

МИНИСТЕРСТВО СЕЛЬСКОГО ХОЗЯЙСТВА РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ДАЛЬНЕВОСТОЧНЫЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ АГРАРНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ ФАКУЛЬТЕТ

Ж.А. Димиденок

АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ
И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Практикум

Благовещенск
Издательство Дальневосточного ГАУ
2016

УДК 543 (075)

Рецензент – А.П. Пакурина, д-р хим. наук, профессор

Димидёнок, Ж. А. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа: практикум / сост. канд. биол. наук, доц. Ж. А. Димидёнок. – Благовещенск: Изд-во Дальневосточного ГАУ, 2016. – 101 с.

Практикум содержит руководства к выполнению лабораторных работ по курсам «Аналитическая химия и физико-химические методы анализа», «Аналитическая химия».

Предназначен для обучающихся всех направлений бакалавриата Дальневосточного ГАУ, изучающих данные дисциплины.

Рекомендовано к изданию методическим советом технологического факультета Дальневосточного государственного аграрного университета (Протокол №7 от 23 марта 2016 года).

Издательство Дальневосточного ГАУ
2016

СОДЕРЖАНИЕ

ПРЕДИСЛОВИЕ.....	5
ПРАВИЛА РАБОТЫ И ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ В АНАЛИТИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ.....	6
РАЗДЕЛ I КАЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ.....	9
1.1 Качественные реакции катионов	9
<i>Лабораторная работа №1 Качественные реакции катионов</i>	<i>10</i>
1.2 Качественные реакции анионов	22
<i>Лабораторная работа №2 Качественные реакции анионов</i>	<i>23</i>
1.3 Идентификация химического вещества.....	28
<i>Лабораторная работа №6 Анализ сухого вещества</i>	<i>28</i>
РАЗДЕЛ II КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ.....	34
2.2 Гравиметрический анализ	40
<i>Лабораторная работа №4 Гравиметрическое определение содержания железа в растворе</i>	<i>40</i>
<i>Лабораторная работа №5 Определение бария в кристаллогидрате хлорида бария $BaCl_2 \cdot 2H_2O$</i>	<i>44</i>
2.3 Титриметрический анализ.....	50
2.3.1 Кислотно-основное титрование (метод нейтрализации).....	50
<i>Лабораторная работа №6 Определение количества щелочи в растворе</i>	<i>51</i>
2.3.2 Перманганатометрия.....	57
<i>Лабораторная работа №7 Определение количества нитрит-ионов в растворе</i>	<i>57</i>
2.3.3 Иодометрия	62
<i>Лабораторная работа №8 Определение свободного хлора в водопроводной воде</i>	<i>63</i>
2.3.4 Комплексонометрическое титрование.....	65
<i>Лабораторная работа №9 Определение жесткости воды.....</i>	<i>66</i>
РАЗДЕЛ III ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА	71
3.1 Оптические методы анализа.....	71
3.1.1 Фотоэлектроколориметрия	71

<i>Лабораторная работа №10 Определение ионов Fe^{3+} в водопроводной воде</i>	<i>72</i>
3.1.2 Спектрофотометрический анализ	74
3.1.3 Рефрактометрический анализ	76
<i>Лабораторная работа №12 Определение содержание сахара в исследуемом растворе</i>	<i>77</i>
<i>Лабораторная работа №13 Определение белка и азотсодержащих веществ в молоке.....</i>	<i>79</i>
<i>Лабораторная работа №14 Прямое потенциометрическое определение рН растворов</i>	<i>82</i>
3.3 Хроматографический анализ	85
3.3.1 Распределительная хроматография	85
<i>Лабораторная работа №15 Определение Fe^{3+} в пищевых продуктах с помощью бумажной хроматографии</i>	<i>87</i>
<i>Лабораторная работа №16 Разделение Fe^{3+} - CO^{2+}; Fe^{3+} - Cu^{2+} с помощью бумажной хроматографии</i>	<i>88</i>
3.3.2 Ионнообменная хроматография.....	90
<i>Лабораторная работа №17 Сорбционный метод удаления из воды ионов кальция (умягчение воды)</i>	<i>90</i>
<i>Лабораторная работа №18 Определение солей и свободных кислот в винах</i>	<i>92</i>
ПРИЛОЖЕНИЕ.....	96
Таблица 1. Константы диссоциации (K_d) слабых электролитов.....	96
Таблица 2. Произведения растворимости (ПР) солей и гидроксидов...	98
Таблица 3. Аналитические множители гравиметрического анализа ...	99
Таблица 4. Плотности водных растворов в г/см³ при 20°C.....	99
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ	101

ПРЕДИСЛОВИЕ

Предлагаемый практикум составлен в соответствии с программой курса «Аналитическая химия и физико-химические методы анализа» для направлений бакалавриата: биология, зоотехния, ветеринарно-санитарная экспертиза, агрохимия и агропочвоведение, продукты питания из растительного сырья, продукты питания животного происхождения, технология продукции и организация общественного питания и специалитета - ветеринария.

Пособие включает 3 раздела: качественный анализ, количественный анализ (гравиметрия, титриметрия), физико-химические методы анализа. Каждый раздел содержит краткое теоретическое введение (принцип метода, основные понятия, преимущества и ограничения метода), описание лабораторных работ, вопросы и задачи для самоконтроля.

Лабораторные работы составлены по схеме: перечень необходимых реактивов, оборудования и приборов, методика выполнения анализа, вычисление результатов.

Пособие содержит сведения об основных правилах техники безопасности при работе в аналитической лаборатории и мерах оказания первой помощи пострадавшему.

Приведенные в пособии лабораторные работы апробированы студентами при выполнении практикума на кафедре «Химия» Дальневосточного ГАУ.

ПРАВИЛА РАБОТЫ И ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ В АНАЛИТИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ

Общие указания к выполнению лабораторных работ

1. Студент обязан своевременно являться в лабораторию, не допуская опозданий и пропусков занятий.
2. Во время занятий соблюдать тишину и определенный порядок в выполнении заданий, не загромождать рабочее место различными вещами.
3. Проводить исследования только после внимательного ознакомления с описанием и техникой выполнения работы.
4. Опыты проводить в чистой посуде.
5. После окончания работы вымыть химическую посуду, убрать рабочее место, выключить воду, электрические приборы.

Обращение с реактивами

1. Не брать реактивов больше требуемого количества. Скрылки с реактивами следует ставить на место.
2. Неизрасходованные или взятые в избытке реактивы нельзя выливать обратно в скрылки.
3. Исползованные реактивы следует выливать в раковины, а пахучие и едкие вещества в специальные скрылки.
4. Не переносить реактивы с одного рабочего стола на другой; не уносить приборы и реактивы общего пользования на свое рабочее место.
5. Все опыты с ядовитыми и сильно пахнущими веществами проводить в вытяжном шкафу.

Работа со стеклом и химической посудой

В аналитической лаборатории широко применяется стеклянная посуда и оборудование. При неквалифицированном обращении с посудой и изделиями из стекла или кварца возможны несчастные случаи (порезы).

1. Растворение кислот, ангидридов, щелочей и некоторых солей сопровождается резким повышением температуры вследствие экзотермического процесса. При выполнении этой операции применяют только термостойкую посуду, имеющую соответствующую маркировку или изготовленную из кварца или фарфора.

2. Растворы нагревают в тонкостенной посуде, не имеющей видимых трещин или дефектов.

3. Нельзя нагревать жидкости в герметических сосудах или с плотно закрытыми пробками, это может привести к взрыву сосуда или пожару.

4. Тонкостенную стеклянную посуду нагревают на асбестовой сетке или на водяной бане.

5. Запрещается применять газовые горелки, а также сжигать какие-либо вещества. Озольнение пробы проводят в кварцевой или фарфоровой посуде.

Правила электробезопасности

Приборы в аналитической лаборатории подключаются к сети переменного тока с напряжением 220 или 380 В и представляют определенную опасность при нарушении правил электробезопасности. При возникновении неисправностей, нарушении электроизоляции корпус, металлические блоки и модули могут находиться под напряжением, опасным для человека. Особую угрозу для жизни и здоровья представляют отсутствие, отключение или ненадежный контакт защитного заземления.

1. Аналитическую аппаратуру размещают в сухом просторном помещении на специально оборудованном лабораторном столе.

2. Расстояние электроприборов от заземленных вспомогательных коммуникаций должно составлять не менее 1,5–3,0 м.

3. При обнаружении даже небольших следов коррозии металлических частей аппаратуры необходимо немедленно устранить источник испарения химически активных реактивов, ликвидировать возникшие повреждения.

4. Наиболее подвержены неисправностям места частого сгиба сетевого шнура вблизи вилки и корпуса прибора. Повреждения изоляции вблизи вилки возникают вследствие значительных механических нагрузок при выдергивании вилки из розетки. **Выдергивать вилку из розетки за шнур категорически запрещается**, это вызывает обрыв токопроводящих жил. Возникающая в результате

обрыва электрическая дуга приводит к перегоранию изоляции и ожогу рук.

5. Студентам категорически запрещается проводить самостоятельный ремонт электрооборудования. При обнаружении неисправностей следует проинформировать преподавателя.

Меры предосторожности

1. При работе следить за тем, чтобы реактивы не попадали на лицо, руки и одежду.

2. При определении вещества по запаху, склянку следует держать на расстоянии и направлять движением руки воздух от ее отверстия к себе.

3. При нагревании жидкости, держать пробирку отверстием от себя и находящихся рядом.

4. Нельзя наклоняться над нагреваемой жидкостью, т.к. ее может выбросить.

5. При разбавлении концентрированной серной кислоты водой нельзя приливать воду к кислоте; надо приливать тонкой струей серную кислоту к холодной воде при помешивании.

6. С легковоспламеняющимися жидкостями нельзя работать вблизи нагревательных приборов.

7. При тушении загоревшего бензина, спирта, эфира пользоваться песком, засыпая им пламя.

Первая помощь при несчастных случаях

1. При ранении стеклом, удалите осколки из раны, смажьте края раны раствором йода и перевяжите бинтом.

2. При ожоге рук или лица реактивом, смойте реактив большим количеством воды, затем либо разбавленной уксусной кислотой (в случае ожога щелочью), либо раствором соды (в случае ожога кислотой), а затем опять водой.

3. При ожоге горячей жидкостью или горячим предметом, обожженное место обработайте свежеприготовленным раствором перманганата калия и специальным средством от ожога.

4. При химических ожогах глаз, обильно промойте глаза водой, а затем обратитесь к врачу.

РАЗДЕЛ I КАЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ

1.1 КАЧЕСТВЕННЫЕ РЕАКЦИИ КАТИОНОВ

В связи с применением различных групповых реагентов сформировались и различные *аналитические классификации катионов по группам*: сероводородная (сульфидная), аммиачно-фосфатная, кислотно-основная классификация.

Сероводородная (сульфидная) классификация катионов

Группа	Катионы	Групповой реагент	Групповая характеристика
I	Li^+ , Na^+ , K^+ , NH_4^+ , $(\text{Mg}^{2+})^*$	нет	Сульфиды и карбонаты растворимы в воде
II	Ca^{2+} , Ba^{2+} , Sr^{2+} , $(\text{Mg}^{2+})^*$	$(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ в аммиачном буфере (pH = 9,2)	Сульфиды растворимы в воде; карбонаты мало растворимы в воде
III	<u>I подгруппа</u> Al^{3+} , Cr^{3+} (осаждаются в виде гидроксидов) <u>II подгруппа</u> Zn^{2+} , Mn^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Co^{2+} , Ni^{2+} (осаждаются в виде сульфидов)	$(\text{NH}_4)_2\text{S}$ (pH = 7-9)	Сульфиды мало растворимы в воде. Растворимы в разбавленных кислотах
IV	<u>I подгруппа</u> Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+} (хлориды не растворимы в воде) <u>II подгруппа</u> Cu^{2+} , Cd^{2+} , Hg^{2+} , Bi^{3+} (хлориды растворимы в воде)	Раствор H_2S при pH = 0,5 (HCl)	Сульфиды мало растворимы в воде.
V	As^{3+} , As^{5+} , Sb^{3+} , Sb^{5+} , Sn^{2+} , Sn^{4+}	Na_2S	Сульфиды растворимы в Na_2S

* - катион Mg^{2+} по аналитическим свойствам занимает промежуточное положение.

Кислотно-основная классификация катионов

Группа	Катионы	Групповой реагент
I	K^+ , Na^+ , NH_4^+	Группового реагента нет
II	Hg_2^{2+} , Ag^+ , Pb^{2+}	Растворы HCl
III	Ca^{2+} , Ba^{2+} , Sr^{2+}	Растворы H_2SO_4
IV	Al^{3+} , Zn^{2+} , Cr^{3+} , Sn^{2+} , Sn^{4+} , As^{3+} , As^{5+}	NaOH в присутствии H_2O_2
V	Sb^{3+} , Sb^{5+} , Bi^{3+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Mg^{2+}	Раствор NaOH или раствор аммиака
VI	Cu^{2+} , Hg^{2+} , Cd^{2+} , Co^{2+}	Раствор аммиака (25%)

Аммиачно-фосфатная классификация катионов

Группа	Катионы	Групповой реагент
I	K^+ , Na^+ , NH_4^+	Группового реагента нет
II	Ca^{2+} , Ba^{2+} , Sr^{2+} , Mg^{2+} , Al^{3+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Bi^{3+} , Cr^{3+}	$(NH_4)_2HPO_4$ в водном растворе аммиака (25%)
III	Zn^{2+} , Co^{2+} , Cu^{2+} , Hg^{2+} , Cd^{2+}	$(NH_4)_2HPO_4$, фосфаты растворимы в водном аммиаке
IV	Sn^{2+} , Sn^{4+} , Sb^{3+} , Sb^{5+} , As^{3+} , As^{5+}	HNO_3
V	Hg_2^{2+} , Ag^+ , Pb^{2+}	HCl

Лабораторная работа №1

КАЧЕСТВЕННЫЕ РЕАКЦИИ КАТИОНОВ

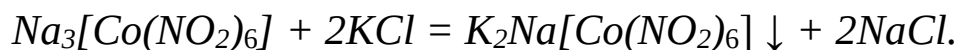
При изучении реакций обнаружения ионов все этапы работы следует фиксировать в лабораторном журнале. Форма записи в лабораторном журнале приведена в таблице:

Изучаемый катион или анион	Формула реагента	Наблюдаемое явление	Условия проведения реакции	Свойства осадка	Молекулярное и краткое ионное уравнения

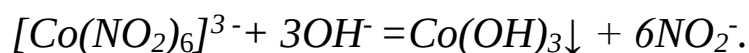
РЕАКЦИИ КАТИОНА КАЛИЯ (K⁺)

Опыт 1. Действие гексанитрокобальтата (III) натрия $Na_3[Co(NO_2)_6]$

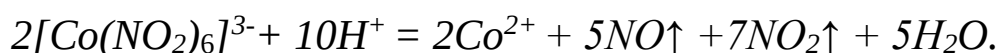
Гексанитрокобальтат (III) натрия $Na_3[Co(NO_2)_6]$ осаждает из нейтрального или слабощелочного раствора желтый кристаллический осадок гексанитрокобальтат (III) калия-натрия:



Реакцию нельзя проводить в щелочной и сильно кислой среде, в виду разрушения реагента. В щелочной среде:



В присутствии сильных кислот:



Уксусная кислота, являясь слабой кислотой, реагент не разрушает. Поэтому, обнаружение катиона K⁺ с помощью $Na_3[Co(NO_2)_6]$ всегда проводят в нейтральной или уксуснокислом растворе.

Открытию катиона K⁺ этим реагентом мешает присутствие катиона NH₄⁺, так как последний с раствором $Na_3[Co(NO_2)_6]$ тоже образует желтый кристаллический осадок:



Выполнение опыта. В пробирку налить 1-1,5 мл раствора соли калия и прибавить несколько капель свежеприготовленного раствора $Na_3[Co(NO_2)_6]$. Наблюдать образование кристаллического ярко-желтого осадка.

Опыт 2. Окрашивание пламени

Летучие соли калия или их растворы окрашивают бесцветное пламя газовой горелки или спиртовки в фиолетовый цвет. Этот способ обнаружения катиона K⁺ применяют только для предварительных испытаний.

Выполнение опыта. Взять платиновую проволочку, впаянную в стеклянную палочку, очистить ее от следов солей натрия прокаливанием, обработать проволоку в концентрированной соляной кислоте и ввести в пламя до полного исчезновения окраски пламени. Очищенную проволочку обмакнуть раствором K^+ и снова ввести в пламя. Наблюдать окраску пламени через синее стекло.

РЕАКЦИИ КАТИОНА НАТРИЯ (Na^+)

Опыт 3. Окрашивание пламени

Летучие соли натрия окрашивают пламя в ярко-желтый цвет. Реакция очень чувствительна и характерна для натрия.

Выполнение опыта. Взять платиновую проволоку, убедиться, что она чистая, для чего внести ее в пламя спиртовки.

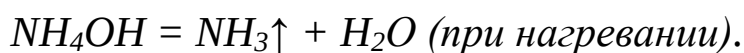
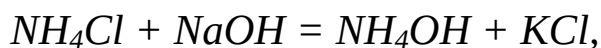
Если пламя не окрашивается, можно проводить реакцию на обнаружение иона натрия. Если окрашивается, то проволоку следует очистить, обработав концентрированной соляной кислотой и прокалив в пламени спиртовки до исчезновения окрашивания пламени.

Обмакнуть очищенную проволоку в пробирку с раствором соли натрия и ввести ее в пламя спиртовки. Пламя окрасится в характерный желтый цвет.

РЕАКЦИИ КАТИОНА АММОНИЯ (NH_4^+)

Опыт 4. Действие щелочей

Едкие щелочи выделяют из растворов солей аммония при нагревании газообразный аммиак NH_3 .



Выполнение опыта. К небольшому количеству раствора соли аммония прилить немного щелочи ($NaOH$ или KOH) и нагреть. Реакция специфична.

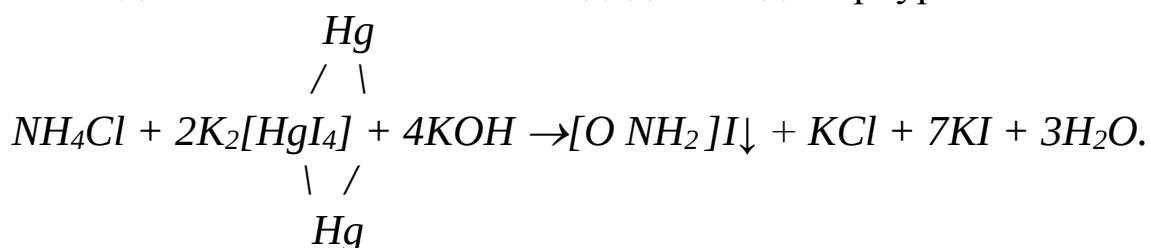
Выделение аммиака NH_3 можно обнаружить по запаху. Но лучше воспользоваться индикаторной бумагой. Для этого необходимо подержать в парах над нагреваемой пробиркой влажную лак-

мусовую бумажку, не касаясь внутренней поверхности ее стенок - бумажка посинеет. Аммиак, растворяясь в воде, образует гидроксид аммония NH_4OH .

Составить сокращенное молекулярно-ионное уравнения реакции получения NH_4OH и уравнение реакции его разложения при нагревании.

Опыт 5. Действие реактива Несслера ($\text{K}_2[\text{HgI}_4] + \text{KOH}$)

Данная реакция является специфичной на ион NH_4^+ . При действии реактива Несслера на соль аммония, образуется красно-бурый осадок комплексной соли иодида оксодимеркураммония.



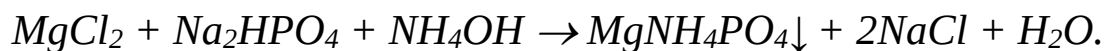
Выполнение опыта. К 1-2 мл раствора соли аммония прилить 2-3мл реактива Несслера и наблюдать образование красно-бурого осадка.

Составить молекулярно-ионное уравнение реакции.

РЕАКЦИИ КАТИОНА МАГНИЯ (Mg^{2+})

Опыт 6. Реакция с гидрофосфатом натрия Na_2HPO_4

Гидрофосфат натрия с ионом магния в присутствии NH_4Cl и NH_4OH образует белый кристаллический осадок двойной соли фосфата магния-аммония:



Раствор NH_4Cl используют для предотвращения выпадения иона Mg^{2+} в виде $\text{Mg}(\text{OH})_2$, когда к раствору добавляют NH_4OH . Осадок фосфата магния-аммония растворим в минеральных кислотах и даже в уксусной кислоте, поэтому реакцию выполняют в нейтральном или слабощелочном растворе.

Выполнение опыта. К 1-2 мл соли магния прибавить столько же раствора NH_4Cl . Затем добавить 1-2 мл 2н раствора NH_4OH до щелочной реакции лакмуса (или появления запаха аммиака). К по-

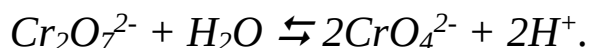
лученной смеси прилить 1-2 мл раствора Na_2HPO_4 и перемешать.

Из концентрированных растворов выпадают игольчатые кристаллы MgNH_4PO_4 . Поместить каплю осадка на предметное стекло и рассмотреть кристаллы под микроскопом. Составить сокращенное молекулярно-ионное уравнение реакции.

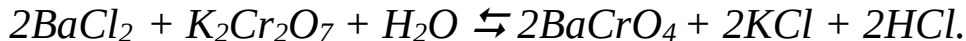
РЕАКЦИИ КАТИОНА БАРИЯ (Ba^{2+})

Опыт 7. Реакция с дихроматом калия $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$

Дихромат калия осаждает из растворов солей бария желтый кристаллический осадок - хромат бария BaCrO_4 . Объясняется это гидролизом дихромата калия, в результате которого в растворе присутствуют не только ионы $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$, но и ионы CrO_4^{2-} :



Таким образом, уравнение имеет следующий вид:

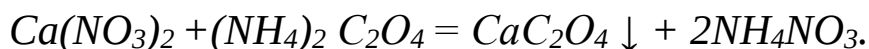


Выполнение опыта. К 1-2 мл соли бария прилить 1-2 мл дихромата калия. Испытать растворимость образовавшегося осадка в растворах сильной (HCl) и слабой (CH_3COOH) кислот. Записать сокращенное молекулярно-ионное уравнения реакции образования осадка и растворения осадка в сильной кислоте.

РЕАКЦИИ КАТИОНА КАЛЬЦИЯ (Ca^{2+})

Опыт 8. Реакция с оксалатом аммония $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$

Оксалат аммония $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ дает в нейтральных или щелочных растворах белый кристаллический осадок оксалата кальция CaC_2O_4 :



Осадок нерастворим в слабой уксусной кислоте, но растворим в сильных кислотах (HCl и HNO_3).

Катион бария с оксалатом аммония дает аналогичный белый

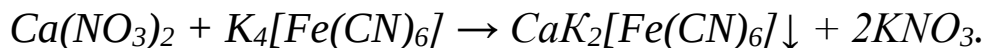
кристаллический осадок оксалата бария BaC_2O_4 , растворимый, в отличие от оксалата кальция, и в сильных и в слабых кислотах. Поэтому, прежде чем открывать в растворе катион Ca^{2+} с помощью $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$, надо удалить катион Ba^{2+} .

Выполнение опыта. К 1-2 мл соли кальция прилить 1-2 мл раствора $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$. Изучить растворимость образовавшегося мелкокристаллического осадка в растворах HCl и CH_3COOH .

Записать сокращенное молекулярно-ионное уравнения реакции образования осадка.

Опыт 9. Действие гексацианоферрат(II) калия $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$

Гексацианоферрат(II) калия $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ с солями кальция образует в слабощелочных растворах белый кристаллический осадок:



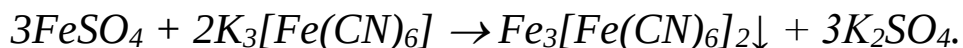
Реакция менее чувствительна, чем реакция с оксалатом аммония, но зато ее можно проводить в присутствии катионов бария.

Выполнение опыта. В пробирку поместить 1 мл раствора соли кальция и добавить 0,5 мл раствора NH_4Cl и 1 мл раствора NH_4OH (до щелочной реакции). Смесь нагреть в течение 1-2 минут. Затем к горячему раствору прибавить избыток насыщенного раствора $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. Снова нагреть 1-2 минуты.

РЕАКЦИИ КАТИОНА ЖЕЛЕЗА (II) (Fe^{2+})

Опыт 10. Действие гексацианоферрата(III) калия $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$

Гексацианоферрат(III) калия (красная кровяная соль) образует с катионами железа Fe^{2+} темно-синий осадок, называемый «турнбулевой синью»:



Осадок разлагается щелочами, в кислотах практически нерастворим. Этой реакции мешают катионы Fe^{3+} , Zn^{2+} и Mn^{2+} .

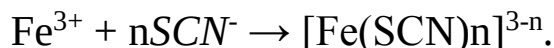
Выполнение опыта. В пробирку налить 1-2 мл раствора соли железа (II) и добавить такое же количество раствора гексацианоферрата (III) калия. Записать сокращенное молекулярно-ионное

уравнение реакции, назвать продукт реакции.

РЕАКЦИИ КАТИОНА ЖЕЛЕЗА (III) (Fe^{3+})

Опыт 11. Действие тиоционата аммония NH_4SCN

Тиоционаты аммония NH_4SCN или калия KSCN образуют с Fe^{3+} раствор $\text{Fe}(\text{SCN})_3$, окрашенный в кроваво-красный цвет.

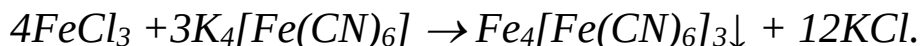


Эта реакция является специфической на ион железа Fe^{3+} .

Выполнение опыта. К 1-2 мл раствора соли железа (III) добавить немного раствора NH_4SCN . Записать уравнение реакции в молекулярном виде.

Опыт 12. Действие гексацианоферрата(II) калия $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$

Гексацианоферрат(II) калия (желтая кровавая соль) образует с катионами железа Fe^{3+} темно-синий осадок, называемый «берлинской лазурью»:



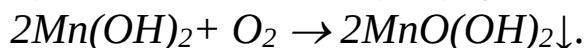
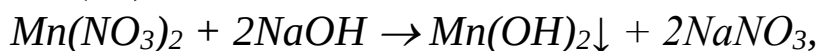
Осадок разлагается щелочами, в кислотах практически нерастворим. Этой реакции мешают катионы Fe^{2+} , Zn^{2+} и Mn^{2+} .

Выполнение опыта. Налить в пробирку 1-2 мл раствора соли железа (III), добавить немного раствора $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. Каков цвет осадка? Записать уравнение реакции в сокращенном молекулярно-ионном виде. Назвать продукт реакции.

РЕАКЦИИ КАТИОНА МАРГАНЦА (II) (Mn^{2+})

Опыт 13. Действие щелочей

При взаимодействии соли марганца с гидроксидом натрия (калия) образуется белый студенистый осадок, буреющий на воздухе вследствие окисления двухвалентного катиона марганца(II) до катиона марганца(IV).



(или H_2MnO_3 – марганцовистовая кислота).

Выполнение опыта. К небольшому количеству раствора соли марганца прилить немного щелочи. Пронаблюдать изменение окраски осадка при стоянии.

Опыт 14. Реакция окисления катиона Mn^{2+} до аниона марганцевой кислоты MnO_4^-

Диоксид свинца PbO_2 и разбавленная HNO_3 (1:1) при кипячении окисляют катион Mn^{2+} до MnO_4^- с образованием марганцевой кислоты $HMnO_4$ фиолетово-красного цвета:



Эта реакция не идет в присутствии большого количества восстановителя, например, соляной кислоты и ее солей, а также при больших количествах солей Mn^{2+} .

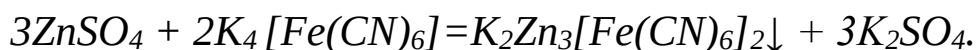
Выполнение опыта. Внести в пробирку стеклянным шпателем немного диоксида свинца PbO_2 или сурика Pb_3O_4 , прилить несколько капель HNO_3 (концентрация 1:1) и осторожно нагреть. Затем поместить в пробирку с помощью стеклянной палочки каплю соли марганца, перемешать и снова нагреть. Дать осесть избытку диоксида свинца и наблюдать красно-фиолетовую окраску образовавшейся марганцевой кислоты.

Составить электронные уравнения реакции, расставить коэффициенты.

РЕАКЦИИ КАТИОНА ЦИНКА (Zn^{2+})

Опыт 15. Действие гексацианоферрата(II) калия $K_4[Fe(CN)_6]$

$K_4[Fe(CN)_6]$ с солями цинка образует зеленовато-белый осадок гексацианоферрата(II) цинка $Zn_3[Fe(CN)_6]_2$:



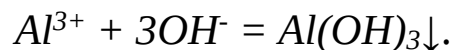
Этой реакции мешают катионы Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} .

Выполнение опыта. К 1-2 мл раствора соли цинка прилить раствор гексацианоферрата(II) калия. Наблюдать образование зеленовато-белого осадка. Составить сокращенное молекулярно-ионное уравнение реакции.

РЕАКЦИИ КАТИОНА АЛЮМИНИЯ (Al^{3+})

Опыт 16. Действие щелочи

Едкие щелочи из раствора соли алюминия выделяют студенистый белый осадок гидроксида алюминия:



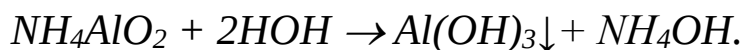
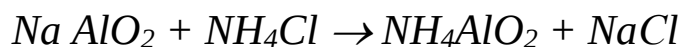
Гидроксид алюминия, обладая амфотерными свойствами, растворяется в разбавленных кислотах и в избытке раствора щелочи.

Выполнение опыта. К раствору соли алюминия прилить 1-2 капли щелочи. Полученный осадок разлить в две пробирки. В одну пробирку добавить кислоту, в другую - избыток щелочи. Написать уравнения реакций получения осадка и растворения его в кислоте и в избытке щелочи.

Внимание! Последнюю пробирку (с алюминатом – растворенным осадком в избытке щелочи) оставить для следующего опыта.

Опыт 17. Действие хлорида аммония на растворы алюминатов

Кристаллический хлорид аммония NH_4Cl или насыщенный его раствор, взятый в избытке, осаждает $\text{Al}(\text{OH})_3$ из щелочного раствора, содержащего алюминат-ион AlO_2^- , вследствие гидролиза алюмината аммония:

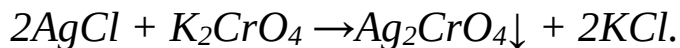


Выполнение опыта. К полученному в предыдущем опыте раствору алюмината прилить насыщенный раствор хлорида аммония или добавить несколько кристалликов этой соли. Раствор нагреть. Наблюдается запах аммиака и появляется осадок. Составить сокращенные молекулярно-ионные уравнения реакций.

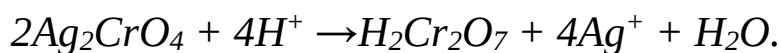
РЕАКЦИИ КАТИОНА СЕРЕБРА (Ag^+)

Опыт 18. Действие хромата калия K_2CrO_4

Хромат калия с растворами солей серебра образует кирпично-красный осадок хромата серебра Ag_2CrO_4 :



Осадок малорастворим в уксусной кислоте, но хорошо растворяется в гидроксиде аммония и в азотной кислоте:

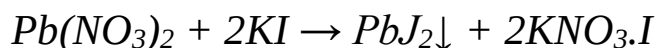


Выполнение опыта. К 0,5 мл раствора нитрата серебра прибавить столько же раствора хромата калия. Содержимое пробирки перемешать и наблюдать образование осадка. Изучить отношение осадка к растворам уксусной кислоты, азотной кислоты и гидроксида аммония.

РЕАКЦИИ КАТИОНА СВИНЦА Pb^{2+}

Опыт 19. Действие иодида калия

Иодид калия KI образует с раствором соли свинца желтый кристаллический осадок иодида свинца PbI_2 :

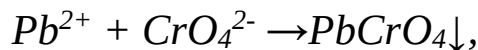


Иодид свинца растворяется при нагревании в 2 н растворе уксусной кислоты. При медленном охлаждении этого раствора выпадают золотистые кристаллы PbI_2 . Медленное охлаждение благоприятствует росту более крупных кристаллов. Этой реакции мешает присутствие катионов Hg_2^{2+} , Hg^{2+} , и Ag^+ .

Выполнение опыта. К 0,5 мл раствора соли свинца прибавить столько же раствора иодида калия. После осаждения образовавшегося осадка, слить с него отстоявшуюся жидкость, добавить к осадку 1 мл 2 н раствора уксусной кислоты и хорошо нагреть. Охладить осадок под струей холодной воды и через 10-15 минут наблюдать выпадение блестящих золотистых кристаллов.

Опыт 20. Действие хромата калия

Хромат калия K_2CrO_4 и дихромат калия $K_2Cr_2O_7$ образуют малорастворимый хромат свинца $PbCrO_4$ желтого цвета:

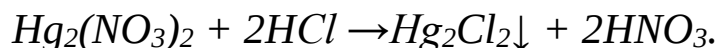


Осадок хромата свинца легко растворяется в растворах щелочей, но трудно растворяется в азотной кислоте. В NH_4OH и CH_3COOH он практически нерастворим.

Выполнение опыта. К 1-2 мл раствора соли свинца прибавить столько же мл раствора ацетата натрия CH_3COONa и раствора K_2CrO_4 . Наблюдать образование желтого кристаллического осадка. Изучить отношение осадка к растворам $NaOH$, NH_4OH , разбавленным HNO_3 и CH_3COOH . Сделать вывод об условиях протекания реакции. Составить молекулярное уравнение реакции.

РЕАКЦИИ КАТИОНА РТУТИ (Hg_2^{2+})**Опыт 21. Действие соляной кислоты**

HCl с растворимыми солями ртути (I) Hg_2^{2+} образует хлорид ртути(I) или каломель Hg_2Cl_2 , осадок белого цвета:



Осадок Hg_2Cl_2 растворим в концентрированной HNO_3 . При действии NH_4OH на осадок образуется амидохлорид ртути(I) $[NH_2Hg]Cl$ белого цвета, а также выделяется металлическая ртуть в мелкораздробленном состоянии черного цвета:



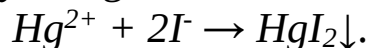
Практически при добавлении NH_4OH осадок Hg_2Cl_2 мгновенно чернеет. Реакция является характерной и применяется для открытия катиона Hg_2^{2+} .

Выполнение опыта. К 1 мл соли Hg_2^{2+} прилить HCl , к полученному осадку прибавить NH_4OH . Составить сокращенные молекулярно-ионные уравнения реакций.

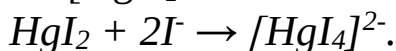
РЕАКЦИИ КАТИОНА РТУТИ (Hg^{2+})

Опыт 22. Действие иодида калия

Иодид калия KI с солями ртути (II) образует оранжево-красный осадок иодида ртути HgI_2 .



Осадок HgI_2 растворяется в избытке KI с образованием бесцветного комплексного иона $[\text{HgI}_4]^{2-}$.



Выполнение опыта. К 2 мл раствора соли Hg^{2+} прилить по каплям раствор KI . К полученному осадку прибавить избыток KI . Что наблюдается? Составить молекулярное уравнение реакции.

РЕАКЦИИ КАТИОНА МЕДИ (Cu^{2+})

Опыт 23. Действие гидроксида аммония

NH_4OH при медленном его прибавлении к раствору соли меди образует осадок основной соли $(\text{CuOH})_2\text{SO}_4$, очень легко растворяющийся в избытке гидроксида аммония с образованием сульфата тетрааммино(II) меди ярко-синего цвета:



Синяя окраска раствора обусловлена присутствием в растворе комплексного иона $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_2]^{2+}$.

Выполнение опыта. К 1 мл раствора соли меди прибавить 0,5 мл раствора гидроксида аммония. Наблюдать образование зеленовато-голубого осадка основной соли. Затем по каплям прибавить избыток раствора гидроксида аммония.

Вопросы для самоконтроля

1. На чем основана сульфидная классификация катионов?
2. Можно ли в качестве группового реагента на катионы второй группы по сульфидной классификации вместо $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ использовать K_2CO_3 или Na_2CO_3 ?
3. Объяснить, почему BaCrO_4 практически нерастворим в уксусной кислоте и легко растворяется в минеральных кислотах.
4. Почему $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ не осаждает катион Mg^{2+} в присутствии солей аммония?
5. Почему BaCO_3 легко растворяется в минеральных кислотах, а BaSO_4 не растворяется? Объясните с точки зрения произведения растворимости.
6. Какими характерными свойствами катионы 3 группы отличаются от катионов 1 и 2 групп (сульфидная классификация)?
7. Каковы условия осаждения катионов 3 группы групповым реагентом (сульфидная классификация)?
8. Какие соли катионов 3 группы подвергаются полному гидролизу? Роль гидролиза в анализе катионов этой группы.
9. Какой катион 3 группы (сульфидная классификация) открывается с помощью окислительно-восстановительной реакции? Составьте ионно-электронное уравнение и укажите условия протекания этой реакции.
10. На основании какого свойства катионы 4 группы (сульфидная классификация) делят на две подгруппы?

1.2 КАЧЕСТВЕННЫЕ РЕАКЦИИ АНИОНОВ

В настоящем пособии приводится классификация анионов, основанная на отношении их к двум реагентам – хлориду бария BaCl_2 и нитрату серебра AgNO_3 . Согласно этой классификации все анионы делят на три аналитические группы.

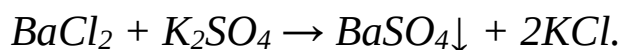
Группа	Анионы	Групповой реагент
I	SO_4^{2-} , CO_3^{2-} , PO_4^{3-} , SO_3^{2-} , SiO_3^{2-}	BaCl_2
II	Cl^- , Br^- , I^- , S^{2-}	AgNO_3
III	NO_2^- , NO_3^-	нет

Лабораторная работа №2 КАЧЕСТВЕННЫЕ РЕАКЦИИ АНИОНОВ

РЕАКЦИИ СУЛЬФАТ-ИОНА (SO_4^{2-})

Опыт 1. Действие группового реагента BaCl_2

Хлорид бария BaCl_2 с анионами SO_4^{2-} образует белый мелкокристаллический осадок BaSO_4 , практически нерастворимый в кислотах:

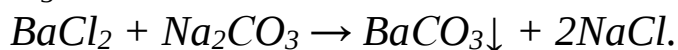


Выполнение опыта. В пробирку налить 1 мл раствора соли серной кислоты и прибавить 1 мл раствора BaCl_2 . К части образовавшегося осадка, прилить разбавленной соляной кислоты. Сделать вывод.

РЕАКЦИИ КАРБОНАТ-ИОНА (CO_3^{2-})

Опыт 2. Действие группового реагента BaCl_2

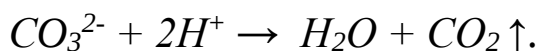
Хлорид бария BaCl_2 с анионами CO_3^{2-} образует белый мелкокристаллический осадок BaCO_3 , растворимый в разбавленных кислотах HCl и HNO_3 :



Выполнение опыта. К 2-3 мл раствора соли угольной кислоты прибавить 1 мл раствора хлорида бария. Наблюдать образование осадка.

Опыт 3. Действие соляной кислоты

Важнейшей реакцией на анион CO_3^{2-} является реакция разложения карбонатов с помощью разбавленных сильных кислот, кроме серной. При этом выделяется углекислый газ:

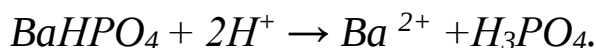
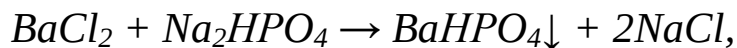


Выполнение опыта. К 2-3 мл раствора соли угольной кислоты прибавить столько же раствора соляной кислоты. Наблюдать выделение газа. Написать молекулярное уравнение реакции.

РЕАКЦИИ ФОСФАТ-ИОНА (PO_4^{3-})

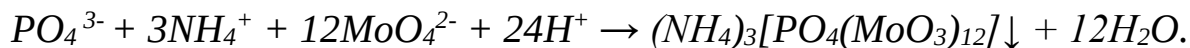
Опыт 4. Действие группового реагента BaCl_2

Хлорид бария BaCl_2 с анионом фосфорной кислоты образует белый осадок, растворимый в разбавленных кислотах HCl и HNO_3 :



Выполнение опыта. К 1 мл раствора соли фосфорной кислоты прибавить 1 мл раствора хлорида бария. Изучить отношение осадка к кислотам.

Опыт 5 Действие молибдата аммония $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$. Молибденовая жидкость, взятая в избытке, образует с ионами PO_4^{3-} желтый кристаллический осадок комплексной аммонийной соли фосформолибденовой гетерополикислоты – фосформолибдат аммония $(\text{NH}_4)_3[\text{PO}_4(\text{MoO}_3)_{12}]$:

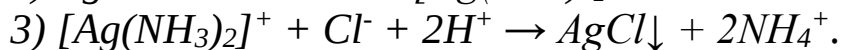
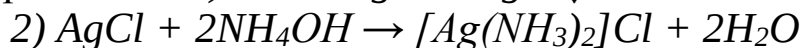


Осадок фосформолибдата аммония растворяется в азотной кислоте, в растворах щелочей и аммиака. Он также растворим в присутствии большого количества фосфат-ионов с образованием желтого раствора.

Выполнение опыта. Налить в пробирку 2-3 мл молибденовой жидкости (смесь молибдата аммония $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ и концентрированной HNO_3), добавить к смеси 0,5 мл соли фосфорной кислоты, перемешать стеклянной палочкой и нагреть до 40-50°C (нагревание ускоряет образование осадка).

РЕАКЦИИ ХЛОРИД-ИОНА (Cl^-)

Опыт 6. Действие группового реагента AgNO_3 . Реакцию проводят в три этапа: 1) $\text{Cl}^- + \text{Ag}^+ \rightarrow \text{AgCl}\downarrow$



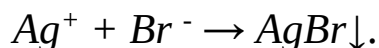
Реакция является характерной и применяется для обнаружения ионов Cl^- при отсутствии ионов Br^- , мешающих проведению реакции.

Выполнение опыта. К 1 мл раствора хлорида натрия или калия прилить 2-3 капли нитрата серебра. Наблюдать образование белого творожистого осадка, темнеющего на свету. Осадок разделить на 2 части. К одной части осадка прилить избыток гидроксида аммония, хорошо встряхнуть. Наблюдать растворение осадка. К полученному раствору прилить 2 н раствор азотной кислоты – осадок появляется вновь.

РЕАКЦИИ БРОМИД-ИОНА (Br^-)

Опыт 7. Действие группового реагента AgNO_3

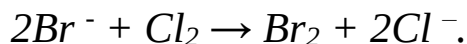
Нитрат серебра образует с анионами Br^- светло-желтый осадок бромида серебра AgBr , нерастворимый в азотной кислоте и частично растворимый в гидроксида аммония:



Выполнение опыта. К 1 мл раствора бромида натрия или калия прилить 2-3 капли нитрата серебра. Изучить свойства образовавшегося осадка, прибавив к одной его части раствор NH_4OH , а к другой части - HNO_3 . Сделать вывод.

Опыт 8. Действие хлорной воды

Хлорная вода Cl_2 при взаимодействии с анионами Br^- окисляет их до свободного брома Br_2 :

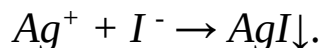


Выполнение опыта: В пробирку поместить 1 мл раствора бромида калия или натрия, подкислить несколькими каплями 2 н раствора H_2SO_4 , прибавить 1 мл хлорной воды Cl_2 . Раствор бурлит за счет выделения Br_2 . Добавить 5-6 капель бензола C_6H_6 , смесь хорошо перемешать стеклянной палочкой. Бензол окрашивается в оранжевый цвет (бензольное кольцо). При избытке хлорной воды окраска переходит в лимонно-желтый цвет вследствие образования хлорида брома BrCl .

РЕАКЦИИ ИОДИД-ИОНА (I^-)

Опыт 9. Действие группового реагента AgNO_3

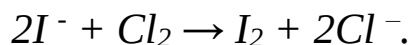
Нитрат серебра образует с анионами I^- желтый осадок иодида серебра AgI , нерастворимый в азотной кислоте и гидроксиде аммония:



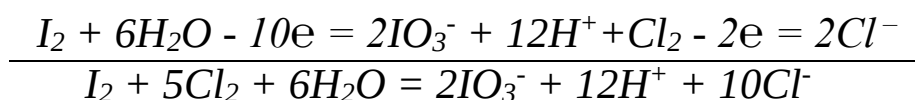
Выполнение опыта. К 1 мл раствора иодида натрия или калия прилить 1 мл раствора нитрата серебра. Изучить растворимость осадка в NH_4OH и HNO_3 . Сделать вывод.

Опыт 10. Действие хлорной воды

Хлорная вода Cl_2 окисляет анион I^- окисляет их до свободного иода I_2 , который окрашивает органические растворители в фиолетовый цвет или раствор крахмала в синий цвет:



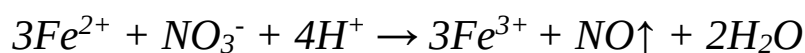
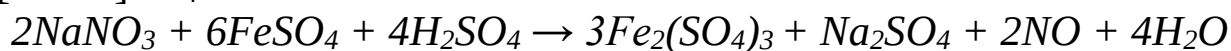
При избытке Cl_2 образуется бесцветная иодноватая кислота HIO_3 , а фиолетовая окраска исчезает:

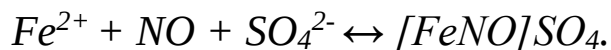
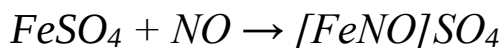


Выполнение опыта: К 1 мл раствора иодида калия или натрия прилить 2-3 капли 2 н раствора H_2SO_4 . К смеси добавить 3-4 капли бензола C_6H_6 и по каплям прилить хлорную воду. Раствор перемешать стеклянной палочкой. Наблюдать появление фиолетовой окраски бензольного кольца.

РЕАКЦИИ НИТРАТ-ИОНА (NO_3^-)**Опыт 11. Действие сульфат железа (II)**

FeSO_4 с анионами NO_3^- в присутствии концентрированной серной кислоты образует комплексную соль бурого цвета $[\text{FeNO}]\text{SO}_4$:





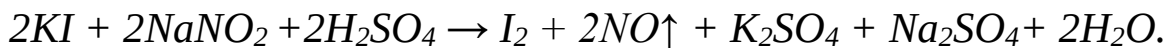
Анионы Br^- и J^- мешают этой реакции, они образуют сходные по окраске кольца. Анион NO_2^- тоже дает эту реакцию, только с более разбавленной серной кислотой.

Выполнение опыта: В пробирке смешать по 1 мл растворов нитрата натрия или калия и сульфата железа(II). Содержимое пробирки перемешать и к полученной смеси прилить очень осторожно по стенке пробирки, избегая перемешивания жидкостей, 0,5 мл концентрированной серной кислоты. Наблюдать образование бурого кольца.

РЕАКЦИИ НИТРИТ-ИОНА (NO_2^-)

Опыт 12. Действие иодида калия

KI в присутствии разбавленной серной кислоты окисляется нитритами до свободного иода I_2 ;



Выполнение опыта. К 1 мл раствора нитрита натрия или калия добавить несколько капель 2 н раствора серной кислоты, а затем 1 мл раствора иодида калия. Выделяется свободный иод, который легко обнаружить по посинению крахмала.

Вопросы для самоконтроля

1. На каком свойстве основано деление анионов на группы?
2. Указать групповые реагенты анионов 1 и 2 групп. Составить уравнения реакций анионов этих групп с групповыми реагентами.
3. Почему нельзя проводить открытие анионов 1 группы хлоридом бария в кислой среде?
4. При каких условиях следует открывать анионы 2 группы?

1.3 ИДЕНТИФИКАЦИЯ ХИМИЧЕСКОГО ВЕЩЕСТВА

Лабораторная работа №6 АНАЛИЗ СУХОГО ВЕЩЕСТВА

Анализ ведут мокрым путем, поэтому исследуемое вещество необходимо перевести в раствор. Для этого часть исследуемой соли (примерно 2/3 всего количества) следует перенести в пробирку, растворить в 8-10 мл дистиллированной воды и тщательно перемешать.

Другую часть оставить для продолжения исследования и проверки результатов анализа.

1. Обнаружение катиона соли дробным методом

Присутствие того или иного катиона проверяют наиболее характерной для него реакцией, используя не только специфические, но и селективные реагенты, так как в растворе находится лишь один катион и другие ионы не мешают его обнаружению.

Но в таком случае во избежание ошибок необходимо строго соблюдать последовательность открытия ионов:

Cu^{2+} Pb^{2+} Fe^{2+} Fe^{3+} Al^{3+} Mn^{2+} Zn^{2+} Mg^{2+} Ba^{2+} Ca^{2+} NH_4^+ K^+ Na^+

Так как, например: ионы Ca^{2+} оксалатом аммония открывают, только убедившись в отсутствии ионов Ba^{2+} (реакция с бихроматом калия), поскольку ионы кальция и бария с $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ дают одинаковый осадок.

Желтые мелкокристаллические осадки дают ионы NH_4^+ и K^+ с $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$. Поэтому сначала определяют ионы аммония действием щелочи, а затем ионы калия открывают комплексной солью.

Выполнение работы:

1. Обнаружение Cu^{2+} . К небольшому количеству анализируемого раствора прилить столько же гидроксида аммония NH_4OH . При образовании бледно-зеленого осадка основной соли меди $(\text{CuOH})_2\text{SO}_4$ добавить к нему избыток реактива. Ярко-синяя окраска раствора указывает на образование комплексной соли – аммиаката меди $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4] \text{SO}_4$ и соответственно содержание в исследуемом растворе ионов меди.

2. Обнаружение Pb^{2+} . К 1-2 мл исследуемого раствора добавить 1 мл йодида (KJ или NaJ). После осаждения образовавшегося осадка, слить с него отстоявшуюся жидкость, добавить к осадку 1 мл 2 н раствора уксусной кислоты и хорошо нагреть. Охладить осадок под струей холодной воды. Появление кристалликов золотистого цвета («алхимического золота») свидетельствует о наличии в растворе ионов свинца.

3. Обнаружение Fe^{2+} . К 1-2 мл анализируемого раствора добавить немного раствора гексацианоферрата(III) калия $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. В присутствии Fe^{2+} наблюдается появление темно-синего осадка («турнбулевой сини»).

4. Обнаружение Fe^{3+} . К анализируемому раствору (1-2 мл) прилить столько же раствора тиоционата аммония NH_4SCN . В присутствии Fe^{3+} наблюдается кроваво-красное окрашивание.

5. Обнаружение Al^{3+} . К анализируемому раствору прилить несколько капель щелочи (NaOH или KOH). Затем к образовавшемуся осадку $\text{Al}(\text{OH})_3$ добавить избыток щелочи до его растворения, и далее насыщенный раствор NH_4Cl . Раствор нагреть. Если осадок выпадает вновь, значит в растворе присутствуют ионы алюминия.

6. Обнаружение Mn^{2+} . В пробирку поместить 1-2 грамма оксида свинца (IV) PbO_2 , прибавить 1-2 мл азотной кислоты HNO_3 (1:1), смесь нагреть. Затем в пробирку добавить 1-2 капли анализируемого раствора соли и еще раз нагреть. Дать осадку отстояться. Появление розово-фиолетовой окраски указывает на присутствие ионов марганца в составе соли.

7. Обнаружение Zn^{2+} . К небольшому количеству исследуемого раствора прилить столько же раствора гексацианоферрата(II) калия $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. При наличии в составе соли ионов цинка наблюдается образование зеленовато-белого осадка $\text{K}_2\text{Zn}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]_2$.

Ход анализа соли

Откры- ваемый ион	Реагент	Что должны наблюдать	Что наблюда- ется	Результат	Сокращенное ионное уравнение реакции
ОБНАРУЖЕНИЕ КАТИОНА					
Cu^{2+}	NH_4OH избыток	ярко-синий цвет			
Pb^{2+}	KJ , CH_3COOH , t°	кристаллы золотого цвета			
Fe^{2+}	$\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$	синий осадок			
Fe^{3+}	NH_4SCN	крово-красное окрашивание			
Al^{3+}	$\text{NaOH}_{\text{изб.}} + \text{NH}_4\text{Cl}$	белый студенистый осадок растворимый в избытке NaOH , который появляется снова от NH_4Cl			
Mn^{2+}	$\text{Pb}_3\text{O}_4 + \text{HNO}_3$ (1:1), t°	красно-фиолетовая окраска			
Zn^{2+}	$\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$	зеленовато-белый осадок			
Mg^{2+}	$\text{NH}_4\text{OH} + \text{NH}_4\text{Cl}$ $+ \text{Na}_2\text{HPO}_4$	белый кристаллический оса- док (игольчатые кристаллы)			
Ba^{2+}	$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$	желтый кристаллический осадок			
Ca^{2+}	$(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$	белый мелкокристалличе- ский осадок			
NH_4^+	NaOH , t	запах аммиака, посинение лакмусовой бумажки			
K^+	$\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$	желтый осадок			
Na^+	пламя	ярко-желтый цвет пламени			

Открываемый ион	Реагент	Что должны наблюдать	Что наблюдается	Результат	Сокращенное ионное уравнение реакции
ОБНАРУЖЕНИЕ АНИОНА					
I группа:	BaCl_2 (групповой)	белый осадок			
SO_4^{2-}	Осадок + 2 н HCl	осадок не растворяется в HCl			
CO_3^{2-}	Осадок + 2 н HCl	осадок растворяется в HCl с выделением газа			
PO_4^{3-}	Осадок + 2 н HCl	осадок растворяется в HCl без выделения газа			
II группа:	AgNO_3 (групповой)	белый или желтоватый осадок			
Cl^-	Осадок + NH_4OH	осадок растворяется в избытке NH_4OH			
Br^- , I^-	Осадок + NH_4OH	осадок не растворяется в избытке NH_4OH			
I^-	2 н H_2SO_4 + C_6H_6 + Cl_2	бензольный слой окрашивается в фиолетовый цвет			
Br^-	2 н H_2SO_4 + C_6H_6 + Cl_2	бензольный слой окрашивается в оранжевый цвет			
III группа:	FeSO_4 + H_2SO_4 конц.	бурое кольцо			
NO_2^-	2 н H_2SO_4 + KI	посинение крахмала			

8. Обнаружение Mg^{2+} . К 1-2 мл раствора анализируемой соли добавить по 0,5-1 мл гидроксида аммония NH_4OH и хлорида аммония NH_4Cl до растворения образовавшегося осадка. К полученной смеси прилить 1-2 мл раствора гидрофосфата натрия Na_2HPO_4 . Выпадение игольчатых кристаллов двойной соли $MgNH_4PO_4$, которые можно хорошо рассмотреть с помощью микроскопа, свидетельствует о присутствии ионов магния в исследуемом растворе.

9. Обнаружение Ba^{2+} . Для проведения реакции обнаружения ионов бария к 1 мл анализируемого раствора прилить столько же дихромата калия $K_2Cr_2O_7$. Появление желтого кристаллического осадка хромата бария $BaCrO_4$ указывает на присутствие ионов Ba^{2+} в растворе.

10. Обнаружение Ca^{2+} . К 1-2 мл анализируемого раствора прилить 1 мл раствора оксалата аммония $(NH_4)_2C_2O_4$. В присутствии ионов кальция образуется белый мелкокристаллический осадок

11. Обнаружение NH_4^+ . К небольшому количеству исследуемого раствора соли прилить немного щелочи ($NaOH$ или KOH) и нагреть. Присутствие аммиака обнаружить по запаху или по посинению красной лакмусовой бумажки.

12. Обнаружение K^+ . К небольшому количеству анализируемого раствора прилить немного раствора $Na_3[Co(NO_2)_6]$. Появление желтого осадка гексанитрокобальтата(III) калия-натрия указывает на присутствие в растворе ионов калия.

13. Обнаружение Na^+ . Взять чистую платиновую проволоку, обмакнуть ее в исследуемом **насыщенном растворе** соли и внести в пламя спиртовки. В присутствии ионов натрия пламя окрашивается в ярко-желтый цвет.

2. Обнаружение аниона соли дробным методом

При анализе анионов сначала определяют группу, к которой относится искомый анион. Для этого применяют групповые реагенты $BaCl_2$ и $AgNO_3$.

Установив группу, обнаруживают анион, используя для этого характерные реакции.

1. Обнаружение анионов I группы. К 1-2 мл анализируемого раствора добавить 1-2 мл раствора хлорида бария $BaCl_2$. Если вы-

падает осадок, то к нему прилить 2-3 мл 2 н раствора соляной кислоты HCl .

- если осадок в кислоте не растворяется, значит в растворе присутствуют ионы SO_4^{2-} ,
- если осадок в кислоте растворяется с выделением газа, значит в растворе находятся ионы CO_3^{2-} ,
- если осадок в кислоте растворяется без выделения газа, значит в растворе находятся ионы PO_4^{3-} .

2. Обнаружение анионов II группы. К 1-2 мл анализируемого раствора прилить несколько капель HNO_3 (1:1) и несколько капель раствора AgNO_3 – образуется осадок. Жидкость над осадком слить и прилить избыток раствора NH_4OH .

- если осадок растворяется в избытке NH_4OH , значит в растворе присутствуют ионы Cl^- ,
- если осадок не растворяется в избытке NH_4OH , значит в растворе присутствуют ионы Br^- или I^- :

для обнаружения I^- и Br^- к анализируемому раствору прилить немного 2 н раствора H_2SO_4 , 0,5-1 мл бензола C_6H_6 и столько же хлорной воды (Cl_2), смесь перемешать стеклянной палочкой: если бензольный слой окрашивается в фиолетовый цвет, в растворе присутствуют ионы I^- , если бензольное кольцо окрашивается в оранжевый цвет, в растворе присутствуют ионы Br^- .

3. Обнаружение NO_3^- (аниона III группы). К 1-2 мл анализируемого раствора прилить столько же раствора FeSO_4 и затем **осторожно по стенке пробирки**, избегая перемешивания жидкостей, прилить концентрированной серной кислоты H_2SO_4 . Если на границе жидкостей образуется бурое кольцо комплексной соли $[\text{Fe}(\text{NO})]\text{SO}_4$, следовательно, в составе исследуемой соли находится анион азотной кислоты NO_3^- .

4. Обнаружение NO_2^- к анализируемому раствору добавить несколько капель 2 н раствора серной кислоты, а затем 1 мл раствора иодида калия. Выделяется свободный иод, который легко обнаружить по посинению крахмала.

Выполнив анализ, сделать вывод о составе соли и написать ее формулу.

РАЗДЕЛ II КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ

2.1 ХИМИЧЕСКАЯ ПОСУДА



Измерительная посуда, применяемая в анализе – это изделия из стекла, кварца, фарфора, платины и др. материалов, применяемые для препаративных и химико-аналитических работ. Посуда химическая лабораторная должна быть устойчива к воздействию химических реагентов, легко отмываться от загрязнений, а материал её должен быть термоустойчив и обладать малым коэффициентом теплового расширения. По назначению она может быть разделена на мерную, немерную и специального применения.

Мерная посуда химическая лабораторная имеет точную градуировку, её нельзя нагревать. Мерная посуда, как и вся посуда химическая лабораторная, различается по ёмкости, диаметру и формам. К ней относятся: пипетки — для отбора жидкостей (0,1—100

мл) и газов (от 100 мл и выше); бюретки (1—100 мл) — для титрования, измерения точных объёмов (различают микробюретки, бюретки объёмные, весовые, поршневые, газовые); мерные колбы (10—2000 мл) — для отмеривания и хранения определённых объёмов жидкостей: мерные мензурки и цилиндры (градуированы менее точно).

Мерные колбы служат для приготовления стандартных растворов и для разбавления исследуемых растворов до определенного объема. Это плоскодонные колбы с длинным узким горлом, на котором нанесена круговая метка (рис. 1).

Перед работой колба должна быть пропарена и вымыта. Наполняют ее сначала через стеклянную воронку, а в конце воронку убирают и осторожно, по каплям прибавляют из пипетки воду, пока нижний край мениска жидкости не коснется черты.

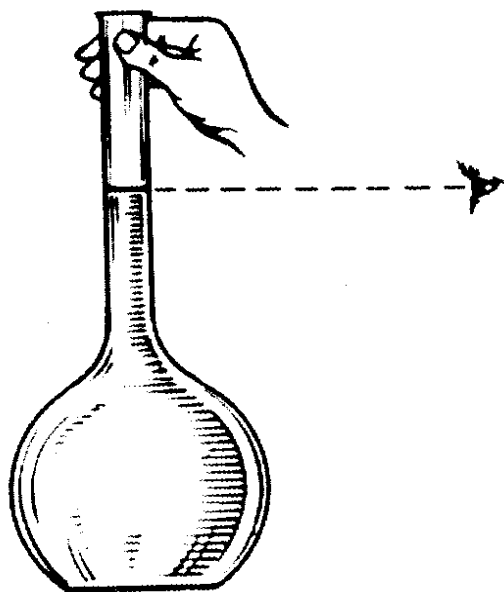


Рис. 1. Мерная колба

Если по ошибке уровень жидкости поднимется выше черты, то нужно начать работу снова.

Нагревать мерные колбы нельзя, иначе может произойти деформация стекла, что повлечет за собой изменение их вместимости.

Бюретки предназначены для отсчета объема раствора, израсходованного на титрование. Обычные лабораторные бюретки представляют собой градуированные цилиндрические трубки с сужен-

ным концом, который снабжен специальным краном, или соединен резиновой трубкой с оттянутой стеклянной трубочкой.

В резиновую трубку вставляют маленький стеклянный шарик; если слегка нажимать резинку в том месте, где помещен шарик, то между ней и шариком образуются узкие каналы, по которым жидкость вытекает из бюретки. Бюретки калибруют в миллиметрах и их десятых долях (т. е. каждое маленькое деление бюретки соответствуют 0,1 мл). Нулевое деление бюретки находится в верхней части бюретки.

Перед работой бюретки моют, добиваясь, чтобы жидкость стекала со стенок равномерно, не оставляя капель. Затем бюретку 2-3 раза ополаскивают раствором, которым будут титровать. После ополаскивания, бюретку заполняют раствором до уровня, превышающего нулевую отметку на 2-3 см. Нужно проследить, чтобы вся бюретка целиком до самого кончика была заполнена раствором. В бюретке не должно быть пузырьков воздуха, особенно часто они возникают в суженной ее части. Для удаления пузырьков воздуха из бюреток отгибают кверху стеклянную трубочку и выпускают некоторую часть жидкости. После этого вновь наливают раствор выше нулевой метки и устанавливают исходный нулевой уровень раствора (рис. 2).

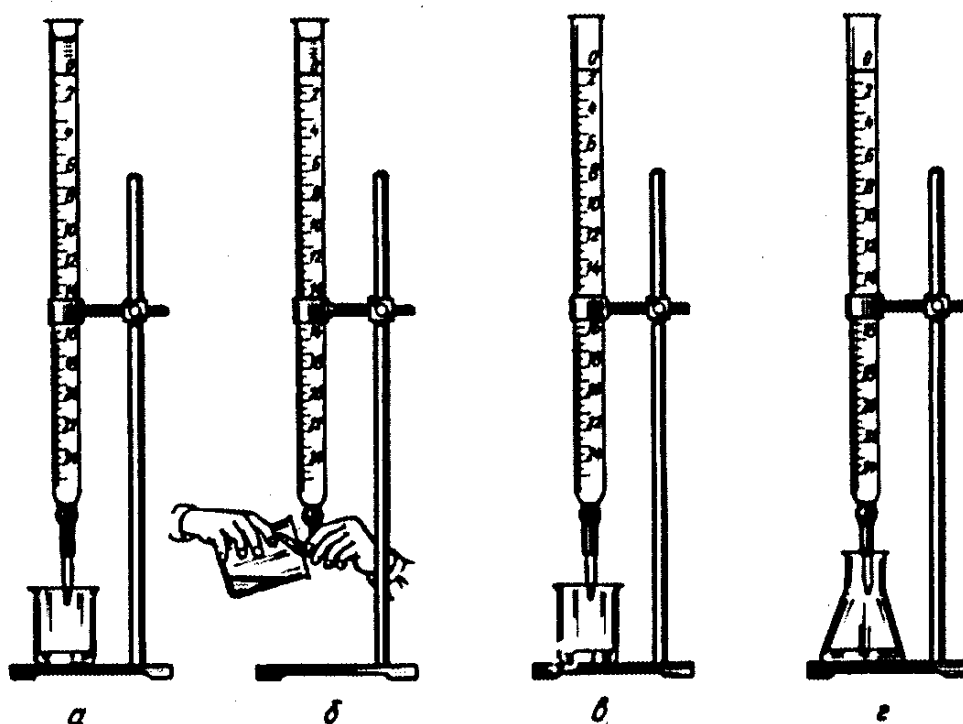


Рис. 2. Работа с бюреткой

Объем раствора, затраченный на титрование, определяют по изменению положения мениска. Отсчеты объема делают с точностью до сотых долей миллиметра. Выполнение отсчета затрудняется тем, что жидкость в бюретке имеет вогнутый мениск. Поэтому *глаз при отсчете следует держать точно на уровне жидкости*. В противном случае, отсчет будет сделан неправильно.

Для лучшего выполнения отсчета позади бюретки помещают лист белой бумаги, благодаря чему голубовато-зеленый мениск выступает явственнее.

Выполняя титрование, соблюдают следующие правила:

1. Каждое титрование начинают с нулевого деления шкалы, так как при этом лучше всего компенсируются погрешности калибрования бюретки.

2. Выпускают раствор из бюретки не очень быстро (не быстрее 3-4 капель в секунду). Иначе он не будет вовремя стекать со стенок и отсчет окажется неверным.

3. Объем расходуемого на титрование раствора не должен превышать вместимости одной бюретки. Вторичное наполнение ее раствором и повторный отсчет объема сильно снижают точность определения.

Пипетки применяются для точного отмеривания определенного объема раствора и перенесения его из одного сосуда в другой. Они бывают двух типов: градуированные (измерительные) и мерные (рис. 3).

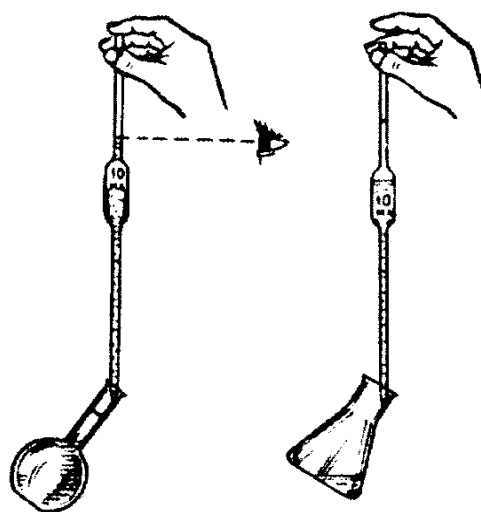
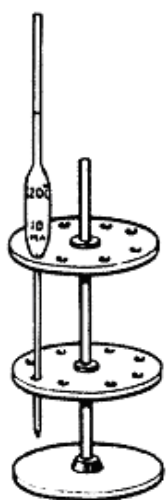


Рис. 3. Виды пипеток и их хранение:
а – простая (пипетка Мора) в штативе;
б – градуированная

Рис. 4. Выливание раствора из пипетки

Перед работой пипетку моют, промывают дистиллированной водой и обязательно ополаскивают тем же раствором, который будут отмеривать. Иначе оставшаяся в пипетке вода разбавит отмериваемый для титрования раствор, и концентрация его изменится. Наполняют пипетку, засасывая в нее раствор.

Наполненную пипетку переносят в колбу для титрования и, держа почти вертикально, прислоняют к стенке (рис. 4). Открыв верхнее отверстие, дают раствору стечь, ждут еще примерно 15 с и вынимают пипетку.

Не следует выдувать или вытряхивать последние капли жидкости из пипетки. При калибровании пипетки метку наносят с учетом того, что при свободном истечении жидкости немного ее остается на стенках.

К немерной, или общего назначения, посуде химической лабораторной относятся: изделия, употребляемые с нагревом, — пробирки, стаканы, колбы (плоскодонные, круглодонные, конические) (рис. 5), реторты: употребляемые без нагрева — пробирки (из толстостенного стекла) для центрифугирования, воронки для переливания и фильтрования жидкостей (рис. 6) и делительные воронки (цилиндрические, грушевидные и шарообразные), кристаллизаторы (плоскодонные сосуды), холодильники для охлаждения и конденсации паров и собирания конденсата (специальные и универсальные) и т.д.

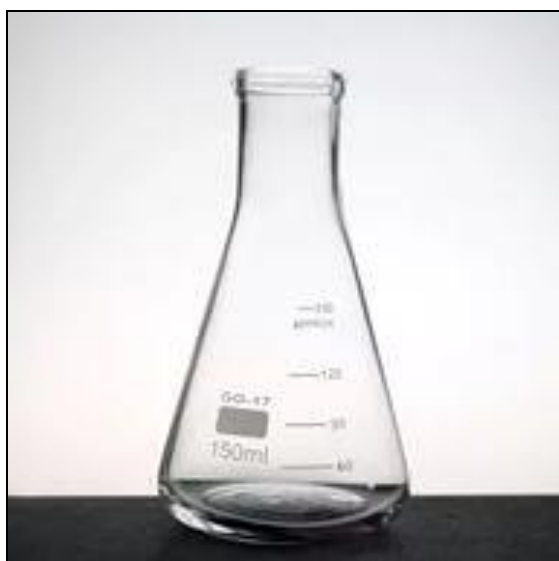


Рис. 5 коническая колба



Рис. 6 воронка для фильтрования

К посуде химической лабораторной *специального назначения* относятся: колбы для дистилляции, аллонжи — изогнутые трубки (для соединения холодильника с приёмником), дефлегматоры (насадки, представляющие собой трубки с расширением и отводом в верхней части; применяются при фракционированной перегонке); колбы грушевидной формы, применяющиеся для определения азота («колбы Кьельдаля»), эксикаторы для медленного высушивания и сохранения веществ и др.

Наиболее распространённый материал для химической посуды — стекло; во многих случаях применяются и др. материалы. Кварцевая посуда необходима при работе с особо чистыми веществами, а также для нагрева до $1200\text{ }^{\circ}\text{C}$, в том числе и под вакуумом. Платиновая посуда химическая лабораторная используется главным образом при работе с фтористоводородной (плавиковой) кислотой.



Фарфоровая посуда химическая лабораторная по сравнению со стеклянной более прочна и термостойка, но непрозрачна и тяжела. Помимо стаканов, чашек (для выпаривания) и тиглей, из фарфора изготавливают ступки, воронки Бюхнера, ложки-шпатели для отбора вещества, лодочки для прокаливания в печи.

Для нагревания при $1200\text{—}3000\text{ }^{\circ}\text{C}$ применяют тигли из высокоогнеупорных материалов (алунд, глинозём, корунд и др.). Нередко посуда химическая лабораторная изготавливается из полимерных материалов (полиэтилен, фторопласт и др.), обладающих химической устойчивостью в сочетании с ценными физико-механическими свойствами. Обычно такая посуда пригодна для работы с агрессивными веществами, например плавиковой кислотой.

2.2 ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

Целью гравиметрического анализа является точное (до постоянной массы) взвешивание гравиметрической формы осадка.

Гравиметрические методы подразделяют на методы выделения, отгонки и осаждения. Наибольшее значения имеют *методы осаждения* – определяемый компонент выделяют в осадок в виде малорастворимого соединения, которое после соответствующей обработки (отделение от раствора, промывание, высушивание или прокаливание) взвешивают.

Расчет результата анализа введут по формуле:

$$\omega, \% = \frac{m(\text{осадка}) \cdot F \cdot 100}{m(\text{навески})}$$

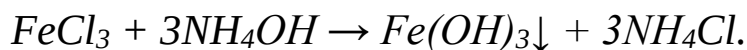
Чаше массу определяемого компонента непосредственно не взвешивают, поэтому для пересчета массы осадка в массу определяемого компонента вводят гравиметрический фактор F :

$$F = \frac{a \cdot M(\text{определяемого вещества})}{b \cdot M(\text{гравиметрической формы})}$$

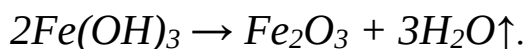
a и b – целые числа, на которые умножают молярные массы, чтобы число молей в числителе и знаменателе было химически эквивалентно; M – молярная масса.

Лабораторная работа №4 ГРАВИМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЖЕЛЕЗА В РАСТВОРЕ

Весовое определение содержания железа основано на осаждении аморфного гидроксида железа, $\text{ПР}(\text{Fe}(\text{OH})_3) = 5 \cdot 10^{-27}$, согласно реакции:



Осаждаемую форму осадка $\text{Fe}(\text{OH})_3$ переводят в весовую форму Fe_2O_3 , путем прокаливания в муфельной печи при 800-900 °С:



Взвешивают осадок Fe_2O_3 и вычисляют содержание железа.

Реактивы, посуда. Раствор хлорида железа (III), $\text{FeCl}_3 \approx 0,2$ н. Раствор азотной кислоты, 2 н HNO_3 . 25% раствор NH_4OH . 2% раствор NH_4NO_3 . Нитрат серебра AgNO_3 . Горячая дистиллированная вода.

Воронка. Беззольный фильтр (белая или красная лента). стакан вместимостью 200 – 250 мл. Промывалка. Стеклянная палочка. Фарфоровый тигель. Эксикатор.

Весы аналитические. Муфельная печь. Электроплитка.

Выполнение работы

Результаты анализа необходимо оформить в виде таблицы.

1. Осаждение. Внести в химический стакан, вместимостью 200-250 мл, полученный анализируемый раствор, содержащий хлорное железо (FeCl_3), подкислить раствором 2 н азотной кислоты - 10 капель (1 мл). Нагревают раствор до начала кипения, но не кипятят. При помешивании палочкой быстро добавить в горячий анализируемый раствор 3 мл 25% раствора NH_4OH до появления слабого запаха аммиака (**выполнять под тягой**). В случае полного осаждения железа после отстаивания наблюдается четкое отделение осадка от раствора, прозрачная жидкость над осадком.

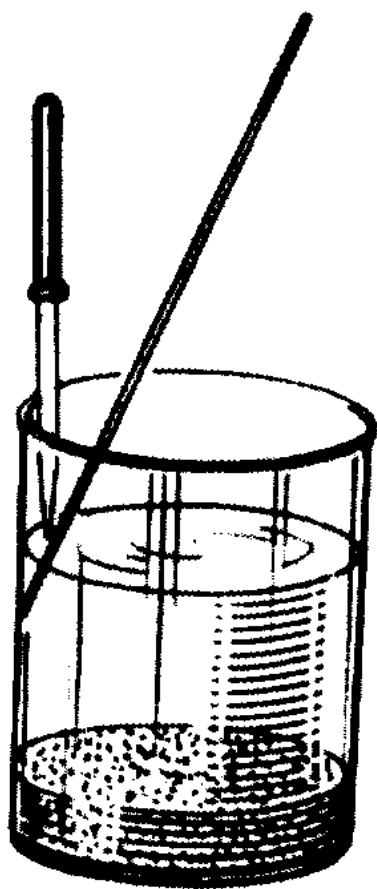


Рис. 7. Выполнение пробы на полноту осаждения

Полноту осаждения проверяют осторожным добавлением 2-3 капель 25% раствора NH_4OH . В случае достижения полноты осаждения отсутствует муть в месте попадания капли гидроксида аммония (рис.7). После чего к анализируемому раствору с осадком добавляют 100 мл горячей воды, перемешивают стеклянной палоч-

кой, дают отстояться 5-7 минут и приступают к фильтрованию.

2. Фильтрование. Фильтровать раствор следует через фильтр средней плотности (белая или красная лента).

Складывание беззольного фильтра. Осторожно перегибают фильтр по диаметру пополам, затем полученный полукруг перегибают еще раз пополам, но так, чтобы боковые линии и верхние четверти круга не совпадали на 3-5 мм. Затем разворачивают фильтр, чтобы образовался конус и вставляют его в стеклянную воронку. Слегка смачивают фильтр дистиллированной водой и осторожно прижимают пальцами края фильтра к стенкам воронки так, чтобы фильтр плотно без зазоров прилегал к воронке одинарным слоем бумаги

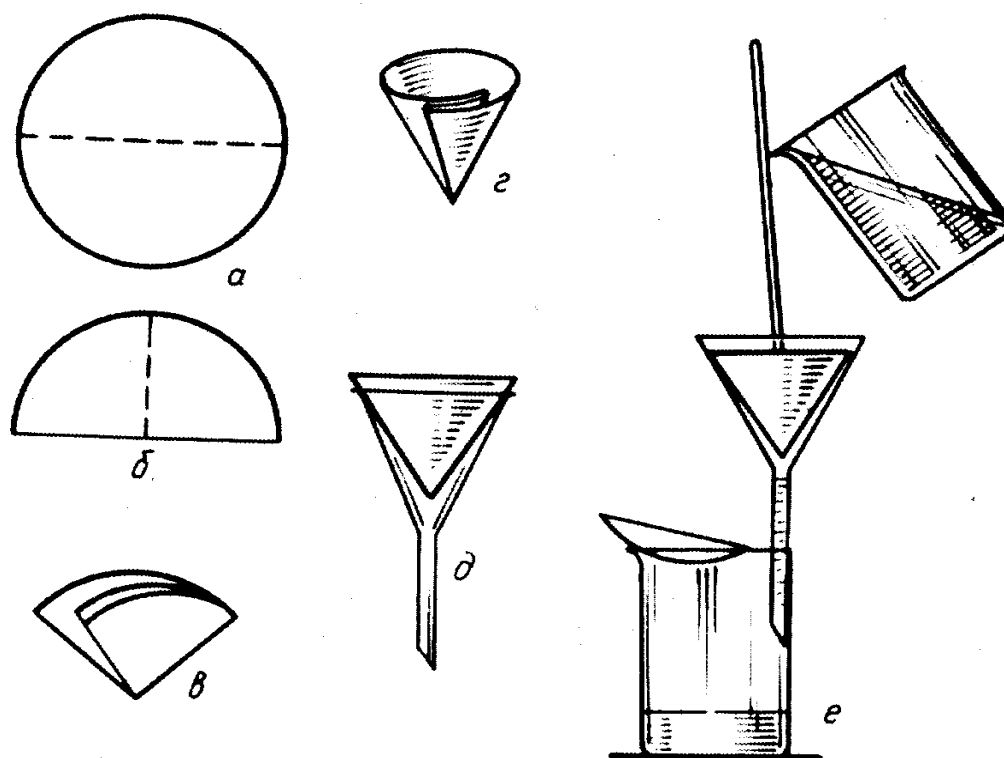


Рис. 8. Складывание беззольного фильтра (а-д) и фильтрование через бумажный фильтр (е)

Воронку с фильтром (рис. 8) вставить в кольцо штатива (воронка должна плотно и устойчиво держаться в кольце), подставить под воронку чистый стакан для сбора фильтрата таким образом, чтобы носик воронки касался внутренней стенки стакана, и приступить к фильтрованию. Сначала на фильтр сливают жидкость с осадка (метод декантации), затем осадок промывают холодным раствором нитрата аммония (2% раствор NH_4NO_3) несколько раз (50 мл). *Палочка должна быть в руке или в стакане, ни в коем случае нельзя класть ее на стол!*

После этого осадок количественно переносят на фильтр и промывают его дистиллированной водой до исчезновения хлорид-ионов (несколько капель фильтрата собрать в пробирку с раствором нитрата серебра – отсутствие мути говорит о полном промывании осадка). Частицы осадка, пристающие к стакану и палочке, снимают кусочками беззольного фильтра и присоединяют к осадку.

3. Высушивание, прокаливание осадка и взвешивание. После того, как осадок количественно собран на фильтрате и промыт, воронку с фильтром и осадком слегка подсушить в сушильном шкафу. Затем фильтр с осадком перенести в прокаленный и взвешенный фарфоровый тигель (рис. 9) и осторожно подсушить на плитке.

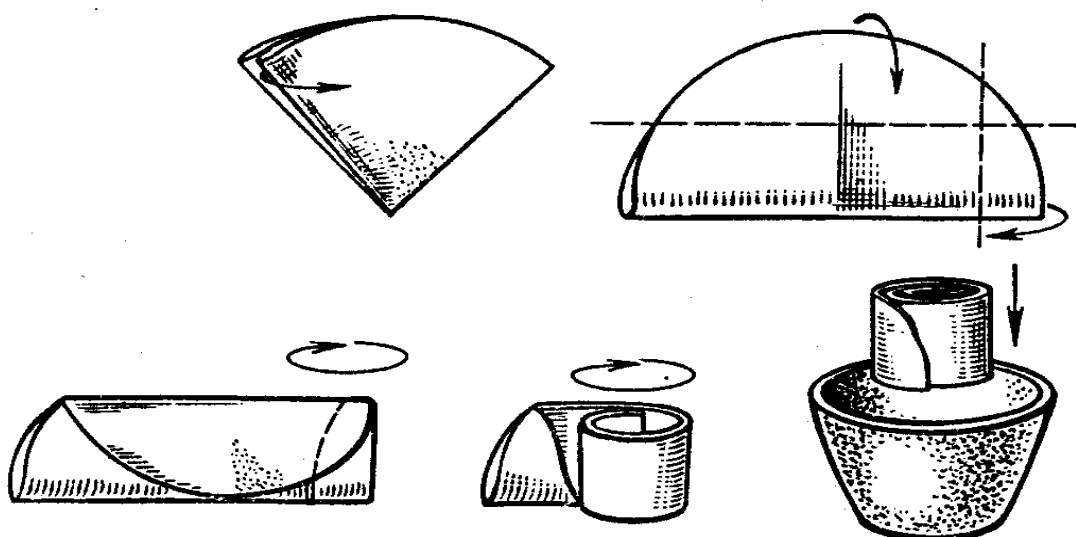


Рис. 9. Заворачивание фильтра с осадком

При помощи тигельных щипцов поместить тигель в муфельную печь и прокаливать до постоянной массы (при 800-900 °С) в течении 20-30 мин. После прокаливания тигель с осадком поместить в эксикатор (рис. 10), где охладить до комнатной температуры и взвесить.

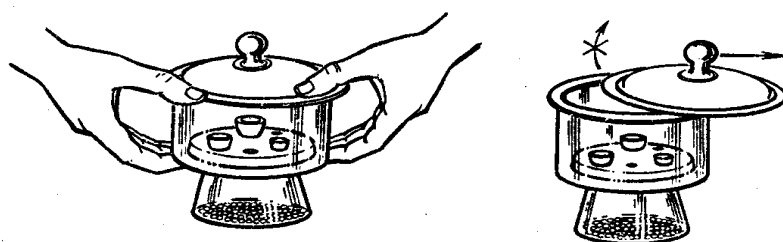


Рис. 10. Способ переноса эксикатора

Запись в лабораторном журнале:

m_1 (масса пустого прокаленного тигля, г)	
m_2 (масса тигля с весовой формой осадка, г)	
m весовой формы осадка (Fe_2O_3), г	
$m(Fe)$	
m' - теоретически вычисленная масса железа, г	
Относительная ошибка, %	

Расчет.

m весовой формы осадка (Fe_2O_3), г = $m_2 - m_1$

Содержание железа $m(Fe)$ определяют по формуле:

$$m(Fe) = m(Fe_2O_3) \cdot F.$$

F – аналитический множитель (фактор пересчета) – отношение величины молярной массы эквивалента определяемого вещества к молярной массе эквивалента весовой формы с учетом стехиометрических коэффициентов: $F(2Fe / Fe_2 O_3) = \frac{2M(Fe)}{M(Fe_2 O_3)}$

Относительную ошибку анализа вычисляют по формуле:

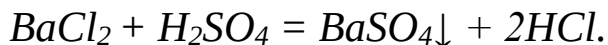
$$Do = \frac{(m(Fe) - m') \cdot 100}{m'(Fe)}$$

где $m(Fe)$ – практически рассчитанная масса железа, г;

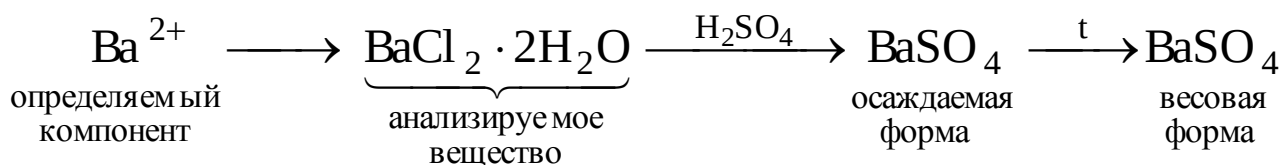
m' - теоретически вычисленная масса железа, г.

Лабораторная работа №5
ОПРЕДЕЛЕНИЕ БАРИЯ В КРИСТАЛЛОГИДРАТЕ
ХЛОРИДА БАРИЯ $BaCl_2 \cdot 2H_2O$

Определение основано на осаждении ионов Ba^{2+} раствором H_2SO_4 :



Сульфат бария является формой осаждения и гравиметрической формой:



Реактивы, посуда. Хлорид бария $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Раствор хлороводородной кислоты – 2 н. Раствор серной кислоты – 2 н. Нитрат серебра AgNO_3 .

Стакан вместимостью 80-100 мл. Стакан вместимостью 200-300 мл. Цилиндр вместимостью 25 мл. Стеклопалочка с резиновым наконечником. Воронка. Фильтр «Синяя лента». Фарфоровый тигель.

Аналитические весы. Сушильный шкаф. Муфельная печь. Электроплитка.

Выполнение работы

Результаты анализа необходимо оформить в виде таблицы.

1. Взятие навески хлорида бария. Навеску соли $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ определяют, исходя из того, что осадок сульфата бария кристаллический, поэтому вес его должен лежать в пределах 0,5 г.

На аналитических весах взвесить чистый и сухой тигель, затем взвесить на технических весах навеску $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, равную приблизительно 0,5 г. Точно взвесить тигель с навеской на аналитических весах. Результат записать в таблицу.

2. Растворение навески. Взятую навеску перенести в химический стакан емкостью 200-300 мл, стенки и дно тигля промыть дистиллированной водой, сливая промывные воды в тот же стакан. После того, как все вещество переведено в стакан, раствор в стакане разбавить водой до 80-100 мл, подкислить раствором 2 н HCl (3-5 мл) для предотвращения образования коллоидного раствора.

3. Осаждение. Во втором стакане вместимостью 100 мл приготовить раствор осадителя: 5-6 мл 2 н раствора серной кислоты разбавить 25-30 мл дистиллированной воды. Анализируемый раствор и раствор осадителя нагреть почти до кипения на электроплитке.

Снять стакан и **медленно** провести осаждение, приливая по стеклянной палочке отдельными каплями раствор осадителя при

постоянном перемешивании раствора. **1-2 мл раствора осадителя необходимо сохранить для проверки полноты осаждения.**

Растворы оставить стоять, пока жидкость над осадком не станет прозрачной. Затем проверить на **полноту осаждения**: приставить к стенке стакана палочку так, чтобы нижний конец ее касался стенки стакана немного выше уровня жидкости, и прилить несколько капель оставшегося осадителя, следя за тем, не будет ли помутнения в прозрачном слое жидкости над осадком (рис. 7, с.46). Если помутнения не наблюдается, то осаждение закончено.

В противном случае дополнительно по каплям вводят осадитель (1 мл 2 н раствора серной кислоты разбавить 5 мл воды), продолжая нагревание и все время перемешивая раствор. Затем снова проверить полноту осаждения.

После этого стакан с осадком и находящейся в ней палочкой накрыть бумагой и оставить «*созревать*» до следующего занятия.

4. Фильтрация и промывание осадка. Так как осадок BaSO_4 мелкокристаллический, то для фильтрации осадка берут самый плотный беззольный фильтр – «синяя лента».

Воронку с фильтром вставить в кольцо штатива (воронка должна плотно и устойчиво держаться в кольце), подставить под воронку чистый стакан для сбора фильтрата таким образом, чтобы носик воронки касался внутренней стенки стакана, и приступить к фильтрации. Осадок должен находиться на дне стакана, его не следует взмучивать (если взмутить осадок, то после внесения на фильтр первых порций жидкости с осадком фильтрация сильно замедлится, так как частицы осадка забьют поры фильтра).

Фильтрация методом декантации заключается в том, что осадок не сразу переносится на фильтр, а сначала сливается прозрачная жидкость с осадка на фильтр, а осадок остается на дне стакана.

Сливание жидкости с осадка следует производить по стеклянной палочке, избегая взмучивания осадка (рис. 8, с.47). ***Палочка должна быть в руке или в стакане, ни в коем случае нельзя класть ее на стол!***

После того как вся прозрачная жидкость будет слита с осадка, следует внимательно просмотреть фильтрат: не проскочили ли частицы осадка, и если жидкость абсолютна прозрачна и не нужна

для дальнейшей работы, ее следует вылить и поставить под воронку пустой стакан. Если при перенесении на фильтр первых порций жидкости с осадком наблюдается частичное прохождение его через фильтр, то необходимо перефильтровать фильтрат через тот же фильтр. После этого приступить к промыванию осадка и перенесению его на фильтр.

Промывание осадка. Для промывания осадка следует приготовить *промывную жидкость*: к 200-300 мл дистиллированной воды добавить 4-5 капель 2 н серной кислоты, стакан с жидкостью нагреть.

К осадку прилить 20-30 мл промывной жидкости, перемешать палочкой, дать осадку отстояться и декантировать жидкость на фильтр. Промывание следует повторить 3-4 раза.

Затем с помощью нитрата серебра, проверить *полноту промывания осадка (для проверки на присутствие ионов Cl^-)*: несколько капель фильтрата собрать в пробирку с раствором нитрата серебра. Удаление ионов хлора необходимо, так как они могут дать летучее соединение, в результате чего анализ будет не точным.

Отмыв осадок от ионов хлора, количественно, без потерь перенести его на фильтр. Для этого налить в осадок небольшую порцию горячей воды без серной кислоты, взмутить осадок и полученную суспензию осторожно слить на фильтр по стеклянной палочке, следя, чтобы не потерять ни одной капли раствора. Неоднократно обмыть стакан небольшими порциями дистиллированной воды, каждый раз сливая ее на фильтр. Частицы осадка оттереть резиновым наконечником палочки и смыть на фильтр. Когда стакан будет совершенно чист, обмыть палочку над фильтром, обтереть кусочком фильтровальной бумаги и положить в воронку с осадком.

5. Высушивание и прокаливание осадка. Воронку с фильтром помещают на небольшое время в сушильный шкаф (температура 100-150°C). Фильтр после подсушивания должен оставаться слегка влажным; если он пересохнет, то станет ломким и будет невозможно без потерь перенести его вместе с осадком в тигель.

После того, как фильтр с осадком подсушен, его извлекают из воронки. Отделяют фильтр от стенок воронки и загибают их над осадком, полностью закрывая осадок (рис. 9, с. 48). Пакетик с осад-

ком помещают в тигель, предварительно доведенный до постоянной массы, и озоляют на электроплитке.

Доведение тиглей до постоянной массы. Важной операцией в гравиметрии является доведение тиглей до постоянной массы, эта операция длительна и потому проводится параллельно с другими операциями с самого начала проведения гравиметрического определения. Чистый тигель прокаливают в муфельной печи в течение часа в тех температурных условиях, в которых будут прокаливать осадок. Затем тигель с помощью тигельных щипцов переносят в эксикатор – специальный сосуд, служащий для защиты предметов от поглощения влаги из воздуха. В нижней части эксикатора находится осушающее вещество. Эксикатор снабжен притертой крышкой; чтобы открыть или закрыть эксикатор, крышку, шлиф которой смазан вазелином, сдвигают в сторону (рис.10, с.48).

Если в эксикатор помещают сильно нагретый тигель, то не следует сразу плотно его закрывать, нужно слегка сдвинуть крышку для выхода воздуха, а затем уже плотно закрыть. Тигель охлаждают в эксикаторе до температуры весовой комнаты и взвешивают. После этого повторяют прокаливание тигля в течение 15 мин, охлаждают в эксикаторе и вновь взвешивают. Операцию повторяют до тех пор, пока два взвешивания будут отличаться друг от друга не более чем на 0,2 мг.

В процессе работы тигель должен находиться либо в муфельной печи, либо в эксикаторе, либо на чашке весов при взвешивании. Хранить его на воздухе недопустимо!

После озоления, тигель с осадком поместить в муфельную печь и прокалить при 600-800 °С в течение 25-30 минут, дать остыть в эксикаторе и взвесить тигль с осадком на аналитических весах. Повторить прокаливание тигля с осадком по 15-20 минут до тех пор, пока не будет достигнута постоянная масса тигля. Результаты занести в таблицу.

6. Расчет

$$\omega(\text{Ba}), \% = \frac{m(\text{осадка}) \cdot F \cdot 100}{m(\text{навески})},$$

$$F - \text{фактор пересчета:} \quad F(\text{Ba} / \text{BaSO}_4) = \frac{M(\text{Ba})}{M(\text{BaSO}_4)}.$$

Величина	Значение
Номер варианта	
Масса пустого тигля, г	
Масса тигля с навеской, г	
Навеска $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, г	
Номер большого тигля	
Масса пустого тигля после: 1-го прокаливания 2-го прокаливания 3-го прокаливания	
Масса тигля с осадком BaSO_4 после: 1-го прокаливания 2-го прокаливания 3-го прокаливания	
Масса прокаленного осадка BaSO_4 , г	

Вопросы для самоконтроля

1. Как и для чего проводят полноту осаждения BaSO_4 и полноту промывания этого осадка?
2. Фильтрование. Способы фильтрования. Беззольные фильтры, их виды и назначение.
3. Что такое декантация и в чем заключается ее преимущество перед обычным фильтрованием?
4. Почему осадок иногда промывают не чистой водой, а добавляют одноименный с осадком ион? От чего зависит состав промывной жидкости?
5. Определите наиболее пригодную форму осаждения при определении ионов: а) кальция; б) свинца; в) железа; г) бария; д) магния; е) сульфат-иона; ж) фосфат-иона.
6. Какие соединения используют в качестве гравиметрической формы при определении ионов: а) кальция; б) свинца; в) железа; г) бария; д) магния; е) сульфат-иона; ж) фосфат-иона.

2.3 ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

Этот метод основан на точном измерении объема раствора титранта, затраченного на реакцию с определяемым компонентом.

Процесс постепенного приливания раствора-титранта к раствору анализируемого вещества называют *титрованием*.

Титранты (иначе стандартные растворы) – это растворы концентрация которых точно известна. По способу приготовления стандартные растворы бывают двух видов:

1. *Первичные стандарты* (стандартные или точные растворы) - это растворы, приготовленные из навески исходного вещества, точно взятой на аналитических весах до 0,0001г.

2. *Вторичные стандарты* (установленные, рабочие) - это растворы, титр и нормальность которых устанавливают с помощью стандартных растворов методом титрования.

Точку эквивалентности (момент окончания реакции) обычно устанавливают по изменению окраски индикатора (индикаторный способ) или по изменению физико-химических свойств раствора – флуоресценции, оптической плотности, потенциала, удельной электропроводности, силы тока, радиоактивности и др. (инструментальный способ).

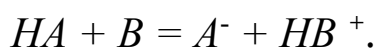
Расчеты в титриметрическом анализе ведут по формуле:

$$C_{э(x)}_1 \cdot V_1 = C_{э(x)}_2 \cdot V_2$$

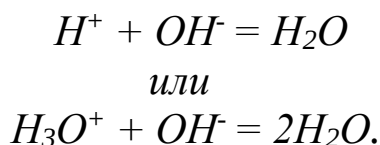
где $C_{э(x)}$ – молярная концентрация эквивалента; V – объем, мл.

2.3.1 Кислотно-основное титрование (метод нейтрализации)

Это метод определения кислот, оснований, солей, оснований на реакции взаимодействия между протолитами – кислотой НА и основанием В:



В водных растворах – это реакция нейтрализации



Титрантами метода являются растворы сильных кислот и оснований: HCl, H₂SO₄, NaOH, KOH. Эти вещества не соответствуют требованиям, предъявляемым к первичным стандартным растворам, поэтому концентрацию титрантов устанавливают стандартизацией их растворов.

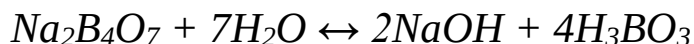
В качестве первичных стандартов чаще всего используют для стандартизации кислот - безводный карбонат натрия Na₂CO₃, буру Na₂B₄O₇ · 10H₂O, а для стандартизации оснований - дигидрат щавелевой кислоты H₂C₂O₄ · 2H₂O и некоторые другие.

Лабораторная работа №6

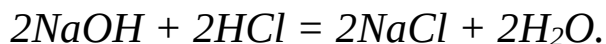
ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЛИЧЕСТВА ЩЕЛОЧИ В РАСТВОРЕ

Определение количества щелочи в растворе проводят путем прямого титрования анализируемого раствора рабочим раствором хлороводородной кислоты в присутствии кислотно-основного индикатора – метилового оранжевого.

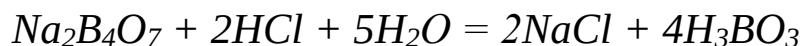
Водный раствор Na₂B₄O₇ · 10H₂O вследствие протолиза имеет щелочную реакцию:



Поэтому его можно титровать кислотами:



В ходе титрования равновесие смещается вправо, и все новые количества щелочи поступают в раствор до тех пор, пока соль полностью не прореагирует. Из суммарного уравнения:



видно, что в результате реакции накапливается слабая ортоборная кислота. Следовательно, pH раствора в точке эквивалентности будет несколько меньше 7 и для титрования следует взять метиловый оранжевый.

Реактивы, посуда. Тетраборат натрия (бура), $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ - 0,1н. Хлороводородная кислота, HCl - 0,1н. Гидроксид натрия, NaOH - 0,1н. Метиловый оранжевый, 0,1%-ный водный раствор.

Тигель. Мерная колба вместимостью 100 мл. Пипетка вместимостью 10 мл. Колбы для титрования (3 шт.). Химические стаканы (2 шт.). Бюретка.

Выполнение работы

1. Приготовление первичного стандартного раствора тетрабората натрия (буры). Необходимо приготовить 100 мл 0,1 н раствора буры из $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$.

Расчет и взятие навески. Навеску рассчитывают по формуле:

$$m = C_{\text{э}}(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) \cdot V \cdot M_{\text{э}}(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O})$$

где $C_{\text{э}}$ – молярная концентрация эквивалента; V – объем, в литрах, $M_{\text{э}}$ – молярная масса эквивалента.

$$M_{\text{э}}(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = 1/z \cdot M(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O})$$

Взвесить рассчитанное количество тетрабората натрия (буры): для этого взвесить чистый сухой тигель на технических, а затем на аналитических весах. После этого на технических весах отвесить количество буры, приблизительно равное рассчитанному, а на аналитических весах найти точную навеску буры.

Запись в лабораторном журнале:

Взятие навески буры:

m (пустого тигля) = г;

m (тигля+навеска) = г;

m (навески) = m (тигля+навеска) - m (пустого тигля) = г.

Растворение навески. Взятую навеску буры осторожно перенести в химический стакан, оставшиеся крупинки смыть в стакан и растворить буру горячей дистиллированной водой (50 мл). После растворения буры, раствор перелить в чистую мерную колбу, дать

раствору остыть до комнатной температуры и долить дистиллированной водой до метки. Полученный раствор тщательно перемешать.

Расчет титра и молярной концентрации эквивалента приготовленного раствора.

$$T(\text{буры}) = \frac{m}{V}, \quad \text{г/мл} \quad \text{с точностью до 5-го знака после запятой}$$

где m – навеска буры, г; V – объем мерной колбы, мл.

$$C_{\text{э}}(\text{буры}) = \frac{T \cdot 1000}{M_{\text{э}}(\text{буры})} \quad \text{с точностью до 4-го знака после запятой}$$

где T – титр буры, г/мл; $M_{\text{э}}$ – молярная масса эквивалента буры.

2. Приготовление вторичного стандартного раствора хлороводородной кислоты.

1 способ приготовления раствора из концентрированного раствора кислоты. Рассчитать, какой объем раствора HCl неизвестной концентрации потребуется для приготовления 250 мл 0,1н раствора кислоты.

1. С помощью ареометра определить плотность раствора хлороводородной кислоты, имеющейся в лаборатории. Найти по справочнику соответствующую ей процентную концентрацию.

2. Рассчитать, сколько мл этой кислоты необходимо взять для приготовления 0,25 л 0,1 н раствора по формулам:

$$m(\text{HCl}) = C_{\text{э}}(x) \cdot V \cdot M_{\text{э}}(x)$$

$$\omega\%(X) = \frac{m(X) \cdot 100\%}{m(p - pa)} \Rightarrow m(p - pa) = \frac{m(X) \cdot 100\%}{\omega}; \quad m(p - pa \text{ HCl}) = \frac{m(\text{HCl}) \cdot 100\%}{\omega(\text{HCl})}$$

$$m = V \cdot \rho \Rightarrow V = \frac{m}{\rho};$$

3. Отмерить объем концентрированной кислоты градуированной пробиркой и перелить в мерную колбу на 250 мл. Объем довести до метки дистиллированной водой и перемешать.

2 способ приготовления хлороводородной кислоты из фиксанала. Приготовление стандартного раствора из фиксанала заключается в том, чтобы количественно перенести содержимое ампулы в мерную колбу вместимостью 1 л и довести полученный раствор до метки дистиллированной водой.

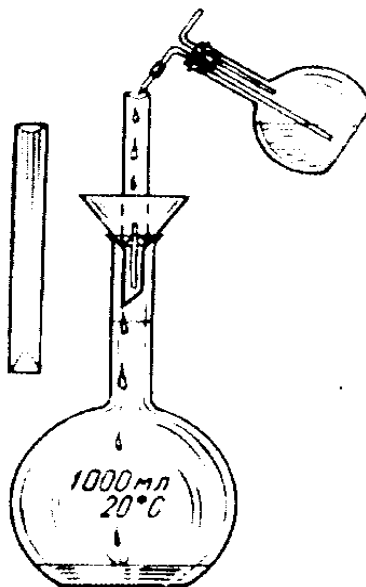


Рис. 11. Приготовление раствора фиксанала

В горло мерной колбы вставить воронку, снабженную специальным шипом (бойком), с помощью которого прокалывают тонкостенное дно ампулы. Затем с помощью острой стеклянной палочки пробить стенку ампулы в небольшом углублении в верхней ее части. Через образовавшееся отверстие обмыть внутреннюю поверхность ампулы струей дистиллированной воды из промывалки (рис. 11). Воронку также многократно ополоснуть водой и удалить из колбы. Полученный раствор довести до метки дистиллированной водой и тщательно перемешать.

3. Стандартизация раствора хлороводородной кислоты по тетраборату натрия (по буре). Титрование проводят с метиловым оранжевым, приливая кислоту из бюретки к раствору тетрабората натрия.

Тщательно вымытую бюретку ополоснуть небольшими порциями кислоты для удаления остатков воды. Пользуясь воронкой, наполнить бюретку кислотой так, чтобы мениск ее был несколько выше нулевого деления. Удалить пузырьки воздуха и установить нижний край мениска на нулевом делении.

Чистую пипетку вместимостью на 10 мл ополоснуть раствором буры и отмерить 10 мл раствора буры в три конические колбы для титрования (рис. 4, раздел химическая посуда). Добавить к отмеренным растворам буры по одной капле метилового оранжевого.

На основание штатива положить лист белой бумаги, подставить одну из колб с исходным раствором буры под бюретку и при-

ступить к титрованию, соблюдая все правила (с. 40-42). Первое титрование считать ориентировочным. Но затем необходимо добиться того, чтобы желтая окраска метилового оранжевого переходила **в бледно-розовую** от одной избыточной капли кислоты.

Оттитровать два других раствора. Каждое титрование проводить от нулевого деления бюретки. Результаты титрования должны отличаться друг от друга не более чем на 0,1 – 0,2 мл. Результаты титрования занести в журнал.

Запись в лабораторном журнале:

На титрование 10 мл $\text{Na}_2\text{B}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ пошло HCl :

$V_1 =$ мл

$V_2 =$ мл $V_{\text{среднее}} =$ мл

$V_3 =$ мл

Из 2-3 отсчетов взять среднее арифметическое и вычислить концентрацию раствора кислоты.

$$C_{\text{э(бурь)}} \cdot V(\text{бурь}) = C_{\text{э(HCl)}} \cdot V(\text{HCl})$$

$$C_{\text{э(HCl)}} = \frac{C(\text{бурь}) \cdot V(\text{бурь})}{V(\text{HCl})}$$

4. Определение количества щелочи в растворе

Полученный для определения в мерной колбе раствор щелочи разбавить дистиллированной водой до метки. Перелить в коническую колбу на 250 мл для перемешивания.

Промыть чистую пипетку анализируемым раствором щелочи. В три конические колбы для титрования внести по 10 мл исследуемого раствора щелочи и добавить каплю метилового оранжевого. Титровать раствором кислоты до перехода от одной капли желтой окраски индикатора в бледно-розовую.

Титрование повторить 3-4 раза.

Запись в лабораторном журнале:

На титрование 10 мл NaOH пошло HCl :

$V_1 =$ мл

$V_2 =$ мл $V_{\text{среднее}} =$ мл

$V_3 =$ мл

По результатам титрования вычислить *молярную концентрацию эквивалента, титр и количество щелочи* в 100 мл анализируемого раствора по формулам:

$$C_{\text{э}}(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH}) = C_{\text{э}}(\text{HCl}) \cdot V(\text{HCl})$$

Титр вычисляется по формуле:

$$T(\text{NaOH}) = \frac{C_{\text{э}}(\text{NaOH}) \cdot M_{\text{э}}(\text{NaOH})}{1000}$$

Количество щелочи в растворе определяют:

$$m(\text{NaOH}) = T(\text{NaOH}) \cdot V_{\text{мерной колбы}}$$

где V - объем мерной колбы, равной 100 мл.

Вопросы и задачи для самоконтроля

1. Сущность титриметрии и необходимые условия для проведения титрования. Преимущества перед гравиметрией. Классификация методов.
2. Вычислить титр 0,1н растворов: а) H_2SO_4 ; б) $\text{Ca}(\text{OH})_2$; в) Na_2CO_3 ; г) $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.
3. Сколько мл 0,3н раствора $\text{Ba}(\text{OH})_2$ требуется для нейтрализации 45 мл 0,5н раствора H_2SO_4 ?
4. Рабочие титрованные растворы, их виды. Какие вещества называются стандартными? Требования, предъявляемые к ним?
5. Какие измерительные приборы и посуду применяют в титриметрии?
6. Что такое фиксагалы и как из них готовят титрованные растворы?
7. Что такое метод пипетирования и метод отдельных навесок?
8. Механизм изменения окраски кислотно – основных индикаторов с точки зрения ионно – хромофорной теории.
9. Что такое область перехода, показатель титрования индикатора?
10. Индикаторные ошибки титрования, их расчет.
11. На титрование раствора, полученного растворением 3,1580 г КОН в 500 мл раствора, расходуется 27,45 мл раствора HCl , с концентрацией равной 1,9655 моль/л. Вычислите массовую долю (%) КОН в образце.

2.3.2 Перманганатометрия

Метод окислительно-восстановительного титрования, в котором титрантом служит раствор перманганата калия. В сильноокислой среде перманганат-ионы обладают высоким окислительно-восстановительным потенциалом, восстанавливаясь до $Mn(II)$. Их применяют для определения многих восстановителей:

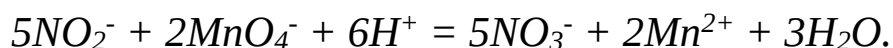


В процессе титрования анализируемого раствора восстановителя малиново-фиолетовая окраска раствора перманганата обесцвечивается. Однако после достижения точки эквивалентности первая же избыточная капля раствора перманганата окрашивает титруемую жидкость в розовый цвет.

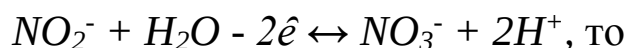
При титровании перманганатом калия, как правило, не применяют индикаторы, так как реагент сам окрашен и является чувствительным индикатором: 0,1 мл 0,01 М раствора $KMnO_4$ окрашивает 100 мл воды в бледно-розовый цвет.

Лабораторная работа №7 ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЛИЧЕСТВА НИТРИТ-ИОНОВ В РАСТВОРЕ

Определение нитритов основано на реакции:



Поскольку окисление NO_2^- до NO_3^- идет по уравнению:



Молярная масса эквивалентов нитрита натрия равна половине его молярной массы.

При определении нитрит-ионов обычно используют метод *обратного титрования* – титруют избыток не вошедшего в реакцию перманганата калия. В горячем кислом растворе нитриты легко

окисляются до нитратов. Подкислять раствор нитрита недопустимо, т.к. при этом образуются летучие оксиды – NO_2 и NO . Поэтому подкисляют раствор перманганата калия и к определенному объему его, взятому в избытке, приливают известный объем раствора, содержащего нитрит-ионы.

Реактивы, посуда. Перманганат калия KMnO_4 - 0,02 н. Оксалат аммония $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$. Серная кислота H_2SO_4 – 2 н; разбавленный раствор серной кислоты (1:4). Раствор NaNO_2 – 0,02 н. Дистиллированная вода.

Мерная колба вместимостью 100 мл. Бюретка. Конические колбы для титрования (3 шт.). Пипетка вместимостью 10 мл. Цилиндр мерный вместимостью 100 мл. Химический стакан вместимостью 50-100 мл. Фарфоровый тигель. Электроплитка.

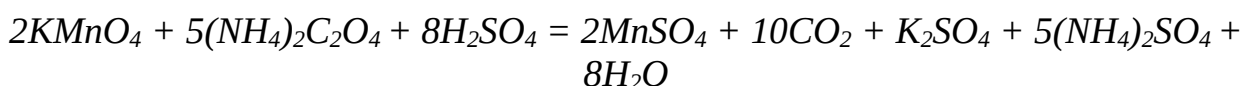
Выполнение работы

1. Приготовление первичного стандартного раствора оксалата аммония.

Приготовить 100 мл 0,05 н раствора оксалата аммония из $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$.

Расчет и взятие навески. Навеску рассчитать по формуле:

$$m = C_{\text{э}} \cdot V \cdot M_{\text{э}},$$



В этой реакции окисляются анионы $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$. Каждый из них теряет 2 электрона, превращаясь в две электронейтральные молекулы CO_2 . Отсюда эквивалентное число оксалата аммония будет равно двум:

$$M_{\text{э}} (\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O} = 1/2 \cdot M((\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O})$$

Взвесить рассчитанное количество оксалата аммония, для этого взвесить чистый сухой тигель на технических, а затем на аналитических весах. После этого на технических весах отвесить количество оксалата аммония, приблизительно равное рассчитанному, а на аналитических весах найти точную навеску оксалата аммония:

Запись в лабораторном журнале:*m (пустого тигля) = г**m (тигля + навеска) = г**m (навески) = г.*

Взятую навеску осторожно перенести в химический стакан, оставшиеся крупинки смыть в стакан и разбавить горячей дистиллированной водой (50 мл). После растворения всей навески, раствор перелить в чистую мерную колбу, дать раствору остыть до комнатной температуры и довести дистиллированной водой до метки. Полученный раствор тщательно перемешать.

Расчет титра и молярной концентрации эквивалента приготовленного раствора:

$$T(x) = \frac{m(x)}{V} \quad \text{г/мл}$$

где m – навеска оксалата аммония, г; V – объем мерной колбы, мл

$$C_{\text{э}}(x) = \frac{T(x) \cdot 1000}{M_{\text{э}}(x)}$$

где T – титр оксалата аммония, г/мл; $M_{\text{э}}$ – молярная масса эквивалента оксалата аммония.

2. Стандартизация раствора перманганата калия. Бюретку хорошо вымыть, ополоснуть раствором KMnO_4 и наполнить им бюретку до нулевого деления.

В три конические колбы для титрования отмерить пипеткой по 10 мл приготовленного раствора оксалата аммония, в каждую колбу, используя мерную пробирку, добавить 10 мл 2 н H_2SO_4 . Взять одну из колб и нагреть смесь до 70-80 °С (до появления дымка над колбой).

Горячий раствор оттитровать перманганатом калия, причем в начале титрования следующую каплю прибавляют лишь после того, как совершенно исчезла окраска от предыдущей капли. Затем, по мере накопления в растворе ионов Mn^{2+} , увеличить скорость титрования. Титровать до появления бледно-розовой окраски, устойчивой в течение 30 с. В ходе реакции накапливаются ионы Mn^{2+} , которые являются катализаторами для этой реакции (реакция автокаталитическая).

Оттитровать следующие два раствора, предварительно нагревая растворы перед титрованием.

Запись в лабораторном журнале:

На титрование 10 мл оксалата аммония $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ пошло KMnO_4 :

$$V_1 = \quad \text{мл}$$

$$V_2 = \quad \text{мл} \quad V_{\text{среднее}} = \quad \text{мл}$$

$$V_3 = \quad \text{мл}$$

Вычислить по результатам титрования молярную концентрацию эквивалента перманганата калия.

$$C_{\text{э}}(\text{KMnO}_4) \cdot V(\text{KMnO}_4) = C_{\text{э}}((\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4) \cdot V((\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4)$$

3. Определение содержания нитрит-ионов в растворе.

Рассчитать массу навески нитрита натрия для приготовления 100 мл раствора $C_{\text{э}}(\text{NaNO}_2) = 0,02 \text{ н.}$

$$m(\text{NaNO}_2) = C_{\text{э}}(\text{NaNO}_2) \cdot M_{\text{э}}(\text{NaNO}_2) \cdot V_{\text{м.к.}},$$

где $C_{\text{э}}(\text{NaNO}_2)$ – молярная концентрация эквивалентов раствора NaNO_2 ;

$M_{\text{э}}(\text{NaNO}_2)$ – молярная масса эквивалентов NaNO_2 , г/моль;

$V_{\text{м.к.}}$ – вместимость мерной колбы, мл.

Взвесить на аналитических весах навеску нитрита натрия, перенести количественно в мерную колбу и довести до метки дистиллированной водой.

Заполнить бюретку до нулевого деления раствором нитрита натрия, удалите воздух из носика бюретки.

В три конические колбы вместимостью 250 мл отобрать точно пипеткой по 10 мл рабочего раствора перманганата калия и 10 мл разбавленный раствор серной кислоты (1:4). Добавить в этот раствор 100 мл дистиллированной воды и, слегка нагрев (до 40°C), титруют раствором нитрита натрия розовый раствор до обесцвечивания от одной капли.

Оттитровать следующие два раствора, предварительно нагревая растворы перед титрованием.

Запись в лабораторном журнале:

На титрование 10 мл KMnO_4 пошло NaNO_2 :

$V_1 =$ мл

$V_2 =$ мл $V_{\text{среднее}} =$ мл

$V_3 =$ мл

По данным титрования рассчитать массу нитрита натрия в контрольном растворе:

$$m(\text{NaNO}_2) = \frac{C_{\text{э}}(\text{KMnO}_4) \cdot V(\text{KMnO}_4) \cdot M_{\text{э}}(\text{NaNO}_2) \cdot V_{\text{м.к.}}}{1000 \cdot V(\text{NaNO}_2)},$$

где $M_{\text{э}}(\text{NaNO}_2) = \frac{1}{2} \cdot M(\text{NaNO}_2)$;

$C_{\text{э}}(\text{KMnO}_4)$ – молярная концентрация эквивалента (смотрите расчет в пункте 2);

$V(\text{KMnO}_4)$ – объем раствора KMnO_4 , взятый для анализа, мл;

$V_{\text{м.к.}}$ – объем мерной колбы, 100 мл;

$V(\text{NaNO}_2)$ – объем раствора NaNO_2 , израсходованный на титрование, мл.

Массовую долю нитрита в растворе рассчитывают по формуле:

$$w(\text{NaNO}_2) = \frac{m(\text{NaNO}_2) \cdot 100}{m(\text{навески})}$$

Вопросы и задачи для самоконтроля

1. Можно ли приготовить точный титрованный раствор перманганата калия? Почему?

2. По какому признаку устанавливают точку эквивалентности в методе перманганатометрии?

3. Рассчитайте молярные массы эквивалентов окислителей и восстановителей, исходя из уравнений:



4. Какие из перечисленных реактивов наиболее часто используются как установочные вещества при определении молярной концен-

трации эквивалента KMnO_4 ; As_2O_3 ; KIO_3 ; $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$; $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$; $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$; $\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$?

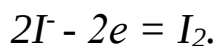
5. Почему при титровании оксалата натрия или щавелевой кислоты перманганатом калия первые капли титранта обесцвечиваются медленно?

2.3.3 Йодометрия

Атомы йода обладают свойством отнимать электроны у веществ-восстановителей. Поэтому элементарный йод обычно ведет себя в реакциях как окислитель:



Анионы I^- , наоборот, легко отдают свои электроны веществам-окислителям и, следовательно, являются в реакциях восстановителями:



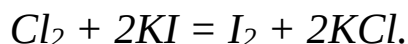
Эти свойства йода и его ионов I^- лежат в основе йодометрии. Методы, основанные на прямом окислении веществ раствором йода, называют йодиметрическими.

В качестве индикатора в йодометрии применяют свежеприготовленный 1%-й раствор крахмала. Если к раствору восстановителя прибавить крахмал и титровать йодом, то после достижения точки эквивалентности избыточная капля йода вызовет неисчезающую синюю окраску. Можно поступить и наоборот, т.е. к раствору йода в присутствии крахмала постепенно приливать восстановитель. В этом случае точку эквивалентности определяют по обесцвечиванию синей окраски.

Крахмал следует добавлять в титруемый раствор лишь тогда, когда основное количество йода уже оттитровано, иначе крахмал образует настолько прочное соединение с избытком йода, что наблюдается перерасход тиосульфата натрия.

Лабораторная работа №8 ОПРЕДЕЛЕНИЕ СВОБОДНОГО ХЛОРА В ВОДОПРОВОДНОЙ ВОДЕ

Определение основано на свойстве хлора вытеснять эквивалентное количество свободного йода из иодидов:



По расходу раствора тиосульфата натрия на титрование йода легко вычислить содержание свободного хлора в воде.

Реактивы, посуда. Тиосульфат натрия $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. Перманганат калия KMnO_4 – 0,1 н. Иодид калия KI – 10%-ный раствор. Серная кислота H_2SO_4 – 2 н. Крахмал 1%-ный раствор. Водопроводная вода.

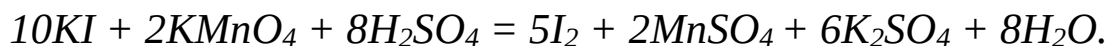
Мерная колба вместимостью 100 мл. Колба коническая вместимостью 250-300 мл. Пипетка вместимостью 10-20 мл. Бюретка. Цилиндр мерный вместимостью 20 мл. Стекло часовое.

Выполнение работы

1. Стандартизация раствора тиосульфата натрия $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

Чистую бюретку сполоснуть раствором $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ и заполнить бюретку раствором до нулевой отметки. Отсчет делать по нижнему краю мениска.

В три конические колбы внести 10 мл 10%-го раствора KI , мерной пробиркой отмерить 10 мл 2н раствора H_2SO_4 и *с помощью пипетки* 10 мл стандартизованного раствора перманганата калия. В результате реакции выделяется свободный иод:



Накрыв колбы стеклом и защитив от прямых солнечных лучей, оставить колбы на 5 мин для завершения реакции (убрать колбы в тумбочку стола).

После этого разбавить смесь 100 мл воды.

Медленно при перемешивании приливать из бюретки раствор тиосульфата натрия до перехода темно-бурой окраски жидкости в соломенно-желтую. Добившись этого, прибавить 3 мл крахмала и продолжить титровать раствором тиосульфата. Когда окраска жидкости станет чисто синей, осторожно прибавить тиосульфат натрия,

взбалтывая содержимое колбы после каждой прибавленной капли. Окраска крахмала должна обесцветиться от одной избыточной капли тиосульфата. Повторить титрование 2-3 раза.

Запись в лабораторном журнале:

На титрование 10 мл KI пошло $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$:

$$V_1 = \quad \text{мл}$$

$$V_2 = \quad \text{мл} \quad V_{\text{среднее}} = \quad \text{мл}$$

$$V_3 = \quad \text{мл}$$

Вычислить по результатам титрования молярную концентрацию эквивалента тиосульфата натрия.

1 эквивалент KMnO_4 выделяет при реакции 1 эквивалент I_2 и на титрование последнего расходуется также 1 эквивалент $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. Таким образом, количества KMnO_4 и $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ оказываются эквивалентными, хотя эти вещества непосредственно не реагируют друг с другом.

$$C_{\text{э}}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = C_{\text{э}}(\text{KMnO}_4) \cdot V(\text{KMnO}_4)$$

2. Определение свободного хлора в водопроводной воде. Отмерить пипеткой 20 мл исследуемой (водопроводной) воды в три конические колбы, прибавить 10 мл 10%-ного раствора KI, подкислить 5 мл 2 н раствора H_2SO_4 , выдержать растворы в темноте 5 мин, титровать выделившийся йод раствором тиосульфата натрия до соломенно-желтой окраски.

Добавить 1 мл крахмала и синий раствор дотитровать до обесцвечивания от одной избыточной капли тиосульфата натрия. Титрование повторить 3-4 раза.

Запись в лабораторном журнале:

На титрование 20 мл исследуемой воды пошло $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$:

$$V_1 = \quad \text{мл}$$

$$V_2 = \quad \text{мл} \quad V_{\text{среднее}} = \quad \text{мл}$$

$$V_3 = \quad \text{мл}$$

Содержание хлора (в г на 1 л воды) вычислить по формуле:

$$T(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 / \text{Cl}_2) = \frac{C_{\text{э}}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot M_{\text{э}}(\text{Cl}_2)}{1000} \quad M_{\text{э}}(\text{Cl}_2) = \frac{M(\text{Cl}_2)}{2},$$

$f(\text{Cl}_2) = 1/2$, т.к. восстановление Cl_2 в Cl^- соответствует схеме: $\text{Cl}_2 - 2e = 2\text{Cl}^-$

$$m = T (\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3/\text{Cl}_2) \cdot V \cdot 50 ,$$

где $T (\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3/\text{Cl}_2)$ – титр раствора тиосульфата натрия по хлору, г/мл; V - объем раствора тиосульфата натрия, затраченного на титрование, мл; 50 – коэффициент для пересчета на 1 л воды.

Вопросы и задачи для самоконтроля

1. Сущность метода йодометрии.
2. Охарактеризуйте пару $2\text{I}^-/\text{I}_2$ с точки зрения ее положения в таблице редокс-потенциалов и возможности применения в анализе.
3. Какие рабочие титрованные растворы и какой индикатор применяют в йодометрии?
4. Как определяют молярную концентрацию эквивалента (нормальную концентрацию) тиосульфата натрия и йода?
5. Составьте уравнение реакции между тиосульфатом натрия и йодом. Какой окислительно-восстановительный процесс происходит при этом? Рассчитайте молярные массы эквивалентов тиосульфата натрия и йода.
6. Почему йодометрические определения не следует вести при нагревании?
7. Почему йодометрические определения нельзя проводить в сильно-щелочной среде?
8. Почему при определении окислителей употребляют большой избыток иодида калия?
9. Почему реакционную смесь перед титрованием держат в темноте в течение 3-5 минут, а колбу закрывают часовым стеклом?
10. Какие факторы и как влияют на устойчивость йода?
11. Можно ли крахмал отнести к редокс-индикаторам?
12. К 30 мл 0,107 н раствора KMnO_4 добавили серную кислоту и избыток KI . На титрование выделившегося при этом йода израсходовали 33,27 мл раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. Определить нормальность раствора тиосульфата натрия и его титр по йоду.

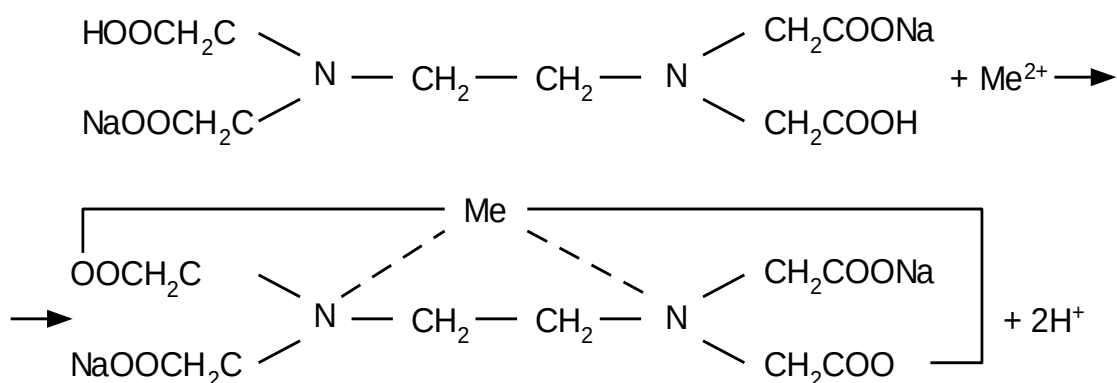
2.3.4 Комплексонометрическое титрование

Комплексонометрическое титрование основано на реакциях, при которых определяемые ионы образуют комплексные соединения с некоторыми органическими соединениями, например с комплексоном.

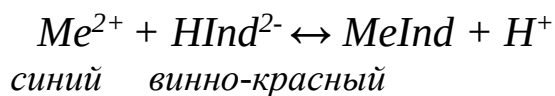
Комплексоны – это класс органических соединений – производных аминополикарбоновых кислот. В практике наиболее широ-

ко применяют динатриевую соль этилендиаминтетрауксусной кислоты – *комплексон III*. Это соединение обозначают сокращенной формулой $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$ или ЭДТА (иногда называемое трилоном Б). Комплексон III образует со многими катионами достаточно прочные и растворимые в воде внутрикомплексные соли.

При комплексонометрическом титровании в результате реакции между катионом металла и комплексоном образуется комплексонат металла:



Точку эквивалентности при комплексонометрическом титровании определяют несколькими способами, но чаще всего используют металлоиндикаторы – хромофорные органические вещества, образующие с ионами металлов интенсивно окрашенные комплексы, например хромоген черный специальный Т. С катионами двухвалентных металлов (магния, кальция и др.) образует комплексы винно-красного цвета:

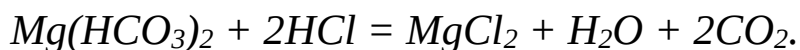
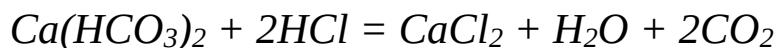


Эти соединения, однако, менее прочны, чем комплексы тех же катионов с комплексоном III. Поэтому при титровании анализируемого раствора комплексоном III ионы металла переходят от индикатора к комплексону III и выделяется свободный ион индикатора, имеющих синюю окраску.

Лабораторная работа №9

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЖЕСТКОСТИ ВОДЫ

Определение временной (карбонатной) жесткости воды основано на титровании анализируемой воды, содержащей соли $\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$ и $\text{Mg}(\text{HCO}_3)_2$, 0,1 н раствором хлороводородной кислоты в присутствии метилоранжа:



Определение общей (некарбонатной) жесткости воды основано на титровании анализируемой воды стандартным раствором ЭДТА с индикатором – эриохром черный Т. Анализируемую воду подщелачивают аммонийной буферной смесью до $\text{pH} \sim 10$. В точке эквивалентности винно-красная окраска индикатора раствора сменяется синей вследствие накопления анионов индикатора.

Реактивы, посуда. Динатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты (ЭДТА). Сульфат магния $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$. Аммиачный буферный раствор. Хлороводородная кислота HCl – 0,1 н, стандартный раствор. Метилоранжевый. Эриохром черный. Анализируемая вода.

Мерная колба вместимостью 100 мл. Пипетка вместимостью 10 мл. Бюретка. Конические колбы вместимостью 250 мл. Цилиндр мерный, вместимостью 50 мл. Градуированная пробирка вместимостью 10 мл. Фарфоровый тигель для взвешивания.

Выполнение работы

1. Определение временной (карбонатной) жесткости воды методом нейтрализации. Бюретку заполнить 0,1 н раствором хлороводородной кислоты.

В три колбы для титрования отмерить пипеткой 50 мл исследуемой воды, добавить 3 капли метилоранжа, тщательно перемешать и оттитровать стандартным раствором хлороводородной кислоты до появления оранжевой окраски. Повторить титрование 2-3 раза.

Запись в лабораторном журнале:

На титрование 50 мл исследуемой воды пошло HCl :

$V_1 =$ мл

$V_2 =$ мл $V_{\text{среднее}} =$ мл

$V_3 =$ мл

Временную (карбонатную) жесткость воды вычислить по формуле в ммоль/л:

$$Ж_{времен.} = \frac{C_{э}(HCl) \cdot V(HCl)}{V(H_2O)} 1000,$$

где $C_{э}$ – молярная концентрация эквивалента раствора хлороводородной кислоты; $V(HCl)$ – объем, затраченный на титрование, мл; $V(H_2O)$ – объем воды (мл), взятый для определения.

2. Приготовление раствора сульфата магния $MgSO_4 \cdot 7H_2O$.

Расчет и взятие навески. Рассчитать навеску для приготовления 100 мл 0,02н раствора $MgSO_4 \cdot 7H_2O$. Навеску рассчитывают по формуле:

$$m = C_{э} \cdot V \cdot M_{э},$$

где $C_{э}$ – молярная концентрация эквивалента $MgSO_4 \cdot 7H_2O$; V – объем в литрах, $M_{э}$ – молярная масса эквивалента.

Отвесить рассчитанное количество сульфата магния на технических, а затем на аналитических весах:

m (пустого тигля) = г

m (тигля+навеска) = г

m (навески) = г.

Взятую навеску сульфата магния растворить в горячей дистиллированной воде. После растворения всей навески, раствор перелить в чистую мерную колбу, дать раствору остыть до комнатной температуры и долить дистиллированной водой до метки. Полученный раствор тщательно перемешать.

Рассчитать титр и молярную концентрацию эквивалента приготовленного раствора:

$$T(x) = \frac{m(x)}{V}, \text{ г/мл}$$

где m – навеска сульфата магния, г; V – объем мерной колбы, мл

$$C_{э}(x) = \frac{T(x) \cdot 1000}{M_{э}(x)}$$

3. Стандартизация раствора ЭДТА по сульфату магния.

Бюретку хорошо вымыть, ополоснуть раствором ЭДТА и наполнить им бюретку до нулевого деления.

В три колбы для титрования чистой пипеткой внести по 10 мл раствора сульфата магния, добавить 20 мл дистиллированной воды, 10 мл аммиачной буферной смеси. Прибавить по каплям эриохром черный до винно-красной окраски, смесь хорошо перемешать.

Полученные растворы титровать раствором ЭДТА до перехода винно-красной окраски в синюю. Повторить титрование 2-3 раза.

Запись в лабораторном журнале:

На титрование 10 мл $MgSO_4$ пошло ЭДТА:

$V_1 =$ мл

$V_2 =$ мл $V_{\text{среднее}} =$ мл

$V_3 =$ мл

Рассчитать молярную концентрацию эквивалента раствора ЭДТА:

$$C_{\text{э}}(MgSO_4) \cdot V(MgSO_4) = C_{\text{э}}(ЭДТА) \cdot V(ЭДТА)$$

4. Определение общей жесткости. В три колбы для титрования отмерить пипеткой (или мерной колбой) по 100 мл исследуемой воды, прилить 5 мл аммонийной буферной смеси. Прибавить по каплям раствор эриохрома черного до появления хорошо заметной, но не очень темной винно-красной окраски.

Полученные растворы титровать раствором ЭДТА до перехода винно-красной окраски в синюю. В конце титрования раствор комплексона прибавляйте по одной капле, добиваясь, чтобы красноватый оттенок совершенно исчез. Повторить титрование два – три раза.

Запись в лабораторном журнале:

На титрование 100 мл исследуемой воды пошло ЭДТА:

$V_1 =$ мл

$V_2 =$ мл $V_{\text{среднее}} =$ мл

$V_3 =$ мл

Общую жесткость воды (Ca^{2+} и Mg^{2+} на 1 л) вычислить по формуле в ммоль/л:

$$Ж(\text{общая}) = \frac{C_{\text{э}}(ЭДТА) \cdot V(ЭДТА) \cdot 1000}{V(H_2O)}$$

Сделать вывод, к какому типу относится исследуемая вода, исходя из следующих данных общей жесткости:

менее 4 ммоль/л – мягкая; от 4 до 8 ммоль/л – средней жесткости; от 8 до 12 ммоль/л – жесткая; более 12 ммоль/л – очень жесткая.

Вопросы и задачи для самоконтроля

1. Сущность комплексонометрии и применение.
2. Что такое комплексоны и какое их назначение?
3. Способы фиксации точки эквивалентности в комплексонометрическом титровании.
4. Какую среду нужно создать и поддерживать при стандартизации раствора ЭДТА?
5. Укажите свойства металлоиндикаторов, используемых в комплексонометрии.
6. Можно ли приготовить точный титрованный раствор ЭДТА? Почему?
7. Рассчитайте навеску комплексона III для приготовления 250 мл раствора, если молярная концентрация эквивалента его 0,05н.
8. На титрование 20 мл раствора MgSO_4 , приготовленного из 1,5250 г безводного MgSO_4 (х.ч.) в мерной колбе емкостью 500 мл расходуется 19,55 мл раствора комплексона III. Определите титр по Mg и молярную концентрацию эквивалентов раствора комплексона III.
9. Определить молярную концентрацию, титр (ЭДТА) и титр по определяемому веществу (ЭДТА/ CaO) рабочего раствора ЭДТА, если на титрование навески металлического цинка массой 0,0131 г затратили 18,46 мл этого раствора.
10. Вычислить массовую долю (%) CaCO_3 и MgCO_3 в известняке, если после растворения 1,000 г его получили 100,0 мл раствора, на титрование 20,00 мл которого для определения суммы Ca и Mg израсходовали 19,25 мл 0,05140 М ЭДТА, а на титрование Ca с мурексидом в отдельной пробе затратили 6,25 мл того же раствора ЭДТА.

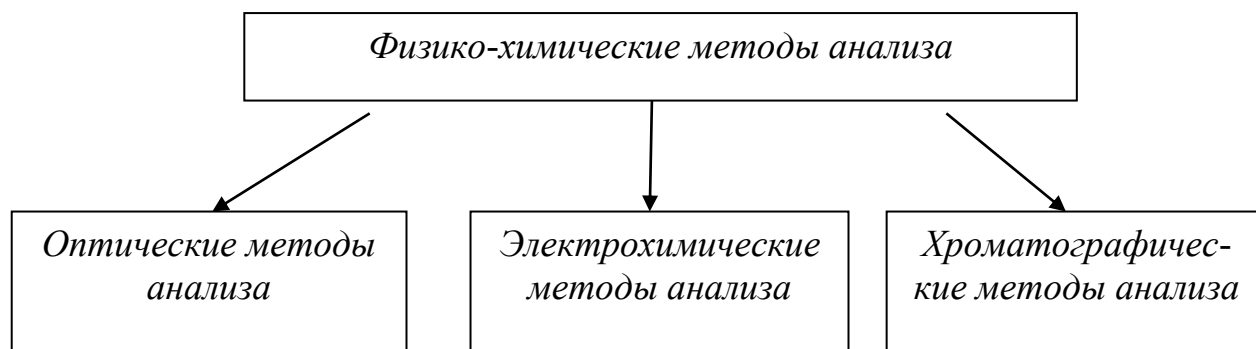
РАЗДЕЛ III

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Физические и физико-химические методы анализа основаны на использовании зависимости между измеряемыми физическими свойствами веществ и их качественным и количественным составом. Поскольку физические свойства веществ измеряются с помощью различных приборов – «инструментов», то эти методы анализа называют также инструментальными методами.

Достоинства методов: низкий предел обнаружения ($1 - 1 \cdot 10^{-9}$ мкг) и малая предельная концентрация (до 10^{-12} г/мл) определяемого вещества; высокая чувствительность; высокая селективность (избирательность) методов; малая продолжительность проведения анализов.

Классификация физико-химических методов анализа



3.1 ОПТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1.1 Фотоэлектроколориметрия

Метод основан на измерении интенсивности немонахроматического светового потока, прошедшего через анализируемый раствор, с помощью фотоэлементов в фотоколориметрах и в фотоэлектроколориметрах.

Световой поток от источника излучения (от лампы накаливания) проходит через светофильтр, пропускающий излучение лишь в определенном интервале длин волн, через кювету с анализируемым раствором и попадает на фотоэлемент, преобразующий световую энергию в фототок, регистрируемый соответствующим прибором.

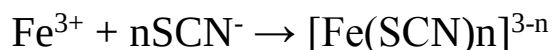
Наиболее распространенными являются фотоэлектроколориметры с одним или с двумя фотоэлементами. Фотоэлектроколориметры с одним фотоэлементом предусматривают измерение энергии однолучевого светового потока. Приборы с двумя фотоэлементами измеряют энергию двух световых потоков, один из которых проходит через анализируемый раствор, а другой – через раствор сравнения («нулевой» раствор).

Концентрацию определяемого вещества в анализируемом растворе находят либо с использованием основного закона светопоглощения, либо методом градуировочного графика.

Относительная ошибка фотоколориметрического определения концентрации обычно не превышает $\pm 3\%$.

Лабораторная работа №10 **ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИОНОВ Fe^{3+} В ВОДОПРОВОДНОЙ ВОДЕ**

Метод основан на взаимодействии ионов трехвалентного железа с тиоционат-ионом в сильноокислой среде с образованием окрашенного в красный цвет комплексного соединения. Интенсивность окраски пропорционально концентрации железа.



Предел обнаружения железа 0,05 мг/л. Диапазон измеряемых концентраций без разбавления пробы 0,05 – 2 мг/л общего железа.

Реактивы, посуда, приборы. Основной стандартный раствор железо-аммонийных квасцов – 1 мл раствора содержит 0,1 мг железа. Насыщенный раствор тиоцианата аммония NH_4CNS . Раствор HCl (плотность 1,12 г/см³). Персульфат аммония (кристаллический).

Мерная колба вместимостью 100 мл. Мерные колбы вместимостью 50 мл. Пипетки вместимостью 10 мл, 5 мл, 1 мл. Мерная пробирка. Бумага миллиметровая.

Кюветы 20 мм. Фотоэлектроколориметр.

Выполнение работы

1. Построение калибровочного графика

Приготовление рабочего стандартного раствора. 10 мл основного стандартного раствора разбавить в 10 раз в колбе на 100 мл (1 мл раствора содержит 0,01 мг железа).

В мерные колбы вместимостью 50 мл отмерить пипеткой 0 - 0,5 - 1,0 - 2,0 - 3,0 - 4,0 - 5,0 - 10,0 мл рабочего стандартного раствора железоммонийных квасцов. Разбавить растворы небольшим количеством дистиллированной воды. К стандартным растворам и контрольной пробе добавить 1 мл HCl (плотность 1,12 г/см³), несколько кристалликов персульфата аммония, 1 мл тиоционата аммония NH₄CNS. Довести объем раствора до метки дистиллированной водой. Перемешать. Окраска устойчива в течение 2 ч.

Через 10 мин измерить оптическую плотность на фотоэлектроколориметре при сине-зеленом светофильтре ($\lambda = 540$ нм). Результаты занести в таблицу.

V мл	0,0	0,5	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0	10,0
C мг/л	0,0	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0	2,0
A								

Калибровочный график строят в координатах: ось абсцисс (x) – содержание железа (мг/л), ось ординат (y) – оптическая плотность.

2. Анализ водопроводной воды. К 25 мл водопроводной воды добавить 1 мл HCl, несколько кристалликов персульфата аммония, 1 мл NH₄CNS. Довести объем до 50 мл (до метки) дистиллированной водой. Измерить оптическую плотность на фотоэлектроколориметре.

На графике по значению оптической плотности, определить содержание ионов железа в водопроводной воде. Записать результаты анализа воды в таблицу.

№ образца	Паспортные данные воды	Значение оптической плотности (A)	Содержание Fe ³⁺ по графику (мг/л)	Содержание Fe ³⁺ в воде (мг/л)	Сравнение с ПДК

Концентрацию железа (мг/л) рассчитать по формуле:

$$C_x = \frac{C \cdot 50}{V}$$

C - содержание ионов Fe³⁺, найденное по графику; V - объем пробы, взятый для анализа, мл.

Сравнить содержание железа в водопроводной воде с ПДК (Fe^{3+}) в питьевой воде. Сделать вывод. ПДК (Fe^{3+}) в питьевой воде = 0,3 мг/л.

3.1.2 Спектрофотометрический анализ

Этот метод основан на использовании специальных спектральных приборов – спектрофотометров, позволяющих регистрировать световые потоки в широком интервале изменения длин волн от ≈ 185 нм до ≈ 1100 нм т.е. в ультрафиолетовой, видимой и ближайшей инфракрасной области спектра, и обеспечивающих высокую степень монохроматичности света, проходящего через анализируемую среду. Преимущество использования монохроматических излучений состоит в том, что при этом повышается точность определений, измерение светопоглощения в узком участке спектра позволяет увеличить селективность и чувствительность прибора – спектрофотометра.

Большинство спектрофотометров позволяет измерять как светопропускание, так и абсорбционность раствора.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 11

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИОНОВ Mn^{2+} В ПРИРОДНЫХ ВОДАХ

Метод определения марганца основан на окислении его соединений до иона MnO_4^- в кислой среде персульфатом аммония в присутствии ионов серебра в качестве катализатора. Предел обнаружения 0,05 мг/л при объеме пробы 100 мл. Диапазон измеряемых количеств марганца в пробе 0,005-0,1 мг.

Реактивы, посуда, приборы. Азотная кислота HNO_3 ($\rho = 1,4$ г/см³). Нитрат серебра AgNO_3 - 0,1 М. Персульфат аммония. Основной стандартный раствор перманганата калия.

Мерные колбы вместимостью 100 мл. Пипетки вместимостью 10 мл, 5 мл, 1 мл. Мерная пробирка. Бумага миллиметровая. Кюветы 5 мм. Спектрофотометр СФ-46.

Выполнение работы

1. Построение калибровочного графика

Приготовление рабочего стандартного раствора KMnO_4 . Пипеткой отобрать 9,1 мл 0,1 н раствора KMnO_4 , перенести в мерную

колбу вместимостью 100 мл. Разбавить раствор дистиллированной водой до метки (полученный раствор содержит 0,1 мг Mn^{2+} в 1 л).

В мерные колбы емкостью 100 мл отобрать 0 – 1,0 – 2,0 – 3,0 – 4,0 – 5,0 – 6,0 – 7,0 – 8,0 – 9,0 – 10,0 мл рабочего раствора $KMnO_4$. Довести растворы до метки дистиллированной водой.

Измерить светопоглощение на СФ-46 при сине-зеленом светофильтре ($\lambda = 540$ нм) в кюветах с толщиной оптического слоя 5 мм.

Результаты занести в таблицу.

V, мл	0,0	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0	6,0	7,0	8,0	9,0	10
C мг/л	0,0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	1,0
T%											
A=2·lgT											

Калибровочный график строят в координатах: ось абсцисс (x) – содержание марганца (мг/л), ось ординат (y) – оптическая плотность.

2. Анализ природной воды. 50 мл исследуемой воды подкислить 2 мл HNO_3 (плотность 1,4 г/см³), прибавить 0,1м раствора $AgNO_3$ до появления мути. Профильтровать через фильтр “синяя лента”. К фильтрату прибавить 0,5 г персульфата аммония и кипятить в течение 10 мин до появления окрашивания. Охлажденную пробу довести до 100 мл дистиллированной водой.

Измерить светопоглощение на приборе. По графику определить концентрацию ионов марганца. Рассчитать концентрацию ионов марганца в природной воде:

$$C_x = \frac{C \cdot 100}{V}$$

C – концентрация ионов Mn^{2+} , найденная по графику; V – объем пробы, взятой для анализа.

Полученные данные оформить в виде таблицы.

№ образца	Паспортные данные воды	T %	A	Содержание Mn^{2+} по графику (мг/л)	Содержание Mn^{2+} в воде (мг/л)	Сравнение с ПДК

Сравнить содержание марганца в природной воде с ПДК (Mn^{2+}).
Сделать вывод. ПДК (Mn^{2+}) в природных водах = 0,1 мг/л.

Задачи для самоконтроля:

1. Привести уравнение, связывающее коэффициент пропускания и оптическую плотность.

2. Будет ли сохраняться линейная зависимость оптической плотности от концентрации, если:

а) состав анализируемого раствора с разбавлением не изменяется;

б) при разбавлении раствора изменяется состояние определяемого вещества;

в) при разбавлении раствора происходит диссоциация определяемого вещества, например: $\text{Fe}(\text{SCN})_3 \leftrightarrow \text{Fe}(\text{SCN})_2 + \text{SCN}^-$;

г) с изменением кислотности раствора происходит сдвиг равновесия, например: $2\text{CrO}_4^{2-} + 2\text{H}^+ \leftrightarrow \text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} + \text{H}_2\text{O}$;

д) коэффициент преломления раствора существенно изменяется с изменением концентрации определяемого вещества?

3. Какой светофильтр следует выбрать для фотометрирования:

а) тиоционата железа $\text{Fe}(\text{SCN})_3$; б) дихромат-иона $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$; в) перманганат-иона MnO_4^- ?

4. Вычислить оптическую плотность, если коэффициент светопропускания равен 30 %.

5. Оптическая плотность раствора при некоторой длине волны найдена равной 0,562. Рассчитайте пропускание T того же раствора в процентах.

3.1.3 Рефрактометрический анализ

Рефрактометрический анализ основан на определении концентрации веществ по показателю преломления света.

Для определения показателя преломления вещества используют приборы – *рефрактометры*. В рефрактометрах, предназначенных для измерения показателей преломления, установлены освети-

тельная и измерительная призмы. Матовая грань осветительной призмы накладывается на измерительную призму таким образом, чтобы между ними остался зазор в 0,1 – 0,2 мм, который и заполняется 1-2 каплями анализируемой жидкости. Лучи от источника света входят в осветительную призму, преломляются в ней, проходят слой анализируемой жидкости и под разными углами падают на поверхность измерительной призмы, снова преломляются и направляются в зрительную трубу. В окуляре зрительной трубы наблюдается слева освещенная и справа затененная грани призмы. Выполняя измерение, призмы рефрактометра поворачивают и добиваются, чтобы в окуляре зрительной трубы появилась четкая граница света и тени, разделяющая поле зрения пополам. Это соответствует предельному углу измерения. После этого отсчитывают величину показателя преломления анализируемой жидкости по шкале прибора.

Рефрактометрические определения проводят методом калибровочных графиков, по таблицам показателей преломления и рефрактометрическому фактору.

Лабораторная работа №12 ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЕ САХАРА В ИССЛЕДУЕМОМ РАСТВОРЕ

Метод основан на измерении показателя преломления стандартного и анализируемого растворов. Концентрацию сахарозы в вине определяют по калибровочному графику и по рефрактометрическому фактору.

Реактивы, посуда, приборы. Раствор сахарозы 20%. Исследуемый раствор – вино.

Мерные колбы вместимостью 50 мл. Мерные цилиндры вместимостью 50 мл. Бумага миллиметровая. Рефрактометр.

Выполнение работы

1. Построение калибровочного графика. В мерные колбы вместимостью 50 мл внести 50,0 – 37,5 – 25,0 – 19,0 – 12,5 – 6,0 мл 20 % раствора сахарозы. Объем растворов в колбах довести до метки дистиллированной водой, тщательно перемешать.

Настроить рефрактометр на нулевую точку по дистиллированной воде ($n = 1,3334$). Измерить показатели преломления стандартных растворов, начиная с наименьшей концентрации сахара – 2,4% и записать данные в таблицу:

V, мл	50,0	37,5	25,0	19,0	12,5	6,0
ω , %	20	15	10	7,6	5	2,4
n						

Используя полученные данные, построить калибровочный график, откладывая на оси абсцисс концентрацию стандартного раствора (ω , %), на оси ординат – показатель преломления (n).

2. Анализ исследуемых растворов (анализ вина). Измерить показатели преломления исследуемых растворов вина и по графику найти их концентрацию. Данные свести в таблицу.

№ образца	Название образца	Показатель преломления	Концентрация сахара, найденная по графику, %	Концентрация сахара, рассчитанная по F, %

Рассчитать концентрацию сахара в анализируемых образцах по рефрактометрическому фактору:

$$F = \frac{n_2 - n_1}{c_2 - c_1} \quad C_x = \frac{n_x - n_0}{F}$$

Берутся показатели преломления двух стандартных растворов с различной концентрацией; n_x – показатель преломления анализируемого раствора, n_0 – показатель преломления растворителя – дистиллированной воды ($n = 1,3334$).

Лабораторная работа №13

ОПРЕДЕЛЕНИЕ БЕЛКА И АЗОТСОДЕРЖАЩИХ ВЕЩЕСТВ В МОЛОКЕ

Метод основан на измерении показателя преломления молока и сыворотки. Содержание исследуемых веществ определяют по разности показателя преломления молока и сыворотки. По таблице показателей преломления определяют процентное содержание белка и азотсодержащих веществ молока.

Реактивы, посуда и оборудование: 4 % раствор хлорида кальция, исследуемое молоко, пипетки, флаконы из-под пенициллина, водяная баня. Рефрактометр.

Выполнение работы

Во флакон из-под пенициллина отмерить 5 мл молока. Пипеткой внести 5 – 6 капель 4 % раствора хлорида кальция. Флакон плотно закрыть резиновой пробкой и поместить на 10 минут в кипящую водяную баню. Охладить пробу в воде, флакон встряхнуть, чтобы смешать конденсат, осевший на стенках флакона с сывороткой.

Настроить рефрактометр по дистиллированной воде. Показатель преломления воды равен 1,3334.

На призму рефрактометра поместить 2 – 3 капли молока. По шкале отсчитать показание прибора. Измерения провести три раза. Определить средний результат показателя преломления молока. С призмы прибора молоко удалить фильтровальной бумагой.

На призму прибора поместить 2 – 3 капли сыворотки молока. Отсчитать по шкале показание прибора. Измерения провести три раза. Определить средний результат показателя преломления сыворотки.

Определить разность показателя преломления молока и сыворотки:

$$n = n (\text{молока}) - n (\text{сыворотки}).$$

По таблице определить процентное содержание белка и азотсодержащих веществ молока.

Определение количества белка и общих азотсодержащих веществ в молоке

Разница между результатами определения белка в молоке и сыворотке	Белок, %	Азотсодержащие вещества, %	Разница между результатами определения белка в молоке и сыворотке	Белок, %	Азотсодержащие вещества, %
0,0051	2,49	2,71	0,0068	3,33	3,61
0,0052	2,54	2,75	0,0069	3,37	3,66
<i>Продолжение таблицы</i>					
0,0053	2,59	2,81	0,0070	3,42	3,72
0,0054	2,64	2,87	0,0071	3,47	3,74
0,0055	2,69	2,92	0,0072	3,52	3,82
0,0056	2,74	2,97	0,0073	3,57	3,87
0,0057	2,79	3,03	0,0074	3,62	3,93
0,0058	2,84	3,08	0,0075	3,67	3,98
0,0059	2,89	3,13	0,0076	3,72	4,03
0,0060	2,93	3,18	0,0077	3,77	4,09
0,0061	2,98	3,24	0,0078	3,81	4,14
0,0062	3,03	3,29	0,0079	3,86	4,19
0,0063	3,08	3,34	0,0080	3,91	4,25
0,0064	3,13	3,40			
0,0065	3,18	3,45			
0,0066	3,23	3,50			
0,0067	3,28	3,56			

Задачи для самоконтроля:

1. Почему происходит преломление светового луча на границе сред?
2. Какими способами можно определить концентрацию определяемого вещества в методе рефрактометрии?
3. Для определения массовой доли пропилового спирта C_3H_7OH в водном растворе измерили показатели преломления стандартных растворов:

Масс. доля спирта, %	0	10	20	30	40
n_D^{20}	1,3330	1,3427	1,3523	1,3620	1,3710

Построить градуировочный график и рассчитать массовые доли пропилового спирта в растворах, показатели преломления которых равны 1,3470 и 1,3615.

4. Показатель преломления раствора, приготовленного из препарата $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, при 20 °С равен 1,3410. Вычислить показатель преломления раствора хлорида кальция при 15 °С.

3.2 ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

Потенциометрия относится к электрохимическим методам анализа, в котором концентрацию определяемого иона находят по электродвижущей силе (ЭДС) гальванического элемента.

Потенциометрическое измерение проводят с помощью приборов иономеров, состоящих из потенциометра или преобразователя и электрохимической ячейки типа гальванического элемента, состоящая из **индикаторного (измерительного) электрода и электрода сравнения**. Потенциал индикаторного электрода зависит от концентрации или активности определяемого иона в растворе. Потенциал электрода сравнения не чувствителен к концентрации этого иона и имеет постоянное значение. Измерив разность потенциалов (ЭДС) между индикаторным и стандартным электродами, находят потенциал индикаторного электрода, т.к. ЭДС равна разности потенциалов:

$$\text{ЭДС} = \varphi^{\circ}_{\text{окислителя}} - \varphi^{\circ}_{\text{восстановителя}}$$

Электроды в потенциометрии

Индикаторные электроды делятся на металлические и мембранные (ионоселективные). **Ионоселективными** называются электроды, на межфазных границах которых протекают ионообменные процессы. **Индикаторный стеклянный электрод** используют для измерения рН раствора. Механизм

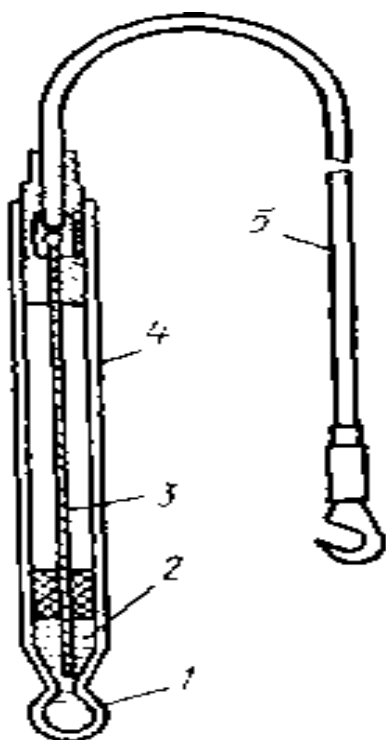
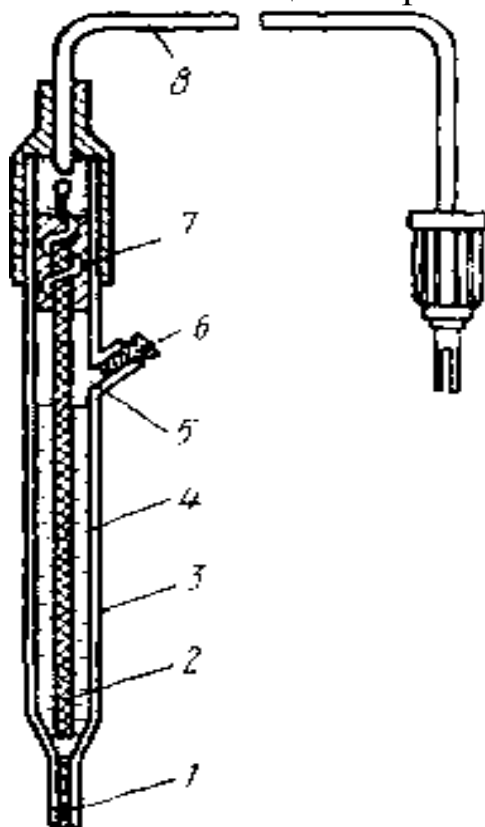


Рис. 12. Устройство стеклянного электрода 1 – шарик из ионоселективного стекла; 2 – 0,1 М раствор HCl ; 3 – хлорированная серебряная проволока; 4 – стеклянная трубка; 5 – выводной контакт измерительного электрода

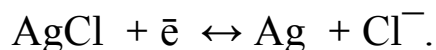
отклика на присутствие определяемого иона H^+ обусловлен ионообменным процессом на стеклянной мембране, а не реакцией, связанной с переносом электронов. Поэтому на его работу не оказывает влияние присутствие окислителей или восстановителей.

Стеклянный электрод представляет собой цилиндрический сосуд, имеющий в нижней части тонкостенную шарообразную мембрану из стекла (рис. 12). Стеклянные мембраны изготавливают из стекла специального состава, подбирая его так, чтобы мембрана проявляла повышенную селективность к определяемому иону. Созданы стеклянные электроды для определения ионов водорода, калия, натрия, серебра, лития и аммония.

В потенциометрии чаще всего используют хлорсеребряный электрод.



Хлорсеребряный электрод сравнения состоит из серебряной проволоки, покрытой малорастворимой в воде солью хлорида серебра $AgCl$, погруженной в водный раствор хлорида калия (рис. 13). На хлоридсеребряном электроде протекает обратимая реакция:



Равновесный потенциал зависит только от концентрации хлорид ионов и при постоянной их концентрации имеет определенное постоянное значение. В насыщенном растворе KCl при температуре $25^\circ C$ потенциал равен $0,2223\text{ В}$.

Рис. 13. Устройство хлорсеребряного электрода

1,2 – асбестовая нить; 3 – стеклянный корпус; 4 – насыщенный раствор хлорида калия; 5 – отверстие для заливки раствора KCl ; 6 – резиновая пробка; 7 – хлорированная серебряная проволока; 8 – выводной контакт электрода сравнения

Лабораторная работа №14

ПРЯМОЕ ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ рН РАСТВОРОВ

Метод основан на измерении разности потенциалов, возникающих на границах между внешней поверхностью стеклянной мембраны электрода и исследуемым раствором, с одной стороны, и внутренней поверхностью мембраны и стандартным раствором – с другой. Внутренний стандартный раствор стеклянного электрода имеет постоянную активность ионов водорода, поэтому потенциал на внутренней поверхности мембраны не меняется. Сдвиг рН на единицу вызывает изменение потенциала электрода на 58,1 мВ при 20°C.

Реактивы, посуда, приборы. Хлороводородная кислота - 0,1 н раствор. Уксусная кислота - 0,1 н раствор. Гидроксид натрия- 0,1 н раствор.

Колбы вместимостью 100 мл. Пипетки вместимостью 10 мл. Стаканы вместимостью 100 – 150 мл. Универсальный ионметр или рН – метр.

Выполнение работы

1. Определение рН приготовленных растворов кислот и щелочи

Приготовление разбавленных растворов кислот и щелочи. Отмерить пипеткой 10 мл исходного раствора 0,1 н HCl. Перенести его в мерную колбу на 100 мл, довести до метки дистиллированной водой и тщательно перемешать.

Из приготовленного 0,01 н раствора HCl таким же образом получить 0,001 н HCl, а затем 0,0001 н раствор HCl.

Из исходных растворов 0,1 н CH₃COOH и 0,1 н NaOH аналогичным методом разбавления получить соответственно 0,01 и 0,001 н растворы.

Полученные концентрации электролитов записать в лабораторном журнале в виде таблицы:

Вещество	С, моль/л	рН	[H ⁺], моль/л
1	2	3	4
HCl	0,1		
	0,01		
	0,001		
	0,0001		
CH ₃ COOH	0,1		
	0,01		
	0,001		
	0,0001		

Продолжение табл.

1	2	3	4
NaOH	0,1		
	0,01		
	0,001		
	0,0001		

Измерение величины рН приготовленных растворов. Измерение рН приготовленных растворов следует начать с HCl, затем с CH₃COOH и NaOH. Растворы кислот анализировать, начиная с большей концентрации, а щелочи с меньшей концентрации, т.к. резкий переход от сильноокислых растворов к сильнощелочным нежелателен для индикаторного электрода.

Построить график зависимости рН от концентрации анализируемых кислот и щелочи (ось абсцисс (x) – концентрация, ось ординат (y) – рН). Сделать вывод о влиянии разбавления кислот и щелочи на величину рН.

На основании полученных значений рН рассчитать концентрации ионов водорода приготовленных растворов в моль/л.

$$\text{pH} = -\lg [\text{H}^+], \quad [\text{H}^+] = 10^{-\text{pH}}$$

2. Определить рН других жидкостей (соков, почвенной вытяжки и др.). Измерить рН соков, вина, почвенной вытяжки и других исследуемых объектов.

3. Определение рН буферной смеси. Приготовить буферную смесь из одного объема 0,1 н CH₃COOH и 0,5 объема 0,1 н NaOH. Измерить рН приготовленного буферного раствора и проверить его буферное действие, добавляя немного (1 – 2 мл) 0,1 н HCl или 0,1 н NaOH и измеряя рН.

По окончании работы выключить тумблер «сеть», а также из сети - прибор.

Электроды промыть дистиллированной водой и погрузить в стаканчик с дистиллированной водой.

Задачи для самоконтроля:

1. Какая из перечисленных зависимостей лежит в основе прямых потенциометрических определений: а) зависимость силы тока от потенциала; б) зависимость равновесного потенциала индикаторного электрода от концентрации потенциалопределяющего иона; в) зависимость потенциала электрода от концентрации индифферентного электролита?

2. Привести уравнение Нернста для окислительно-восстановительной пары и пояснить смысл входящих в него величин.

3. В чем сущность потенциометрического измерения рН раствора? Какие индикаторные электроды могут быть использованы для определения рН?

4. К какому типу электродов относится хлорсеребряный электрод: а) мембранным ионоселективным; б) к электродам сравнения; в) редокс-электродам; г) металлическим электродам?

5. Вычислить ЭДС гальванического элемента, состоящего из свинцового и цинкового электродов, опущенных в 0,1 М раствор хлорида цинка и 0,01 М раствор нитрата свинца.

6. Определить ЭДС гальванического элемента $\text{Ni}/\text{Ni}^{2+}(0,1\text{M})//\text{Ni}^{2+}(0,001\text{M})/\text{Ni}$. В каком направлении будут перемещаться электроны при работе этого элемента?

3.3 ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

Хроматографические методы основаны на разделении компонентов смеси между неподвижной (стационарной) фазой и подвижной фазой.

Хроматографический анализ позволяет разделять компоненты смеси, а также обнаруживать и определять самые разнообразные вещества и концентрировать их.

3.3.1 Распределительная хроматография

Распределительная хроматография основана на распределении вещества между двумя несмешивающимися жидкостями, в которых оно растворяется. При этом одна жидкость (неподвижная фаза - НФ) удерживается твердым носителем (сорбентом). Растворитель (подвижная фаза - ПФ) передвигается через неподвижную фазу и увлекает разделяемые вещества, нанесенные на сорбент. Вещества движутся по слою сорбента с различной скоростью в соответствии с их коэффициентом распределения.

ХРОМАТОГРАФИЯ НА БУМАГЕ

К распределительной хроматографии относится *бумажная хроматография (или хроматография на бумаге)*. В данном методе

в качестве носителя (сорбента) применяется специально подготовленная бумага. Неподвижная фаза – волокна целлюлозы и жидкость, адсорбированная на их поверхности. Подвижная фаза (растворитель) перемещается вдоль листа бумаги под действием капиллярных сил. Растворители – водные, органические или их смеси с небольшими добавками некоторых других соединений (кислот, солей, оснований), улучшающих разделение смеси.

В зависимости от направления движения растворителя различают: восходящую, нисходящую и горизонтальную хроматографии.

В варианте *восходящей* - хроматографическую пластинку помещают вертикально в камеру так, чтобы слой ПФ на дне камеры смачивал нижнюю часть пластинки. ПФ перемещается снизу вверх. В варианте *нисходящей* хроматографии ПФ подается сверху и перемещается вниз по пластинке. В *горизонтальной* хроматографии пластинка помещается горизонтально.

После окончания анализа, проводят расшифровку хроматограмм. Если получаются визуально не идентифицируемые пятна на хроматограмме, то необходимо провести *детектирование* этих пятен, для чего проводят химическую обработку.

Для характеристики разделяемых компонентов в системе, вводят *коэффициент подвижности* R_f : $R_f = \ell / L$, где ℓ и L – путь, пройденный компонентом и растворителем, соответственно.

Обычно коэффициент подвижности лежит в пределах $R_f = 0-1$. Оптимальное значение составляет $0,3 - 0,7$.

В биологии и агропромышленной сфере хроматографическое разделение и концентрирование используют перед количественным определением микроэлементов, а также для обнаружении пестицидов в окружающей среде. В пищевой промышленности этот метод используется для контроля технологических процессов и качества готовой продукции. При технологическом контроле пищевых производств, хроматография служит для очистки веществ, анализа смеси органических кислот, аминокислот и других продуктов.

Метод бумажной хроматографии универсален, не требует сложного оборудования.

Лабораторная работа №15

ОПРЕДЕЛЕНИЕ Fe^{3+} В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ С ПОМОЩЬЮ БУМАЖНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Железо определяют методом восходящей хроматографии на бумаге. В качестве проявителя применяют 10%-ный раствор $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. Железо обнаруживают по отчетливым синим пятнам.

Реактивы, посуда, приборы. Свидетель: 1%-ный раствор FeCl_3 . Проявитель: 10%-ный раствор $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. Растворитель: этанол – соляная кислота (концентрированная) – вода, соотношение объемов 20:5:5. Растворы яблочного сока, черной смородины, брусники, меда и др.

Хроматографическая бумага, длина полосы 16 см, ширина 4-8 см. Цилиндры с крышками для хроматографии. Сушильный шкаф. Пульверизатор. Микропипец или микропипетки.

Выполнение работы

1. Хроматографирование. Хроматографирование проводят в цилиндрах высотой 20-30 см, закрытых герметично и насыщенных парами растворителя. Растворитель залить так, чтобы столбик жидкости составил 1,5–2 см.

На хроматографической бумаге отметить стартовую линию на расстоянии 2-2,5 см от края. На стартовую линию хроматографической бумаги пипеткой нанести 1 каплю 1% раствора – свидетеля FeCl_3 так, чтобы диаметр пятна был не более 5 мм^2 , с другой стороны стартовой линии нанести другой пипеткой сок исследуемого продукта.

После высушивания полоску хроматографической бумаги поместить в цилиндр, в котором проводят хроматографирование. Хроматографическую бумагу опустить так, чтобы смесь растворителей касалась нижнего края бумаги, но была не выше стартовой линии (рис. 14).

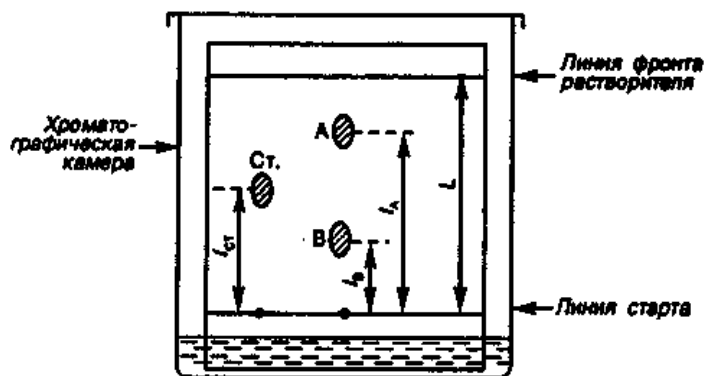


Рис. 14. Хроматографирование на бумаге

Через 1–1,5 часа хроматограмму достать из камеры, подсушить в сушильном шкафу и проявить ионы Fe^{3+} путем обрабатывания из пульверизатора 10%-ным раствором гексацианоферрат(II)калия $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. Появляется синее окрашивание – берлинская лазурь.

2. Расчет. Определить коэффициент подвижности R_f :

$$R_f = \ell / L,$$

где ℓ – расстояние от стартовой линии до середины пятна; L – расстояние, пройденное растворителем.

Сделать вывод о качественном содержании железа в исследуемых продуктах.

Лабораторная работа №16 РАЗДЕЛЕНИЕ Fe^{3+} - CO^{2+} ; Fe^{3+} - Cu^{2+} С ПОМОЩЬЮ БУМАЖНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Разделение ионов железа, кобальта и меди проводят методом восходящей хроматографии на бумаге. В качестве проявителя применяют для пары железо-кобальт - насыщенный раствор NH_4CNS , для пары железо-медь - 10% $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$.

Реактивы, посуда, приборы. Растворы солей железа, кобальта, меди, с содержанием 2 мг/мл определяемого иона. Растворитель: смесь 87% ацетона – 5% воды – 8% концентрированной хлороводородной кислоты. Проявители: 25% NH_4OH , насыщенный раствор NH_4CNS , 10% $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$.

Хроматографическая камера. Хроматографическая бумага, длина полосы 16 см, ширина 4-8 см. Сушильный шкаф. Пульверизатор. Микрошприц вместимостью 10 мм³.

Выполнение работы

1. Хроматографирование. На хроматографической бумаге отметить стартовую линию на расстоянии 2–2,5 см от края. Нанести на стартовую линию одну каплю первого раствора, после высушивания на воздухе туда же другой пипеткой - одну каплю второго раствора.

После просушивания бумагу поместить в хроматографическую камеру так, чтобы смесь растворителей касалась нижнего края бумаги, но была не выше стартовой линии.

Через 40–50 мин полоску бумаги вынуть, отметить карандашом фронт растворителя и высушить в сушильном шкафу при температуре 105–110 °С.

Полоску бумаги опрыскать соответствующими проявителями и снова высушить. Окрашенные зоны указывают на присутствие того или иного иона (табл.).

Цвета зон для различных катионов

Пары катионов	Проявитель	Цвет зоны
$\text{Fe}^{3+} - \text{Co}^{2+}$	Насыщенный раствор NH_4CNS	Красный – голубой
$\text{Fe}^{3+} - \text{Cu}^{2+}$	10% $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$	Синий – бурый

2. Расчет. Определить коэффициенты подвижности R_f для каждого иона и сравнить со справочными данными (см. табл.).

Коэффициент подвижности катионов

Катионы	Ni^{2+}	Al^{3+}	Co^{2+}	Pb^{2+}	Cu^{2+}	Zn^{2+}	Cd^{2+}	Bi^{3+}	Fe^{3+}
R_f	0,13	0,15	0,54	0,70	0,77	0,94	0,10	0,10	0,10

Вопросы и задачи для самоконтроля

1. Закончите формулировку: при разделении компоненты смеси.....

а)....распределяются между двумя фазами; б)....фильтруются через неподвижный слой сорбента; в)....распределяются между двумя фазами, одна из которых – неподвижный слой с большой поверхностью контакта, другая – непрерывно фильтрующийся через неподвижный слой поток жидкости; г)....адсорбируются на неподвижной жидкости с большой поверхностью контакта.

2. Какому требованию должны соответствовать подвижные и неподвижные фазы?

- а) смешиваться между собой;
- б) химически взаимодействовать с бумагой;
- в) реагировать с разделяемыми веществами;
- г) не смешиваться между собой.

3. Рассчитать фактор R_f , если расстояние от стартовой линии до центра пятна равно 4(2,5; 6,0; 3,13; 9,0) см, а от стартовой линии до линии фронта 5,5 (7,0; 8,44; 9,2; 10,5) см.

4. Что можно определять методом хроматографии на бумаге?
а) хлорид натрия в воде; б) нитраты в почве; в) аминокислотный состав белков; г) диоксид углерода в воздухе.

3.3.2 Ионнообменная хроматография

Метод основан на использовании явления ионного обмена между неподвижной твердой фазой – ионообменником (сорбентом) и подвижной жидкой фазой – раствором, содержащим ионы, обмениваемые с ионами сорбента.

В качестве сорбентов используют ионообменники – иониты. При погружении в раствор электролита ионообменники поглощают катионы и анионы, выделяя в раствор эквивалентное количество других ионов с зарядами того же знака. Иониты, обменивающиеся катионами раствора, называются катионитами (катионообменниками), а иониты, обменивающиеся анионами раствора – анионитами (анионообменниками).

Лабораторная работа №17 СОРБЦИОННЫЙ МЕТОД УДАЛЕНИЯ ИЗ ВОДЫ ИОНОВ КАЛЬЦИЯ (УМЯГЧЕНИЕ ВОДЫ)

Природную воду, содержащую много гидрокарбонатов или сульфатов кальция и магния, считают жесткой. Жесткая вода не удовлетворяет требованиям пищевой и текстильной промышленности, свертывает мыло, образует накипи на стенках паровых котлов. При подготовке природной воды для технических целей применяют водоумягчение, т.е. удаление из нее солей. Широкое распространение получил метод ионного обмена. В этом методе используется способность некоторых природных и искусственных высокомолекулярных соединений – ионитов – обменивать входящие в их состав радикалы на ионы, находящиеся в растворе.

Реактивы, приборы, посуда. Раствор ЭДТА (Комплексон III), 0,02 моль/л. Аммонийный буферный раствор. Эриохром черный Т. Анализируемая вода. Хроматографическая колонка, длина 30 см, диаметр 1-2 см. Катионит КУ-2 в Н-форме.

Колба для титрования вместимостью 100 мл – 3 шт. Бюретка вместимостью 25 мл. Мерные цилиндры вместимостью 10, 50 и 200 мл – по 1 шт. Пипетки вместимостью 5 и 20 мл – по 1 шт, 10 мл – 2 шт. Мерная колба вместимостью 100 мл – 2 шт.

Выполнение работы

Пробоподготовка. В мерную колбу на 100 мл залить 10 – 20 мл контрольного раствора, с определенным количеством ионов Ca^{2+} . Раствор разбавить дистиллированной водой до метки.

Определение ионов кальция. В три конические колбы перенести пипеткой по 10 мл раствора, добавить 2 - 3 мл аммонийного буфера, каплю индикатора эриохрома черного до винно-красной окраски, после чего титровать раствором ЭДТА до изменения винно-красной окраски в синюю. Титрование повторяют 3 раза и вычисляют средний объем титранта.

Расчет. Содержание кальция в воде до пропускания через колонку - $[\text{Ca}^{2+}]_1$ находят по формуле:

$$[\text{Ca}^{2+}]_1 = \frac{(C_{\text{ЭДТА}} \cdot V_{\text{ЭДТА}}) \cdot M_{\text{Э}}(\text{Ca}^{2+}) \cdot 1000}{V_{\text{пробы}}}, \text{ моль/мл}$$

$C_{\text{ЭДТА}} = 0,02\text{н}$; $V_{\text{ЭДТА}}$ – средний объем раствора ЭДТА, пошедший на титрование;

$V_{\text{пробы}}$ – объем пробы, взятый для титрования; $M_{\text{Э}}(\text{Ca}^{2+}) = 20 \text{ г/моль}$.

Элюирование. Из мерной колбы отобрать пипеткой 15 мл раствора и внести в колонку с катионитом. Осторожно приоткрыть кран внизу колонки и установить скорость протекания раствора 2-3 мл/мин. Фильтрат собирается в мерную колбу на 100 мл.

Во время работы следует все время следить за тем, чтобы сорбент был под слоем раствора (не менее 0,5 см). После того, как над поверхностью сорбента останется слой раствора высотой 0,5

см, в колонку внести 30 мл дистиллированной воды для вымывания из колонки всех несорбированных катионов металла. Фильтрат собрать в ту же колбу.

Определение кальция после пропускания через хроматографическую колонку. Объем фильтрата довести до метки дистиллированной водой. В три конические колбы отобрать пипеткой по 10 мл фильтрата, добавить 2 -3 мл аммиачной буферной смеси и эриохром черный до винно-красной окраски. Оттитровать раствором ЭДТА до синей окраски. Титрование повторить 3 раза и вычислить средний объем титранта.

Расчет. Содержание кальция в воде после пропускания через колонку - $[Ca^{2+}]_2$, моль/мл):

$$[Ca^{2+}]_2 = \frac{(C_{ЭДТА} \cdot V_{ЭДТА}) \cdot M_{ЭДТА} \cdot 1000}{V_{пробы}}$$

Вычислить сколько ионов Ca^{2+} поглощено смолой.

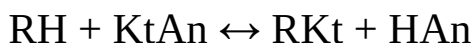
$$Поглощено\ смолы = [Ca^{2+}]_1 - [Ca^{2+}]_2$$

Лабораторная работа №18 ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОЛЕЙ И СВОБОДНЫХ КИСЛОТ В ВИНАХ

Вина содержат органические кислоты (винную, виноградную, лимонную, яблочную и другие), поступающие из растительного сырья и применяемые в технологическом цикле питьевой воды. Кислоты влияют на вкусовые качества, окраску и ароматические свойства, а также продолжительность выдержки вин.

Для обеспечения условий изготовления и хранения вин необходимо контролировать содержание солей и свободных кислот.

При пропускании анализируемого вина через катионит в Н-форме в результате ионного обмена



выделяются кислоты в количестве, эквивалентном содержанию солей в вине. По разности объемов раствора гидроксида натрия, затраченного на титрование исходной пробы вина и вина, прошедшего через слой катионита, находят содержание солей.

Реактивы, посуда. Хлороводородная кислота, фиксальный раствор с концентрацией 0,1 моль/дм³. Гидроксид натрия, 0,1 моль/дм³. Фенолфталеин, раствор в этиловом спирте с массовой долей 0,1%. Анализируемое вино.

Хроматографическая колонка, длина 30 см, диаметр 1-2 см. Катионит КУ-2 в Н-форме. Водяная баня. Химический стакан вместимостью 100 мл. Колба для титрования вместимостью 100 мл – 2 шт. Бюретка вместимостью 25 мл. Мерный цилиндр вместимостью 100 мл – 1 шт. Пипетки вместимостью 10 мл.

Выполнение работы

Установка титра раствора NaOH. В колбу для титрования пипеткой поместить 10 мл раствора HCl, добавить 2-3 капли раствора фенолфталеина и титровать раствором NaOH. Титрование повторить 3 раза и вычислить средний объем титранта.

Рассчитать концентрацию раствора NaOH:

$$C(HCl) \cdot V(HCl) = C(NaOH) \cdot V(NaOH)$$

Пробоподготовка. Анализируемое вино для удаления CO₂ нагреть в химическом стакане на водяной бане.

Определение свободных кислот. Отобрать 10 мл вина в коническую колбу и титровать раствором NaOH до появления розовой окраски (индикатор – фенолфталеин).

Расчет. Содержание свободных кислот в вине (Q_к, моль/л) рассчитать по формуле: $Q_k = C(NaOH) \cdot V_1 \cdot 100$,

где C(NaOH) – установленная концентрация титранта, моль/л; V₁ – объем раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование элюата, мл.

Определение солей. Отобрать 10 мл вина и пропустить через колонку, заполненную катионитом в Н-форме, со скоростью 1-2 капли/с. На выходе из колонки вино собирать в коническую колбу. Для вымывания выделившихся кислот через колонку пропустить

50-80 мл дистиллированной воды, промывные воды собирать в ту же колбу. Содержание колбы титровать раствором NaOH до появления розовой окраски, индикатор – фенолфталеин.

Расчет. Содержание солей в вине (Q_c , моль/л) рассчитывают по формуле:

$$Q_c = C(\text{NaOH}) \cdot (V_1 - V_2) \cdot 100,$$

где $C(\text{NaOH})$ – концентрация титранта, моль/л; V_1 и V_2 – объемы раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование вина, пропущенного через катионит, и анализируемого вина, соответственно, мл.

Вопросы и задачи для самоконтроля

1. Закончите формулировку: метод ионообменной хроматографии основан на.... а)....распределении веществ между двумя фазами; б)....обратимом стехиометрическом обмене ионов, содержащихся в растворе, на ионногенные группы смолы; в)....различиях в адсорбционных свойствах распределяемых компонентов; г)....различной подвижности ионов.

2. Какая реакция протекает на анионите?

- а) $\text{RAn} + \text{NaCl} \leftrightarrow \text{RCl} + \text{NaAn}$ б) $\text{RAnH} + \text{NaCl} \leftrightarrow \text{RAnNa} + \text{HCl}$
 в) $\text{RKt} + \text{NaCl} \leftrightarrow \text{RNa} + \text{KtCl}$ г) $\text{RAnH} + \text{NaCl} \leftrightarrow \text{RHCl} + \text{NaAn}.$

3. Какие ионы наиболее активно обмениваются на катионите?

- а) Mg^{2+} , Sn^{2+} ; б) Na^+ , Li^+ ;
 в) SO_4^{2-} , HPO_4^{2-} ; г) OH^- , Ca^{2+}

4. Через колонку, заполненную катионитом, пропустили раствор ацетата натрия. Элюат оттитровали 20 мл раствора NaOH с концентрацией 0,025н. Рассчитайте массу CH_3COONa в анализируемой пробе, (г).

5. Коэффициент распределения для вещества **A** в данной хроматографической колонке больше, чем для вещества **B**. Какое вещество выйдет из колонки первым?

6. Как определяют: а) статическую обменную емкость ионита; б) динамическую емкость ионита?

7. Каковы области применения, достоинства и недостатки: а) тонкослойной хроматографии; б) осадочной хроматографии; в) ионообменной хроматографии?

8. Рассчитать фактор R_f , если расстояние от стартовой линии до центра пятна равно 4 (2,5; 6,0; 3,13 ; 9,0) см, а от стартовой линии до линии фронта 5,5 (7,0; 8,44 ; 9,2; 10,5) см.

9. Через колонку, содержащую 5,0 г катионита, пропустили 250,0 мл 0,050 М $ZnSO_4$. Вытекающий из колонки раствор собирали порциями по 50,0 мл, в каждой порции определяли содержание ионов цинка и получили следующие значения концентрации (моль/л): 1 – 0,008; 2 – 0,029; 3 – 0,038; 4 – 0,050; 5 – 0,050. Определить полную динамическую емкость (ммоль/л) катионита.

ПРИЛОЖЕНИЕ

Таблица 1. Константы диссоциации (K_d) слабых электролитов

Название	Формула	K_d	pK_d
Азотистая	HNO_2	$6,9 \cdot 10^{-4}$	3,16
Борная (орто):			
K_1	H_3BO_3	$7,1 \cdot 10^{-10}$	9,15
K_2		$1,8 \cdot 10^{-13}$	12,74
K_3		$1,6 \cdot 10^{-14}$	13,80
Борная (тетра):			
K_1	$H_2B_4O_7$	$1,8 \cdot 10^{-4}$	3,74
K_2		$2,0 \cdot 10^{-8}$	7,70
Бромноватая	$HBrO_3$	$2,0 \cdot 10^{-1}$	0,70
Бромноватистая	$HbriO$	$2,2 \cdot 10^{-9}$	8,66
Гидросернистая (дитионистая) K_1	$H_2S_2O_4$	$5,0 \cdot 10^{-1}$	0,30
K_2		$3,2 \cdot 10^{-3}$	2,50
Дихромовая K_2	$H_2Cr_2O_7$	$2,3 \cdot 10^{-2}$	1,64
Иодноватая	HIO_3	$1,7 \cdot 10^{-1}$	0,77
Иодноватистая	HIO	$2,3 \cdot 10^{-11}$	10,64
Марганцовистая K_1	H_2MnO_4	10^{-1}	1
K_2		$7,1 \cdot 10^{-1}$	10,15
Муравьиная	$HCOOH$	$1,8 \cdot 10^{-4}$	3,75
Мышьяковистая	H_3AsO_3	$5,9 \cdot 10^{-10}$	9,23
Пероксид водорода	H_2O_2	$2,0 \cdot 10^{-12}$	11,70
Роданистоводородная	$HSCN$	10	-1
Название	Формула	K_d	pK_d
Серная K_2	H_2SO_4	$1,15 \cdot 10^{-2}$	1,94
Сернистая K_2	H_2SO_3	$1,4 \cdot 10^{-2}$	1,85
K_2		$6,2 \cdot 10^{-8}$	7,20
Сероводородная K_1	H_2S	$1,0 \cdot 10^{-7}$	6,99
K_2		$2,5 \cdot 10^{-13}$	12,60
Синильная	HCN	$5,0 \cdot 10^{-10}$	9,30
Тиосерная K_1	$H_2S_2O_3$	$2,5 \cdot 10^{-1}$	0,60
K_2		$1,9 \cdot 10^{-2}$	1,72
Трихлоруксусная	CCl_3COOH	$2,1 \cdot 10^{-1}$	0,70
Угольная K_1	$CO_2(aq)+H_2O$	$4,5 \cdot 10^{-7}$	6,35
K_2		$4,8 \cdot 10^{-11}$	10,32
Уксусная	CH_3COOH	$1,74 \cdot 10^{-5}$	4,76

Название	Формула	K_d	pK_d
Фосфористая K_1	H_3PO_3	$3,1 \cdot 10^{-2}$	1,51
K_2		$1,6 \cdot 10^{-7}$	6,79
Название	Формула	K_d	pK_d
Фосфорная (орто) K_1	H_3PO_4	$7,1 \cdot 10^{-3}$	2,15
K_2		$6,2 \cdot 10^{-8}$	7,21
K_3		$5,0 \cdot 10^{-13}$	12,0
Фосфористоводородная	HF	$6,2 \cdot 10^{-4}$	3,21
Хлористая	$HClO_2$	$1,1 \cdot 10^{-2}$	1,97
Хлорноватистая	$HClO$	$2,95 \cdot 10^{-8}$	7,53
Хлорноуксусная	$CH_2ClCOOH$	$1,4 \cdot 10^{-3}$	2,86
Хромовая K_1	H_2CrO_4	$1,6 \cdot 10^{-1}$	0,80
K_2		$3,2 \cdot 10^{-7}$	6,50
Циановая	$HOCN$	$2,7 \cdot 10^{-4}$	3,57
Щавелевая K_1	$H_2C_2O_4$	$5,6 \cdot 10^{-2}$	1,25
Основания			
Аммиака раствор	$NH_3 + H_2O$	$1,76 \cdot 10^{-5}$	4,755
Бария гидроокись K_2	$Ba(OH)_2$	$2,3 \cdot 10^{-1}$	0,64
Кальция гидроксид K_2	$Ca(OH)_2$	$4,0 \cdot 10^{-2}$	1,40
Свинца гидроксид (II) K_1	$Pb(OH)_2$	$9,55 \cdot 10^{-4}$	3,02
K_2		$3,0 \cdot 10^{-8}$	7,52
Марганца гидроксид (II)	$Mn(OH)_2$	$5,0 \cdot 10^{-4}$	3,30
Никеля гидроксид	$Ni(OH)_2$	$2,5 \cdot 10^{-5}$	4,60
Цинка гидроксид	$Zn(OH)_2$	$4,0 \cdot 10^{-5}$	4,40
Железа гидроксид (III)	$Fe(OH)_3$	$1,82 \cdot 10^{-10}$	10,74
Меди гидроксид	$Cu(OH)_2$	$3,4 \cdot 10^{-7}$	6,47

Таблица 2. Произведения растворимости (ПР) солей и гидроксидов

Соединение	ПР	рПР
Al(OH) ₃	$1,1 \cdot 10^{-15}$	14,96
Ag ₃ AsO ₄	$1,0 \cdot 10^{-22}$	22,00
AgBr	$5,3 \cdot 10^{-13}$	12,28
Ag ₂ CO ₃	$8,2 \cdot 10^{-12}$	11,09
AgCl	$1,8 \cdot 10^{-10}$	9,75
Ag ₂ CrO ₄	$1,1 \cdot 10^{-12}$	11,95
AgI	$8,3 \cdot 10^{-17}$	16,08
AgIO ₃	$3,1 \cdot 10^{-8}$	7,52
AgOH	$2,0 \cdot 10^{-8}$	7,7
Ag ₃ PO ₄	$1,3 \cdot 10^{-20}$	19,89
Ag ₂ S	$6,3 \cdot 10^{-50}$	49,20
Ba(OH) ₂	$2,2 \cdot 10^{-1}$	0,66
BaCO ₃	$5,1 \cdot 10^{-9}$	8,29
BaC ₂ O ₄	$1,7 \cdot 10^{-7}$	6,77
BaCrO ₄	$1,2 \cdot 10^{-10}$	9,93
Ba ₃ (PO ₄) ₂	$6,0 \cdot 10^{-39}$	38,22
BaSO ₄	$1,1 \cdot 10^{-10}$	9,97
CaCO ₃	$4,8 \cdot 10^{-9}$	8,32
CaC ₂ O ₄	$3,8 \cdot 10^{-9}$	8,42
CaCrO ₄	$2,3 \cdot 10^{-2}$	1,64
CaF ₂	$4,0 \cdot 10^{-11}$	10,40
Ca(OH) ₂	$2,2 \cdot 10^{-2}$	1,66
CaSO ₄	$2,4 \cdot 10^{-5}$	4,62
Cd(OH) ₂	$5,9 \cdot 10^{-15}$	14,23
CdS	$7,9 \cdot 10^{-27}$	26,10
Cu(OH) ₂	$2,2 \cdot 10^{-20}$	19,66
Fe(OH) ₂	$1,0 \cdot 10^{-15}$	15,00
Fe(OH) ₃	$3,2 \cdot 10^{-38}$	37,50
FeS	$3,8 \cdot 10^{-20}$	19,42
Fe ₂ S ₃	$1,0 \cdot 10^{-88}$	88
HgS	$1,6 \cdot 10^{-52}$	51,80
Mg(OH) ₂	$5,5 \cdot 10^{-12}$	11,26
MgCO ₃	$1,0 \cdot 10^{-5}$	4,3
MgNH ₄ PO ₄	$2,5 \cdot 10^{-13}$	12,6
PbBr ₂	$9,1 \cdot 10^{-6}$	5,04
PbCl ₂	$1,7 \cdot 10^{-5}$	4,77
PbCO ₃	$1,0 \cdot 10^{-13}$	13,0
PbI ₂	$8,7 \cdot 10^{-9}$	8,06
Pb ₃ (PO ₄) ₂	$7,9 \cdot 10^{-43}$	42,10
PbSO ₄	$1,6 \cdot 10^{-8}$	7,80
SrSO ₄	$3,2 \cdot 10^{-7}$	6,49
ZnCO ₃	$1,5 \cdot 10^{-11}$	10,84
ZnC ₂ O ₄	$2,0 \cdot 10^{-8}$	7,70
ZnS	$1,6 \cdot 10^{-24}$	23,80

Таблица 3. Аналитические множители гравиметрического анализа

Определя- емый компо- нент	Гравиметриче- ская форма	Аналитиче- ский множи- тель	Определя- емый компо- нент	Гравиметриче- ская форма	Аналитиче- ский множи- тель
Ag	AgCl	0,7526	CaCl ₂	CaO	1,9793
AgNO ₃	AgCl	1,1852	CaO	CaCO ₃	0,5603
Ag ₂ O	AgCl	0,8084	CaSO ₄	CaO	2,4276
Al	Al ₂ O ₃	0,5292	Cl	AgCl	0,2474
Ba	BaSO ₄	0,5885	Fe	Fe ₂ O ₃	0,6994
BaCO ₃	BaSO ₄	0,8455	FeO	Fe ₂ O ₃	0,7998
BaCl ₂	BaSO ₄	0,8923	HCl	AgCl	0,2544
CO ₂	CaCO ₃	0,4397	H ₂ SO ₄	BaSO ₄	0,4202
CO ₂	CaO	0,7848	Mg	Mg ₂ P ₂ O ₇	0,2185
Ca	CaCO ₃	0,4005	MgCO ₃	Mg ₂ P ₂ O ₇	0,7576
Ca	CaO	0,7147	MgO	Mg ₂ P ₂ O ₇	0,3623
CaCO ₃	CaO	0,7847	SO ₃	BaSO ₄	0,3430
CaCO ₃	CaSO ₄	0,7351	Si	SiO ₂	0,4672

Таблица 4. Плотности водных растворов в г/см³ при 20°C

Массовая доля, %	H ₂ SO ₄	HNO ₃	HCl	KOH	NaOH	NH ₃
2	1,0116	1,0091	1,0081	1,0155	1,0207	0,9855
4	1,0250	1,0202	1,0179	1,0330	1,0428	0,9811
6	1,0385	1,0314	1,0278	1,0509	1,0648	0,9730
8	1,0522	1,0427	1,0377	1,0690	1,0869	0,9651
10	1,0661	1,0543	1,0476	1,0873	1,1089	0,9575
12	1,0802	1,0660	1,0576	1,1059	1,1309	0,9502
14	1,0947	1,0780	1,0676	1,1246	1,1530	0,9431
16	1,1094	1,0901	1,0777	1,1435	1,1751	0,9361
18	1,1245	1,1025	1,0878	1,1626	1,1971	0,9294
20	1,1398	1,1150	1,0980	1,1818	1,2192	0,9228
22	1,1554	1,1277	1,1083	1,2014	1,2412	0,9164
24	1,1714	1,1406	1,1185	1,2210	1,2631	0,9102
26	1,1872	1,1536	1,1288	1,2408	1,2848	0,9040
28	1,2031	1,1668	1,1391	1,2609	1,3064	0,8980

Массовая доля, %	H₂SO₄	HNO₃	HCl	KOH	NaOH	NH₃
30	1,2191	1,1801	1,1492	1,2813	1,3277	0,8920
32	1,2353	1,1934	1,1594	1,302	1,3488	0,8863
34	1,2518	1,2068	1,1693	1,324	1,3697	0,8809
36	1,2685	1,2022	1,1791	1, 46	1,3901	-
38	1,2855	1,2335	1,1886	1,367	1,4102	-
40	1,3028	1,2466	1,1977	1,3881	1,4299	-
42	1,3205	1,259	-	1,410	1,449	-
44	1,3386	1,272	-	1,433	1,468	-
46	1,3570	1,285	-	1,456	1,487	-
48	1,3759	1,297	-	1,479	1,506	-
50	1,3952	1,310	-	1,5024	1,525	-
52	1,4149	1,322	-	-	-	-
54	1,4351	1,333	-	-	-	-
56	1,4558	1,345	-	-	-	-
58	1,4770	1,356	-	-	-	-
60	1,4987	1,367	-	-	-	-
62	1,520	1,377	-	-	-	-
64	1,542	1,386	-	-	-	-
66	1,565	1,396	-	-	-	-
68	1,587	1,405	-	-	-	-
70	1,6105	1,413	-	-	-	-
72	1,634	1,422	-	-	-	-
74	1,657	1,430	-	-	-	-
76	1,681	1,437	-	-	-	-
78	1,704	1,445	-	-	-	-
80	1,7272	1,452	-	-	-	-
82	1,749	1,459	-	-	-	-
84	1,769	1,465	-	-	-	-
88	1,802	1,477	-	-	-	-
90	1,8144	1,482	-	-	-	-
92	1,8240	1,487	-	-	-	-
94	1,8312	1,409	-	-	-	-
96	1,8355	1,497	-	-	-	-
98	1,8361	1,505	-	-	-	-
100	1,8305	1,513	-	-	-	-

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Коренман Я.И. Практикум по аналитической химии. Хроматографические методы анализа: Учебное пособие / Воронеж. Гос. Технол. Академ., Воронеж, 2000. – 336 с.
2. Новиков Ю.В., Ласточкина К.О., Болдина З.Н. Методы исследования качества воды водоемов – М.: Медицина, 1990. – 340 с.
3. Основы аналитической химии. Практическое руководство: Учебное пособие для вузов / В.И. Фадеева, Т.Н. Шеховцова, В.М. Иванов и др.; под ред. Ю.А. Золотова. – М.: Высшая школа, 2001. – 463 с.
4. Полякова С.Н. Практикум по инструментальным методам анализа: Учебное пособие / Благовещенск: изд-во ДальГАУ, 1996. – 103 с.
5. Практикум по аналитической химии: Учебное пособие для вузов / под ред. В.П. Васильева – М.: Химия, 2000. – 315 с.
6. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн.: Учебное пособие для вузов - М.: Высшая школа, 2001. – 615 с., 559 с.

Учебное издание

Димидёнок Жанна Анатольевна

АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ
И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Практикум

В редакции составителя

Лицензия ЛР 020427 от 25.04.1997 г.
Подписано к печати 31.03.2016 г. Формат 60×90/16.
Печать цифровая. Бумага офисная.
Уч.-изд.л. – 4,6. Усл.-п.л. – 6,5. Тираж 100 экз. Заказ 35.

Отпечатано в отделе оперативной полиграфии
издательства Дальневосточного ГАУ
675005, г. Благовещенск, ул. Политехническая, 86

