T}$ 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	$\bar{T} =$				$\Sigma =$

ПОТЕНЦИОМЕТРИЯ

КАК ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЙ МЕТОД АНАЛИЗА

Потенциометрия – метод определения различных физико-химических величин, основанный на измерении электродвижущих сил (ЭДС) обратимых гальванических элементов.

Лабораторная работа 27

Прямое потенциометрическое определение рН растворов. Изучение буферного действия ацетатной буферной смеси

РЕАКТИВЫ И ОБОРУДОВАНИЕ

Фиксаналы: NaOH, HCl, CH₃COOH

Бюретки

Колбы мерные на 1 л (3 шт.)

Колбы мерные на 100 мл (3 шт. на человека)

Пипетки Мора на 10 мл

Стаканы химические на 50, 300 мл

Цилиндры мерные на 100 мл

Электрод индикаторный – стеклянный

Электрод сравнения – хлорсеребряный

Электронный потенциометр

ХОД РАБОТЫ

1. Приготовление стандартных растворов и разведений (А, В, С, D)

Растворы А готовят в мерных колбах на 1 л из фиксаналов.

На 10 человек: NaOH 0,1 Н – 2 л;

HCl 0,1 Н – 1 л;

CH₃COOH 0,1 Н – 2 л.

Растворы NaOH

Раствор А (NaOH 0,1 Н) – стандартный раствор NaOH 0,1 Н, приготовленный из фиксанала.

Раствор В (NaOH 0,01 Н): 10 см³ 0,1 моль/дм³ раствора гидроксида натрия (раствор А) поместить в мерную колбу вместимостью 100 см³, довести дистиллированной водой почти до метки, перемешать, довести до метки.

Раствор С (NaOH 0,001 моль/дм³): 10 см³ 0,01 моль/дм³ раствора гидроксида натрия (раствор В) поместить в мерную колбу вместимостью 100 см³, довести дистиллированной водой почти до метки, перемешать, довести до метки.

Раствор D (NaOH 0,0001 моль/дм³): 10 см³ 0,001 моль/дм³ раствора гидроксида натрия (раствор С) поместить в мерную колбу вместимостью 100 см³, довести дистиллированной водой почти до метки, перемешать, довести до метки.

Растворы (А, В, С, D) кислот HCl, CH₃COOH готовят аналогично растворам гидроксида натрия.

2. Измерение рН

Электроды перед каждой сменой растворов промывать дистиллированной водой, высушивать (промокнуть) фильтровальной бумагой; следить, чтобы электроды не касались дна стакана, но были бы погружены в раствор \approx на 2 см.

Работа на электронных приборах:

- 1) запустить программу,
- 2) на столике магнитной мешалки заменить стакан с дистиллированной водой на стакан с исследуемым раствором,
- 3) погрузить в него электроды,
- 4) дождаться относительно стабильных показаний,
- 5) записать показания.

Стандартные растворы **A**, **B**, **C** и **D** гидроксида натрия, хлороводородной и уксусной кислот поочередно вносить в стакан, в который помещен стеклянный электрод и электрод сравнения, записывать показания прибора. После каждого измерения промывать стакан и электроды дистиллированной водой.

Поместить стакан на столик магнитной мешалки и измерить рН.

Результаты занести в таблицу 21 (к работе приложить лист с выполненными расчетами теоретического значения рН в исследуемых растворах).

Таблица 21 – Результаты измерения рН стандартных растворов

Растворы	0,1 М (А)		0,01 М (В)		0,001 М (С)		0,0001 М (D)	
	опыт	расчет	опыт	расчет	опыт	расчет	опыт	расчет
NaOH								
HCl								
CH ₃ COOH								

По измеренному значению рН рассчитать активную концентрацию ионов водорода (моль/дм³) и кажущуюся степень диссоциации электролитов при температуре лаборатории. Сравнить результаты со справочными данными. Расчеты приложить к работе.

3. Приготовление буферного раствора

Готовят в стакане на 300 мл, используют мерные цилиндры.

Смешать 100 см³ 0,1 моль/дм³ раствора уксусной кислоты и 50 см³ 0,1 моль/дм³ раствора гидроксида натрия.

4. Изучение буферного действия

Измерить рН буферного раствора и дистиллированной воды, а также растворов, полученных добавлением указанного преподавателем объема (1–4 см³) 0,1 моль/дм³ растворов

хлороводородной кислоты или гидроксида натрия как к буферному раствору, так и к дистиллированной воде объемом **20** мл. Результаты записать в таблицу 22.

Рассчитать ожидаемые значения рН вышеуказанных систем (с раскрытием химизма) и занести в таблицу 22. Расчеты приложить к работе.

Таблица 22 – Результаты измерения рН систем

Растворы ($V_{\text{добавленного раствора}} = \text{_____ мл}$)	Измеренное значение рН	Рассчитанное значение рН
Буферный раствор БФ		
Вода дистиллированная		
Буферный раствор + ___ мл 0,1 М НСl		
Вода дистиллир. + ___ мл 0,1 М НСl		
Буферный раствор + ___ мл 0,1 М NaOH		
Вода дистиллир. + ___ мл 0,1 М NaOH		

5. Определение буферной емкости раствора

Собрать установку, состоящую из магнитной мешалки, на которой установлен стакан с якорьком, в который погружены электроды потенциометра ниже уровня жидкости, и бюретки, носик которой погружен в стакан выше уровня жидкости.

Добавить к **50** см³ буферного раствора из бюретки порциями по **4** капли 0,1 моль/дм³ раствора НСl или NaOH до тех пор, пока рН системы не изменится на единицу.

Зафиксировать суммарный объем раствора хлороводородной кислоты или гидроксида натрия.

Рассчитать ожидаемые значения добавленного объема электролитов (с раскрытием химизма) и занести в таблицу 23. Расчеты приложить к работе.

Таблица 23 – Буферная емкость (БЁ) ацетатной системы (на 50 мл)

Добавленный электролит	Измеренное значение БЁ, мл	Рассчитанное значение БЁ, мл
0,1 М НСl		
0,1 М NaOH		

Лабораторная работа 28

Потенциометрическое титрование по методу нейтрализации.

Определение содержания HCl в растворе

РЕАКТИВЫ И ОБОРУДОВАНИЕ

HCl (концентрированная)
Стандартный раствор – 0,1 М раствор КОН
Бюретка
Колба мерная на 500 мл
Мешалка магнитная
Набор ареометров
Стакан для титрования на 50 мл
Цилиндр для определения плотности
Электрод индикаторный – стеклянный
Электрод сравнения – хлорсеребряный
Электронный потенциометр

ХОД РАБОТЫ

1. Приготовление исследуемого 0,1 М раствора HCl из концентрированного раствора путем его разбавления или из фиксанала

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 для взятия навески:

$C_{M1}(\text{HCl}) = 0,1$ моль/л

$V_1(\text{р-ра HCl}) = 500$ мл

$C_{M0}(\text{HCl}) =$ моль/л

$V_0(\text{р-ра HCl}) = ?$

Готовят исследуемый раствор дежурные в мерной колбе на 500 мл либо из фиксанала в колбе объемом ____ л.

2. Подготовка бюретки с раствором титранта (_____)

3. Потенциометрическое титрование

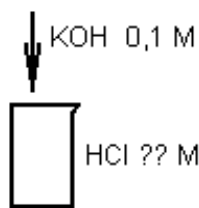


Рисунок 30 –
Схема титрования

В стакан для титрования отобрать пипеткой аликвотную часть исследуемого раствора (10 мл).

Разбавить таким количеством дистиллированной воды, чтобы электрод был погружен в раствор на достаточную глубину.

Включить мешалку и провести ориентировочное титрование

(схему титрования см. на рис. 30), прибавляя раствор титранта порциями по 1 мл; записывать результат изменения рН после каждого добавления титранта в таблицу 24.

По показаниям табло рН-метра зафиксировать скачок рН, отвечающий оттитрованию HCl.

В таблице 24 показать (выделить) область скачка.

Точное титрование начинать, слив титрант в титруемый раствор от нулевой отметки до значения на 0,5 меньше точки начала скачка. Например, скачек титрования произошел между 6 и 7 мл. Дотитрование титрантом по четыре капли начинают после его слива в аликвоту анализируемого раствора от нуля до 5,5 мл.

Выполнить точное титрование новой аликвотной порции раствора в тех же условиях, прибавляя в области скачка по 4 капли титранта.

Результаты потенциометрического титрования занести в таблицу 24.

Таблица 24 – Результаты потенциометрического титрования

Ориентировочное титрование			Точное титрование		
Объем NaOH, мл	Показание рН-метра, рН	ΔрН	Объем титранта, капли	Показание рН-метра, рН	ΔрН
5	_____	_____	—,5 мл	_____	_____
6	_____	_____	+4 к	_____	_____
7	_____	_____	+8 к	_____	_____
8	_____	_____	+12 к	_____	_____
9	_____	_____	+16 к	_____	_____
10	_____	_____	+20 к	_____	_____
11	_____	_____	+24 к	_____	_____
12	_____	_____	(_____ мл)	_____	_____

Конец точного титрования (см. шкалу бюретки) – _____ мл.

По результатам титрования вычислить содержание определяемого компонента.

По результатам титрования рассчитать концентрацию HCl в исследуемом растворе.

$$V_3 = \frac{V_2 - V_1}{\text{число капель}} = \frac{\dots - \dots,5}{24} =$$

$$V(\text{NaOH}) = V_1 + \left(m + \frac{n}{2}\right) \cdot V_3 =$$

$$C_M(\text{HCl}) =$$

где: V_1 – объем титранта 0,1 М КОН (начало точного титрования);

V_2 – объем титранта 0,1 М КОН (конец точного титрования);

V_3 – объем 1 капли раствора 0,1 М КОН;

m – количество капель до начала «скачка» в точном титровании;

n – количество капель одной приливаемой порции в точном титровании.

4. Расчет относительной ошибки определения

Если использовался раствор соляной кислоты, приготовленный из фиксанала, вычислить относительную ошибку опыта в процентах по формуле:

$$D = (C_{M \text{ теор.}} - C_{M \text{ эксперим.}}) : C_{M \text{ теор.}} =$$

Сравнить точность определения химическим методом (каким? _____) и потенциометрическим.

В чем преимущество потенциометрического метода анализа?

ВОПРОСЫ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ ПОДГОТОВКИ

Основы качественного анализа

1. Классификация методов анализа.
2. Характеристика аналитических реакций. Чувствительность аналитических реакций.
3. Анализ мокрым и сухим путем. Микрориспаллоскопический 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. Количественный анализ. Методы количественного химического анализа.
2. Математическая обработка результатов количественного определения.
3. Титриметрический анализ, обоснование, сущность.
4. Способы выражения концентрации растворов, связь между ними:
 - а) молярная концентрация (C_M);
 - б) молярная концентрация эквивалента (C_N);
 - в) титр (по рабочему веществу, по определяемому веществу, титриметрический фактор пересчета);
 - г) поправочный коэффициент, его сущность и значение.
5. Закон эквивалентов и его математическое выражение.
6. Требования к реакциям, применяемым в титриметрическом анализе.
7. Основные понятия титриметрии: титрование, титрант, рабочий раствор, стандартный раствор, титрованный раствор, точка эквивалентности, конечная точка титрования, индикатор, аликвота.
8. Способы фиксации конечной точки титрования.
9. Химические индикаторы, их классификация.
10. 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).
11. Способы приготовления титрованных растворов. Расчет 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.
12. Стандартные (исходные и установочные) вещества. Требования к ним. Примеры.

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, одноименные 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. Понятие аналитического множителя, его применение.
13. Возможности, достоинства и недостатки гравиметрического метода.

Фотометрия как метод молекулярной спектроскопии

1. Теоретические основы фотометрии. Объединенный закон Бугера – Ламберта – Бера.
2. Основные этапы и оптимальные условия фотометрического определения.
3. Требования к фотометрическим реакциям.
4. Основные приемы фотометрических измерений.
5. Удельный и молярный коэффициенты светопоглощения, их физический смысл и значение, связь между ними.
6. Фотометрический анализ многокомпонентных систем. Сущность, варианты.
7. Фотометрическое титрование.
8. Практическое применение метода.

Рефрактометрия

1. Теоретические основы рефрактометрии.
2. Основные этапы и оптимальные условия рефрактометрического определения.

Потенциометрия как электрохимический метод анализа

1. Прямая потенциометрия, ее возможности, достоинства и недостатки.
2. Теоретические основы потенциометрического титрования.
3. Индикаторные электроды, электроды сравнения. Выбор индикаторного электрода. Требования, предъявляемые к электродам.
4. Практическое применение потенциометрического титрования для определения конечной точки титрования в кислотно-основном, окислительно-восстановительном, осадительном и комплексонометрическом методах.

Вопросы для подготовки к конференции
«Современные методы инструментального (физико-химического) анализа»

Электрохимические методы

1. Кулонометрия.
2. Полярография.
3. Кондуктометрия.

Оптические методы

1. Атомно- и молекулярно-абсорбционный метод.
2. Метод комбинационного рассеяния.
3. Люминесцентный метод.
4. Нефелометрия.
5. Турбидиметрия.
6. Поляриметрический метод.
7. Рефрактометрический метод.
8. Спектральный эмиссионный метод.

Биологические методы

1. Микроорганизмы и беспозвоночные животные как индикаторные организмы.
2. Использование позвоночных животных для определения микроколичеств элементов.

Подготовить мультимедийную презентацию для сопровождения доклада на итоговой конференции, в которой должны быть отражены:

- тема;
- актуальность, характеристика метода;
- примерная тематика работ (3–4 темы) и особенности выполнения исследовательской экспериментальной части, химизм работы с использованием данного метода анализа;
- возможности использования и реализации данной темы в ходе проектно-исследовательской работы обучающихся в образовательных организациях.

Характеристика метода должна включать разделы:

- сущность метода и его теоретическое обоснование;
- классификация методов (если таковая имеется);
- приборы, используемые в анализе;
- применение метода (примеры).

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ ПОДГОТОВКИ

Чувствительность аналитических реакций.

Способы выражения состава растворов

Вариант 1

1. Открываемый минимум ионов 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 AgNO_3 . Найдено, что при разбавлении этого раствора в 25 раз удается реакция на ион 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 %-го раствора азотной кислоты, чтобы получить 10 %-й раствор HNO_3 ?
4. Рассчитать, сколько миллилитров 30 %-го раствора соляной кислоты плотностью 1,15 г/мл необходимо для приготовления 2 л 0,2 М раствора.
5. Слили 200 мл 10 %-го раствора HCl (плотностью 1,05 г/мл) и 300 мл 30 %-го раствора HCl (плотностью 1,15 г/мл). Какова массовая доля (в %) HCl в полученном растворе?
6. Рассчитать титр и нормальную концентрацию раствора соли, если в 250 мл воды растворили 5,3 г безводной Na_2CO_3 .
7. Сколько воды необходимо прибавить к 2 л 0,5 М раствора HCl , чтобы получить 0,4 М раствор?
8. Сколько мл 30 %-го 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 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 CdCl_2 . Будет ли наблюдается реакция на ион Cd^{2+} с уротропином в присутствии роданида аммония, если предельная концентрация составляет 1 : 1000 г/мл? Ответ подтвердить расчетом.
3. К 200 г 20 %-го раствора HCl добавили 100 мл воды. Какова массовая доля (в %) HCl в полученном растворе?
4. Сколько миллилитров 62 %-го раствора серной кислоты плотностью 1,52 г/мл следует взять для приготовления 1 л 10 %-го раствора плотностью 1,07 г/мл?

5. Сколько мл 0,1000 N раствора серной кислоты можно приготовить из 200 мл 20 %-го раствора H_2SO_4 плотностью 1,145 г/мл?

6. Каков титр 0,1 M раствора 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 M раствора HCl прибавили 50 мл раствора HCl с титром 0,02370 г/мл. Вычислить нормальную концентрацию и титр полученного раствора.

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 $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, 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 %-й и 20 %-й фосфорной кислоты следует взять для приготовления 3 000 г 50 %-го раствора?

4. Сколько миллилитров 20 %-го раствора соляной кислоты (плотностью 1,1 г/мл) надо взять для приготовления 10 л 5 %-го раствора плотностью 1,025 г/мл?

5. Сколько мл 1 M раствора Na_2CO_3 надо взять для приготовления 2 л 0,25 N 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 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 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 M раствор?

Кислотно-основные реакции

Вариант 1

1. Концентрация ионов водорода $[\text{H}^+]$ и ацетат-ионов $[\text{CH}_3\text{COO}^-]$ равна 0,00132 моль/л. Вычислить константу ионизации, если раствор 0,1 M.

2. Вычислить ионную силу и активность иона хлорид-анионов в 0,1 M растворе хлорида натрия NaCl.

3. В 1 л раствора содержится 0,01 моль Na_2SO_4 и 0,01 моль $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$. Рассчитать активность ионов натрия и сульфат-ионов в растворе.

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 соли и рН раствора при гидролизе (по первой ступени), если в 250 мл этого раствора содержится 2,88 г карбоната аммония при стандартных условиях.

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

Вариант 2

1. Степень ионизации 0,14 М раствора муравьиной кислоты 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 AlCl_3 .

3. Рассчитать коэффициент активности и активность иона хлора в 0,015 М растворе хлорида цинка ZnCl_2 .

4. Определить степень гидролиза хлорида аммония и рН в его растворе, если в 1 л растворили 10,7 г этой соли.

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 $4,8 \cdot 10^{-11}$. Какая степень константы диссоциации гидроксида свинца указана и используется в расчетах?

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

Вариант 3

1. Определить константу ионизации уксусной кислоты CH_3COOH , если степень ионизации ее в 0,2 М растворе равна 0,932 %.

2. В 1 л раствора содержится 0,01 моль Na_2SO_4 и 0,01 моль $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$. Рассчитать активность ионов алюминия и сульфат-ионов в растворе.

3. Какова активность ионов кальция и хлорид-анионов в 10^{-4} М растворе хлорида кальция CaCl_2 , к которому добавлено столько ацетата калия, чтобы ионная сила раствора была равна 0,2?

4. Рассчитать константу гидролиза и степень гидролиза соли HCOONH_4 , а также рН 0,1 М в ее растворе.

5. Определить степень гидролиза (по первой ступени), рН и рОН 0,012 М в растворе хлорида марганца MnCl_2 . Константа ионизации $\text{Mn}(\text{OH})_2$ равна $5 \cdot 10^{-4}$. Какая степень константы диссоциации гидроксида марганца указана и используется в расчетах?

6. Какова нормальная концентрация раствора соляной кислоты, если на полную нейтрализацию 0,1946 г химически чистой Na_2CO_3 необходимо 20,45 мл этого раствора?

Буферные системы

Вариант 1

1. Сколько миллилитров 0,5 М раствора хлорида аммония следует прибавить к 100 мл 0,5 Н раствора гидроксида аммония, чтобы получить буферную систему с рН, равным 9,25?
2. Вычислить молярную концентрацию муравьиной кислоты, если в 250 мл раствора содержится 1,7 г формиата натрия и $[H^+] = 3,6 \cdot 10^{-4}$ моль/л.
3. Вычислить концентрацию ионов водорода, гидроксид-ионов и рН в растворе, образованном при смешивании 40 мл 0,05 М раствора азотистой кислоты и 10 мл 2,0 М раствора нитрита калия.
4. Рассчитать соотношение концентраций компонентов в буферной смеси пропионовой кислоты и пропионата натрия с рН 5,0. Какую массу соли следует добавить к 0,2 л 0,5 М раствора кислоты для получения заданного буферного раствора? Рассчитать буферную емкость.

Вариант 2

1. Смешали 20 мл 0,2 М раствора ацетата натрия с 20 мл 0,3 Н раствора уксусной кислоты. Определить рН раствора.
2. Сколько граммов хлорида аммония следует растворить в 200 мл 0,52 Н раствора гидроксида аммония, чтобы получить концентрацию гидроксид-ионов, равную $5 \cdot 10^{-4}$ моль/л?
3. Сколько молей кристаллического ацетата калия необходимо растворить в 100 мл 0,0375 М раствора уксусной кислоты, чтобы получить рН раствора, равный 5,43?
4. Рассчитать соотношение концентраций компонентов в буферной смеси метиламина и хлорида метиламмония с рН 11,4. Какую массу соли следует добавить к 0,5 л 0,1 М раствора основания для получения заданного буферного раствора? Рассчитать буферную емкость.

Вариант 3

1. Сколько граммов формиата натрия следует добавить к 100 мл 0,2 М раствора муравьиной кислоты, чтобы получить буферный раствор с рН, равным 3,32?
2. К 100 мл 0,05 М раствора уксусной кислоты прибавили 0,982 г ацетата калия. Как изменилась степень ионизации ее?
3. Определить рН буферной смеси, состоящей из 0,01 М раствора муравьиной кислоты и 0,02 М раствора формиата калия.
4. Рассчитать соотношение концентраций компонентов в буферной смеси хлоруксусной кислоты и ее натриевой соли с рН 2,6. Какую массу соли следует добавить к 0,3 л 1 М раствора кислоты для получения заданного буферного раствора? Рассчитать буферную емкость.

Кислотно-основное титрование

Вариант 1

1. Вычислить титр раствора серной кислоты, если для 0,01 Н раствора $K = 0,9123$.
2. Для установки титра 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 HCl. Определить $C_N(\text{HCl})$, $T_{\text{кон/нcl}}$.
3. Рассчитать индикаторную ошибку титрования 0,1 М раствора HCl 0,1 М раствором NaOH с фенолфталеином ($pT = 9$).
4. Построить кривую титрования 0,1 Н раствора анализируемого вещества 0,1 Н раствором титранта. Подобрать три подходящих индикатора. Для одного из них определить тип индикаторной ошибки и рассчитать ошибку в процентах.

Вариант	1.1	1.2	1.3	1.4
Титрант	NaOH	NaOH	NaOH	NaOH
Анализируемое вещество	Азотистая кислота	Муравьиная кислота	Синильная кислота	Бензойная кислота

Вариант 2

1. Вычислить титр гидроксида калия, если для 0,05 М раствора его $K = 0,8549$.
2. 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 емкостью 100,0 мл. На титрование 20,0 мл полученного раствора израсходовали 18,34 мл раствора NaOH. Вычислить нормальную концентрацию раствора NaOH и его титр по $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$.
3. Можно ли оттитровать 0,1 М раствор аммиака 0,1 М раствором HCl с фенолфталеином ($pT = 9$)?
4. Построить кривую титрования 0,1 Н раствора анализируемого вещества 0,1 Н раствором титранта. Подобрать три подходящих индикатора. Для одного из них определить тип индикаторной ошибки и рассчитать ошибку в процентах.

Вариант	2.1	2.2	2.3	2.4
Титрант	Соляная кислота	Соляная кислота	Соляная кислота	Соляная кислота
Анализируемое вещество	Гидроксиламин	Метиламин	Бензиламин	Диэтиламин

Вариант 3

1. Нормальная концентрация раствора KOH равна 0,09617 моль/л. Рассчитать $T_{\text{кон}}$ и $T_{\text{кон/нcl}}$.
2. Навеску буре $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ в 6,2270 г растворили в мерной колбе на 250,0 мл. На 25,00 мл полученного раствора расходуется 24,17 мл HCl. Вычислить нормальную концентрацию раствора HCl.

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

4. Построить кривую титрования 0,1 Н раствора анализируемого вещества 0,1 Н раствором титранта. Подобрать три подходящих индикатора. Для одного из них определить тип индикаторной ошибки и рассчитать ошибку в процентах.

Вариант	3.1	3.2	3.3	3.4
Титрант	NaOH	NaOH	NaOH	NaOH
Анализируемое вещество	Бензойная кислота	Хлористая кислота	Хлоруксусная кислота	Фосфорноватистая кислота

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 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 емкостью 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 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 Na_2S .

3. Сколько г трилона Б надо взять для приготовления 2,5 л $\sim 0,1$ Н 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 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 AgNO₃, чтобы снизить концентрацию Ag⁺ до 10⁻⁵ моль/л, если в растворе образуется комплексный ион [Ag(NH₃)₂]⁺?

2. Произойдет ли разрушение комплекса, если к 0,2 М раствору соли состава Na[AgS₂O₃] 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. Рассчитать объем 0,1000 моль/дм³ трилона Б с K_п = 1,0500, который должен расходоваться на титрование 0,2000 г безводного сульфата магния.

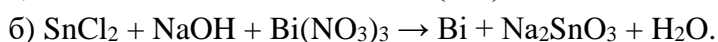
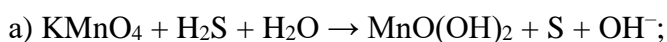
Окислительно-восстановительные процессы. Редоксиметрия

Вариант 1

1. Можно ли сульфат хрома Cr₂(SO₄)₃ окислить азотной кислотой в H₂Cr₂O₇?

2. Какая будет величина редокс-потенциала в растворе, содержащем пару Cr₂O₇²⁻/2Cr³⁺, при условии, что C_{окисл. формы} = 0,22 моль/л, C_{восст. формы} = 0,32 моль/л, C_{HNO₃} = 0,5 моль/л?

3. Написать уравнения реакций и подобрать коэффициенты:



4. 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.

5. 20 мл 0,1132 Н раствора перманганата калия прилили к раствору йодида калия и серной кислоты. Йод, который выделился, оттитровали 25,85 мл раствора Na₂S₂O₃. Определить нормальную концентрацию раствора Na₂S₂O₃.

6. 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 йодида калия и выделившийся йод оттитровали, затратив 31,53 мл 0,1002 Н раствора тиосульфата натрия. Определить молярную концентрацию свинца.

7. Дополнительная задача.

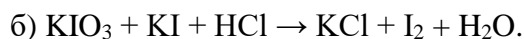
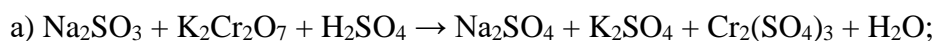
Для определения нормальности и титра перманганата калия по хрому взяли 1,00 г стали, содержащей 2,12 % хрома. Стальные стружки растворили в смеси кислот, хром окислили персульфатом аммония, нагрели до прекращения выделения газа. После нагревания прибавили 25,00 мл раствора соли Мора ((NH₄)₂SO₄ · FeSO₄ · 6H₂O). Избыток этой соли оттитровали раствором перманганата калия, затратив 10,12 мл этого раствора. Соотношение объемов растворов между перманганатом калия и солью Мора равно 24 : 25. Рассчитать C_N перманганата и T (KMnO₄/Cr).

Вариант 2

1. Будет ли протекать процесс растворения серебра Ag в разбавленной серной кислоте H₂SO₄? Дайте объяснение.

2. Вычислить потенциал системы AsO₄³⁻/AsO₃³⁻ при равных концентрациях окисленной и восстановленной форм при pH = 1 и E₀ = 0,559 В.

3. Написать уравнения реакций и подобрать коэффициенты:



4. 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.

5. Навеску пиролюзита в 0,4200 г растворили в 50,00 мл 0,2000 Н раствора оксалата аммония (NH₄)₂C₂O₄ · H₂O (подкисленного H₂SO₄), избыток которого оттитровали 0,1200 Н раствором перманганата калия, затратив 20,60 мл. Определить содержание MnO₂ в пиролюзите (в % по массе).

6. Сколько мл хлорной воды, содержащей примерно 2 % активного хлора, было взято, если после прибавления KI и H₂SO₄ выделившийся йод оттитровали 29,86 мл раствора тиосульфата натрия Na₂S₂O₃ · 5H₂O, имеющего титр по Na₂S₂O₃ · 5H₂O, равный 0,02504 г/мл?

7. Дополнительная задача.

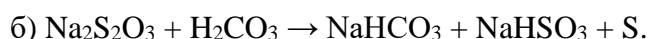
Сколько мл пероксида водорода, полученного путем разбавления в 10 раз 3 %-го раствора, нужно взять, чтобы на титрование его после добавления йодида калия и серной кислоты было израсходовано 25,00 мл 0,1500 Н раствора тиосульфата натрия?

Вариант 3

1. Рассчитать редокс-потенциал перманганат-ионов при концентрациях [MnO₄⁻] = 0,1 моль/л, [Mn²⁺] = 0,01 моль/л и при pH раствора, равном 7.

2. Определить, будет ли протекать редокс-реакция при сливании растворов KMnO₄ и KBr, если [MnO₄⁻] = 1 моль/л, [Mn²⁺] = 1 моль/л, pH = 3.

3. Написать уравнения реакций и подобрать коэффициенты:



4. 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.

5. Навеску стали в 0,2500 г, содержащую 0,09 % марганца, растворили в смеси кислот (H₃PO₄ и H₂SO₄). 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.

6. На титрование сернистого газа, полученного при сжигании нормали (образец стали с определенным содержанием серы), пошло 17 мл раствора йода. 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 йода, а навеска стали равна 0,9500 г.

7. Дополнительная задача.

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

Равновесие в гетерогенных системах. Осадительное титрование

Вариант 1

1. Растворимость AgI при $t = 25^\circ\text{C}$ равна 2,865 мг/л. Вычислить произведение растворимости AgI .

2. Во сколько раз растворимость CaC_2O_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 ионной силы раствора?

3. Во сколько раз уменьшится концентрация ионов Ag^+ , если:

- к 0,005 Н раствору AgNO_3 добавить эквивалентное количество HCl ;
- к тому же раствору AgNO_3 добавить 10 %-ный избыток HCl ?

4. Сколько граммов BaSO_4 остается в 200 мл раствора при осаждении бария эквивалентным количеством H_2SO_4 ? Можно ли считать осаждение в этих условиях полным?

5. При каком значении рН начнется выпадение гидроксида железа (II) из 0,1 М раствора FeCl_2 ?

6. К раствору, содержащему ионы Cl^- и CrO_4^{2-} , концентрация которых равна 0,1 моль/л, прибавили по каплям раствор нитрата серебра. Найти:

- при какой наименьшей концентрации ионов Cl^- в растворе начнется выпадение Ag_2CrO_4 ;
- сколько граммов хлора будет при этом в растворе.

7. Сколько мл 0,0500 Н AgNO_3 пойдет на титрование 20,00 мл раствора, полученного растворением 0,1052 г 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 AgNO_3 ($K = 0,9580$ к 0,1 Н). На титрование избытка серебра расходуется 25,50 мл раствора NH_4SCN ($K = 1,1200$ к 0,1 Н). Вычислить процент по массе хлора в хлориде.

9. Показать строение коллоидной мицеллы хромата серебра:

- выпадающего из раствора нитрата серебра при добавлении хромата калия;
- выпадающего из раствора хромата калия при добавлении нитрата серебра.

Вариант 2

1. Растворимость Ag_2CrO_4 при $t = 25\text{ }^\circ\text{C}$ равна $1,31 \cdot 10^{-4}$ моль/л. Вычислить произведения растворимости хромата серебра.

2. Растворимость 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 Ca^{2+} и $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ в момент смешивания растворов и решить, будет ли выпадать осадок CaC_2O_4 .

3. Сколько миллиграммов MgNH_4PO_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 AgNO_3 , израсходовано 17 мл 0,1 М раствора 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 NaCl приготовлен раствор в колбе на 500 мл. К 25 мл раствора прилито 50,00 мл 0,1 Н AgNO_3 . На титрование избытка AgNO_3 израсходовано 25 мл 0,1Н NH_4SCN . Какая была взята навеска NaCl ?

8. Навеска серебряного сплава в 1,7450 г растворена в азотной кислоте, раствор разбавлен водой в мерной колбе емкостью 200 мл. На титрование 10,00 мл полученного раствора расходуется 11,75 мл раствора NH_4SCN ($K = 0,9344$ к 0,05 Н). Сколько % серебра содержит сплав?

9. Показать строение коллоидной мицеллы ортофосфата кальция:

а) выпадающего из раствора ортофосфата натрия при добавлении хлорида бария;

б) выпадающего из раствора хлорида кальция при добавлении ортофосфата натрия.

Вариант 3

1. По растворимости PbSO_4 и PbI_2 , равной соответственно 0,045 и 0,300 г/л, вычислить произведения растворимости этих солей.

2. Во сколько раз растворимость SrC_2O_4 в 0,1 М растворе $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ меньше растворимости его в чистой воде с учетом и без учета ионной силы раствора?

3. $\text{P.P.}(\text{Ba}_3(\text{PO}_4)_2) = 6 \cdot 10^{-39}$. Вычислить растворимость этой соли и концентрацию ионов Ba^{2+} в моль/л и г/л.

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 хлориды, прибавили 30,00 мл 0,1121 N раствора AgNO_3 , а затем избыток AgNO_3 оттитровали 0,50 мл 0,1158 N раствора NH_4SCN . Рассчитать процент по массе хлора в анализируемом веществе.

8. Навеска NaCl в 2,9014 г растворена в мерной колбе емкостью 1 000 мл. На 25 мл этого раствора расходуется 25,80 мл раствора AgNO_3 . Определить нормальность и титр AgNO_3 .

9. Показать строение коллоидной мицеллы гексанитритокобальтата (III) калия:

а) выпадающего из раствора сульфата калия при добавлении гексанитритокобальтата (III) натрия;

б) выпадающего из раствора гексанитритокобальтата (III) натрия при добавлении сульфата калия.

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 Fe_2O_3 , считая, что оптимальная масса Fe_2O_3 равна 0,2 г?

2. Сколько миллилитров 0,1 N раствора BaCl_2 необходимо взять для осаждения сульфат-ионов SO_4^{2-} , если растворено 2 г медного купороса, содержащего 5 % примесей?

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

4. Осадок, содержащий SiO_2 , Al_2O_3 и Fe_2O_3 , обработали смесью плавиковой и серной кислот для удаления кремнезема. 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 FeCO_3 в виде Fe и FeO, если после растворения, окисления, осаждения и прокаливании оно превращено в оксид железа (III) Fe_2O_3 массой 1,0000 г?

6. Вычислить факторы пересчета для определения серы и тиосульфата натрия в препарате: $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 / \text{BaSO}_4$.

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 ZnNH_4PO_4 ?

2. Сколько мл 0,1 N раствора соляной кислоты надо взять для осаждения серебра из навески в 0,6 г AgNO_3 ?

3. В растворе хлорида магния осадил магний в виде MgNH_4PO_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 кремнезема. Вычислить массовую долю (в %) кремния в анализируемом чугуне.

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

6. Вычислить факторы пересчета для определения натрия и пероксида натрия и тиосульфата натрия в препарате: $\text{Na}_2\text{O} / \text{NaCl}$.

Вариант 3

1. Какую навеску сульфида железа, содержащего около 30 % серы, следует взять для определения в нем серы в виде 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 CaCO_3 ?

3. В растворе сульфата железа (III) было осаждено железо в виде гидроксида. Масса прокаленного 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 ее дает 0,0023 г сульфата свинца PbSO_4 и 0,4108 г ZnNH_4PO_4 ?

6. Вычислить факторы пересчета для определения кальция и оксида кальция в препарате: $\text{CaO} / \text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$.

Экстракция

Вариант 1

1. При экстракции микроколичеств олова (IV) диэтиловым эфиром из водных солянокислых растворов коэффициент распределения олова равен 0,71. В присутствии в водном растворе железа (III) коэффициент распределения олова возрастает до 3,77 за счет соэкстракции. Рассчитать степень извлечения олова при отсутствии и в присутствии железа в водном растворе, если объем водного раствора равен объему органической фазы.

2. Составить по три тестовых задания, проверяющих усвоение материала тем «Экстракция» и «Хроматография». Задания должны включать тесты разных типов:

- а) выбор одного варианта ответа;
- б) выбор нескольких вариантов ответов;
- в) тест на установление соответствия (число сопоставляемых параметров не должно быть равным);
- г) задание с открытым вариантом ответа:
 - расчетная задача (решение должно быть приведено);
 - использование терминологического минимума.

Вариант 2

1. При экстракции диэтиловым эфиром микроколичеств сурьмы (V) из водных солянокислых растворов коэффициент распределения сурьмы равен 4,7. Рассчитайте степень извлечения сурьмы (V) из водного раствора в органическую фазу при отношении объемов растворителей 1 : 5 и 5 : 1. При каком соотношении объемов растворителей извлечение сурьмы пройдет более полно?

2. Составить по три тестовых задания, проверяющих усвоение материала тем «Экстракция» и «Хроматография». Описание см. Вариант 1.

Вариант 3

1. Коэффициент распределения бензойной кислоты между диэтиловым эфиром и водой при 10 °С составляет 90,91. Определить отношение объемов водной и органической фаз, при котором степень извлечения бензойной кислоты из водного раствора составит 99 %.

2. Составить по три тестовых задания, проверяющих усвоение материала тем «Экстракция» и «Хроматография». Описание см. Вариант 1.

Фотометрия

Вариант 1

1. Для определения ионов железа 100 мл воды после упаривания обработали о-фенантролином. При этом получено 50 мл окрашенного раствора. Оптическая плотность этого раствора при толщине слоя 1 см оказалась равной 0,23. Определить содержание ионов железа в воде (мг/л), если молярный коэффициент поглощения раствора составляет 1100.

2. Из навески образца медного сплава в 0,650 г после растворения и обработки аммиаком было получено 500 мл окрашенного раствора. Оптическая плотность его в кювете с толщиной слоя 2 см составляет 0,254. Определить массовую долю (в %) меди в сплаве, если молярный коэффициент поглощения 423.

3. Составить по три тестовых задания, проверяющих усвоение материала тем «Спектрофотометрия» и «Электрохимические методы анализа» (описание см. в варианте 1 темы «Экстракция»).

Вариант 2

1. Сколько ионов меди содержится в 1 л раствора, если оптическая плотность его при толщине слоя кювета 2 см равна 0,14? Молярный коэффициент поглощения раствора равен 4 650.

2. К 10 мл раствора соли железа (III) добавили ацетон, раствор роданида аммония и довели объем раствора водой до 100 мл. Раствор проколориметрирован в кювете на 2 см. Оптическая плотность окрашенного раствора 0,75. Молярный коэффициент поглощения при данной длине волны (480 нм) равен 14 000. Рассчитать концентрацию раствора (в мг/мл) соли железа (III).

3. Составить по три тестовых задания, проверяющих усвоение материала тем «Спектрофотометрия» и «Электрохимические методы анализа» (описание см. в варианте 1 темы «Экстракция»).

Вариант 3

1. Молярный коэффициент поглощения окрашенного комплекса никеля α -бензолдиоксимом при длине волны 406 нм равен 12 000. Определить минимальную концентрацию никеля (в мкг/мл), которая может быть определена фотометрически в кювете с толщиной слоя 5 см, если минимальный отсчет по шкале оптической плотности фотоколориметра 0,020.

2. Из навески образца медного сплава в 0,650 г после растворения и обработки аммиаком было получено 500 мл окрашенного раствора. Оптическая плотность его в кювете с толщиной слоя 2 см составляет 0,254. Определить массовую долю (в %) меди в сплаве, если молярный коэффициент поглощения равен 423.

3. Составить по три тестовых задания, проверяющих усвоение материала тем «Спектрофотометрия» и «Электрохимические методы анализа» (описание см. в варианте 1 темы «Экстракция»).

Потенциометрия

Электродные потенциалы наиболее распространенных стандартных электродов при стандартных условиях приведены в приложении 8

Вариант 1

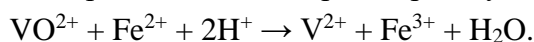
1. Магниевую пластинку опустили в раствор соли магния. Электродный потенциал оказался равным $-2,41$ В. Вычислить молярную концентрацию ионов магния в растворе.

2. Рассчитать скачок потенциала при титровании 0,1 М раствора сульфата церия (IV) раствором сульфата железа (II) концентрации 0,1 моль/л (99,9, 100 и 100,1 % оттитровки).

3. Рассчитать потенциал индикаторного хлорсеребряного электрода по отношению к насыщенному каломельному электроду сравнения ($t = 25$ °C) в цепи:



4. Дополнительная задача. Из навески стали массой 2,0000 г ванадий перевели в раствор и потенциметрически отитровали 0,1000 М раствором сульфата железа (II):



Рассчитать массовую долю ванадия в образце по следующим результатам потенциметрического титрования:

V(FeSO ₄), мл	2,0	10,0	18,0	19,8	20,0	20,2	22,0
E, мВ	1 058	999	940	901	885	841	830

Какой индикаторный электрод и электрод сравнения могут быть применены для данного потенциметрического титрования?

Вариант 2

1. Рассчитать потенциал водородного электрода при pH = 5.

2. Рассчитать изменение потенциала при титровании 0,1 М раствора сульфата церия (IV) раствором сульфата железа (II) концентрации 0,1 моль/л (99, 100 и 101 % оттитровки).

3. Рассчитать потенциал платинового электрода, помещенного в оттитрованный на 99 % перманганатом калия раствор сульфата железа (II), по отношению к насыщенному хлорсеребряному электроду сравнения.

4. Дополнительная задача.

Рассчитать концентрацию (г/л) хлорида натрия в анализируемом растворе, если при потенциметрическом титровании 20,00 мл этого раствора 0,2000 М раствором нитрата серебра получены следующие результаты:

V(AgNO ₃), мл	15,0	20,0	22,0	24,0	24,5	24,9	25,0	25,1	25,5
E, мВ	307	328	342	370	388	488	517	606	646

Какой индикаторный электрод и электрод сравнения могут быть применены для данного потенциметрического титрования?

Вариант 3

1. Рассчитать потенциал водородного электрода при pH = 10.

2. Рассчитать изменение потенциала при титровании 0,1 М раствора сульфата церия (IV) 0,1 М раствором сульфата железа (II) (90, 100 и 110 % оттитровки).

3. Рассчитать значение pH раствора, если потенциал индикаторного хингидронного электрода относительно стандартного водородного электрода равен +0,463 В.

4. Дополнительная задача.

Рассчитать скачок ($\pm 0,1\%$) потенциала водородного электрода относительно 1 М хлорсеребряного электрода сравнения ($t = 25\text{ }^\circ\text{C}$) при титровании 0,10 М раствора уксусной кислоты 0,10 М раствором гидроксида калия.

Семестровое задание 1
Типы аналитических реакций

Составить схему разделения и анализа смеси веществ, предложенных преподавателем. Ход анализа проиллюстрировать уравнениями реакций.

- 1 вариант: CaCO_3 , Cu , KBr , MnCl_2 .
- 2 вариант: $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$, $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$, NH_4Cl , $\text{Fe}(\text{OH})_3$.
- 3 вариант: K_2CO_3 , BaCl_2 , NaI , NiCl_2 .
- 4 вариант: Fe , NH_4Cl , MnSO_4 , KNO_3 .
- 5 вариант: BaCO_3 , CuO , $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$, KBr .
- 6 вариант: CuSO_4 , Fe , MnCl_2 , PbO_2 .
- 7 вариант: CuCl_2 , $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$, K_2CO_3 , NaI .
- 8 вариант: NiSO_4 , CaCO_3 , $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Cu}$, KBr .
- 9 вариант: Fe , $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$, BaCO_3 , NiCl_2 .
- 10 вариант: MnSO_4 , KNO_3 , Cu , NH_4Cl .
- 11 вариант: MnCl_2 , K_2CO_3 , CuO , $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$.
- 12 вариант: NaI , CaCO_3 , Fe_2O_3 , CuSO_4 .
- 13 вариант: $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$, KBr , NiCl_2 , NaNO_3 .
- 14 вариант: NiSO_4 , BaCO_3 , Cu , NaI .

Семестровое задание 2

Гравиметрический анализ

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

- 1 вариант: Al в $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$, если осаждаемая форма AlPO_4 .
- 2 вариант: Mg в MgCl_2 , если осаждаемая форма – MgNH_4PO_4 , гравиметрическая форма – $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$.
- 3 вариант: Br в NaBr .
- 4 вариант: Zn в ZnSO_4 .
- 5 вариант: Fe в $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, осадитель – гидроксид натрия.
- 6 вариант: Fe в $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$, если осаждаемая форма – $\text{Fe}(\text{OH})_3$.
- 7 вариант: фтор в растворе фторида натрия в виде фторохлорида свинца PbClF действием $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ и KCl .
- 8 вариант: медь в медном купоросе при обработке роданидом калия в присутствии восстановителя – сернистой кислоты в виде CuSCN .
- 9 вариант: йод в йодиде калия, если осаждаемая форма – Pdl_2 , гравиметрическая форма – металлический палладий.
- 10 вариант: никель в специальной стали в виде диметилглиоксимата.
- 11 вариант: фосфор в апатите в виде $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{MoO}_3$.
- 12 вариант: K в виде $\text{K}_2\text{Na}[\text{Co}(\text{NO}_2)_6] \cdot \text{H}_2\text{O}$.
- 13 вариант: Na в NaCl , если осаждаемая форма – NaH_2SbO_4 .
- 14 вариант: кальций в виде оксалата.
- 15 вариант: олово в виде β -оловянной кислоты.
- 16 вариант: свинец в виде сульфата.
- 17 вариант: алюминий в виде фосфата.
- 18 вариант: свинец в виде хромата.
- 19 вариант: олово в виде дисульфида.
- 20 вариант: свинец в виде молибдата.

ПРИЛОЖЕНИЯ

Приложение 1

РАБОТА С ВЕСАМИ

В зависимости от точности весы предназначены:

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

Для взвешивания малого количества веществ используются специальные весы:

- пробирные – для взвешивания незначительных по массе количеств драгоценных металлов в специальных пробирных лабораториях;
- торсионные – предназначены для взвешивания масс до 500 мг различного вида веществ.

Удобно использовать электронные весы, с помощью которых можно проводить взвешивание с заданной точностью (в зависимости от модели весов).

Правила взвешивания на электронных весах

Меры предосторожности

Весы должны быть установлены на ровной, статичной поверхности.

Избегайте любого контакта устройства с высокими и низкими температурами: электронные весы работают лучше при обычной комнатной температуре. В течение по крайней мере одного часа перед использованием оставляйте весы адаптироваться к нормальной комнатной температуре.

Перед калиброванием весов подержите их включенными 30–60 секунд, чтобы дать внутренним компонентам подготовиться к работе.

Держите весы в чистоте. Пыль, грязь, влажность, вибрация, потоки воздуха и близость к другому электронному оборудованию могут негативно повлиять на надежность весов и точность измерения.

Никогда не перегружайте весы (не ставьте вес больший, чем предназначен для данной модели).

Работайте с весами осторожно: аккуратно кладите взвешиваемые предметы на платформу весов, без усилий нажимайте кнопки управления. Старайтесь избегать резких нажатий, больших усилий, грубого обращения, поскольку это может привести к повреждению внутренних датчиков.

Избегайте тряски, ударов и падений весов. Это точный инструмент и обращаться с ним нужно аккуратно.

Работа с электронными весами

1. Поместите весы на ровную, статичную поверхность.
2. Отрегулируйте горизонтальность весов, вращая регулировочные винты (ножки весов) и одновременно контролируя положение воздушного пузырька в ампуле уровня. Весы выровнены, когда пузырек находится в центре кольца ампулы (см. рис. 1.1, 1.2).



Рисунок 1.1 – Внешний вид ампулы уровня



Рисунок 1.2 – Правильное и неправильное положение воздушного пузырька

3. Откройте крышку (если есть).
4. Включите весы нажатием на кнопку **I/O** или **On/Off**.
5. Дождитесь отображения на дисплее нулей (0.00), кнопкой **M** или **Unit** выберите нужную единицу измерения.
6. Аккуратно положите на весовую платформу взвешиваемые предметы.
7. Дождитесь стабильного отображения показаний.
8. Выключите весы кнопкой **I/O** или **On/Off**, при необходимости осторожно протрите чашку весов мягкой тканью.

Функция «Тара» (клавиша T)

1. После включения весов поместите тару на платформу.
2. Нажмите клавишу TARE (выбор тары) и подождите, пока не отобразится [0.00].
3. После этого можно класть на весы взвешиваемые предметы.

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, используемая 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 определенной концентрации и для точного отмеривания объемов 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 объема; 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 определенного объема 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 перестает 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 введен в колбу для титрования на 1,5–2 см, причем капли титранта не должны попадать на стенки колбы.

Проводят не менее трех параллельных титрований, причем отклонения в результатах титрования допустимы в пределах 0,1–0,2 мл.

Пипетки предназначены для точного отбора определенного объема жидкости, перенесения его из одного сосуда в другой. Пипетки выпускают двух типов: обычные, рассчитанные на выливание указанного на них объема 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 пипетку 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 ведет к ошибкам при пользовании пипетками.

Скорость истечения жидкости из пипетки не должна превышать 1–2 мл в секунду, так как относительно высокая скорость опорожнения пипетки вызывает значительную ошибку при взятии нужного объема раствора.

Жидкость должна истекать свободно. Держат пипетку вертикально и дают жидкости полностью стечь, не касаясь нижним концом стенок сосуда. Затем, когда стечет 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 объемов растворов вспомогательных веществ, не учитывающихся при вычислении результатов анализа.

ПРИГОТОВЛЕНИЕ ТИТРОВАННЫХ РАСТВОРОВ

Приготовление титрованных растворов может проводиться несколькими способами.

Приготовление по точной навеске стандартного твердого вещества

Способ А. Согласно расчету на технoхимических 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 концентрацию приготавливаемого раствора.

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

Способ Б. Согласно расчету на технoхимических 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 $\frac{1}{3}$ 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 концентрацию приготавливаемого раствора.

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.

Приготовление из концентрированного раствора путем его разбавления

Ареометром определяют плотность концентрированного раствора квалификации х.ч. и по справочным таблицам «Плотности и концентрации растворов» находят соответствующую массовую долю растворенного вещества. На основании полученных данных вычисляют объем исходного концентрированного раствора, необходимый для приготовления заданного раствора.

ПРАВИЛА РАБОТЫ НА РЕФРАКТОМЕТРЕ

Измерение показателя преломления прозрачной жидкости с использованием рефрактометра ИРФ-454

1. Поставить прибор у окна или у лампы так, чтобы лучи света падали на переднюю (наклонную) часть прибора (см. рис. 5.1).



Рисунок 5.1 – Внешний вид рефрактометра ИРФ-454

2. Поднять крышку на верхней призме и открыть с левой стороны прибора круглую заглушку. В окуляре должны быть видны поле с перекрестием и измерительная шкала (см. рис. 5.2).

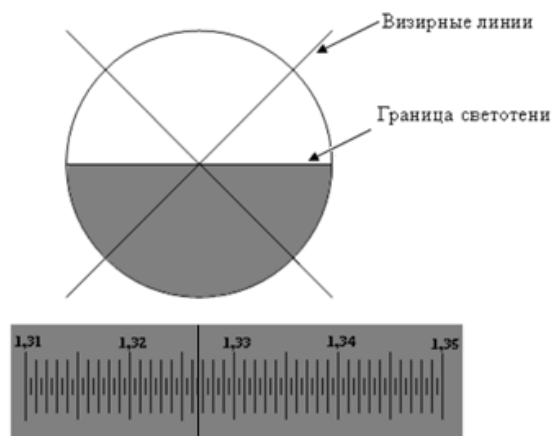


Рисунок 5.2 – Вид экрана рефрактометра ИРФ-454

3. Отстегнуть с правой стороны блока призм защелку и, поворачивая вокруг оси, приподнять верхнюю призму. Очистить поверхности призм мягкими прикосновениями мягкой тряпочкой или фильтровальной бумагой.

4. Нанести стеклянной палочкой 1–2 капли исследуемой жидкости на стекло нижней призмы, опустить верхнюю призму и закрепить ее застежкой. Настроить освещение и наблюдать в окуляр. При достаточном количестве жидкости между призмами в поле зрения виден круг со светлым и темным полями. Кроме того, ближе к наблюдателю или ниже от круга в окуляре также видна отсчетная шкала прибора.

5. Поворачивая правой рукой ближний к наблюдателю (чуть более нижний) маховичок и глядя в окуляр, вывести в область перекрестия границу света и тени (см. рис. 5.2).

6. Поворачивая другой (более дальний) маховичок, устранить, насколько возможно, разноцветность границы света и тени. Сделать границу максимально резкой и определенной.

Снова ближним маховичком границу света и тени совместить с перекрестием, находящимся в круге.

В том случае, если в окуляре граница света и тени видна нечетко, если она окрашена в разные цвета, то вращением рукоятки перед окуляром добиться исчезновения цветов и размытости и только после этого совместить границу освещенностей с перекрестием в центре круга.

7. Отсчитать на видимой в окуляре шкале коэффициент преломления жидкости: целые, десятые, сотые и тысячные доли величины определяют непосредственно по показаниям, десятитысячные доли оценивают на глаз.

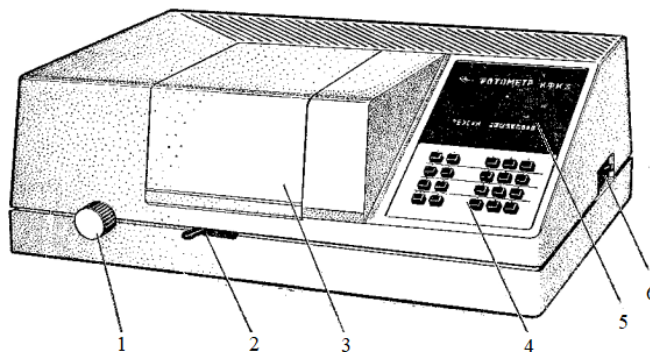
8. Отстегнуть защелку, приподнять верхнюю призму. Промокнув кусочками фильтровальной бумаги, убрать со стекол остатки исследуемой жидкости. Затем очень осторожно, чтобы не оцарапать поверхности призм, протирают стекла призм мягкой тряпочкой, смоченной спиртом.

9. При точных исследованиях делают не менее пяти измерений с одной жидкостью и вычисляют среднюю величину ее коэффициента преломления.

ПРАВИЛА РАБОТЫ НА ФОТОЭЛЕКТРОКОЛОРИМЕТРЕ

Измерение оптической плотности на КФК-3-01

Подготовка прибора к работе (см. рис. 6.1)



- 1 – установка длины волны; 2 – рукоятка кюветодержателя;
3 – крышка кюветного отделения; 4 – рабочие клавиши; 5 – экран; 6 – тумблер (сеть)

Рисунок 6.1 – Общий вид фотоэлектроколориметра

1. Установить фотометр на рабочем месте. Следить за тем, чтобы на фотометр не попадали прямые солнечные лучи.

2. Тумблер «СЕТЬ» установить в выключенном положении. Закрывать крышку кюветного отделения. Подсоединить фотометр к сети 220 В, 50 Гц.

3. Включить тумблер «СЕТЬ».

Подготовка фотометра к работе осуществляется в автоматическом режиме:

- на верхнем индикаторе отображается символ завода-изготовителя «ОАО «ЗОМЗ»;
- на нижнем – «ПРОГРЕВ ПРИБОРА» и показания таймера;
- по истечении 2,5 мин на верхнем индикаторе отображается шифр фотометра «КФК-3-01»;
- по истечении 5 мин автоматически учитывается «нулевой отсчет», включается источник излучения; на верхнем индикаторе отображается значение длины волны в нм, на нижнем – надпись «ПРОГРЕВ ЛАМПЫ» и показания таймера;
- по истечении 10 мин фотометр выдает звуковой сигнал готовности к работе и на нижнем индикаторе отображается надпись «ГОТОВ К РАБОТЕ ВВЕДИТЕ РЕЖИМ».

Фотометр готов к работе.

Примечание: Для сокращения времени подготовки фотометра к работе при закрытой крышке кюветного отделения после включения тумблера «СЕТЬ» последовательно два раза с интервалом 20–30 секунд нажать клавишу «D». После звукового сигнала и появления надписи «ГОТОВ К РАБОТЕ ВВЕДИТЕ РЕЖИМ» фотометр готов к работе. При этом погрешность измерений не нормируется.

Измерение оптической плотности

1. Ручкой установки длин волн установить необходимую по роду измерений длину волны.

2. Установить в кюветное отделение кюветы с «холостой пробой» и исследуемым раствором. Кювету с «холостой пробой» установить в дальнее гнездо кюветодержателя, а кювету с исследуемым раствором – в ближнее гнездо.

3. Ручку перемещения кювет установить в крайнее левое положение, при этом в световой пучок вводится кювета с «холостой пробой». Закрыть крышку кюветного отделения.

4. Клавишей выбора режима «С» выбрать режим измерения «А – ОПТИЧЕСКАЯ ПЛОТНОСТЬ». Нажать клавишу «#». На нижнем индикаторе на верхней строке должно отобразиться «ГРАДУИРОВКА». Через 3–5 секунд данная надпись исчезает и вместо нее отображается «ИЗМЕРЕНИЕ», на нижней строке – « $A = 0,000 \pm 0,002$ ». Если значение «0,000» отобразилось с большим отклонением, повторно нажать клавишу «#».

5. Рукоятку кюветодержателя установить вправо до упора. При этом в световой пучок вводится кювета с исследуемым раствором. На нижнем индикаторе отображается значение оптической плотности исследуемого раствора.

6. Операции п. 5. повторить три раза. Значение оптической плотности исследуемого раствора определяется как среднее арифметическое из полученных отсчетов.

ПРАВИЛА РАБОТЫ С ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЙ КОЛОНКОЙ [3]

Ионообменная хроматография

Ионообменная хроматография основана на обратимом стехиометрическом обмене ионов в растворах электролитов на подвижные ионы ионообменного сорбента – ионита (ионообменника).

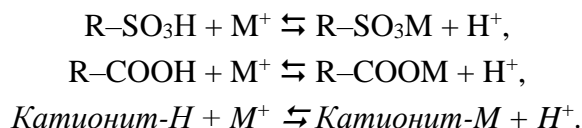
Классификация ионитов (по знаку заряда обменивающихся ионов):

- катиониты (способны к обмену катионами);
- аниониты (способны к обмену анионами);
- амфолиты (способные к катионному и анионному обмену в зависимости от условий их применения).

Катиониты могут быть:

- сильнокислотными (способны к обмену в кислой, нейтральной и щелочной средах): содержат сульфогруппу ($-\text{SO}_3\text{H}$): КУ-1, КУ-2, СДВ-3, ДАУЭКС-50, амберлит IR-120;
- слабокислотными (способны к обмену ионов при pH больше 7): содержат карбоксильную группу ($-\text{COOH}$), фенольный гидроксил ($-\text{OH}$): КБ-2, КБ-4, КБ-4П-2, КФ-1, КФ-2.

Схема ионного обмена в системе катионит – раствор электролита:

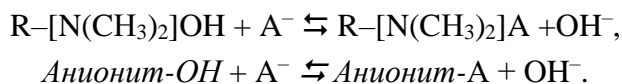


Н-формой катионита называют сорбент, содержащий обменные ионы водорода; солевой формой – сорбент, содержащий катионы металлов.

Аниониты могут быть:

- сильноосновными (способны к обмену ионов во всех средах): содержат четвертичную аммонийную группу, пиридиновый цикл: амберлиты АВ-16, АВ-17, АВ-18;
- слабоосновными (способны к обмену ионов при pH меньше 7): содержат первичные и вторичные амино-, имино- или нитридную группы: ($-\text{NH}_2$), ($=\text{NH}$), ($\equiv\text{N}$): АН-2Ф, АН-23, ЭДЭ-10).

Схема ионного обмена в системе анионит – раствор электролита:



ОН-формой анионита называют сорбент, содержащий обменные ионы гидроксила; солевой формой – сорбент, содержащий анионы кислот.

Буквенные обозначения в маркировке ионитов:

КУ – катионит универсальный;

КБ – катионит буферный;

АВ – анионит высокоосновной;

АН – анионит низкоосновной.

Цифра, стоящая после букв, означает порядковый номер марки; буква после цифры – шифр формы гранулы ионита.

Количественный анализ методом ионообменной хроматографии осуществляется в несколько стадий:

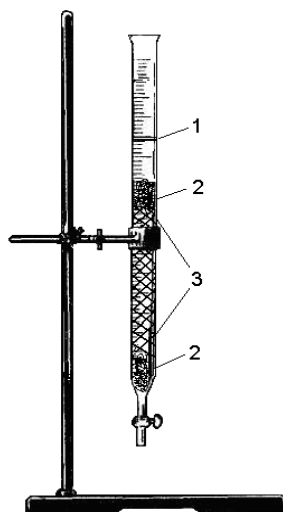
1. Подготовка ионита

Сорбент промывают водой, заливают 2 Н соляной кислотой и оставляют для набухания и активации минимум на **12 часов**.

После набухания в стакане с ионитом заменяют соляную кислоту на дистиллированную воду.

2. Подготовка колонки

Хроматографическая колонка (рис. 7.1) представляет собой стеклянную трубку, нижняя узкая часть которой снабжена стеклянным краном или резиновой трубкой с зажимом для регулирования скорости фильтрации. На высоте 0,5–1 см от места сужения трубки имеется стеклянная пористая пластинка или неплотно скатанный комочек стекловолокна (фильтр).



1 – уровень жидкости; 2 – стекловолокно; 3 – анионит

Рисунок 7.1 – Хроматографическая колонка

Колонку устанавливают в лапке штатива в вертикальном положении и при **закрытом** кране на $\frac{3}{4}$ заполняют дистиллированной водой. Затем при **открытом** кране смывают в колонку подготовленный сорбент, слой которого должен достигнуть **8–10 см** (примерно $\frac{1}{3}$ колонки), закрывают кран, поверх сорбента помещают тампон из ваты или стекловолокна, препятствующий всплыванию зерен ионита.

Необходимо следить, чтобы между зернами сорбента в колонке не задерживались пузырьки воздуха (при заполнении пузыри воздуха можно удалять, постукивая по стенкам колонки), над ватным тампоном всегда должен быть слой жидкости не менее 1 см.

Катионит в колонке промывают водой до нейтральной реакции жидкости, вытекающей из колонки (индикатор – метиловый оранжевый).

Анионит отмывают водой от кислоты, заливают 2 %-м раствором натрия гидроксида на **2–4 часа**. Настаивание повторяют несколько раз до отрицательной реакции на хлорид-ион. Затем анионит в колонке промывают водой до нейтральной реакции.

3. Приготовление анализируемого раствора

Взятие навески, растворение, получение разведения.

4. Собственно хроматографирование

Пропускание анализируемого раствора через колонку с сорбентом.

Аликвотную часть анализируемого раствора помещают в хроматографическую колонку, краном или зажимом регулируют вытекание жидкости из колонки со скоростью **20–25** капель в минуту, оптимальной для полного протекания реакции ионного обмена.

Вытекающую жидкость собирают в колбу (коническую для титрования или мерную для последующей работы с раствором), колонку промывают водой до нейтральной реакции по метиловому оранжевому, **все промывные воды собирают в ту же колбу.**

5. Анализ (титрование) полученного фильтрата (элюента)

Полученный раствор, в котором находится вещество, образующееся в эквивалентном количестве в результате ионного обмена на сорбенте, титруют раствором щелочи или кислоты (в зависимости от природы ионита) – титрование по заместителю.

6. Расчет результатов

На основании результатов титрования рассчитывают содержание анализируемого вещества.

7. Регенерация ионита

Для регенерации колонки с **катионитом** промывают 4 %-м раствором хлороводородной кислоты, с **анионитом** – 5 %-м раствором карбоната натрия или 2 %-м раствором гидроксида натрия до тех пор, пока концентрация вытекающего раствора не станет равной исходной.

Затем колонку промывают дистиллированной водой до нейтральной реакции по метиловому оранжевому.

После окончания работы колонка должна быть заполнена водой.

ЭЛЕКТРОДНЫЕ ПОТЕНЦИАЛЫ СТАНДАРТНЫХ ЭЛЕКТРОДОВ

Таблица 8.1 – Электродные потенциалы стандартных электродов

Название	Обозначение	Потенциал, В
Каломельный насыщенный	$\text{KCl}_{\text{насыщ.}} \mid \text{Hg}_2\text{Cl}_2 \mid \text{Hg}$	0,246
Каломельный нормальный	$\text{KCl } 1 \text{ Н} \mid \text{Hg}_2\text{Cl}_2 \mid \text{Hg}$	0,282
Каломельный децинормальный	$\text{KCl } 0,1 \text{ Н} \mid \text{Hg}_2\text{Cl}_2 \mid \text{Hg}$	0,335
Хлорсеребряный насыщенный	$\text{KCl}_{\text{насыщ.}} \mid \text{AgCl} \mid \text{Ag}$	0,201
Хлорсеребряный нормальный	$\text{KCl } 1 \text{ Н} \mid \text{AgCl} \mid \text{Ag}$	0,237
Хлорсеребряный децинормальный	$\text{KCl } 0,1 \text{ Н} \mid \text{AgCl} \mid \text{Ag}$	0,290
Ртутноокисный нормальный	$\text{NaOH } 1 \text{ Н} \mid \text{HgO} \mid \text{Hg}$	0,140
Ртутноокисный децинормальный	$\text{NaOH } 0,1 \text{ Н} \mid \text{HgO} \mid \text{Hg}$	0,165
Ртутносерноокислый нормальный	$\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ } 1 \text{ Н} \mid \text{Hg}_2\text{SO}_4 \mid \text{Hg}$	0,682
Ртутносерноокислый децинормальный	$\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ } 0,1 \text{ Н} \mid \text{Hg}_2\text{SO}_4 \mid \text{Hg}$	0,650

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В пособие включены работы, отражающие основные методы качественного, гравиметрического, титриметрического и физико-химического анализа:

- качественный – систематический и дробный анализ;
- гравиметрия – метод осаждения;
- титриметрия – кислотно-основное титрование, окислительно-восстановительное титрование, комплексометрическое титрование и осадительное титрование;
- физико-химический анализ – экстракция, хроматография (распределительная на бумаге и ионообменная), оптические и электрохимические методы.

Выполнение предложенных работ позволит овладеть практическими навыками приготовления растворов, использования химической посуды, оборудования, приборов и выполнения различных видов анализа.

Данное пособие поможет организовать самостоятельную работу студента в ходе аудиторной и внеаудиторной работы. Рабочая тетрадь включает лабораторные работы с использованием классических методов анализа (химических) и физико-химических методов: электрохимических, оптических, экстракционных и хроматографических методов, – а также задания, вопросы к коллоквиумам и итоговой конференции.

Такая структура позволяет учащимся сформировать представление о современных методах анализа, развить навыки определения количественного состава вещества, умение оценивать достоверность полученных результатов.

Пособие способствует развитию аналитического аппарата, необходимого как для решения расчетных задач химического содержания, так и для осуществления деятельности при выполнении исследовательских работ и проектов на уроке и в рамках внеурочной работы обучающихся.

Учебное пособие может быть использовано как для подготовки студентов к решению аналитических задач разного уровня сложности на занятиях дисциплины «Аналитическая химия» и учебной практики «Физико-химические методы анализа», так и для выполнения студентами старших курсов элементов исследования в ходе лабораторных работ последующих химических дисциплин.

Данное издание может использоваться учителями школ и преподавателями учреждений дополнительного образования как источник дополнительного материала при организации внеурочной исследовательской деятельности и дополнительных занятий, направленных на повышение качества результатов обучения.

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

Основная литература

1. Аналитическая химия: учеб. для вузов: в 3 т. Т. 1. Методы идентификации и определения веществ / ред. Л.Н. Москвин. – Москва: Академия, 2008. – 576 с. – ISBN 978-5-7695-3954-1 (т. 1).
2. Аналитическая химия: учеб. для вузов: в 3 т. Т. 2. Аналитическая химия Методы разделения веществ и гибридные методы анализа / ред. Л.Н. Москвин. – Москва: Академия, 2008. – 299 с. – ISBN 978-5-7695-3956-5 (т. 2).
3. Аналитическая химия: учеб. для вузов: в 3 т. Т. 3. Аналитическая химия. Химический анализ / ред. Л.Н. Москвин. – Москва: Академия, 2008. – 364 с. – ISBN 978-5-7695-3957-2 (т. 3).
4. Васильев, В.П. Аналитическая химия: учеб. для вузов в 2 кн. Кн. 1. Титриметрические и гравиметрические методы анализа / В.П. Васильев. – Москва: Дрофа, 2003. – 368 с. – ISBN 7107-7607-6 (кн. 1).
5. Васильев, В.П. Аналитическая химия: учеб. для вузов: в 2 кн. Кн. 2. Физико-химические методы анализа / В.П. Васильев. – Москва: Дрофа, 2007. – 383 с. – ISBN 978-5-358-03522-5 (кн. 2).
6. Вершинин, В.И. Аналитическая химия: учеб. для вузов / В.И. Вершинин, И.В. Власова, И.А. Никифорова. – Москва: Академия, 2011. – 443 с. – ISBN 978-5-8114-9166-7.
7. Основы аналитической химии: учеб. для студ. учреждений высш. проф. образования в 2 т. Т. 1 / ред. Ю.А. Золотов. – Москва: Академия, 2012. – 384 с. – ISBN 978-5-7695-9123-5 (т. 1).
8. Основы аналитической химии: учеб. вузов: в 2 т. Т. 2 Методы химического анализа / ред. Ю.А. Золотов. – Москва: Высшая школа, 2004. – 503 с. – ISBN 5-06-004734-2 (кн. 2).

Дополнительная литература и справочные издания

9. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа: учеб. пособие / М.А. Иванова, М.В. Белоглазкина, И.В. Богомолова, Е.В. Федоренко. – Москва: Риор, 2011. – 288 с. – ISBN 5-9557-0367-5.
10. Жебентяев, А.И. Аналитическая химия. Химические методы анализа: учеб. пособие для вузов / А.И. Жебентяев, А.К. Жерносек, И.Е. Талуть. – Москва: Инфра-М, 2011. – 541 с. – ISBN 978-985-475-354-6.
11. Краткий справочник физико-химических величин / под ред. А.А. Равделя, А.М. Пономаревой. – Санкт-Петербург: Специальная литература, 1998. – 232 с.
12. Кристиан, Г. Аналитическая химия: в 2 т. Т. 1. / Г. Кристиан; пер. с англ. А.В. Гармаша [и др.]. – Москва: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2009. – 623 с. – ISBN 978-5-94774-389-0 (т. 1).

13. Кристиан, Г. Аналитическая химия: в 2 т. Т. 2 / Г. Кристиан; пер. с англ. А.В. Гармаша [и др.]. – Москва: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2009. – 504 с. – ISBN 978-5-94774-391-3 (т. 2).
14. Логинов, Н.Я. Аналитическая химия / Н.Я. Логинов, А.Г. Воскресенский, И.С. Солодкин. – Москва: Просвещение, 1979. – 479 с.
15. Логинов, Н.Я. Сборник задач и упражнений по качественному анализу / Н.Я. Логинов, М.Н. Орлова. – Москва: Просвещение, 1976. – 232 с.
16. Лурье, Ю.Ю. Справочник по аналитической химии / Ю.Ю. Лурье. – Москва: Химия, 1989. – 448 с.
17. 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.
18. Рабинович, В.А. Краткий химический справочник / В.А. Рабинович, З.Я. Хавин. – Ленинград: Химия, Ленинградское отделение, 1991. – 432 с.
19. Справочник химика. В 6 т. Т. 3. Химическое равновесие и кинетика. Свойства растворов. Электродные процессы / под ред. Б.П. Никольского. – Москва: Химия, 1964. – 1005 с.
20. Справочник химика. В 6 т. Т. 4. Аналитическая химия. Спектральный анализ. Показатели преломления / под ред. Б.П. Никольского. – Москва: Химия, 1965. – 919 с.
- 21 Справочные материалы по химии / сост. Е.Г. Турбина, В.А. Сычев, С.Г. Левина [и др.]. – Челябинск: Изд-во ЧГПУ, 2004. – 140 с.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Жебентяев, А.И. Аналитическая химия. Химические методы анализа: учеб. пособие для вузов / А.И. Жебентяев, А.К. Жерносек, И.Е. Талуть. – Москва: Инфра-М, 2011. – 541 с. – ISBN 978-985-475-354-6.

2. Логинов, Н.Я. Аналитическая химия / Н.Я. Логинов, А.Г. Воскресенский, И.С. Солодкин. – Москва: Просвещение, 1979. – 479 с.

3. Физико-химические методы анализа: рабочая тетрадь / сост. И.Г. Карпенко, Н.М. Лисун. – Челябинск: Изд-во Южно-Урал. гос. гуманитар.-пед. ун-та, 2017. – 89 с. – ISBN 978-5-906908-48-3.

4. Химический анализ: 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.

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	3
ИНСТРУКЦИЯ ПО ВНУТРЕННЕМУ РАСПОРЯДКУ И ТЕХНИКЕ БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ РАБОТЕ С ЭЛЕКТРОПРИБОРАМИ И РЕАКТИВАМИ В ХИМИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ.....	5
СТАТИСТИЧЕСКАЯ ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА.....	7
КАЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ.....	15
Сокращения и обозначения, принятые в таблицах 5, 6.....	15
Таблица 5. Качественные реакции на катионы I–VI аналитических групп.....	16
Таблица 6. Качественные реакции на анионы I–III аналитических групп.....	32
Схемы анализа групп и смесей ионов.....	34
<i>Лабораторные работы</i>	
1. Схема анализа смеси катионов I аналитической группы.....	34
2. Схема анализа смеси катионов II аналитической группы.....	34
3. Переведение сульфата бария в раствор.....	35
4. Схема анализа смеси катионов I–III аналитических групп.....	38
5. Схема анализа смеси катионов IV аналитической группы.....	39
6. Схема анализа смеси катионов V аналитической группы.....	39
7. Схема анализа смеси катионов VI группы дробным методом.....	40
8. Схема анализа смеси катионов I–VI аналитических групп.....	40
9. Систематический анализ смеси анионов I–III аналитических групп.....	42
10. Определение индивидуального вещества.....	43
11. Определение смеси веществ.....	44
КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ.....	45
Титриметрический анализ.....	45
Кислотно-основное титрование в водных растворах (метод нейтрализации).....	45
<i>Лабораторные работы</i>	
12. Алкалиметрия. Определение содержания серной кислоты в растворе.....	45
13. Ацидиметрия. Определение содержания гидроксида калия в растворе.....	49
14. Определение содержания карбоната кальция в смеси.....	53
Комплексометрическое титрование (метод комплексометрии)	57
<i>Лабораторные работы</i>	
15. Определение общей, кальциевой и магниевой жесткости воды.....	57

16. Определение содержания свинца в воде.....	63
Окислительно-восстановительное титрование (метод редоксиметрии)	69
<i>Лабораторные работы</i>	
17. Определение содержания железа (II) в соли Мора перманганатометрическим методом.....	69
18. Определение состава кристаллогидрата медного купороса $\text{CuSO}_4 \cdot n \text{H}_2\text{O}$ йодометрическим методом	74
Осадительное титрование (метод седиметрии).....	82
<i>Лабораторная работа</i>	
19. Аргентометрия. Роданометрия. Определение брома в бромиде калия.....	83
Гравиметрический анализ.....	90
<i>Лабораторная работа</i>	
20. Определение бария в хлориде бария.....	90
ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА	98
Методы разделения и выделения веществ	98
<i>Лабораторная работа</i>	
21. Разделение и анализ смеси катионов методом экстракции	98
Разделение и анализ смеси катионов хроматографическим методом. Хроматография на бумаге.....	101
<i>Лабораторные работы</i>	
22. Разделение смеси катионов Fe^{3+} , Cu^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} методом бумажной хроматографии и качественное их определение (нисходящая хроматография).....	102
Школьный вариант лабораторной работы 22: Разделение смеси катионов методом восходящей бумажной хроматографии	105
Оптические методы анализа	107
Рефрактометрический анализ.....	107
<i>Лабораторная работа</i>	
23. Рефрактометрическое и пикнометрическое определение этилового спирта и сахарозы в водном растворе	108
Спектрофотометрический анализ	111
<i>Лабораторные работы</i>	
24. Фотоколориметрическое определение хлорида кобальта	111
25. Определение никеля с диметилглиоксимом в присутствии окислителей, в отсутствии посторонних ионов	116
26. Разделение ионов никеля и цинка методом ионообменной хроматографии и их количественное определение	120

Потенциометрия как электрохимический метод анализа.....	127
<i>Лабораторные работы</i>	
27. Прямое потенциометрическое определение рН растворов. Изучение буферного действия ацетатной буферной смеси	127
28. Потенциометрическое титрование по методу нейтрализации. Определение содержания HCl в растворе	130
ВОПРОСЫ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ ПОДГОТОВКИ	133
Основы качественного анализа	133
Основы титриметрического анализа	133
Теория и практика методов гравиметрии	134
Фотометрия как метод молекулярной спектроскопии	134
Рефрактометрия	134
Потенциометрия как электрохимический метод анализа	134
Вопросы для подготовки к конференции «Современные методы инструментального (физико-химического) анализа»	135
ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ ПОДГОТОВКИ	136
Чувствительность аналитических реакций. Способы выражения состава растворов	136
Кислотно-основные реакции	137
Буферные системы	139
Кислотно-основное титрование	140
Равновесие в растворах комплексных соединений. Комплексометрия	141
Окислительно-восстановительные процессы. Редоксиметрия	142
Равновесие в гетерогенных системах. Осадительное титрование	144
Коллоидные растворы в аналитической химии. Гравиметрия	146
Экстракция	147
Фотометрия	148
Потенциометрия	149
Семестровое задание 1. Типы аналитических реакций.....	151
Семестровое задание 2. Гравиметрический анализ.....	152
ПРИЛОЖЕНИЯ	153
Приложение 1. РАБОТА С ВЕСАМИ	153
Приложение 2. ВЗЯТИЕ И ПЕРЕНЕСЕНИЕ НАВЕСКИ	156
Приложение 3. ПРАВИЛА РАБОТЫ С МЕРНОЙ ПОСУДОЙ	157
Приложение 4. ПРИГОТОВЛЕНИЕ ТИТРОВАННЫХ РАСТВОРОВ	159
Приложение 5. ПРАВИЛА РАБОТЫ НА РЕФРАКТОМЕТРЕ	160

Приложение 6. ПРАВИЛА РАБОТЫ НА ФОТОЭЛЕКТРОКОЛОРИМЕТРЕ	162
Приложение 7. ПРАВИЛА РАБОТЫ С ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЙ КОЛОНКОЙ	164
Приложение 8. ЭЛЕКТРОДНЫЕ ПОТЕНЦИАЛЫ СТАНДАРТНЫХ ЭЛЕКТРОДОВ	167
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	168
РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА.....	169
БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК	171

Учебное издание

**АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ
И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА
РАБОЧАЯ ТЕТРАДЬ**

Составитель:

Карпенко Ирина Геннадьевна

ISBN 978–5–907869–47–9

Работа рекомендована РИС ЮУрГГПУ
Протокол № 31 п.13 от 2024 г.

Редактор О.В. Боярская
Технический редактор О.М. Нежиренко

Издательство ЮУрГГПУ
454080 г. Челябинск, пр. Ленина, 69

Подписано в печать 21.11.2024

Объем 6,0 уч.-изд. л. (20,5 усл.п.л.)

Тираж 100 экз.

Бумага офсетная

Формат 60х84/8

Заказ № _____

Отпечатано с готового оригинал-макета

в типографии ЮУрГГПУ

454080, г. Челябинск, пр. Ленина, 69