

**ФГБОУ ВО «СТАВРОПОЛЬСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ  
АГРАРНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

**Кафедра химии и защиты растений**

**АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИ-  
МИЯ.  
ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ  
МЕТОДЫ  
ИССЛЕДОВАНИЙ**

**ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ**

Ф.И. студента \_\_\_\_\_

Факультет \_\_\_\_\_

Курс \_\_\_\_\_

Группа \_\_\_\_\_

Ф.И.О. преподавателя \_\_\_\_\_

Ставрополь

2017

**УДК 543.061 (062)**  
**ББК 24.1.я 7**  
**Ф50**

Рекомендовано к изданию методической комиссией  
факультета экологии и ландшафтной архитектуры  
Ставропольского ГАУ  
(протокол № 4 от 10 декабря 2016 г.)

***Рецензенты:***

***Белик Е.В.***, кандидат химических наук, доцент, ФГБОУ ВО СтГМУ  
***Денисова Е.В.***, кандидат биологических наук, доцент ФГАОУ ВО СКФУ

***Авторский коллектив:***

***Волосова Е.В.***, кандидат биологических наук, доцент  
***Шипуля А.Н.***, кандидат химических наук, доцент  
***Пашкова Е.В.***, кандидат технических наук, доцент  
***Безгина Ю.А.***, кандидат сельскохозяйственных наук, доцент  
***Глазунова Н.Н.***, кандидат биологических наук, доцент

**Аналитическая химия. Физико-химические методы исследований:** лабораторный практикум / сост. Е.В. Волосова, А.Н. Шипуля, Е.В. Пашкова, Ю.А. Безгина, Н.Н. Глазунова – Ставрополь, 2017

## ПРАВИЛА РАБОТЫ В ЛАБОРАТОРИИ

Для работы в лаборатории отводится рабочий стол на 1-2 студентов, который необходимо содержать в чистоте и порядке, не загромождать посторонними для данной работы предметами.

**1.** Химические реактивы хранят в определенном для каждого вещества месте, в закрытых банках, склянках и других толстостенных сосудах. На каждой банке должна быть наклеена этикетка с точными названиями и формулой вещества, и подробной характеристикой (концентрация, плотность, чистота и т. п.). Запрещается хранить склянки с реактивами без пробок, без этикеток или в неисправной и непригодной таре.

**2.** Ядовитые химические вещества хранят в отдельных запирающихся шкафчиках в строгом соответствии со специальными правилами и инструкциями по их хранению.

**3.** При работе с реактивами следует соблюдать частоту и аккуратность, выполнять следующие **правила:**

а) склянки и банки с жидкими и сухими реактивами держать всегда закрытыми; открывать их только при взятии реактивов и сразу же закрывать;

б) закрывать склянки и банки нужно их же пробками или крышками, ни в коем случае нельзя закрывать их пробками или крышками, взятыми от других сосудов, так как при этом реактивы загрязняются и становятся непригодными для использования;

в) если взято больше реактива, чем требуется, нельзя высыпать или выливать излишек обратно в сосуд, в котором он хранится, ибо таким образом можно загрязнить весь запас реактива;

г) реактивы общего пользования не следует уносить на свой рабочий стол; надо соблюдать установленный порядок в расположении сосудов с реактивами, как общего, так и индивидуального пользования;

д) остатки растворов солей серебра выливают в специальные банки, находящиеся в вытяжных шкафах;

е) при взятии жидких реактивов склянку с жидкостью держат так, чтобы этикетка всегда оставалась сверху и жидкость не попадала на нее;

ж) при взятии реактива пробку или крышку надо держать в руке или положить на стол, так чтобы входящая в горло склянки сторона пробки или внутренняя часть крышки не касалась стола;

з) во всех случаях (за исключением тех, когда указана точная мера) надо брать самую минимальную дозу реактивов (например, раствора 1—2 капли);

и) категорически запрещается пробовать реактивы на вкус, так как многие из них ядовиты;

к) растворы, содержащие соли ртути, сливают в специальные банки; их нельзя выливать в раковину, так как соли ртути реагируют с чугуном труб, выделяя металлическую ртуть, собирающуюся в коленах коммуникации; при ремонтных работах она выливается и отравляет воздух парами ртути;

л) нельзя хранить растворы щелочей и концентрированных кислот в стеклянной тонкостенной посуде: стекло разъедается и легко разбивается.

**5.** Остатки крепких кислот выливают в специальные банки.

**6.** Горячие предметы следует ставить только на асбестовую сетку, но не прямо на стол.

**7.** В лаборатории необходимо соблюдать тишину и дисциплину.

**8.** В случае неудачи опыта следует продумать все сначала, посоветоваться с преподавателем и снова приступить к работе.

**9.** Для записи хода лабораторных работ каждый должен иметь тетрадь, на обложке, которой нужно указать свою фамилию, факультет и номер группы.

**10.** После окончания работы следует вымыть посуду и привести в порядок рабочее место. Только убедившись, что все убрано, горелки и электроприборы выключены - можно уходить из лаборатории.

### **ПРАВИЛА ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ РАБОТЕ В ХИМИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ**

**1.** В лаборатории обязательно должны быть огнетушитель, ящик с песком, одеяло и аптечка с медикаментами.

**2.** При работе с ядовитыми, огне- и взрывоопасными веществами в лаборатории должно находиться не менее двух человек, чтобы при необходимости оказать помощь пострадавшему.

**3.** Нельзя зажигать какие-либо газы или пары, не убедившись предварительно испытанием, что они не содержат примеси воздуха, так как смесь всякого горючего газа с воздухом в определенных объемах взрывается.

**4.** При работе с горючими газами следует обращать особое внимание на такие газы, как водород, оксид углерода (II), сероводород, светильный газ, метан, этан, этилен, пропан, ацетилен и др.

**5.** Категорически запрещается оставлять и хранить в газометре водород, ацетилен, этилен, метан и другие газы, образующие с воздухом гремучую смесь.

**6.** Смесь ацетилена с кислородом нельзя воспламенять даже в открытых цилиндрах!

**7.** При разбавлении концентрированных кислот, особенно серной, следует вливать кислоту в воду, а не наоборот.

**8.** Если пролита низкокипящая жидкость, нужно немедленно погасить все газовые горелки и выключить электроплитки; пролитое вещество засыпать песком или собрать тряпками, затем песок и тряпки удалить; место, где была пролита жидкость, хорошо промыть водой.

**9.** Ни в коем случае нельзя засасывать едкие и ядовитые жидкости в пипетку ртом во избежание ожога полости рта или отравления. Концентрированные щелочи, кислоты и другие едкие или ядовитые вещества набирают в пипетку с помощью резиновой груши, специальных автоматических пипеток или шприца.

**10.** Встряхивать жидкости следует только в закрытой посуде; закрывать отверстие пробирки пальцем запрещается.

**11.** Взвешивать ядовитые вещества разрешается только под тягой. Все работы с концентрированными кислотами, щелочами и другими едкими и ядовитыми веществами производят в резиновых перчатках и защитных очках. При работе с токсичными и агрессивными веществами следует заблаговременно подготовить нейтрализующие и дегазирующие средства, которые размещают поблизости от места выполнения опытов.

**12.** Вставляя стеклянную трубку в просверленную пробку, нужно смочить трубку и держать пальцами возможно ближе к вставляемому в пробку концу.

**13.** Горючие, легко воспламеняющиеся и низко кипящие жидкости (сероуглерод, эфир, ацетон, бензин и т.п.) следует хранить в толстостенных склянках или других сосудах, помещенных в железный, выложенный асбестом и плотно закрывающийся ящик.

**14.** Литий, натрий и калий хранят под слоем керосина или масла, не содержащих влаги; на эти вещества не должна попасть вода или другие вещества, способные вступить с ними в химическую реакцию. Даже при соприкосновении с влажной кожей или одеждой калий и натрий воспламеняются и могут причинить ожоги. Все работы с ними необходимо производить в защитных очках и в перчатках на чистом, сухом столе. Выбрасывать обрезки натрия и калия в мусорные ящики, банки, ведра, корзины и т. п., а также в канализацию нельзя.

**15.** Ртуть хранят в толстостенных плотно закрывающихся сосудах. Переливание ртути и наполнение ею приборов производят только над ванной или кюветой, так чтобы не пролить

ртуть на стол или на пол. Пролитую ртуть нужно немедленно собрать водоструйным вакуумным насосом с присоединенной к нему «ловушкой» (склянкой Дрекселя), заполненной водой; на второе отверстие ловушки надевают резиновый шланг, который подводят к ртути и засасывают ее насосом в ловушку. Небольшие капли ртути собирают пластинками из меди или белой жести. Приставшие к амальгамированной поверхности капельки ртути стряхивают в сосуд с водой и плотно закрывают резиновой пробкой. Недопустимо выливать ртуть в канализацию.

**Категорически запрещается брать ртуть руками, а также отсасывать ее ртом.**

При очистке от ртути после обычного промывания и тщательного ополаскивания водой посуду следует промыть 3%-ным раствором иодида калия. В барометрах и других приборах, где ртуть находится в открытых сосудах, во избежание испарения ртути необходимо заливать ее 1-2 миллиметровым слоем чистого глицерина или вазелинового масла.

16. Ввиду огнеопасности и ядовитости белого фосфора необходимо проявлять при работе осторожность и строго соблюдать правила обращения с ним. Хранить фосфор следует под водой в толстостенной банке коричневого стекла с притертой пробкой или с пробкой, залитой парафином, брать его только щипцами или пинцетом. Резать фосфор следует только в толстостенном сосуде (фарфоровая ступка, толстостенный кристаллизатор, плоскодонная фарфоровая чашка) и под водой, лучше при температуре 25-30°C (не выше, так как при 44°C фосфор плавится). В холодной воде фосфор хрупок и при резании крошится. Отрезанные и вынутые из воды кусочки белого фосфора перед употреблением следует высушить, слегка отжимая кусочек фосфора между листами фильтровальной бумаги, сложенной в несколько слоев. При этом не следует сильно нажимать на фосфор, тереть его бумагой.

17. Опыты, которые сопровождаются вспышками, взрывами, разбрызгиванием веществ, проводят за подвижным экраном из стекла или пластика.

Кроме изложенных выше указаний по технике безопасности в описании соответствующих опытов указаны дополнительные меры предосторожности, которые необходимо соблюдать, подготавливая и выполняя опыты.

### **ОКАЗАНИЕ ПЕРВОЙ ПОМОЩИ**

**При ранениях.** Различают ранения: а) с повреждением вен и б) с повреждением артерий. В первом случае кровь из раны вытекает медленно, во втором бьет струей. При ранении руки без повреждения артерии удаляют кровь вокруг раны ватой, смоченной слабым раствором спирта или раствором перманганата калия. Затем смазывают рану настойкой йода и перевязывают чистым бинтом. В случае сильного кровотечения следует туго перевязать рану выше пореза жгутом или толстой резиновой трубкой, завязав ее узлом. Для этой цели можно также использовать веревку, полотенце или, наконец, носовой платок, скрутив его жгутом. Удалив кровь с кожи вокруг раны, накладывают несколько слоев стерильной марли и толстый слой ваты и бинтуют. Пострадавшего следует немедленно отправить в амбулаторию.

При глубоком порезе лица или другого места, на которое нельзя наложить жгут, на место ранения накладывают большой кусок марли - тампон; его следует держать крепко прижатым к ране, чтобы задержать кровь. Пострадавшего необходимо немедленно отправить к врачу.

**При ожогах.** При ожоге горячей жидкостью или горячим предметом обожженное место, если возможно, следует немедленно погрузить в свежеприготовленный раствор перманганата калия. Концентрация раствора должна быть тем больше, чем сильнее ожог. Затем смазать обожженное место мазью от ожога или вазелиновым маслом, или же присыпать питьевой содой и забинтовать. Очень хорошее средство при небольших ожогах - винный спирт. Смочив вату спиртом, прикладывают ее к месту ожога на 2-3 мин. В случае серьезного ожога на значительном участке кожи прикладывают ко всей обожженной поверхности ком-

пресс из раствора перманганата калия или танина и немедленно отправляют пострадавшего к врачу.

При ожоге рук или лица серной кислотой необходимо быстро смыть кислоту большим количеством воды, а затем 10%-ным раствором соды. Ни в коем случае нельзя смывать кислоту мылом, так как выделяющиеся при этом жирные кислоты не позволяют хорошо удалить кислоту. При ожогах фтороводородной кислотой пользуются 2%-ным раствором  $\text{CaCl}_2$  или 20%-ной суспензией оксида магния в глицерине. Ожоги, причиненные горящим фосфором, чрезвычайно болезненны и очень медленно заживают. Обожженное место немедленно и тщательно промывают раствором перманганата калия (1: 10) или медного купороса (1: 10), после этого водой, а затем накладывают компресс из ваты, пропитанной 2%-ным раствором медного купороса. Рану, образовавшуюся от ожога, нельзя лечить мазью от ожогов или маслом, так как белый фосфор растворим в жирах, и таким путем еще больше распространится по коже. Не ограничиваясь принятыми мерами первой помощи, необходимо, не откладывая, обратиться к врачу, так как возможно отравление фосфором через рану. Едкие щелочи сильно действуют на кожу и, особенно на слизистые оболочки. Очень опасно попадание даже мельчайших частиц щелочи в глаза. При поражении тела и глаз щелочью смывают ее водой до тех пор, пока участок, на который она попала, не перестанет быть скользким. Затем промывают 2%-ным (по объему) раствором уксусной кислоты. При поражении кислотами глаза промывают большими количествами воды, а затем 2%-ным раствором гидрокарбоната натрия (питьевая сода). При ожоге полости рта щелочью следует прополоскать рот 3%-ным раствором борной кислоты, а при ожогах кислотой - 5%-ным раствором гидрокарбоната натрия. Оксид кальция (негашеная известь) вызывает раздражение слизистых оболочек и кожи, обжигает (очень опасно попадание в глаза). Первая помощь та же, что и при поражении щелочами.

#### **При отравлениях.**

Аммиаком. Немедленно вдыхать пары уксусной кислоты. Затем принять внутрь молоко, белок, лимонный сок или уксус.

Оксидами азота. Вдыхать чистый кислород. Обратиться к врачу.

Бромом. При отравлении парами брома умеренно вдыхать пары аммиака или нюхать слабый раствор сероводородной воды. При ожоге бромом рук или лица промыть обожженное место раствором тиосульфата натрия и наложить ланолин или другой жир. Обратиться к врачу.

Бензином, бензолом. Дать рвотное, затем произвести искусственное дыхание и растирание тела. Дать валериановые капли.

Йодной настойкой. Принимать внутрь крахмальный клейстер или 1%-ный раствор тиосульфата натрия: сразу 100 мл, а затем 2 - 3 раза через каждые 10 мин по столовой ложке.

Метиловым спиртом. Немедленно дать вдыхать кислород. Срочно вызвать скорую помощь.

Оксидом углерода (II). Больного немедленно перевести в хорошо проветриваемое помещение, дать вдыхать кислород. При затрудненном дыхании применить искусственное дыхание. Немедленно вызвать врача.

Ртутными соединениями. В случае растворимых ртутных соединений немедленно вызвать рвоту. До прибытия врача больному дать молоко и яичный белок, предварительно смешав их. Хорошо также дать взвесь активированного угля в воде. Нужна немедленная медицинская помощь.

Свинцовыми соединениями. Принять внутрь раствор сульфата натрия (1:10) или сульфата магния (1:10) в теплой воде, а также молоко, яичный белок, большое количество активированного угля в воде.

Сероводородом. В легких случаях - свежий воздух, в тяжелых - искусственное дыхание, кислород.

Оксидом серы (IV). Пострадавшего вывести на свежий воздух; если отравление тяжелое, применить искусственное, дыхание.

Парами дисульфида углерода (сероуглеродом). Пострадавшего немедленно перевести в другое помещение, на свежий воздух, тотчас же вызвать врача. До прихода врача — теплые ванны, молоко, искусственное дыхание.

Серной кислотой. Немедленно вызвать врача, так как необходимо промывание желудка. Дать выпить раствор жженой магнезии  $MgO$  (15,0 г в 1 л воды), затем раствор яичного белка (пять белков на 1 л воды). **Вызывать рвоту противопоказано.**

Синильной кислотой, цианидом калия. Дать рвотное и немедленно вызвать скорую помощь. До ее прибытия делать искусственное дыхание, холодное обливание затылка (с высоты 50 см) и растирание. Поить концентрированным раствором глюкозы или сахара.

Соляной или уксусной кислотой. Дать оксид кальция, жженую магнезию в воде, молоко. При стесненном дыхании применить искусственное дыхание. Обратиться к врачу. **Вызывать рвоту противопоказано.**

Фосфором. При отравлении фосфором вызвать рвоту, приняв раствор 1 г медного купороса в 2—3 л воды. Давать больному кусочки льда. Молоко и жиры противопоказаны.

Фтороводородной кислотой. Немедленно вызвать врача, так как необходимо промывание желудка. Дать молоко, яичный белок, раствор хлорида кальция (10:200). **Вызывать рвоту противопоказано.**

Хлором. Пострадавшего вывести на свежий воздух. Давать нюхать смесь слабого раствора аммиака с винным спиртом.

Хромовой кислотой. Пить молоко, яичный белок, раствор гашеной извести  $Ca(OH)_2$  в сахарной воде. Обратиться к врачу. **Вызывать рвоту противопоказано.** Щавелевой кислотой. Дать оксид кальция (жженую магнезию) в сахарной воде или тертый мел, взболтанный с водой, карбонат магния  $MgCO_3$ . Обратиться к врачу.

## ПРАВИЛА ОБРАЩЕНИЯ С РЕАКТИВАМИ

### Классификация реактивов

В количественном анализе следует применять более чистые реактивы.

В зависимости от количества примесей отечественные реактивы делят на *химически чистые* (х.ч.) - содержат не более 0,05% примесей, *чистые для анализа* (ч.д.а.) - не более 0,1% примесей, *чистые* (ч.) - 1,0 - 0,1%, *очищенные* (оч.) и «*технические*» (техн.). В последние десятилетия распространены реактивы *особой чистоты* (ос.ч.) и *высшей очистки* (в. оч.). Допустимое содержание примесей устанавливается ГОСТом и указывается на этикетке.

Не следует использовать неизвестные или сомнительные реактивы. При работе следует применять реактив именно той марки, которая указана в прописи. Одну и ту же серию определений, включая и градуировку, необходимо выполнять с реактивом одной и той же партии (номер партии указан на этикетке).

## ПРАВИЛА РАБОТЫ С РЕАКТИВАМИ

### Твердые реактивы

1. Реактив берут из банки фарфоровым или стеклянным шпателем. Металлический шпатель применять не рекомендуется.

2. Просыпавшийся на стол реактив нельзя высыпать обратно в ту же банку во избежание загрязнений.

3. Взвешивать реактивы можно только в сухом стакане или на часовом стекле.

4. Отобранную порцию реактива следует пересыпать в чистый и высушенный стакан или бюкс с крышкой; хранить сухие вещества в бумаге ни в коем случае нельзя.

### Жидкие реактивы

1. Растворы хранят в склянках, снабженных пробкой (лучше, стеклянной) и четкой этикеткой с указанием названия реактива, его формулы, марки, концентрации и даты приготовления. Применение Г корковых и резиновых пробок нежелательно. В крайнем случае, резиновые пробки перед употреблением надо прокипятить в воде.

2. Растворы веществ, разлагающихся на свету, нужно хранить в темных или желтых склянках.

3. Растворы аммиака и едких щелочей не рекомендуется хранить в стеклянной посуде, так как они при этом загрязняются веществами, перешедшими в раствор из стекла, — соединениями натрия, кальция, кремниевой кислотой и др. Лучше хранить аммиак и щелочи в посуде из полиэтилена.

4. Нельзя класть пробки, закрывающие растворы, прямо на стол; отлитый из склянки реактив нельзя возвращать обратно в склянку и т. д.

5. Все растворы следует готовить на дистиллированной воде, а при определении микропримесей и при работе с особо чистыми веществами пользоваться только дважды перегнанной водой - *бидистиллятом*.

### ХИМИЧЕСКАЯ ПОСУДА, ПРИБОРЫ И ОБОРУДОВАНИЕ

При полумикроанализе используют массу и объем исследуемого вещества соответственно 0,05-0,5 г и 1-10 мл. Анализ таких малых количеств исследуемого вещества требует специального оборудования и посуды.

#### 1. Пробирки

-цилиндрическая

-коническая

Большинство аналитических операций проводят в цилиндрических и конических пробирках. Конические пробирки называются также центрифужными, так как используются для центрифугирования. Они не всегда удобны в практике полумикроанализа, поскольку в них трудно растворять и промывать уплотненный на дне осадок, полученный после центрифугирования. Однако в таких пробирках легко обнаружить осадок и определить его характер: цвет, кристалличность. Цилиндрические и конические пробирки ставят в специальный штатив (рис 1).

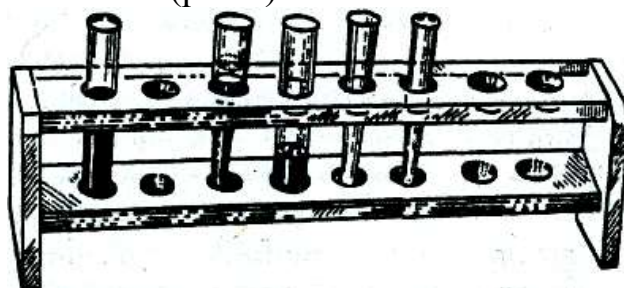


Рис.1. Штатив для пробирок

2. **Капиллярная пипетка** (рис. 2). Представляет собой стеклянную трубку, нижний конец которой оттянут в капилляр. На верхний конец трубки надет резиновый колпачок или резиновая трубка, плотно закрытая с одного конца стеклянным шариком или отрезком оплавленной стеклянной палочки. Длина пипетки 80-90 мм, емкость около 1 мл.



Рис. 2 Капиллярная пипетка

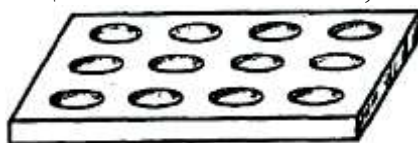
**3. Стекланные палочки.** Обычно их диаметр 3-5 мм, длина 7-10 см. Они должны быть хорошо оплавлены.

**4. Промывалка** (рис. 3). Представляет собой плоскодонную колбу из стекла. Колбу закрывают пробкой (лучше резиновой) с двумя отверстиями, в которые вставляют две стеклянные трубки. Одна из них - короткая, изогнутая под тупым углом, служит для вдувания в колбу воздуха, конец ее находится почти под самой пробкой. Другая трубка - длинная, доходит до самого дна колбы. Ее верхний конец загнут под углом 60-70°, нижний почти касается дна колбы. Верхний конец длинной трубки соединяется с помощью резиновой трубки длиной 4-5 см с короткой стеклянной трубкой, оттянутой на конце в капилляр. Этим достигается подвижность верхней части длинной трубки, что позволяет изменять направление струи жидкости, вытекающей из промывалки. Струя должна быть достаточно тонкой. Иногда в качестве промывалки используют полиэтиленовую банку, в крышке которой просверлено отверстие. Сквозь это отверстие пропускают стеклянную трубку до самого дна банки, а верхний конец загибают под углом 60—70 °С. Если надавить на стенку полиэтиленовой банки правой рукой, то вода начнет вытекать из верхнего конца трубки, оттянутого в капилляр. На наш взгляд, такой промывалкой пользоваться гораздо удобнее, чем промывалкой из стекла



Рис. 3. Промывалка

**5. Капельная пластинка** (рис. 4). Это фарфоровая пластинка с несколькими углублениями. На ней удобно выполнять цветные реакции, сопровождающиеся характерной окраской осадка или раствора. На капельной пластинке можно проводить параллельно несколько реакций, очищать и мыть ее легче, чем пробирку.



*Рис. 4* Капельная пластинка

**6. Часовые стекла** (рис. 5). Их диаметр 4 - 5 см; они должны быть как можно более выпуклыми. Из пары часовых стекол с пришлифованными краями делают газовую камеру (рис. 6), с помощью которой обнаруживают различные газы. На вогнутую поверхность верхнего стекла помещают влажную реактивную бумажку, а реакцию проводят на нижнем стекле.



*Рис. 5* Часовое стекло



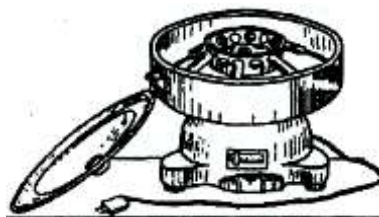
*Рис. 6* Газовая камера

**7. Фарфоровые чашки** (рис. 7). Они служат для выпаривания или нагревания раствора, их емкость - 6-10 мл.



*Рис. 7.* Фарфоровая чашка для выпаривания раствора

**8. Центрифуга** (рис. 8). Предназначена для отделения осадка от раствора. Используется центробежная сила, развиваемая при быстром движении ротора центрифуги.



*Рис. 8.* Центрифуга

**9. Водяная баня** (рис. 9). Служит для нагревания реакционной смеси в пробирке, которую погружают в кипящую водяную баню. Кипящую водяную баню используют также для упаривания жидкости до небольшого объема.



*Рис 9.* Водяная баня

## Лабораторные технические и аналитические весы

Весы являются важнейшим прибором в химической лаборатории, так как ни один анализ не обходится без определения массы вещества и химической посуды, в которую помещают взвешиваемое вещество.



Рис. 10. Аптечные весы

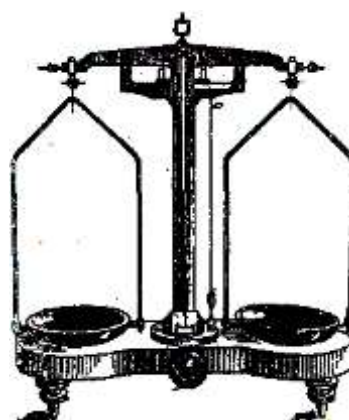


Рис. 11. Лабораторные технические весы

Для удобства классификации традиционно выделяют общелабораторные, или технические весы, и лабораторные аналитические весы. Технические весы предназначены для технических анализов и взвешивания навесок, не требующих высокой точности. Среди *технических* весов различают весы аптечные ВА-4 (рис. 10) и собственно технические весы (рис. 11), иногда называемые теххимическими весами. Максимальная нагрузка аптечных весов не превышает 100 г. Их вешают на штатив или на палец левой руки. У ненагруженных и уравновешенных весов стрелка должна находиться в строго вертикальном положении.

Для более точного взвешивания применяют лабораторные технические весы (см. рис. 11). Они более совершенны и их максимальная нагрузка может составлять от 200 г до нескольких килограммов. Они дают возможность взвешивать с точностью до 10 мг.

Лабораторные *аналитические* весы имеют, по сравнению с техническими, повышенную чувствительность и точность. Наиболее часто в лабораториях используют аналитические весы АДВ-200 и ВЛР-200 (рис. 12). Отличительная особенность этих весов заключается в том, что они имеют специальные устройства (демпферы), с помощью которых быстро прекращаются колебания коромысла и стрелки. В этих весах имеется устройство для навешивания на коромысло и снятия с него малых разновесок (массой от 10 до 990 мг), а также световой экран для отсчета положения стрелки весов.

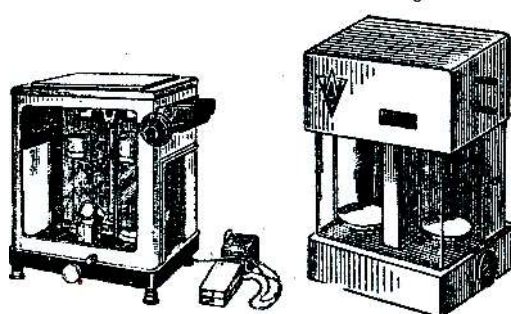


Рис. 12. Аналитические весы: а - АДВ-200; б - ВЛР-200

Максимальная (или предельная) нагрузка этих весов 200 г. Весы АДВ-200 позволяют взвешивать с точностью до 0,0001-0,0002 г; весы ВЛР-200 - с точностью до 0,00005 г.

Правильные весы всегда показывают одинаковые результаты при нескольких взвешиваниях одного и того же предмета, или при одинаковых массах (гирях) на двух чашках коромысло сохраняет первоначальное положение.

Чувствительность весов считают достаточной при отклонении стрелки на 3-5 делений при перегрузке в 1 мг. Для взвешивания на демпферных аналитических весах используется специальный аналитический разновес, который хранится в специальной коробке с гнездами для каждой гирьки (рис. 13). Аналитический разновес имеют гирьки 50, 20, 10, 10, 10, 5, 2, 1, 1, 1 м или 50, 20, 20, 10, 5, 2, 2, 1 г. Миллиграммовых разновесов нет. Как упоминалось выше, они заменены специальными кольцами, которые подвешены внутри весов. В коробке имеется также пинцет, при помощи которого берут гирьки.

Для микроанализа применяются аналитические весы (*микровесы*) для взвешивания веществ от 0,01 до 0,001 мг (от 0,00001 до 0,000001 г), их предельная нагрузка 20 г. Они снабжены приспособлением для наблюдения за отклонением стрелки. При взвешивании пользуются специальным разновесом, предназначенным для таких весов.



Рис. 13. Аналитический разновес



Рис. 14. Автоматические аналитические весы

В настоящее время в химических лабораториях используются одночашечные автоматические демпфируемые весы с цифровой индикацией (рис. 14), работающие на компенсационном принципе. В процессе взвешивания масса груза компенсируется кольцами-разновесами до тех пор, пока коромысло весов не придет в равновесие. Процесс установления равновесия ускоряется при механическом или электромагнитном демпфировании.

## МЫТЬЕ ХИМИЧЕСКОЙ ПОСУДЫ

Применяемая при аналитических работах химическая стеклянная посуда должна быть чистой. Она считается чистой, если на ее стенках не образуется отдельных капель и вода оставляет равномерную тончайшую пленку.

Если на стенках посуды (пробирки, стакана, колбы) или на дне имеются приставшие частицы осадка, то их удаляют с помощью специальных щеток, в быту называе-

мых ершами. При работе с ершом надо следить за тем, чтобы его нижний конец не ударялся о дно, так как им можно выбить дно пробирки.

Наиболее широко в химической лаборатории распространено мытье посуды *хромовой смесью*. Для приготовления данной смеси к насыщенному раствору дихромата калия при непрерывном перемешивании очень медленно приливают концентрированную серную кислоту с массовой долей 96-98 %. Хорошо приготовленная хромовая смесь имеет темно-оранжевый цвет и сиропообразную консистенцию. Она считается непригодной для мытья посуды, если станет темно-зеленого цвета. Налив хромовую смесь в сосуд, и вращая его, смачивают ею все стенки. Смесь является сильным окислителем, на чем и основано ее действие при отмывании стенок посуды от различных загрязнений. После обработки посуды хромовой смесью посуду промывают водопроводной водой и затем несколько раз ополаскивают дистиллированной. Надо внимательно следить за тем, чтобы вода стекала равномерно со стенок посуды.

После обработки сосуда хромовой смесью ее выливают в тот же сосуд, в котором она хранилась. Сосуд закрывают стеклянной пробкой.

Хромовую смесь *не применяют*, если посуда загрязнена *парафином, керосином, воском, минеральными маслами*. В этих случаях посуду, прежде всего, моют *органическими растворителями*. Надо избегать попадания в хромовую смесь спиртов - этилового или метилового. Спирты окисляются, а дихромат-ионы  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  восстанавливаются до  $\text{Cr}^{3+}$ , в результате чего раствор приобретает зеленую окраску и делается непригодным для дальнейшего применения.

Кроме хромовой смеси используют и другие способы мытья посуды. В частности, на практике применяют *теплый насыщенный раствор соды, горячий мыльный раствор, раствор фосфата натрия с массовой долей его 10%*, а также *порошки для стирки белья*. После этих средств надо очень тщательно ополаскивать посуду водопроводной, а затем дистиллированной водой. Если требуется особенно чистая посуда то, ее предварительно моют каким-либо способом, затем обрабатывают горячим водяным паром в течение одного часа.

Сушат стеклянную посуду или на деревянных колышках, укрепленных на вертикально установленной доске, или в сушильных шкафах.

Для анализа берут все части растений, стараясь, чтобы они были равномерно представлены в пробе. Отобрав представительную первичную пробу сухих материалов, ее измельчают, перемешивают и сокращают до размеров лабораторной пробы. Сокращение обычно проводят *квартованием*. Для этого измельченную пробу высыпают на ровную поверхность, перемешивают, разравнивают в форме квадрата и делят квадрат по диагонали на четыре части. Две противоположные части отбрасывают, а с двумя другими частями продолжают квартование до получения необходимой лабораторной пробы. Из лабораторной пробы отбирают аналитические пробы, которые подвергают дальнейшей аналитической обработке после взвешивания на технических или аналитических весах.

**ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1**  
**ПЕРВАЯ АНАЛИТИЧЕСКАЯ ГРУППА КАТИОНОВ**  
**(K<sup>+</sup>, Na<sup>+</sup>, NH<sub>4</sub><sup>+</sup>, Mg<sup>2+</sup> и др.)**

**Цель:** Провести качественный анализ катионов 1-ой аналитической группы.

**Задачи:**

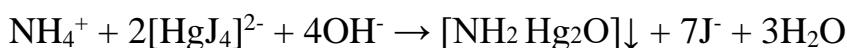
1. Изучить частные качественные реакции на катионы 1-ой аналитической группы.
2. Исследовать действие группового реагента.

**Последовательность хода анализа смеси катионов первой группы с ее обоснованием и указанием химических реакций.**

1. Ход анализа начинают с обнаружения иона аммония дробным методом реактивом Несслера (тетраиодиодмеркуратом (II) калия), т.к. эта реакция является специфической, ей не мешают другие ионы. Кроме того ион NH<sub>4</sub><sup>+</sup>, будет мешать обнаружению K<sup>+</sup> и Na<sup>+</sup> и о его присутствии необходимо знать заранее. Реактив Несслера – смесь K<sub>2</sub>[HgJ<sub>4</sub>]<sub>4</sub> и KOH, выделяет из раствора солей аммония \_\_\_\_\_ осадок иодида оксодимеркураммония.



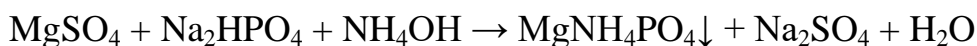
или в ионной форме:



**2. Обнаружение иона магния.**

Обнаружению Mg<sup>2+</sup> другие катионы первой группы не мешают, и он тоже обнаруживается дробным методом.

Гидрофосфат натрия Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> в присутствии NH<sub>4</sub>OH и NH<sub>4</sub>Cl с ионом Mg<sup>2+</sup> образует \_\_\_\_\_ кристаллический осадок фосфата магния аммония.



или в ионной форме:



**3. Удаление иона аммония.**

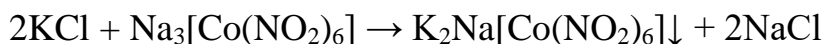
Ион аммония необходимо удалить из исследуемого раствора, т.к. он мешает обнаружению ионов калия и натрия.

Удаление NH<sub>4</sub><sup>+</sup> основано на термическом разложении солей аммония с образованием газообразных продуктов.

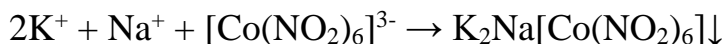


#### **4. Обнаружение иона калия.**

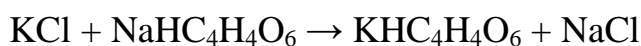
В центрифугате, не содержащего  $\text{NH}_4^+$ , гексанитрокобальтат (III) натрия  $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$  при взаимодействии с ионом калия в нейтральной или уксуснокислой среде образует осадок \_\_\_\_\_ цвета гексанитрокобальтат (III) натрия - калия -  $\text{K}_2\text{Na}[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ .



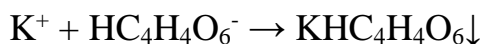
или в ионной форме:



Гидротартрат натрия  $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$  выделяет из нейтрального раствора, содержащего  $\text{K}^+$ , \_\_\_\_\_ мелкокристаллический осадок гидротартрата калия  $\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ .



или в ионной форме

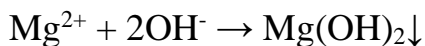
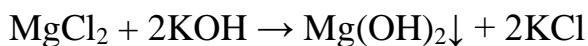


#### **5. Удаление иона магния.**

Если в растворе был обнаружен магний, то его необходимо удалить, т.к. он мешает обнаружению натрия.

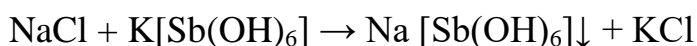
Удаление  $\text{Mg}^{2+}$  основано на трудной растворимости  $\text{Mg}(\text{OH})_2$ .

При добавлении к центрифугату раствора  $\text{KOH}$  (но не  $\text{NaOH}$  !!!)  $\text{Mg}^{2+}$  осаждается в виде \_\_\_\_\_ аморфного осадка гидроксида магния.

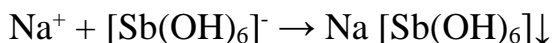


**6. Обнаружение иона натрия** в центрифугате, который не содержит  $\text{NH}_4^+$  и  $\text{Mg}^{2+}$ .

Гексагидроксостибиат (V) калия  $\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$  осаждает из нейтрального раствора, содержащего  $\text{Na}^+$ , \_\_\_\_\_ кристаллический осадок гексагидроксостибиата (V) натрия  $\text{Na}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$ .



или в ионной форме:



**Контрольная задача № \_\_\_\_.**  
**Анализ смеси катионов первой аналитической группы в исследуемом растворе ( $K^+$ ,  $Na^+$ ,  $NH_4^+$ ,  $Mg^{2+}$ )**

Сокращения: К – капля

<i>№ операции</i>	<i>Название операции</i>	<i>Реактив</i>	<i>Выполнение операции</i>	<i>Внешний эффект в присутствии иона</i>	<i>Внешний эффект в задаче</i>	<i>Вывод</i>
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>	<i>5</i>	<i>6</i>	<i>7</i>
1.	Обнаружение $NH_4^+$	Реактив Несслера	<u>На предметном стекле:</u> 1К. раствора задачи + 2К. реактива Несслера	Красно-бурый осадок		
2.	Обнаружение $Mg^{2+}$	$Na_2HPO_4$	<u>В цилиндрическую пробирку:</u> 2К. раствора задачи + 2К. $NH_4Cl$ + 4К. $Na_2HPO_4$ + 4К. $NH_4OH$ . На холоду, при потирании стеклянной палочкой.	Белый кристаллический осадок		
3.	Удаление $NH_4^+$	Выпаривание раствора и прокаливание сухого остатка.	<u>В тигель:</u> 10-12К. задачи, выпарить, сухой остаток прокалить до прекращения выделения белого «дыма». Сделать пробу на полноту удаления $NH_4^+$ . Для этого на предметное стекло палочкой поместить крупинку сухого остатка + 1К. $H_2O$ + 1-2К. реактива Несслера. Добившись полного удаления $NH_4^+$ , охладить тигель, растворить осадок в 5-6К. $H_2O$ . Если появится муть, раствор перенести в коническую пробирку, отцентрифугировать, осадок отбросить, в центрифугате открыть $K^+$ и $Na^+$ .			
4.	Обнаружение $K^+$	$Na_3[Co(NO_2)_6]$	<u>На предметном стекле:</u> 1К. заадачи (нейтральной или слабобокислой) + 2К. $Na_3[Co(NO_2)_6]$ . Если в задаче $NH_4^+$ отсутствует, то берут 1К. задачи.	Желтый кристаллический осадок		
5.	Удаление $Mg^{2+}$	КОН	Если в задаче есть $Mg^{2+}$ , то его необходимо удалить из центрифугата перед обнаружением $Na^+$ . <u>В коническую пробирку</u> поместить 3-4К. задачи и 1-2К. 2Н. раствора КОН, нагреть на водяной бане. Осадок $Mg(OH)_2$ , отцентрифугировать, проверить полноту осаждения и отбросить. Центрифугат нейтрализовать раствором $CH_3COOH$ и открыть $Na^+$ .			

1	2	3	4	5	6	7
6.	Обнаружение Na <sup>+</sup>	K[Sb(OH) <sub>6</sub> ]	В цилиндрическую пробирку: 4-5К. нейтрализованного раствора центрифугата + 2-3К. K[Sb(OH) <sub>6</sub> ], на «холоду» при потирании стеклянной палочкой, 10-15 минут раствор должен постоять. Проверочная реакция на Na <sup>+</sup> - реакция окрашивания пламени	Белый кристаллический осадок. Желтый цвет пламени		

Ответ задачи № \_\_\_\_\_

**Вопросы, изучаемые при подготовке к занятию:**

1. Какие катионы относятся к первой аналитической группе?
2. Почему катион магния относится к первой группе?
3. В какой последовательности выполняют операции в ходе анализа смеси катионов первой группы? Дать пояснение.
4. Качественная реакция на катион аммония.
5. Качественная реакция на катион магния.
6. На чем основано удаление катиона аммония из анализируемого раствора?
7. Качественная реакция на катион калия, условия проведения реакция.
8. На чем основано удаление катиона магния из раствора?
9. Качественная реакция на катион натрия, условия проведения реакции.
10. Биологическое значение катионов 1-ой группы.

Зачтено \_\_\_\_\_ Подпись преподавателя \_\_\_\_\_

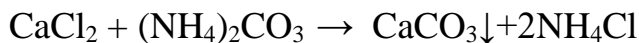
**ЛАБОРАТОНАЯ РАБОТА № 2**  
**ВТОРАЯ АНАЛИТИЧЕСКАЯ ГРУППА КАТИОНОВ**  
**(Ca<sup>2+</sup>, Ba<sup>2+</sup> и др.)**

**Цель:** Провести качественный анализ катионов 2-ой аналитической группы.

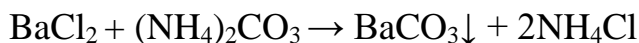
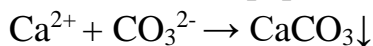
**Задачи:**

1. Изучить частные качественные реакции на катионы 2-ой аналитической группы.
2. Исследовать действие группового реагента.

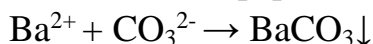
**1. Отделение катионов второй группы от первой** в виде труднорастворимых в воде карбонатов при помощи группового реактива (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, карбонаты катионов первой группы хорошо растворимы и при этом остаются в растворе.



или в ионной форме:



или в ионной форме:

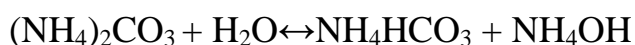


Основное требование при отделении ионов – это полнота отделения.

Для достижения полноты отделения катионов 2-ой группы их осаждение ведут при следующих условиях:

***а. в присутствии NH<sub>4</sub>OH (не выполняется)***

В водных растворах (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> сильно гидролизован как соль слабого основания и слабой кислоты:



Ион HCO<sub>3</sub><sup>-</sup> образует с катионами второй группы Ba(HCO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> и Ca(HCO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, которые растворимы в воде. Полнота осаждения при этом не будет достигнута. Чтобы избежать образование гидрокарбонатов, осаждение катионов второй группы ведут в присутствии NH<sub>4</sub>OH, который смещает равновесие гидролиза (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> влево.

***б. при нагревании раствора до 50 ÷ 70 °C (не выполняется)***

Карбонат аммония (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> в результате разложения содержит карбаминат аммония NH<sub>2</sub>COONH<sub>4</sub>, не дающий осадка с катионами второй группы:

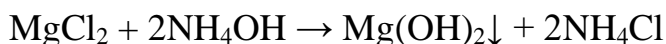
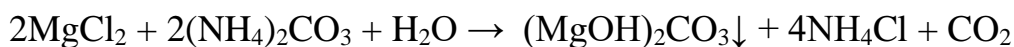


При нагревании раствора до 50 ÷ 70 °C равновесие смещается влево.

Кроме того, нагревание способствует превращению аморфного осадка карбонатов в кристаллический, легче отделяемый центрифугированием.

**в. при добавлении к раствору  $\text{NH}_4\text{Cl}$  (не выполняется)**

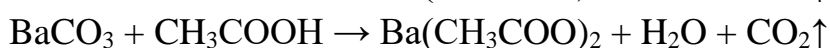
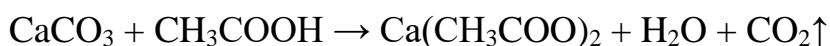
При действии карбоната аммония, в присутствии  $\text{NH}_4\text{OH}$ , помимо катионов второй группы частично осаждаются ион  $\text{Mg}^{2+}$  в виде гидроксида магния и его основной соли:



В хлориде аммония карбонат гидроксомагния и гидроксид магния растворяются и ион  $\text{Mg}^{2+}$  остается в растворе с первой группой катионов.

Итак, катионы 2-ой группы осаждают карбонатом аммония в присутствии  $\text{NH}_4\text{OH}$ ,  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , при нагревании до  $50\div 70^\circ\text{C}$ .

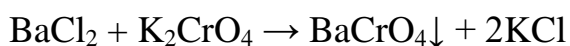
**2. Растворение осадка карбонатов кальция и бария в уксусной кислоте:**



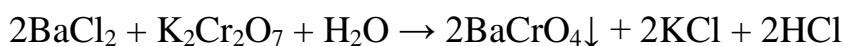
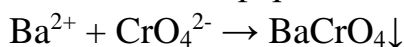
**3. Обнаружение иона бария.**

Поскольку барий мешает обнаружению кальция реакцией с оксалатом аммония  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ , т.к. образует с этим реактивом \_\_\_\_\_ осадок, то необходимо узнать, присутствует ли он в растворе.

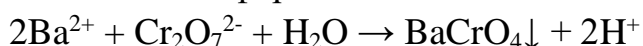
Хромат калия  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  и дихромат (бихромат) калия  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  образуют с катионом бария \_\_\_\_\_ кристаллический осадок хромата бария  $\text{BaCrO}_4$ :



или в ионной форме:



или в ионной форме:

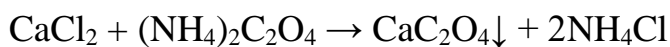


**4. Отделение иона бария перед обнаружением кальция.**

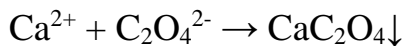
Осуществляется добавлением к анализируемому раствору хромата или дихромата калия.  $\text{Ba}^{2+}$  осаждается в виде труднорастворимого хромата (реакции указаны выше), а хромат и дихромат кальция хорошо растворимы и ион кальция остается в растворе.

**5. Обнаружение иона кальция** в растворе (центрифугате), который не содержит катион бария.

Оксалат аммония  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$  с катионом кальция образует \_\_\_\_\_ кристаллический осадок оксалата кальция  $\text{CaC}_2\text{O}_4$ .



или в ионной форме:



**Контрольная задача № \_\_\_\_\_.**

**Анализ смеси катионов второй аналитической группы с отделением от первой группы катионов**

Сокращения: К – капля

<i>№ операции</i>	<i>Название операции</i>	<i>Реактив</i>	<i>Выполнение операции</i>	<i>Внешний эффект в присутствии иона</i>	<i>Внешний эффект в задаче</i>	<i>Вывод</i>
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>	<i>5</i>	<i>6</i>	<i>7</i>
1	Обнаружение $\text{NH}_4^+$	Реактив-Несслера	<u>На предметном стекле:</u> 1К. задачи + 2К. реактива Несслера	Красно-бурый осадок		
2	Отделение катионов 2 группы от катионов 1 группы.	$(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$	<u>В коническую (центрифужную) пробирку:</u> 12-15К. задачи + $\text{NH}_4\text{OH}$ до запаха + 2-3К. $\text{NH}_4\text{Cl}$ + нагреть до $60^0$ - $70^0$ + 8-10 К. группового реактива $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ + перемешать + отцентрифугировать. Не отделяя раствор от осадка, проверить полноту осаждения, добавлением 1К. раствора $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ к раствору над осадком. При появлении мути добавить еще 2-3К. $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ , перемешать, снова отцентрифугировать, проверить полноту осаждения. Добившись полного осаждения 2 группы катионов, нагреть жидкость с осадком на бане, отцентрифугировать, центрифугат перенести в другую пробирку. Осадок промыть 1 раз горячей водой.			
3	Растворение осадка ( $\text{CaCO}_3$ , $\text{BaCO}_3$ )	$\text{CH}_3\text{COOH}$	<u>В коническую пробирку с осадком:</u> добавить 6-8К. раствора $\text{CH}_3\text{COOH}$ + нагреть на водяной бане до растворения осадка	растворение осадка		
4	Обнаружение $\text{Ba}^{2+}$	$\text{K}_2\text{CrO}_4$ или $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$	<u>В цилиндрическую пробирку:</u> перенести 2-3К. уксусно – кислого раствора из конической пробирки + 2К. $\text{K}_2\text{CrO}_4$	желтый кристаллический осадок		

1	2	3	4	5	6	7
5	Отделение $Ba^{2+}$ от $Ca^{2+}$	$K_2CrO_4$ или $K_2Cr_2O_7$	<u>В конической пробирке:</u> Ко всему оставшемуся уксуснокислому раствору + раствор $K_2CrO_4$ или $K_2Cr_2O_7$ пока раствор в пробирке не окрасится в оранжево-желтый цвет + отцентрифугировать осадок + проверить полноту осаждения. Центрифугат перенести в цилиндрическую пробирку и там открыть $Ca^{2+}$ , осадок отбросить.	желтый кристаллический осадок		
6	Обнаружение $Ca^{2+}$	$(NH_4)_2C_2O_4$	В цилиндрическую пробирку с центрифугатом: 3-4к. $(NH_4)_2C_2O_4$	Белый кристаллический осадок, растворимый в HCl		

Ответ задачи № \_\_\_\_\_

**Вопросы, изучаемые при подготовке к занятию:**

1. Какие катионы относятся ко второй аналитической группе?
2. В какой последовательности выполняют операции в ходе анализа смеси катионов второй и первой группы? Дать пояснение.
3. Что является групповым реактивом на катионы второй группы, почему его действие ведут в присутствии  $NH_4OH$ ,  $NH_4Cl$ , при нагревании раствора до  $50 \div 70^\circ C$ .
4. Качественная реакция на катион бария. Почему при взаимодействии катиона бария с дихромат-ионом образуется осадок хромата бария?
5. Качественная реакция на катион кальция.
6. Биологическое значение катионов 2-ой группы.

Зачтено \_\_\_\_\_ Подпись преподавателя \_\_\_\_\_

**ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №3**  
**ТРЕТЬЯ АНАЛИТИЧЕСКАЯ ГРУППА КАТИОНОВ**  
**(Al<sup>3+</sup>, Fe<sup>2+</sup>, Fe<sup>3+</sup>, Mn<sup>2+</sup>, Zn<sup>2+</sup> и др.)**

**Цель:** Провести качественный анализ катионов 3-ой аналитической группы.

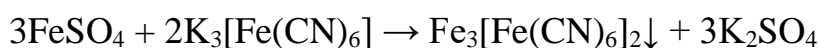
**Задачи:**

1. Изучить частные качественные реакции на катионы 3-ой аналитической группы.
2. Исследовать действие группового реагента.

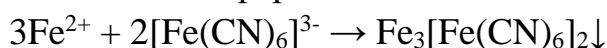
**1. Обнаружение иона железа (II).**

Катионы Fe<sup>2+</sup>, Fe<sup>3+</sup>, Mn<sup>2+</sup> имеют специфические реакции, поэтому их обнаруживают в начале хода анализа в отдельных порциях задачи.

Реактивом на Fe<sup>2+</sup> является гексацианоферрат (III) калия K<sub>3</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>], с Fe<sup>2+</sup> образует \_\_\_\_\_ осадок турнбулевой сини (гексацианоферрат (III) железа (II)):

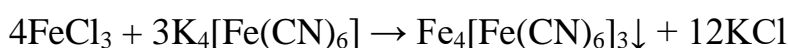


или в ионной форме:

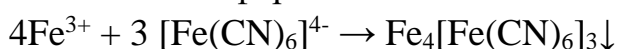


**2. Обнаружение иона железа (III).**

Реактивом на Fe<sup>3+</sup> является гексацианоферрат (II) калия K<sub>4</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>], с Fe<sup>3+</sup> он образует \_\_\_\_\_ осадок берлинской лазури (гексацианоферрат (II) железа (III)):



или в ионной форме:

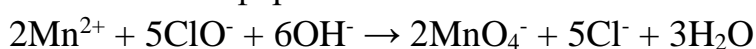


**3. Обнаружение иона марганца (II).**

Реактивом на Mn<sup>2+</sup> служит щелочной раствор гипохлорита натрия NaClO. С Mn<sup>2+</sup> он образует перманганат натрия NaMnO<sub>4</sub>, который окрашивает раствор в малиново-фиолетовый цвет:



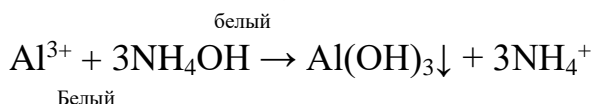
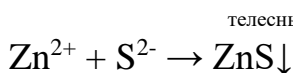
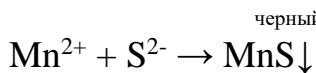
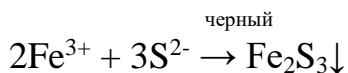
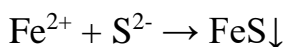
или в ионной форме:



**4. Отделение катионов третьей группы от катионов второй и первой групп.**

При действии группового реактива (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>S в присутствии NH<sub>4</sub>OH, NH<sub>4</sub>Cl и нагревании, катионы 3-й группы Fe<sup>2+</sup>, Fe<sup>3+</sup>, Mn<sup>2+</sup>, Zn<sup>2+</sup> осаждаются в виде сульфидов.

фидов, а  $\text{Al}^{3+}$  в виде гидроксида, т.к. произведение растворимости  $\text{Al}(\text{OH})_3$  будет достигнуто раньше, чем произведение растворимости сульфида алюминия. Катионы 1-й и 2-й групп остаются при этом в растворе.

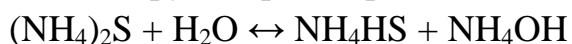


Для достижения полноты отделения катионов 3-й группы их осаждение ведут при следующих условиях:

***а. в присутствии  $\text{NH}_4\text{OH}$  (не выполняется)***

Сульфиды и гидроксиды катионов 3-й группы растворимы в сильных кислотах, которые образуются в результате гидролиза растворимых солей данных катионов. Гидроксид аммония добавляют для нейтрализации этих кислот.

Кроме того,  $\text{NH}_4\text{OH}$  добавляют для подавления гидролиза группового реактива, в результате которого образуется гидросульфид – ион, а гидросульфиды катионов 3-й группы растворимы в воде и полнота осаждения не будет достигнута.



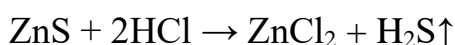
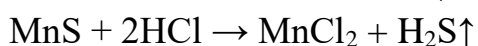
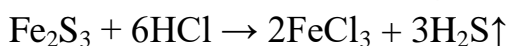
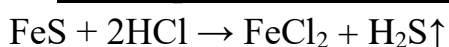
***б. в присутствии  $\text{NH}_4\text{Cl}$  и нагревании раствора (не выполняется)***

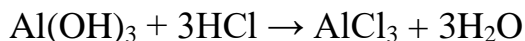
Сульфиды некоторых катионов 3-й группы легко переходят в коллоидное состояние и остаются в растворе. Чтобы предупредить это нежелательное явление, осаждение ведут из горячего раствора в присутствии электролита – коагулятора  $\text{NH}_4\text{Cl}$ . Хлорид аммония прибавляют еще и для того, чтобы после введения  $\text{NH}_4\text{OH}$  из раствора не выпал осадок  $\text{Mg}(\text{OH})_2$ .

***в. свежеприготовленные реактивы  $(\text{NH}_4)_2\text{S}$  и  $\text{NH}_4\text{OH}$  (не выполняется)***

Данные реактивы, поглощая  $\text{CO}_2$ , из воздуха, частично превращаются в карбонат аммония  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ . При этом вместе с 3-й группой будут осаждаться катионы 2-й группы.

**5. Растворение осадка катионов 3-й группы в  $\text{HCl}$ :**

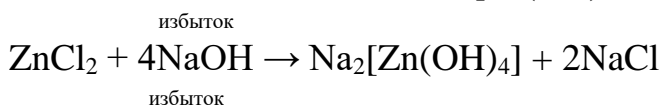
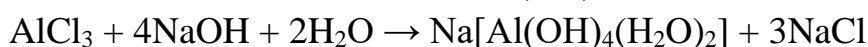
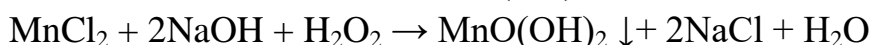
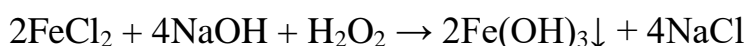




## **6. Отделение $\text{Fe}^{2+}$ , $\text{Fe}^{3+}$ , $\text{Mn}^{2+}$ от $\text{Al}^{3+}$ и $\text{Zn}^{2+}$ в полученном солянокислом растворе.**

Отделение основано на амфотерном характере гидроксидов  $\text{Al}^{3+}$  и  $\text{Zn}^{2+}$ , которые растворяются в избытке щелочи.

При добавлении щелочи и пероксида водорода к солянокислому раствору гидроксиды железа и марганца выпадают в осадок, а алюминий и цинк в виде  $[\text{Al}(\text{OH})_4(\text{H}_2\text{O})_2]^-$  и  $[\text{Zn}(\text{OH})_4]^{2-}$  остаются в растворе:



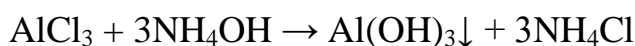
Осадок отделяют и отбрасывают, а в центрифугате открывают  $\text{Al}^{3+}$  и  $\text{Zn}^{2+}$ .

## **7. Обнаружение иона алюминия.**

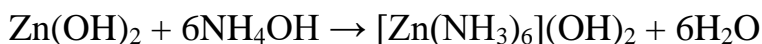
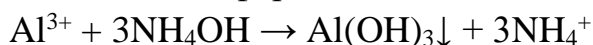
Сначала действием  $\text{HCl}$  разрушаем комплексный ион и получаем ион  $\text{Al}^{3+}$



$\text{NH}_4\text{OH}$  в присутствии  $\text{NH}_4\text{Cl}$  с  $\text{Al}^{3+}$  образует \_\_\_\_\_ хлопьевидный осадок  $\text{Al}(\text{OH})_3$ . Гидроксид цинка  $\text{Zn}(\text{OH})_2$  в осадок не выпадает, т.к. он растворяется в избытке  $\text{NH}_4\text{OH}$  и солях аммония.



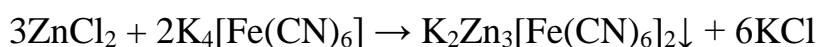
или в ионной форме:



## **8. Обнаружение иона цинка.**

Действием  $\text{HCl}$  разрушаем комплексный ион  $[\text{Zn}(\text{OH})_4]^{2-}$  и получаем ион  $\text{Zn}^{2+}$ .

Гексацианоферрат (II) калия  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$  с ионом  $\text{Zn}^{2+}$  образует \_\_\_\_\_ кристаллический осадок двойной соли  $\text{K}_2\text{Zn}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]_2$ .



### Вопросы, изучаемые при подготовке к занятию:

1. Какие катионы относятся к третьей аналитической группе, их общая характеристика, биологическое значение?
2. Действие группового реактива на третью группу. С какой целью добавляют  $\text{NH}_4\text{OH}$ ,  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , нагревают раствор?
3. Почему при осаждении катионов третьей группы сульфидом аммония катион алюминия осаждается в виде гидроксида алюминия?
4. На чем основано отделение катионов алюминия и цинка от катионов железа и марганца?
5. Почему катионы железа и марганца можно обнаружить в начале хода анализа перед отделением третьей группы? Качественные реакции на данные катионы.
6. На каком свойстве гидроксида алюминия основано обнаружение  $\text{Al}^{3+}$  в присутствии  $\text{Zn}^{2+}$ .
7. Последовательность хода анализа смеси катионов третьей группы с отделением от второй и первой групп, ее обоснование.

Зачтено \_\_\_\_\_

Подпись преподавателя \_\_\_\_\_

**ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4**  
**ЧЕТВЕРТАЯ АНАЛИТИЧЕСКАЯ ГРУППА КАТИОНОВ**  
**(Ag<sup>+</sup>, Pb<sup>2+</sup>, Hg<sub>2</sub><sup>2+</sup>, Cu<sup>2+</sup>, Hg<sup>2+</sup>)**

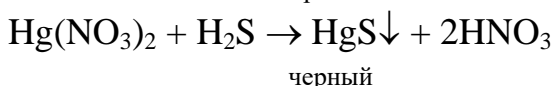
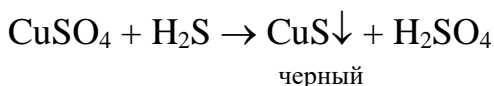
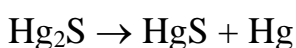
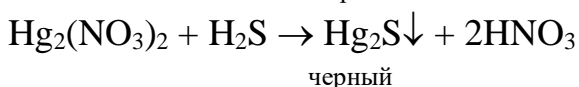
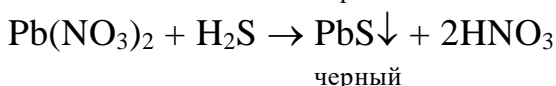
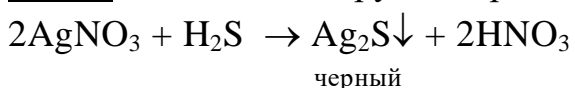
**Цель:** Провести качественный анализ катионов 4-ой аналитической группы.

**Задачи:**

1. Изучить частные качественные реакции на катионы 4-ой аналитической группы.
2. Исследовать действие группового реагента.

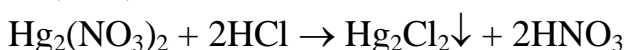
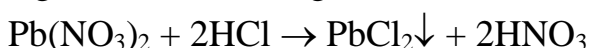
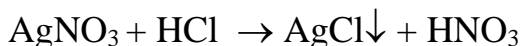
У сульфидов катионов 4-й группы значения произведения растворимости (ПР) настолько малы, что превышаются не только при действии сульфидом аммония, но и при пропускании сероводорода, дающего гораздо меньше сульфид – ионов. Превышаются значения ПР сульфидов 4-й группы даже в присутствии сильных кислот, подавляющих диссоциацию сероводородной кислоты.

**Групповым реактивом 4-й группы служит сероводород в кислой среде (HCl).** Катионы 3-й группы при этом не осаждаются.



Катионы 4-й группы по растворимости хлоридов делятся на две подгруппы.

**В подгруппу серебра входят Ag<sup>+</sup>, Hg<sub>2</sub><sup>2+</sup> и Pb<sup>2+</sup>,** дающие с хлороводородной кислотой мало растворимые в воде хлориды. **К подгруппе меди относятся Cu<sup>2+</sup>, Hg<sup>2+</sup>,** хлориды которых растворимы в воде, \_\_\_\_\_ цвета.



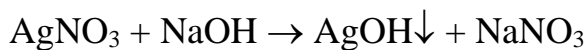
Мало растворимы в воде также гидроксиды, фосфаты и карбонаты катионов 4-й группы.

**КАЧЕСТВЕННЫЕ РЕАКЦИИ КАТИОНОВ 4 ГРУППЫ**

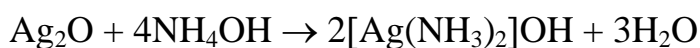
**Реакции катиона Ag<sup>+</sup>**

В водных растворах Ag<sup>+</sup> бесцветен.

1. **Едкие щелочи** образуют с ионом  $\text{Ag}^+$  \_\_\_\_\_ осадок  $\text{Ag}_2\text{O}$ , который образуется вследствие распада получающегося первоначально неустойчивого гидроксида серебра:

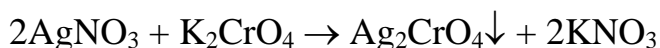


Осадок растворим в  $\text{NH}_4\text{OH}$  с образованием комплексного соединения гидроксид диамминсеребра:

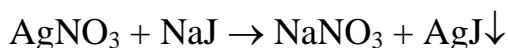
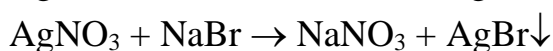
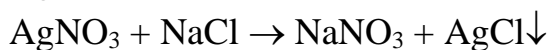


Реакцию проводят в присутствии  $\text{NH}_4\text{Cl}$

2. **Хромат калия  $\text{K}_2\text{CrO}_4$**  образует с ионом серебра \_\_\_\_\_ цвета осадок  $\text{Ag}_2\text{CrO}_4$ :



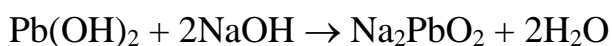
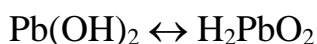
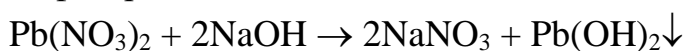
3. **Растворы хлоридов, бромидов, иодидов** (ионы  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$ ) образуют с  $\text{Ag}^+$  осадки: \_\_\_\_\_  $\text{AgCl}\downarrow$ , \_\_\_\_\_  $\text{AgBr}\downarrow$  и  $\text{AgI}\downarrow$ :



### Реакции катиона $\text{Pb}^{2+}$

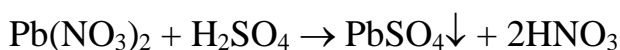
В водных растворах  $\text{Pb}^{2+}$  бесцветен.

1. **Едкие щелочи и  $\text{NH}_4\text{OH}$**  образуют с  $\text{Pb}^{2+}$  \_\_\_\_\_ осадок гидроксида свинца (II)  $\text{Pb}(\text{OH})_2$ , который растворим в избытке щелочи, т.к. обладает амфотерными свойствами:

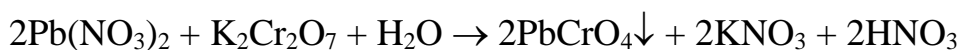
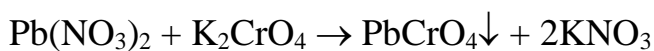


плюмбит натрия

2. **Серная кислота** и растворимые сульфаты (ион  $\text{SO}_4^{2-}$ ) осаждают  $\text{Pb}^{2+}$  в виде \_\_\_\_\_ осадка  $\text{PbSO}_4\downarrow$



3. **Хромат калия  $\text{K}_2\text{CrO}_4$**  и бихромат калия  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  образуют с  $\text{Pb}^{2+}$  хромат свинца – осадок \_\_\_\_\_ цвета:



4. **Иодид калия КJ** с  $Pb^{2+}$  образует \_\_\_\_\_ осадок  $PbJ_2$ :  
 $Pb(NO_3)_2 + 2KJ \rightarrow PbJ_2\downarrow + 2KNO_3$

**Реакции катионов ртути (в учебных целях не выполнять!!!).**

В водных растворах ионы ртути бесцветны. Соли ртути ядовиты! Работать с ними осторожно.

Различают соединения двухвалентной ртути  $Hg^{2+}$  и соединения, в которых ртуть электрохимически одновалентна –  $Hg_2^{2+}$ .

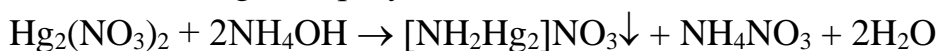
В соединениях с одновалентной ртутью, ртуть соединяется между собой:



**Реакции катионов  $Hg_2^{2+}$**

1. **Щелочи** выделяют из растворов солей  $Hg_2^{2+}$  черный осадок оксида ртути (I):  
 $Hg_2(NO_3)_2 + 2NaOH \rightarrow Hg_2O\downarrow + 2NaNO_3 + H_2O$

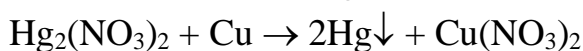
2.  **$NH_4OH$**  с  $Hg_2^{2+}$  образует белый осадок комплексной соли:



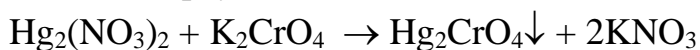
Осадок легко разлагается с выделением черной свободной ртути:



3. Восстановление  $Hg_2^{2+}$  до металлической ртути более активными металлами:

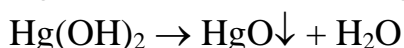
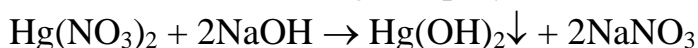


4. **Хромат калия  $K_2CrO_4$**  осаждает  $Hg_2^{2+}$  в виде красного осадка хромата одновалентной ртути:



**Реакции  $Hg^{2+}$**

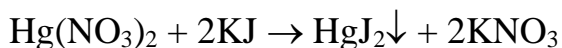
1. **Едкие щелочи** с  $Hg^{2+}$  образуют желтый осадок  $HgO$ :



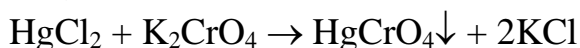
2.  **$NH_4OH$**  осаждает  $Hg^{2+}$  в виде белого осадка комплексной соли:



3. **КJ** образует с  $Hg^{2+}$  оранжево-красный осадок  $HgJ_2$ :



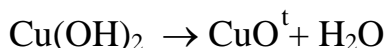
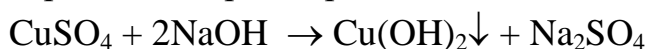
4. **Хромат калия  $\text{K}_2\text{CrO}_4$**  образует с катионом  $\text{Hg}^{2+}$  желтый осадок хромата ртути (II):



### Реакции катиона $\text{Cu}^{2+}$

Растворы солей меди \_\_\_\_\_ или \_\_\_\_\_ цвета.

1. **Едкие щелочи** образуют с  $\text{Cu}^{2+}$  \_\_\_\_\_ осадок  $\text{Cu}(\text{OH})_2$ , чернеющий при нагревании вследствие превращения в  $\text{CuO}$ :



2.  **$\text{NH}_4\text{OH}$**  с  $\text{Cu}^{2+}$  реагирует следующим образом:

а) при недостатке  $\text{NH}_4\text{OH}$  образуется осадок основной соли \_\_\_\_\_ цвета



б) избыток  $\text{NH}_4\text{OH}$  переводит основной сульфат меди в комплексную соль – сульфат тетрааммин-меди (II), сообщаящий раствору \_\_\_\_\_ цвет:



### **Вопросы, изучаемые при подготовке к занятию:**

1. Какие катионы относятся к 4-ой аналитической группе? Чем они отличаются от катионов 3-ей группы?
2. Что является групповым реактивом (реагентом) на катионы 4-ой группы? В виде каких соединений осаждаются данные катионы?
3. По растворимости каких соединений 4-ая группа делится на две подгруппы? Какие катионы относятся к подгруппе серебра, а какие – к подгруппе меди?
4. Какие катионы 4-ой группы выпадают в осадок при действии  $\text{HCl}$ ?
5. Какова растворимость в воде гидроксидов, карбонатов, фосфатов, хроматов катионов 4-ой группы, напишите молекулярные формулы данных соединений?
6. Какая комплексная соль образуется при растворении  $\text{AgCl}$  в  $\text{NH}_4\text{OH}$ ? Напишите уравнение реакции.
7. Какая комплексная соль образуется при взаимодействии  $\text{Cu}^{2+}$  с избытком  $\text{NH}_4\text{OH}$ ? Напишите уравнение реакции.
8. Биологическое значение катионов 4-ой группы.

Зачтено \_\_\_\_\_ Подпись преподавателя \_\_\_\_\_

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 5

### АНАЛИЗ АНИОНОВ

( $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$  - 1-я группа;  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$  - 2-я группа;  
 $\text{NO}_2^-$ ,  $\text{NO}_3^-$  -3-я группа)

**Цель:** Провести качественный анализ анионов.

**Задачи:**

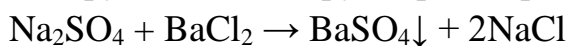
1. Познакомиться с различными классификациями анионов.
2. Изучить частные качественные реакции на анионы разных аналитических групп.

Анализ анионов имеет свои особенности. В отличие от катионов анионы обычно не мешают обнаружению друг друга. Поэтому многие из них обнаруживают дробным методом в отдельных порциях исследуемого раствора.

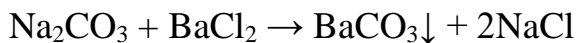
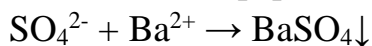
**Последовательность хода анализа смеси анионов 1-3-й групп с указанием химических реакций.**

#### 1. Обнаружение сульфат-иона.

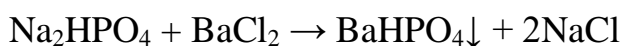
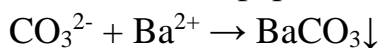
Хлорид бария  $\text{BaCl}_2$  в нейтральной или слабощелочной среде осаждает анионы 1-й группы в виде труднорастворимых солей бария:



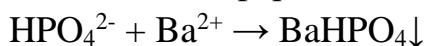
или в ионной форме:



или в ионной форме:



или в ионной форме:



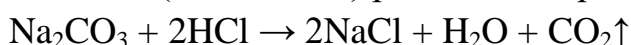
В присутствии щелочей или  $\text{NH}_4\text{OH}$ , переводящих ион  $\text{HPO}_4^{2-}$  в  $\text{PO}_4^{3-}$ , получается средняя соль:



Осадки  $\text{BaCO}_3$ ,  $\text{BaHPO}_4$ ,  $\text{Ba}_3(\text{PO}_4)_2$  растворяются в  $\text{HCl}$ , а осадок  $\text{BaSO}_4$  не растворяется. На этом основано обнаружение  $\text{SO}_4^{2-}$  в присутствии  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ .

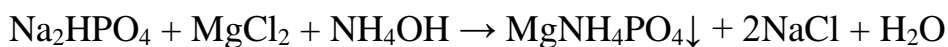
#### 2. Обнаружение карбонат-иона.

Кислоты ( $\text{HCl}$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) разлагают карбонаты с выделением оксида углерода (IV):



### **3. Обнаружение фосфат-иона.**

Магнезиальная смесь ( $\text{MgCl}_2 + \text{NH}_4\text{OH} + \text{NH}_4\text{Cl}$ ) выделяет из растворов гидрофосфата натрия и фосфата натрия \_\_\_\_\_ кристаллический осадок фосфата магния – аммония:

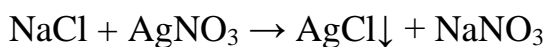


или в ионной форме:

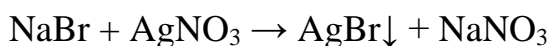
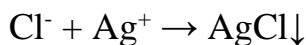


### **4. Обнаружение хлорид-иона.**

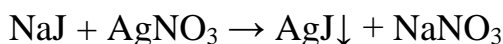
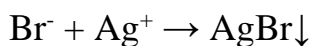
Нитрат серебра образует с анионами 2-й группы галогениды серебра, которые не растворимы в воде и разбавленной азотной кислоте:



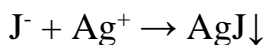
или в ионной форме:



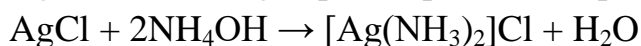
или в ионной форме:



или в ионной форме:

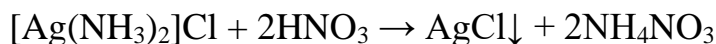


При добавлении к осадку анионов 2-ой группы  $\text{NH}_4\text{OH}$  (реактив для растворения  $\text{AgCl}$ ) осадок  $\text{AgCl}$  растворяется с образованием хлорида диаммин–серебра (I).



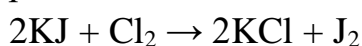
Осадки  $\text{AgI}$ ,  $\text{AgBr}$  не растворяются, но  $\text{AgBr}$  растворяется в избытке  $\text{NH}_4\text{OH}$ .

К раствору (центрифугату), содержащему  $\text{Cl}^-$  прибавляют  $\text{HNO}_3$ , комплексный ион  $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$  разрушается в результате образования более прочного катиона  $\text{NH}_4^+$  и хлорид серебра снова выпадает в осадок:

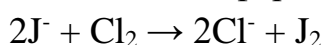


### **5. Обнаружение иодид - иона и бромид - иона в одной пробирке.**

При одновременном присутствии  $\text{I}^-$  и  $\text{Br}^-$  хлорная вода сначала окисляет  $\text{I}^-$  с образованием свободного йода:



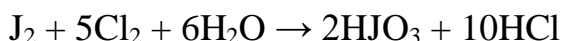
или в ионной форме:



$J_2$  трудно растворим в воде, но хорошо растворим в бензоле ( $C_6H_6$ ), четыреххлористом углероде ( $CCl_4$ ). При этом органический растворитель окрашивается в фиолетовый цвет.

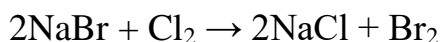
Реакцию проводят в растворе, подкисленном 2Н. серной кислотой, т.к. в щелочной среде окраска йода обесцвечивается.

При дальнейшем прибавлении к исследуемому раствору хлорной воды, ее избыток окисляет получившийся йод до иодноватой кислоты:

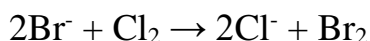


Фиолетовая окраска органического растворителя в результате этого процесса обесцвечивается.

После этого хлорная вода содержится в необходимом количестве для окисления  $Br^-$  с выделением свободного брома, окрашивающего слой органического растворителя в красновато-бурый цвет:



или в ионной форме:



## **6. Обнаружение нитрат-иона.**

Дифениламин  $(C_6H_5)_2NH$  окисляется ионом  $NO_3^-$  до продукта, имеющего \_\_\_\_\_ окраску.

### **Вопросы, изучаемые при подготовке к занятию:**

1. Классификация анионов на три аналитических группы. Указать групповые реактивы.
2. На чем основано обнаружение  $SO_4^{2-}$  в присутствии  $CO_3^{2-}$  и  $PO_4^{3-}$ ?
3. Какой аналитической реакцией обнаруживают  $CO_3^{2-}$  в ходе анализа?
4. Какой аналитической реакцией обнаруживают  $PO_4^{3-}$  в ходе анализа?
5. На чем основано обнаружение  $Cl^-$  в присутствии  $Br^-$  и  $J^-$ ?
6. На чем основано обнаружение  $J^-$  и  $Br^-$  хлорной водой при совместном их присутствии?
7. Какой аналитической реакцией обнаруживают  $NO_3^-$  в ходе анализа?

Зачтено \_\_\_\_\_ Подпись преподавателя \_\_\_\_\_

**ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 6**  
**ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ БАРИЯ В АНАЛИЗИРУЕМОМ**  
**РАСТВОРЕ МЕТОДОМ ОСАЖДЕНИЯ**

**Цель:** Определить содержание бария в анализируемом растворе методом осаждения.

**Задачи:**

1. Ознакомление с методами гравиметрического анализа.
2. Приобретение навыков взвешивания на аналитических весах.
3. Приобретение навыков расчетов результатов в гравиметрическом анализе.

<i>№ п/п</i>	<i>Наименование операции</i>	<i>Выполнение операции</i>
1	Осаждение $Ba^{2+}$	<p>1.1. Приготовить р-р осадителя: в коническую колбу отмерить 5 мл 2Н. раствора <math>H_2SO_4</math> и добавить дистиллированной воды до 30 мл.</p> <p>1.2. Нагреть на песчаной бане анализируемый раствор и раствор осадителя почти до кипения, но <b>не кипятить!!!</b></p> <p>1.3. Прилить горячий раствор осадителя каплями по палочке при непрерывном перемешивании к анализируемому раствору.</p> <p>1.4. Дать отстояться осадку и проверить полноту осаждения: добавить по стенке стакана 1 каплю осадителя.</p> <p>1.5. Поставить стакан с осадком на песчаную баню (теплую) на 20 мин. для созревания осадка. Затем снять стакан и медленно охладить.</p>
2	Промывание и фильтрование осадка	<p>2.1. Приготовить фильтровальную установку.</p> <p>2.2. Осторожно слить на фильтр, отстоявшийся прозрачный раствор над осадком (декантация).</p> <p>2.3. Нагреть приблизительно до <math>60^0</math> промывную жидкость, состав которой 5-10 мл 2Н. <math>H_2SO_4</math> на 500 мл воды.</p> <p>2.4. Промыть осадок от хлорид-ионов 2-3 раза горячей промывной жидкостью порциями 15-20 мл методом декантации. Промывать осадок до отрицательной реакции на хлорид-ион.</p> <p>2.5. Количественно перенести осадок на фильтр: к промытому осадку добавить 5-10 мл дистиллированной воды, перемешать и взмученный осадок перенести на фильтр по палочке, стенки стакана смыть водой и протереть палочкой с резиновым наконечником.</p>

3	Высушивание осадка	Для того, чтобы фильтр легко отделился от воронки, подсушить воронку с осадком в сушильном шкафу при $t^0$ 105-110°C 5-7 мин.
4	Прокаливание осадка	4.1. Взвесить пустой тигель на аналитических весах с точностью 0,0001г. 4.2. Поместить фильтр с осадком в тигель. 4.3. Прокалить тигель в муфельной печи при $t^0$ 850°C до белого цвета (в течении 20-30 мин) до постоянной массы. 4.4. Охладить тигель в эксикаторе (5-10 мин.) до 25°C.
5	Взвешивание	Взвесить тигель с осадком на аналитических весах.

### Расчет

1. Определяем массу прокаленного осадка  $BaSO_4$  (гравиметрическая форма осадка):

$$m_3(BaSO_4) = m_2 (\text{тигель} + BaSO_4) - m_1(\text{пустой тигель}) = \dots\dots\dots(\text{г}).$$

2. Определяем молярную массу  $BaSO_4$ :

$$M (BaSO_4) = \dots\dots\dots \text{г/моль}$$

3. Определяем массу  $Ba^{2+}$ , содержащегося в гравиметрической форме осадка  $BaSO_4$ , т.е. в  $m_3 (BaSO_4)$ :

из молярной массы  $BaSO_4$  имеем:

$$\begin{array}{l} BaSO_4 \quad \quad \quad - \quad M \quad Ba^{2+} \\ m_3(BaSO_4) \quad - \quad x \text{ г } Ba^{2+} \end{array}$$

$$x =$$

Столько же  $Ba^{2+}$  содержится в исследуемом растворе.

$$\text{Ответ задачи: } m(Ba^{2+}) = \dots\dots\dots(\text{г})$$

### **Вопросы, изучаемые при подготовке к занятию:**

1. В чем заключается сущность гравиметрического анализа?
2. Перечислите условия осаждения кристаллических и аморфных веществ?
3. Что такое форма «осаждаемая форма» и «гравиметрическая форма»?
4. В чем сущность метода декантации? С какой целью используют промы-

вание этим методом?

5. Что значит: прокалить тигель до постоянной массы?

6. Какие требования предъявляются гравиметрической форме?

7. Что такое беззольный фильтр? Опишите процессы фильтрования и промывания осадка.

Зачтено \_\_\_\_\_

Подпись преподавателя \_\_\_\_\_

**ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 7**  
**ОПРЕДЕЛЕНИЕ НОРМАЛЬНОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ И ТИТРА**  
**РАСТВОРА HCl ПО РАСТВОРУ Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>.**  
**ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАРБОНАТНОЙ ЖЕСТКОСТИ ВОДЫ МЕТОДОМ**  
**КИСЛОТНО-ОСНОВНОГО ТИТРОВАНИЯ**

**Цель:** Приготовить и стандартизировать раствор хлороводородной кислоты; определить нормальную концентрации ( $C_n$ ) и титра (Т) приготовленного раствора HCl по раствору тетрабората натрия, определить карбонатную жесткость воды.

**Задачи:**

1. Ознакомление с методом кислотно-основного титрования.
2. Освоение методики приготовления и стандартизации растворов кислот и основных приемов расчетов, используемых в процессе приготовления растворов кислот заданной концентрации.
3. Приобретение навыков расчетов результатов прямого титрования.
4. Выработка навыков приемов пересчета, используемых при разных способах выражения концентрации.

При выполнении данных анализов титриметрическим методом в качестве титрованного раствора используется стандартизированный раствор хлороводородной (соляной) кислоты.

Поэтому, эта учебно-исследовательская работа складывается из выполнения нескольких заданий: приготовление приблизительно 0,1N. раствора хлороводородной кислоты, стандартизация этого раствора, определение щелочи в растворе, определение карбонатной жесткости воды.

**Задание 1. Приготовление 250 мл приблизительно 0,1N. раствора HCl из раствора HCl с плотностью 1,1 г/см<sup>3</sup> (г/мл).**

Пояснение. Чтобы приготовить заданный раствор, необходимо решить задачу по определению объема раствора HCl с плотностью 1,1 г/см<sup>3</sup>, требуемого для приготовления 250 мл 0,1N. раствора HCl.

Решение.

1) Определяем массу (г) хлороводорода, содержащегося в 250 мл 0,1N. раствора HCl:

а) Определяем молярную массу HCl:

$$M(\text{HCl}) = \quad \quad \quad \text{г/моль}$$

б) Определяем молярную массу эквивалента HCl:

$$M_{\text{э}}(\text{HCl}) = \frac{M(\text{HCl})}{\text{основность к-ты}} = \quad \quad \quad \text{г/моль}$$

в) Определяем массу HCl в растворе:

$$C_n(\text{HCl}) = \frac{m(\text{HCl})}{M_{\text{э}}(\text{HCl}) \cdot V_{p-pa}}$$

$$m(\text{HCl}) = C_n \cdot M_{\Sigma}(\text{HCl}) \cdot V_{p-pa} = \quad \text{г.}$$

2) Определяем массу раствора HCl с плотностью 1,1 г/см<sup>3</sup>, в котором содержится 0,91 г хлороводорода. По химическому справочнику определяем, какая массовая доля в % HCl (процентная концентрация) соответствует плотности раствора 1,1 г/см<sup>3</sup>. Это 20% раствор, т.е.  $\omega\% (p-pa) = 20\%$

Из формулы  $\omega\%$  определяем массу раствора:

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

$$m(p-pa) = \frac{m(\text{HCl}) \cdot 100\%}{\omega(\text{HCl})} = \quad \text{г.}$$

3) Определяем объем (мл) 4,55 г раствора HCl с плотностью 1,1 г/см<sup>3</sup> (20% p-p):

$$\rho = \frac{m}{V}$$

$\rho$  - плотность раствора, г/см<sup>3</sup>;

$m$  - масса раствора, г

$V$ — объем раствора (см<sup>3</sup>), можно в мл.

Нельзя отождествлять 1 мл и 1см<sup>3</sup>, т.к. 1 мл равен 1,000028 см<sup>3</sup>. На практике этой разницей обычно пренебрегают и считают, что 1мл равен 1см<sup>3</sup>.

$$V = \frac{m}{\rho} = \quad \text{мл.}$$

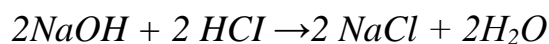
**Приготовление раствора HCl:** взять мерную колбу объемом 250 мл, цилиндром отмерить в колбу рассчитанный объем раствора HCl с плотностью 1,1 г/см<sup>3</sup> и до метки содержимое колбы довести дистиллированной водой, колбу закрыть пробкой и раствор тщательно перемешать.

**Задание 2. Определение нормальной концентрации (C<sub>n</sub>) и титра (Т) приготовленного раствора HCl по 0,1 Н. раствору тетрабората натрия Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub> (стандартизация раствора).**

Химизм процесса титрования:



Щелочь NaOH титруется кислотой HCl:



В ходе титрования равновесие гидролиза Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub> смещается вправо и все до полного гидролиза соли.

Из суммарного уравнения:



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

**Ход анализа:**

1. Готовим бюретки к работе: слить из бюреток воду, ополоснуть каждую бюретку соответствующим этикетке раствором (одну бюретку 0,1Н. раствором  $Na_2B_4O_7$ , другую приготовленным раствором  $HCl$ ), с помощью воронки каждую бюретку наполнить соответствующим раствором выше нулевого деления, заполнить раствором оттянутую трубку (пипетку), вытеснив из нее пузырьки воздуха, после этого убрать воронку и выпустить лишний раствор, установив нижний мениск его на нулевом делении.

2. В коническую колбу из бюретки наливаем 10 мл 0,1Н. раствора  $Na_2B_4O_7$  и добавляем 1 каплю метилового оранжевого. Цвет индикатора будет желтый, т.к. среда щелочная.

3. В другой конической колбе готовим раствор «свидетеля». Для этого надо отмерить в колбу из бюретки 20 мл дистиллированной воды, прибавить 1 каплю метилового оранжевого и 1 - 2 капли приготовленного раствора  $HCl$ . Раствор приобретает розовое окрашивание. До такой окраски будем титровать раствор  $Na_2B_4O_7$ .

4. Коническую колбу с раствором  $Na_2B_4O_7$  помещаем под бюретку с приготовленным раствором  $HCl$  и начинаем титрование. Титрование заканчиваем при переходе желтой окраски в бледно-розовую. По шкале бюретки определяем объем раствора  $HCl$ , который пошел на титрование, и записываем результаты анализа.

Титрование повторяем два раза. Для расчета берем среднее значение. Каждое новое титрование необходимо начинать с нулевого деления уровня раствора в бюретке.

**Результаты анализа:**

$V$  - объем раствора  $HCl$ , пошедший на титрование, мл

$$V_{HCl} = \text{_____ мл (1)}$$

$$V_{HCl} = \text{_____ мл (2)}$$

$$V(HCl)_{\text{среднее}} = \frac{V_1 + V_2}{2} = \text{_____ мл}$$

1. Определяем нормальную концентрацию приготовленного раствора  $HCl$ :

$$C_n(HCl) \cdot V(HCl) = C_n(Na_2B_4O_7) \cdot V(Na_2B_4O_7),$$

где

$$C_{\text{H}}(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7) = 0.1 \text{ моль/л};$$

$$V(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7) = 10 \text{ мл};$$

$V(\text{HCl})$  - среднее значение

$$C_{\text{H}}(\text{HCl}) = \frac{C_{\text{H}}(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7) \cdot V(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7)}{V(\text{HCl})} = \dots\dots\dots \text{моль/л}$$

3. Определяем титр раствора HCl:

$$M_{\text{э}}(\text{HCl}) = 36,5 \text{ г/моль}$$

$$T_{\text{HCl}} = \frac{C_{\text{H}}(\text{HCl}) \cdot M_{\text{э}}(\text{HCl})}{1000} = \dots\dots\dots \text{г/моль}$$

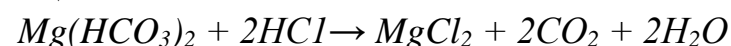
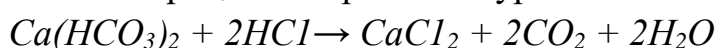
**Задание 3. Определение карбонатной жесткости водопроводной воды.**

Жесткость обусловлена присутствием в воде растворимых солей кальция и магния.

Карбонатная жесткость зависит от содержания в воде гидрокарбонатов кальция и магния, количественно ее выражают числом милли моль эквивалентов (ммоль-экв) данных солей, содержащихся в 1 литре воды.

Исходя из определения нормальной концентрации раствора, карбонатная жесткость (Ж) - это нормальная концентрация гидрокарбонатов кальция и магния в воде, умноженная на 1000. Ее можно определить титрованием воды раствором HCl.

Химизм процесса выражается уравнениями:



**Ход анализа:**

1. Уровень раствора HCl в бюретке доводим до нулевого деления.
2. В коническую колбу цилиндром отмеряем 100 мл водопроводной воды и прибавляем 2-3 капли метилового оранжевого.
3. Титруем воду раствором HCl из бюретки до перехода желтой окраски индикатора в бледно-розовую. Титрование повторить 2 - 3 раза. Объемы растворов

HCl, пошедших на титрование записать в результаты анализа и для расчетов взять среднее значение.

Результаты:

$$V_{HCl} = \text{_____ мл (1)}$$

$$V_{HCl} = \text{_____ мл (2)}$$

$$V(HCl)_{\text{среднее}} = \frac{V_1 + V_2}{2} = \text{_____ мл}$$

Расчет:

$$C_{\text{н солей}} \cdot V_{\text{солей}} = C_{\text{н HCl}} \cdot V_{\text{HCl}}$$

$V_{\text{солей}} = V_{\text{H}_2\text{O}} = 100 \text{ мл}$

$C_{\text{н HCl}}$  – берем из задания №2

$$C_{\text{н солей}} = \frac{C_{\text{н (HCl)}} \cdot V_{\text{HCl}}}{V_{\text{H}_2\text{O}}}$$

$$Ж = \frac{C_{\text{н (HCl)}} \cdot V_{\text{HCl}}}{V_{\text{H}_2\text{O}}} \cdot 1000 = \text{..... ммоль-экв / л}$$

**Ответ:** карбонатная жесткость водопроводной воды равна \_\_\_\_\_ мЭКВ/л.

**Вопросы, изучаемые при подготовке к занятию:**

1. В чем суть титриметрического анализа?
2. Что называют точкой эквивалентности и конечной точкой титрования?
3. Какими способами выполняется титрование?
4. Какие индикаторы используются при кислотно-основном титровании?
5. Сущность метода перманганатометрии.

Зачтено \_\_\_\_\_

Подпись преподавателя \_\_\_\_\_



**ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 8**  
**ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МЕДИ В АНАЛИЗИРУЕМОМ  
РАСТВОРЕ ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ**

**Цель:** определить содержания меди в анализируемом растворе фотоколориметрическим методом.

**Задачи:**

1. Ознакомление с оптическими методами анализа.
2. Освоение методики фотоколориметрического метода анализа и работы на спектрофотометре ЮНИКО 1200/1201.

Медь относится к числу металлов, которые обладают хромофорными (дающими цвет) свойствами. Поэтому среди многочисленных методов определения меди имеются как методы, основанные на использовании окрашенных реагентов с хромофорными группами, так и методы, в которых применяются бесцветные реагенты. К числу последних относится метод, основанный на получении аммиаката меди с измерением интенсивности синей окраски последнего. Медь с аммиаком образует несколько комплексов с различным координационным числом. В обычных условиях колориметрического определения получают  $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$  и  $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$ .

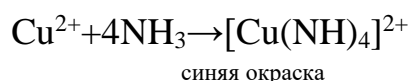
**Приборы:** работа может быть выполнена на спектрофотометре ЮНИКО 1200/1201, фотоэлектроколориметрах ФЭК-56М, КФК.

**Реактивы:**

- стандартный раствор соли меди. В 1 мл раствора содержится 1,0 мг меди.
- Аммиак - 10%-ный водный раствор.

**Посуда:** мерные колбы на 50 мл; мерные цилиндры на 25 мл; бюретки.

**Ход анализа:**



В мерные колбочки на 50 мл из бюретки наливают по 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12 мл соответственно стандартного раствора соли меди, нейтрализуют по каплям аммиаком до появления слабой мути, после чего в каждую колбу добавляют еще 15 мл аммиака из бюретки и разбавляют водой из бюретки до 50 мл.

Перемешивают раствор и измеряют оптическую плотность с красным светофильтром, в кюветах с толщиной поглощающего слоя 20мм. Раствор сравнения (холостая проба) – вода.

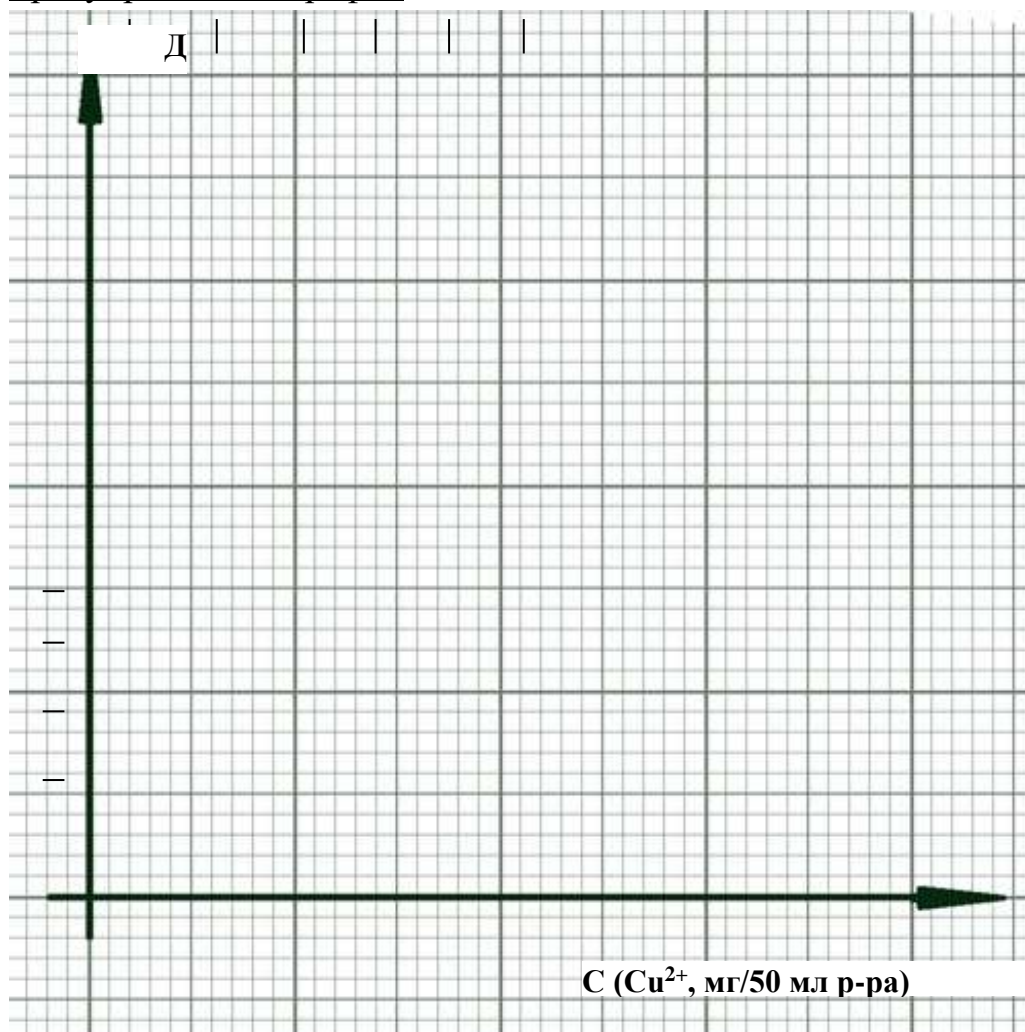
Данные вносятся в таблицу (1мл р-ра  $\text{CuSO}_4$  содержит 1 мг  $\text{Cu}^{2+}$ ).

№ колбы	Объем, мл стандартного раствора $\text{CuSO}_4$	Концентрация мг меди/50мл	Объем 10% р-ра аммиака, мл	Д, оптическая плотность
1	2	2,0	15	
2	4	4,0	15	

3	6	6,0	15	
4	8	8,0	15	
5	10	10,0	15	
6	12	12,0	15	

На основании полученных значений оптической плотности строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс концентрацию иона меди - С (мг/50 мл раствора), по оси ординат значение оптической плотности (Д).

Градуировочный график



**Контрольная задача.** Получить у преподавателя раствор контрольной задачи в мерной колбе. Нейтрализовать его по каплям аммиаком до появления слабой мути после чего в колбу добавить еще 15 мл аммиака из бюретки и разбавить водой из бюретки до 50 мл. Оптическую плотность измерить в тех же условиях.

**Результат:**

$D_x = \dots\dots\dots$ ,

$C_x$  определяем по градуировочному графику.

$C_x(Cu^{2+}) = \dots\dots\dots$  мг/50 мл р-ра.

**Вопросы, изучаемые при подготовке к занятию:**

1. Сущность колориметрического метода анализа.
2. Какая зависимость существует между интенсивностью окраски раствора и содержанием в этом растворе окрашенного вещества и анализируемого иона?
3. Написать формулу для расчета оптической плотности раствора.
4. Какие растворы называют стандартными.
5. Значение светофильтров для результатов фотоколориметрического определения.
6. Значение «холостой пробы» для результатов фотоколориметрического определения.

Зачтено \_\_\_\_\_

Подпись преподавателя \_\_\_\_\_

**ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 9**  
**ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ ЩЕЛОЧИ В РАСТВОРЕ**  
**МЕТОДОМ ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ**

**Цель:** Определить концентрации щелочи в растворе методом потенциометрического титрования.

**Задачи:**

1. Освоение приемов проведения измерений методом потенциометрического титрования.
2. Изучить приемы работы на рН – метре рН-150М.

***Порядок выполнения работы:***

1. Отмерить в стакан из бюретки 25 мл анализируемого раствора щелочи.
2. Поместить в стакан хлорсеребряный и стеклянный электроды.

Измерить рН исходного раствора с точностью до 1 рН (показания по нижней шкале рН – метра рН-150М).

3. Титровать исследуемый раствор 0,1 н НСl. Для этого медленно при перемешивании приливать раствор НСl и следить за показаниями рН – метра. Записать объем раствора НСl, пошедший на титрование при достижении рН = 7.

4. Таким образом, грубо установили эквивалентный объем  $V_{\text{экв}}$  НСl, соответствующей точке эквивалентности.

5. Проводим точное титрование с построением кривой потенциометрического титрования. Для этого в стакан для титрования вновь отмеряем 25 мл исследуемого раствора щелочи (предварительно ополоснув стакан дистиллированной водой). Далее приливаем 0,1 н НСl в соответствии с прилагаемой таблицей. Добавляют кислоту до достижения рН~ 4.

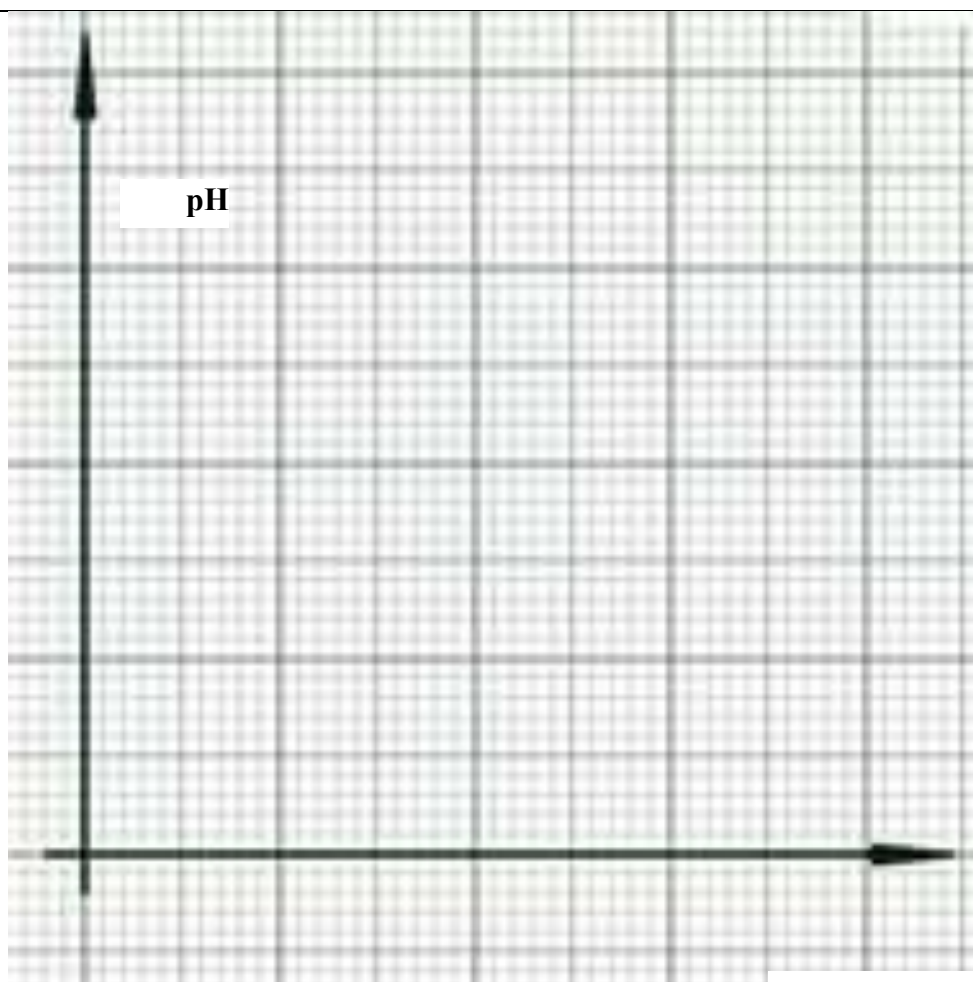
<i>Объем приливаемого НСl, мл</i>	<i>Объем всего раствора, мл</i>	<i>Значение рН</i>
0		
5		
5		
5		
5		
1		
1		
1		
1		
0,5		
0,5		
0,5		
0,5		
1		
1		

7. По полученным данным построить график – кривую титрования.  
 8. Графически определить объем кислоты в точке эквивалентности  $V_{\text{экв}}$  при  $\text{pH} = 7$ .  
 9. Рассчитать концентрацию щелочи в исследуемом растворе, исходя из закона эквивалентов:

$$V_{\text{HCl}} \cdot N_{\text{HCl}} = V_{\text{NaOH}} \cdot N_{\text{NaOH}},$$

где:  $N$  – нормальная концентрация, моль-экв/литр

$V$  – объем, мл



10. Сделать выводы.

---



---



---



---

### Вопросы, изучаемые при подготовке к занятию:

1. В чем сущность потенциометрического измерения рН раствора? Какие индикаторные электроды могут быть израсходованы для определения рН?
2. Какой из указанных электродов относится к типу мембранных электродов:
  - а) водородный;
  - б) стеклянный;
  - в) серебряный;
  - г) каломельный?
3. Какие электроды называют индикаторными и какие электродами сравнения? Указать наиболее распространенные электроды сравнения.
4. Почему при приготовлении серии стандартных растворов для градуировочного графика в ионометрии используется не вода, а раствор индифферентного электролита?
5. Классификация методов потенциометрического титрования?
6. В чем сущность потенциометрического титрования?

\_\_\_Зачтено \_\_\_\_\_

Подпись преподавателя \_\_\_\_\_

**ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 10**  
**ОПРЕДЕЛЕНИЕ НОРМАЛЬНОСТИ КИСЛОТЫ МЕТОДОМ**  
**КОНДУКТОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ**

**Цель:** определение нормальности кислоты методом кондуктометрического титрования.

**Задачи:**

1. Изучить сущность кондуктометрического метода анализа.
2. Изучить принцип работы реохордного моста Р-38.
3. Научиться применять полученные знания при построении кривых титрования.

**Ход работы:**

1. В электролитическую ячейку из бюретки или мерной пипеткой наливают 5 мл р-ра HCl, добавляют дистиллированную воду до погружения электродов в р-р. Раствор хорошо перемешивают. Над электролитической ячейкой в штативе укрепляют бюретку с 0,1N. раствором NaOH (титрованный раствор).

2. Электроды электролитической ячейки соединяют с клеммами ( $R_x$ ) реохордного моста Р-38, предназначенного для измерения  $l_1$  титруемого раствора. Вводят известное сопротивление  $l_2$  10 Ом и измеряют  $l_1$  кислоты в электролитической ячейке. Результат записывают в таблицу.

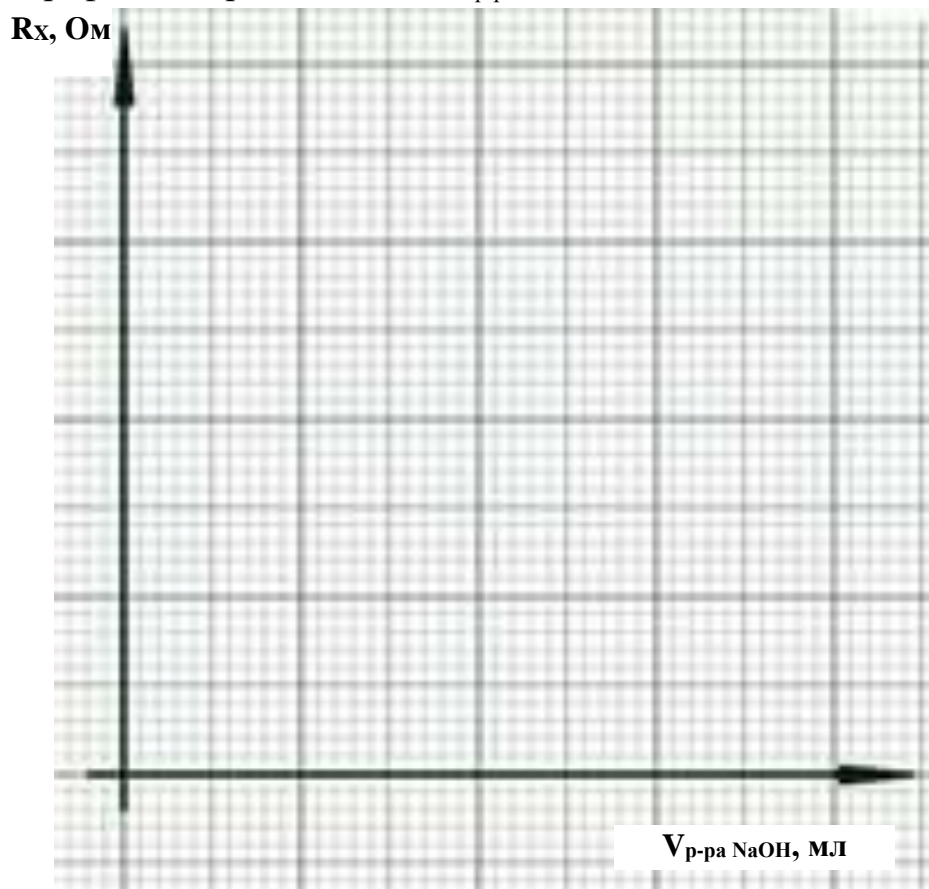
3. Титруют кислоту щелочью (грубое и точное титрование). Для этого в электролитическую ячейку с кислотой определенными порциями приливают раствор NaOH из бюретки и после перемешивания раствора, после каждой порции NaOH, измеряют  $l_1$ . Результаты записывают в таблицу.

**Результаты измерений:**

<i>V порции р-ра NaOH, мл</i>	<i>Всего добавлено р-ра NaOH, мл</i>	$\frac{l_2}{l_1}$	$R_M$	$R_x = R_M \cdot \frac{l_2}{l_1}$
0	0			
2	2			
1	3			
1	4			
0,5	4,5			
0,5	5,0			
0,5	5,5			
0,5	6,0			
1	7			

1	8			
1	9			

- Вычисляем  $R_X$ , записываем в таблицу
- Строим график в координатах  $R_X - V_{p-pa NaOH}$ .



- По графику определяем объем р-ра NaOH, пошедший на титрование

$$V_{NaOH} = \dots\dots\dots \text{мл.}$$

- По уравнению  $N_K \cdot V_K = N_{щ} \cdot V_{щ}$  ( $K$ - кислота,  $щ$  – щелочь), определяем  $N_K$

$$N_K = \frac{N_{щ} \cdot V_{щ}}{V_K} = \frac{0,1 \cdot V_{щ}}{5} = \dots\dots\dots \text{моль-экв/л}$$

**Ответ:** нормальность анализируемого раствора  $HCl$  равна \_\_\_\_\_ моль-экв/л.

**Вопросы, изучаемые при подготовке к занятию:**

1. Указать сущность кондуктометрического метода анализа.
2. Какая зависимость положена в основу метода прямой кондуктометрии:  
а) зависимость силы тока от электрического сопротивления раствора; б) зависимость электрической проводимости от концентрации определяемого вещества?
3. Что называют удельной проводимостью и эквивалентной электрической проводимостью?
4. Как влияют на электрическую проводимость: а) свойства электролита; б) концентрация ионов и их подвижность; в) температура; г) вязкость растворителя?
5. Указать достоинства и недостатки, области применения прямой кондуктометрии.

Зачтено \_\_\_\_\_

Подпись преподавателя \_\_\_\_\_

## РЕКОМЕНДУЕМЫЙ ПЕРЕЧЕНЬ ВОПРОСОВ ИТОГОВОГО КОНТРОЛЯ

1. Предмет, задачи, значение аналитической химии. Классификация методов анализа.
2. Отбор и подготовка пробы к анализу
3. Метрологические характеристики методик анализа.
4. Скорость реакций в химическом анализе. Быстрые и медленные реакции. Скорость определяющая стадия. Факторы, влияющие на скорость. Управление реакциями и процессами в аналитической химии.
5. Реакции кислотного-основного взаимодействия. Протолитическая теория кислот и оснований Бренстеда-Лоури. Электронная теория Льюиса. Теория Усановича и др. Кислотно-основные свойства растворителя.
6. Константы кислотности и основности, ионное произведение растворимости. Равновесие в водных растворах кислот и оснований, расчет pH растворов. Величина pH как условие проведения аналитических реакций.
7. Буферные растворы, их использование в аналитической химии.
8. Кислотно-основные индикаторы. Теория индикаторов. Интервал перехода окраски индикатора.
9. Гидролиз солей, его роль в анализе. Факторы, влияющие на глубину протекания гидролитических реакций.
10. Свойства комплексных соединений, используемых в аналитической химии. Использование комплексообразования для определения, маскирования ионов, для растворения осадков, для измерения потенциала. Особенности комплексообразования органических веществ.
11. Основные направления использования органических реагентов в химическом анализе, наиболее распространенные химические реагенты. Комплексоны. Общие свойства комплексанатов. Использование комплексона III.
12. Основные неорганические и органические окислители и восстановители, используемые в анализе. Окислительно-восстановительные потенциалы и направление ОВР. Количественная характеристика полноты протекания ОВР.
13. Скорость и механизм протекания реакций окисления-восстановления. Редокс индикаторы. Использование реакций окисления-восстановления.
14. Осадки и их свойства. Кристаллические и аморфные осадки. Свойства осадков и причины их загрязнения: соосаждение, адсорбция, окклюзия. Фракционное осаждение. Условия получения чистых осадков.
15. Произведение растворимости, произведение активностей и растворимость электролита. Правила произведения растворимости. Условия выпадений осадков.
16. Полнота осаждения и факторы, влияющие на полноту осаждения: влияние одноименных ионов.

17. Задача качественного анализа. Аналитические реакции, привести примеры. Сущность качественного анализа.
18. Аналитические реакции, проводимые «сухим» и «мокрым» путем, привести примеры.
19. Специфические аналитические реакции, привести примеры.
20. Селективные аналитические реакции, пример.
21. Условия проведения аналитической реакции на примере катиона натрия.
22. Систематический ход анализа. Составить последовательность действий в ходе анализа смеси катионов I группы и обосновать ее.
23. Аналитические реакции обнаружения ионов и аналитические реакции отделения ионов, привести примеры.
24. Дробный ход анализа. Привести примеры реакций на катионы железа (II), железа (III), марганца (II).
25. Групповой реагент, на чем основано его действие? Привести примеры отделения III группы от II-ой.
26. Классификация катионов на четыре аналитической группы, указать групповые реагенты.
27. Общая характеристика катионов III-ей группы, их биологическая роль.
28. Общая характеристика катионов IV-ой группы, их биологическая роль. Классификация анионов на три аналитические группы, указать групповые реагенты.
29. Основные понятия и методы количественного анализа.
30. Гравиметрический метод анализа. Классификация химических методов анализа. Сущность гравиметрического анализа. Область применения.
31. Операции гравиметрического анализа: отбор средней пробы, перекристаллизация, взятие навески вещества, растворение анализируемого вещества, осаждение, фильтрование, соосаждение, промывание осадка, высушивание и прокаливание осадка.
32. Титриметрический анализ: классификация методов, сущность методов, измерительная посуда. Способы выражения состава растворов и вычисление в различных методах титриметрического анализа.
33. Основные понятия: титрование, точка эквивалентности, конец титрования, стандартные и стандартизированные растворы. Первичные стандарты и требования, предъявляемые к ним. Фиксаналы. Точность титриметрического анализа. Источники погрешностей.
34. Кислотно-основное титрование. Сущность метода.
35. Физико-химические методы анализа. Классификация методов.
36. Сущность фотометрического анализа. Фотоколориметрические методы. Сущность колориметрического анализа. Закон Бугера-Ламберта-Бера. Оптическая плотность раствора.

37. Устройство ФЭК-56 М. Применение фотометрического анализа.
38. Потенциометрический метод анализа. Сущность метода. Область его применения.
39. Гальванический элемент. Индикаторный электрод. Электрод сравнения. ЭДС гальванического элемента.
40. Методы потенциометрического анализа. Потенциометрические методы определения концентрации водородных ионов. РН-метр.
41. Потенциометрическое титрование. Кривые потенциометрического титрования с использованием реакций нейтрализации. Способы нахождения конечной точки титрования.
42. Кондуктометрический метод анализа. Сущность метода, область его применения, преимущества. Электропроводность растворов электролитов. Кондуктометрическое титрование. Кривая кондуктометрического титрования. Определение конечной точки титрования.
43. Сущность хроматографического анализа.
44. Классификация методов хроматографического анализа. Методы получения хроматограмм. Типы стационарных и подвижных фаз.
45. Ионообменная хроматография.
46. Газовая хроматография
47. Распределительная хроматография.
48. Применение хроматографии для определения и разделения неорганических и органических веществ.
49. Спектроскопические методы анализа. Общая характеристика метода. Классификация.
50. Основные методы рентгеноспектральноэмиссионного анализа. Пределы обнаружения в методах рентгеноспектрального анализа.
51. Качественный и количественный рентгеноспектральный анализ.
52. Методы оптической спектрометрии: атомно-эмиссионный, атомно-абсорбционный, атомно-флуоресцентный.
53. Биологические методы анализа Аналитические индикаторы в биологических методах анализа.
54. Микроорганизмы как аналитические индикаторы.
55. Анализ органических и биологических объектов.

## ПРИЛОЖЕНИЕ

### 1. Периодическая система химических элементов Д.И. Менделеева

# ПЕРИОДИЧЕСКАЯ СИСТЕМА ХИМИЧЕСКИХ ЭЛЕМЕНТОВ Д. И. МЕНДЕЛЕЕВА

ПЕРИОДЫ	Г Р У П П Ы Э Л Е М Е Н Т О В																	
	A I B	A II B	A III B	A IV B	A V B	A VI B	A VII B	A	VIII		B							
1	(H)							H Hydrogenium Водород		He Helium Гелий								
2	Li Lithium Литий	Be Beryllium Бериллий	B Bor Бор	C Carboneum Углерод	N Nitrogenium Азот	O Oxygenium Кислород	F Fluorum Фтор	Ne Neon Неон		Ar Argon Аргон								
3	Na Natrium Натрий	Mg Magnesium Магний	Al Aluminium Алюминий	Si Silicium Кремний	P Phosphorus Фосфор	S Sulfur Сера	Cl Chlorium Хлор	Ar Argon Аргон										
4	K Kalium Калий	Ca Calcium Кальций	Sc Scandium Скандий	Ti Titanium Титан	V Vanadium Ванадий	Cr Chromium Хром	Mn Manganum Марганец	Fe Ferrum Железо	Co Cobaltum Кобальт	Ni Niccolum Никель								
	Cu Cuprum Медь	Zn Zincum Цинк	Ga Gallium Галлий	Ge Germanium Германий	As Arsenicum Мышьяк	Se Selenium Селен	Br Bromum Бром	Kr Krypton Криптон										
5	Rb Rubidium Рубидий	Sr Strontium Стронций	Y Yttrium Иттрий	Zr Zirconium Цирконий	Nb Niobium Ниобий	Mo Molybdaenum Молибден	Tc Technetium Технеций	Ru Ruthenium Рутений	Rh Rhodium Родий	Pd Palladium Палладий								
	Ag Argentum Серебро	Cd Cadmium Кадмий	In Indium Индий	Sn Stannum Олово	Sb Stibium Сурьма	Te Tellurium Теллур	I Iodum Иод	Xe Xenon Ксенон										
6	Cs Cesium Цезий	Ba Barium Барий	La* Lanthanum Лантан	Hf Hafnium Гафний	Ta Tantalum Тантал	W Wolframium Вольфрам	Re Rhenium Рений	Os Osmium Осмий	Ir Iridium Иридий	Pt Platinum Платина								
	Au Aurum Золото	Hg Hydrargyrum Ртуть	Tl Thallium Таллий	Pb Plumbum Свинец	Bi Bismuthum Висмут	Po Polonium Полоний	At Astatium Астат	Rn Radon Радон										
7	Fr Francium Франций	Ra Radium Радий	Ac** Actinium Актиний	Rf Rutherfordium Фезерфордий	Db Dubnium Дубний	Sg Seaborgium Сиборгий	Bh Bohrium Борий	Hs Hassium Хассий	Mt Meitnerium Мейтнерий									
формулы высших оксидов	R <sub>2</sub> O	RO	R <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	RO <sub>2</sub>	R <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	RO <sub>3</sub>	R <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	RO <sub>4</sub>										
формулы летучих одновалентных соединений				RH <sub>4</sub>	RH <sub>3</sub>	RH <sub>2</sub>	RH											
ЛАНТАНОИДЫ*	Ce Ceria Церий	Pr Praseodymium Празеодим	Nd Neodymium Неодим	Pm Promethium Прометий	Sm Samarium Самарий	Eu Europium Европий	Gd Gadolinium Гадолиний	Tb Terbium Тербий	Dy Dysprosium Диспрозий	Ho Holmium Гольмий	Er Erbium Эрбий	Tm Thulium Тулий	Yb Ytterbium Иттербий	Lu Lutetium Лютеций				
АКТИНОИДЫ**	Th Thorium Торий	Pa Protactinium Протактиний	U Uranium Уран	Np Neptunium Нептуний	Pu Plutonium Плутоний	Am Americium Америций	Cm Curium Кюрий	Bk Berkelium Берклий	Cf Californium Калифорний	Es Einsteinium Эйнштейний	Fm Fermium Фермий	Md Mendelevium Менделеев	No Nobelium Нобелий	Lr Lawrencium Лауренсий				



## 2. Таблица растворимости кислот, оснований и солей в воде

### Растворимость кислот, оснований и солей в воде

Катионы \ Анионы	H <sup>+</sup>	Li <sup>+</sup>	K <sup>+</sup>	Na <sup>+</sup>	NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	Ba <sup>2+</sup>	Ca <sup>2+</sup>	Mg <sup>2+</sup>	Al <sup>3+</sup>	Cr <sup>3+</sup>	Fe <sup>2+</sup>	Fe <sup>3+</sup>	Ni <sup>2+</sup>	Co <sup>2+</sup>	Mn <sup>2+</sup>	Zn <sup>2+</sup>	Ag <sup>+</sup>	Hg <sup>+</sup>	Hg <sup>2+</sup>	Pb <sup>2+</sup>	Sn <sup>2+</sup>	Cu <sup>2+</sup>	
OH <sup>-</sup>		Р	Р	Р	Р	Р	М	Н	Н	Н	Н	Н	Н	Н	Н	Н	-	-	-	Н	Н	Н	
Cl <sup>-</sup>	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Н	Н	Р	М	Р	Р	
Br <sup>-</sup>	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Н	Н	М	М	Р	Р	
I <sup>-</sup>	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	-	Р	Р	Р	Р	Н	Н	Н	Н	М	-	
S <sup>2-</sup>	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	-	-	Н	-	Н	Н	Н	Н	Н	Н	Н	Н	Н	Н	
SO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	Р	Р	Р	Р	Р	Н	Н	Н	-	-	Н	-	Н	Н	Н	Н	Н	-	-	Н	-	-	
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	Р	Р	Р	Р	Р	Н	М	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	М	М	Р	Н	Р	Р	
PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	Р	Н	Р	Р	Р	Н	Н	Н	Н	Н	Н	Н	Н	Н	Н	Н	Н	Н	Н	Н	Н	Н	
CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	Р	Р	Р	Р	Р	Н	Н	Н	-	-	Н	-	Н	Н	Н	Н	Н	Н	-	Н	-	-	
SiO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	Н	Р	Р	Р	-	Н	Н	Н	Н	-	Н	Н	-	-	Н	Н	-	-	-	Н	-	Н	
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	-	Р
CH <sub>3</sub> COO <sup>-</sup>	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	М	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	М	Р	Р	Р	Р	

### Электрохимический ряд напряжений металлов

Li...Rb...К...Ba...Sr...Ca...Na...Mg...Al...Mn...Zn...Cr...Fe...  
 Cd...Co...Ni...Sn...Pb...H...Sb...Bi...Cu...Hg...Ag...Pd...Pt...Au

### 3. Сульфидная классификация катионов и анионов

Аналитическая группа	Катионы, составляющие группу	Групповой реагент	Характеристика группы
I	$\text{NH}_4^+$ , $\text{Na}^+$ , $\text{K}^+$ , $\text{Mg}^{2+}$ и др.	Группового реагента нет	Карбонаты, сульфиды растворимы в воде
II	$\text{Ca}^{2+}$ , $\text{Ba}^{2+}$ и др. <sup>2+</sup>	$(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$	Карбонаты не растворимы в воде, сульфиды растворимы в воде
III	$\text{Al}^{3+}$ , $\text{Fe}^{2+}$ , $\text{Fe}^{3+}$ , $\text{Mn}^{2+}$ , $\text{Zn}^{2+}$ и др.	$(\text{NH}_4)_2\text{S}$	Сульфиды не растворимы в воде, но растворимы в разбавленных кислотах. Карбонаты не растворимы в воде
IV	$\text{Ag}^+$ , $\text{Pb}^{2+}$ , $\text{Hg}_2^{2+}$ , $\text{Cu}^{2+}$ , $\text{Hg}^{2+}$ и др. По растворимости хлоридов IV группа делится на две подгруппы $\text{Ag}^+$ , $\text{Pb}^{2+}$ , $\text{Hg}_2^{2+}$ - подгруппа серебра $\text{Cu}^{2+}$ , $\text{Hg}^{2+}$ - подгруппа меди.	$\text{H}_2\text{S}$ в присутствии $\text{HCl}$	Сульфиды не растворимы в воде и не растворимы в разбавленных кислотах. 1-я подгруппа - хлориды не растворимы в воде; 2-я подгруппа - хлориды растворимы в воде.

Ход анализа смеси катионов всех четырех групп начинают с отделения четвертой группы с последующим ее анализом, затем отделение третьей, второй групп и остается первая группа.

Аналитическая группа	Анионы, составляющие группу	Групповой реагент	Характеристики группы
I	$\text{SO}_4^{2-}$ , $\text{CO}_3^{2-}$ , $\text{PO}_4^{3-}$ и др.	$\text{BaCl}_2$ в нейтральной или слабощелочной среде	Соли бария не растворимы в воде, но растворяются в разбавленных кислотах, исключение составляет $\text{BaSO}_4$ .
II	$\text{Cl}^-$ , $\text{Br}^-$ , $\text{I}^-$ и др.	$\text{AgNO}_3$ в присутствии $\text{HNO}_3$	Соли серебра не растворимы в воде и в $\text{HNO}_3$ .
III	$\text{NO}_3^-$ и др.	Группового реагента нет	Соли бария и серебра растворимы в воде.

#### 4. Таблица изменения окраски индикаторов

Изменение окраски индикаторов в зависимости от среды			
<i>Название индикатора</i>	<i>В нейтральной среде</i>	<i>В щелочной среде</i>	<i>В кислотной среде</i>
Лакмус	Фиолетовый	Синий	Красный
МетилОранж	Оранжевый	Желтый	Красно-розовый
Фенолфталеин	Бесцветный	Малиновый	Бесцветный

## 5. Молекулярные массы неорганических соединений

### Молекулярные массы неорганических соединений

<b>Ионы</b>	H <sup>+</sup>	NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	Na <sup>+</sup>	K <sup>+</sup>	Ba <sup>2+</sup>	Ca <sup>2+</sup>	Mg <sup>2+</sup>	Al <sup>3+</sup>	Cr <sup>3+</sup>	Fe <sup>2+</sup>	Fe <sup>3+</sup>	Mn <sup>2+</sup>	Zn <sup>2+</sup>	Cu <sup>2+</sup>	Ag <sup>+</sup>	Pb <sup>2+</sup>
O <sup>2-</sup>	—	—	62	94	153	56	40	102	152	72	160	71	81	80	232	223
OH <sup>-</sup>	18	35	40	56	171	74	58	78	103	90	107	89	99	98	125	241
Cl <sup>-</sup>	36,5	53,5	58,5	74,5	208	111	95	138,5	158,5	127	162,5	126	136	135	143,5	278
Br <sup>-</sup>	81	98	103	119	297	200	184	267	292	216	296	215	225	224	188	367
I <sup>-</sup>	128	145	150	166	391	294	278	408	433	310	437	309	319	318	235	461
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	63	80	85	101	261	164	148	213	238	180	242	179	189	188	170	331
S <sup>2-</sup>	34	68	78	110	169	75	56	150	200	88	208	87	97	96	248	239
SO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	82	116	126	158	217	120	104	294	344	136	352	135	145	144	296	287
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	98	132	142	174	233	136	120	342	392	152	400	151	161	160	312	303
CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	62	96	106	138	197	100	84	234	284	116	292	115	125	124	276	267
SiO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	78	112	122	154	213	116	100	282	332	132	340	131	141	140	292	283
PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	98	149	164	212	601	310	262	122	147	358	151	355	385	382	419	811

**ВОЛОСОВА Елена Владимировна**  
**ШИПУЛЯ Анна Николаевна**  
**ПАШКОВА Елена Валентиновна**  
**БЕЗГИНА Юлия Александровна**  
**ГЛАЗУНОВА Наталья Николаевна**