

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**БРАТСКИЙ ЦЕЛЛЮЛОЗНО–БУМАЖНЫЙ КОЛЛЕДЖ  
ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО БЮДЖЕТНОГО  
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОГО УЧРЕЖДЕНИЯ  
ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ  
“БРАТСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ”**

Специальность 18.02.12 «  
химических соединений»

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
по выполнению лабораторных работ**

**По дисциплине «Аналитическая химия»**

Братск 2019

Составила (разработала)

Лысова Г.И., преподаватель кафедры химико - механических дисциплин

Рассмотрено на заседании кафедры химико – механических дисциплин

«\_\_\_\_\_» \_\_\_\_\_ 20\_\_ г. \_\_\_\_\_

Одобрено и утверждено редакционно-издательским советом

«\_\_\_\_\_» \_\_\_\_\_ 20\_\_ г. № \_\_\_\_\_

## Содержание

Введение .....	4
1 Общие правила работы в аналитической лаборатории.....	7
2 Качественный анализ.....	8
2.1 Перечень лабораторных работ .....	9
2.2 Кислотно-основная классификация катионов.....	11
2.3 Форма записи лабораторных работ .....	10
2.4 Качественный анализ катионов .....	11
2.5 Качественный анализ анионов .....	25
2.6 Анализ сухой соли .....	40
3 Количественный анализ.....	42
3.1 Гравиметрический анализ.....	42
3.2 Титриметрический анализ.....	51
Заключение .....	77
Список использованных источников.....	78
Приложение А.....	79

## Введение

Учебная дисциплина «Аналитическая химия» предназначена для реализации государственных требований к минимуму содержания и уровню подготовки выпускников среднего профессионального образования.

Основными критериями программы являются теоретическое и практическое изучение различных методов химического исследования вещества.

Учебная дисциплина «Аналитическая химия» является общепрофессиональной, устанавливающей базовые знания для освоения специальных дисциплин.

В результате освоения учебной дисциплины обучающийся должен уметь:

- описывать механизм химических реакций количественного и качественного анализа;

- обосновывать выбор методики анализа, реактивов и химической аппаратуры по конкретному заданию;

- готовить растворы заданной концентрации;

- проводить количественный и качественный анализ с соблюдением правил техники безопасности;

- анализировать смеси катионов и анионов;

- контролировать и оценивать протекание химических процессов;

- проводить расчеты по химическим формулам и уравнениям реакций;

- производить анализы и оценивать достоверность результатов;

знать:

- агрегатные состояния веществ;

- аналитическую классификацию ионов;

- аппаратуру и технику выполнения анализов;

- значение химического анализа, методы качественного и количественного анализа химических соединений;

- периодичность свойств элементов;

- способы выражения концентрации веществ;

- теоретические основы методов анализа;

- теоретические основы химических и физико-химических процессов;

- технику выполнения анализов;

- типы ошибок в анализе;

- устройство основного лабораторного оборудования и правила его эксплуатации.

В настоящее руководство включены лабораторные работы по изучению качественных реакций катионов и анионов. При изучении качественных реакций катионов использована кислотно-основная классификация на основе полумикрометода, что позволяет проводить лабораторные работы в экологически более чистых условиях, быстрыми приёмами определения, с экономией времени и реактивов.

Так же настоящее руководство включает в себя лабораторные работы по количественному анализу. Количественный анализ состоит из двух разделов: гравиметрического и титриметрического анализа.

Выполнение лабораторных работ по качественному анализу рекомендуется проводить при строгом контроле преподавателя или лаборанта в следующем порядке: а) объяснение преподавателя по данной реакции; б) выполнение этой реакции каждым учащимся одновременно; в) самостоятельная запись реакции в лабораторный журнал каждым учащимся. Это активизирует работу учащихся, позволяет учащимся лучше осмыслить и усвоить каждое определение, сокращает время выполнения лабораторной работы, заставляет работать всех учащихся.

Для закрепления теоретических знаний и приобретения необходимых практических навыков и умений по предмету предусмотрено проведение лабораторных работ и практических занятий.

Конечная цель изучения дисциплины состоит в том, чтобы сформировать у студентов:

- Системные знания по теоретическим основам качественного и количественного анализа;
- Навыки по технике работы в химико – аналитических лабораториях;
- Научно – обоснованное теоретическое мышление, профессиональные и организационные знания.

Изучение раздела «Количественный анализ» составлен в соответствии с программой по аналитической химии для средних специальных учебных заведений. Рассмотрены:

- гравиметрический метод анализа;
- титриметрические методы анализа:
  - кислотно – основной;
  - окислительно – восстановительный;
  - комплексонометрический.

При изложении каждого метода анализа охарактеризованы основные понятия, сущность, его особенности преимущества и недостатки. Краткая характеристика методов анализа включает важнейшие формулы, таблицы, графики и уравнения химических реакций.

Правила техники безопасности при работе в лаборатории аналитической химии приведены в Приложении А.

Правила обращения с аналитическими весами приведены в Приложении Г.

## 1 Общие правила работы в аналитической лаборатории

Правила работы в лаборатории являются общими для всех химических лабораторий и выполнять их следует так же, как и правила техники безопасности.

В процессе лабораторной работы учащийся должен уметь пользоваться книгами, справочниками, уметь найти ответ на интересующий вопрос в литературе. Выполнение всех работ учащийся записывает в отдельную тетрадь – лабораторный журнал. Делать записи в черновик не разрешается.

Записи следует вести систематически, четко и аккуратно и во время работы в лаборатории, сразу же после выполнения аналитической операции.

При изучении характерных реакций в тетрадь записывают название исходного вещества и применяемого реагента, уравнение реакции и ее внешний эффект, свойства осадка, условия выполнения реакции и результаты. Записи следует вести по форме, предложенной в таблице 3.

### Основные правила техники безопасности

1. Приступать к выполнению задания можно после составления плана работы и разрешения преподавателя.

2. При выполнении работы необходимо соблюдать условия проведения аналитической реакции и строго придерживаться количеств реактивов, указанных в учебнике. Необходимо внимательно прочитать надпись на этикетках, прежде чем взять необходимый реактив.

3. Все опыты, сопровождающиеся выделением ядовитых, летучих, неприятно пахнущих веществ, например: выпаривание, кипячение растворов кислот, а также растворов, содержащих галогены, аммиак, сероводород и так далее проводить только в вытяжном шкафу.

4. Реактивы нельзя пробовать на вкус, так как большинство из них ядовиты.

5. Нагревая жидкость в пробирке, необходимо держать пробирку отверстием, направленным в сторону от себя и работающих рядом товарищей. Наливая или нагревая жидкость, не наклоняться над сосудом, так как возможно разбрызгивание или даже выброс раствора.

6. При определении запаха раствора лёгким движением руки направляют струю воздуха от сосуда к себе.

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

8. При взбалтывании растворов в пробирках или колбах их нужно плотно закрывать пробками, запрещается закрывать пробирку пальцем.

9. В помещении лаборатории запрещается оставлять без присмотра зажженные горелки, плитки, водяные бани, держать вблизи горящих горелок эфир, спирт и другие легковоспламеняющиеся вещества.

10. Работа с легковоспламеняющимися веществами и горючими жидкостями должна проводиться в вытяжном шкафу с приспущенными дверцами и при работающей вентиляции, при выключенных газовых горелках и электроприборах.

11. Отработанные растворы нитрата серебра сливают в специально предназначенную для этой цели посуду из темного стекла.

12. В случае ожога лица, рук кислотой или щёлочью необходимо оказать пострадавшему первую помощь: обмыть поражённое место большим количеством воды, а затем: а) при ожоге кислотами обработать 1 % раствором гидрокарбоната натрия; б) при ожоге щелочами обработать 1 % раствором уксусной кислоты. В обоих случаях после этого наложить повязку из бинта, смоченного этиловым спиртом.

13. При попадании кислоты или щелочи в глаза необходимо промыть их большим количеством воды, а затем при попадании кислоты промыть глаза разбавленным раствором пищевой соды, при попадании щелочи - 1 % раствором борной кислоты.

### **Правила обращения с аналитическими весами**

1. Перед каждым взвешиванием проверьте состояние весов (смахните мягкой кисточкой пыль с чашек и установите нулевую точку весов).

2. Во время взвешивания стул не передвигайте, и сидите точно против весов; на весовой стол не облакачивайтесь; весы с занимаемого места не сдвигайте.

3. Не допускайте никаких прикосновений к неарретированным весам.

4. Не нагружайте весы сверх установленной предельной нагрузки (100-200 г).

5. Не ставьте на весы влажные или грязные предметы. Не просыпайте и не проливайте ничего внутри шкафа весов.

6. Не взвешивайте горячих (или слишком холодных) предметов. Взвешиваемый предмет должен остыть (или нагреться) в эксикаторе до комнатной температуры.

7. Гигроскопические вещества, а также жидкости, особенно выделяющие едкие, действующие на весы пары, взвешивайте обязательно в герметически закрытых сосудах (бюксах).

8. Во время взвешивания открывайте только боковые дверцы шкафа весов.

9. Во время наблюдения за отклонением стрелки дверцы шкафа должны быть закрыты.

10. Нельзя касаться руками разновесок, чашек и коромысла весов разновески кладите на правую чашку весов в центр чашки и снимайте только пинцетом.

11. Футляр с разновесами открывайте только на время пользования ими.

Подсчитывайте массу разновесок по пустым гнездам футляра; проверяйте правильность подсчета перенося разновески на места.

## 2 Качественный анализ

На основе знаний основных понятий качественного анализа и химико – аналитических свойств катионов трех аналитических групп по кислотно – основной классификации, положений теории растворов электролитов, закона действующих масс и химического равновесия научиться проводить характерные аналитические реакции катионов указанных трех групп, определять их подлинность, анализировать их смеси.

### Целевые задачи

1. Освоение правил работы в химико – аналитической лаборатории и техники выполнения аналитических реакций преимущественно полумикрометодом.

2. Проведение аналитических реакций катионов первой, второй и третьей аналитических групп по кислотно – основной классификации.

3. Оформление протокола проведения лабораторной работы.

При изучении темы катионы студент должен:

#### **знать:**

- аналитическую классификацию катионов;
- характеристику аналитических реакций и реактивов;
- условия проведения аналитических реакций катионов;
- влияние одноименных ионов на растворимость, солевой эффект;
- действие группового реактива;
- степень гидролиза смещение равновесия гидролиза; уметь;

#### **уметь:**

- обосновать выбор хода анализа смеси катионов в соответствии с конкретным заданием;
- выполнять лабораторные эксперименты;
- обосновать уравнениями химических реакций достоверность результатов анализа.

#### **владеть навыками:**

- распознавание катионов в заданном растворе;
- составление ионно-электронных реакций по заданию.

Зависимость химико-аналитических свойств ионов от положения в периодической системе и электронной структуры атомов элементов.

Основные закономерности в качественном анализе. Аналитические реакции, условия выполнения. Классификация ионов (кислотно-щелочная). Аппаратура и техника выполнения качественного полумикроанализа. Общая характеристика групп катионов. Групповые реактивы. Характерные реакции ионов. Определение отдельных катионов и анионов полумикрометодом.

Лабораторные работы.

Методические указания по выполнению лабораторных работ. Тема: Лабораторные работы по качественному анализу.



При изучении темы анионы студент должен:

**знать:**

- аналитические реакции анионов и условия их обнаружения;

**уметь:**

- обнаружить анионы;
- выбирать и обосновать ход анализа анионов и проводить анализ распознавания анионов в заданном растворе;
- обоснование достоверности результатов анализа путем составления молекулярных и ионных химических реакций.

Общая характеристика и аналитическая классификация анионов. Групповые реактивы. Качественные реакции на анионы.

При изучении темы анализ сухой соли студент должен:

**знать:**

- правила отбора пробы и подготовка вещества к анализу;
- характерные реакции катионов и анионов;
- ход предварительных испытаний раствора соли;
- аналитические реакции изученных катионов и анионов, условия их обнаружения;

**уметь:**

- проводить предварительные наблюдения и испытания;
- обосновать выбор методики определения состава и проводить анализ неизвестного вещества.

Качественный анализ неизвестного вещества. Подготовка вещества к анализу. Методы перевода сухой соли в раствор. Предварительные испытания соли неизвестного состава. Ход анализа.

## 2.1 Перечень лабораторных работ

Для закрепления знаний, полученных на уроках аналитической химии программой предусмотрено проведение лабораторных работ. Перечень лабораторных работ приведен в таблице 1.

Таблица 1 - Перечень лабораторных работ

№ п/п	Наименование лабораторных работ	Количество часов
1	Основные аналитические реакции катионов 1 группы	4
2	Основные аналитические реакции катионов 2 группы	2
3	Основные аналитические реакции катионов 3 группы	2
4	Основные аналитические реакции анионов 1 группы	2
5	Основные аналитические реакции анионов 2 группы	2
6	Основные аналитические реакции анионов 3 группы	2
7	Анализ сухой соли	4

## 2.2 Кислотно-основная классификация катионов

Кислотно – основная классификация катионов основана на различной растворимости в воде хлоридов и сульфатов (таблица 2).

Таблица 2 - Кислотно-основная классификация катионов

	Группа		
	1	2	3
Катионы	Na <sup>+</sup> K <sup>+</sup> NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	Ag <sup>+</sup> Hg <sub>2</sub> <sup>+2</sup> Pb <sup>+2</sup>	Ca <sup>+2</sup> Sr <sup>+2</sup> Ba <sup>+2</sup>
Групповой реактив	Нет	HCl	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
Состав и свойства осадков	-	MCl, MCl <sub>2</sub> Не растворимы в кислотах	MSO <sub>4</sub> Не растворимы в кислотах и щелочах

## 2.3 Форма записи лабораторных работ

Лабораторные работы следует оформлять следующим образом. Все данные вносить в таблицу. Пример оформления лабораторной работы предложен в таблице 3.

Оформление контрольной задачи предложено в таблице 4.

Таблица 3 - Оформление лабораторной работы

Определяемый катион	Условия проведения реакции	Реактив	Наблюдаемое изменение	Уравнение реакции	Примечание
$\text{Ag}^+$	Нормальные условия	$\text{HCl}$	Выпал белый осадок	$\text{Ag}^+ + \text{HCl} = \text{AgCl} + \text{H}^+$	Осадок растворим в концентрированном аммиаке

Таблица 4 - Контрольная задача на катионы первой группы

№ п/п	Операция	Реактив	Наблюдаемое изменение	Уравнение реакции	Заключение
1	Испытание на присутствие катиона $\text{Ag}^+$	$\text{HCl}$	Выпал белый осадок	$\text{Ag}^+ + \text{HCl} = \text{AgCl} + \text{H}^+$	Присутствует катион $\text{Ag}^+$

Вывод: В испытуемом растворе присутствуют ионы натрия и аммония.

## 2.4 Качественный анализ катионов

### Лабораторная работа 1

#### Основные аналитические реакции катионов первой группы

#### Цель работы

1. Ознакомиться с лабораторным набором, его назначением.
2. Научиться проводить полумикрометодом основные аналитические реакции катионов первой группы.
3. Ознакомиться с порядком определения в растворе катионов первой группы.
4. Научиться проводить анализ смеси катионов первой аналитической группы в растворе.

#### Задание для самоподготовки

К занятию надо знать:

- основные понятия качественного химического анализа,
- классификацию катионов по кислотно-основному методу анализа,

- общую характеристику катионов первой аналитической группы,
  - отношение солей аммония к нагреванию,
  - основные правила работы, техники безопасности и оказания первой помощи при работе в химической лаборатории,
  - оборудование химической лаборатории для работы полумикрометодом;
- уметь:
- составлять уравнения реакций диссоциации двойных и комплексных солей в водных растворах,
  - назвать комплексные соединения по номенклатуре,
  - составлять уравнения реакции термического разложения солей аммония,
  - составлять уравнения реакций в ионной форме,
  - обращаться со спиртовкой.

### **Характеристика группы**

К первой группе катионов относятся калий, натрий, аммоний. В отличие от катионов других групп почти все соли натрия, калия и аммония хорошо растворимы в воде. Катионы калия, натрия, аммония бесцветны. Катионы первой группы одновалентны.

Металлы калий и натрий относятся к элементам первой группы периодической таблицы Менделеева. Их гидроксиды - NaOH и KOH - хорошо растворимы в воде и являются сильными основаниями. Ион аммония по своим свойствам близок к группе щелочных металлов, но гидрат аммиака является слабым основанием: это нестойкое соединение, легко разлагающееся на аммиак и воду даже при комнатной температуре.

Гидролизу подвергаются все соли аммония, а также натриевые и калиевые соли слабых кислот (уксусной, угольной).

Аналитическим признаком катионов первой группы является отсутствие группового реактива.

Соли аммония являются нестойкими и легко разлагаются при нагревании. Это свойство используется при удалении солей аммония из смеси солей катионов первой группы.

### **Реактивы**

1. Растворы солей аммония, калия, натрия.
2. Насыщенный раствор гексагидроксостибиата калия в насыщенном растворе хлорида калия.
3. Свежеприготовленный раствор гексанитрокобальтата натрия.
4. Реактив Несслера.
5. Этанол.
6. Формалин - 40% раствор формальдегида в воде.
7. Фенолфталеин.
8. Сухие соли калия, натрия, аммония.
9. Индикаторная бумага.

## Учебные таблицы

1. Классификация катионов по кислотно-основному методу.
2. Частные реакции катионов первой аналитической группы.
3. Периодическая система элементов Д.И. Менделеева.

### Ход работы Реакции катиона $K^+$

**1. Реакция окрашивания пламени.** Летучие соли калия окрашивают бесцветное пламя в фиолетовый цвет.

В солях калия почти всегда присутствуют следы натрия, который окрашивает пламя в желтый цвет, маскируя фиолетовую окраску. Поэтому пламя следует рассматривать через синее стекло, поглощающее желтый цвет.

**Выполнение реакции.** Соль калия, лучше всего хлорид калия, смачивают в концентрированной соляной кислоте и вносят на тонкой платиновой или нихромовой проволоке сначала в основание пламени, а затем переводят в часть пламени с наивысшей температурой. Ионы калия окрашивают пламя в фиолетовый цвет.

**2. Реакция с винной кислотой  $H_2C_4H_4O_6$  или гидротартратом натрия  $NaHC_4H_4O_6$**  при достаточной концентрации калия в растворе дают белый кристаллический осадок гидротартрата калия  $KHC_4H_4O_6$ .

В минеральных кислотах осадок растворим. Поэтому, если в качестве реактива применяют винную кислоту, реакцию ведут в присутствии ацетата натрия  $CH_3COONa$ . В этом случае образующаяся при реакции сильная кислота замещается слабой уксусной кислотой, не растворяющей осадок.

В разбавленных растворах щелочей образуются растворимые в воде средние соли. Следовательно, реакцию можно проводить в нейтральной или слабокислой среде.

Растворимость  $KHC_4H_4O_6$  возрастает с повышением температуры, поэтому реакцию надо вести при охлаждении. Кроме того, этот осадок образует пересыщенный раствор; для ускорения образования кристаллов требуется механическое воздействие (трение, взбалтывание).

Ион аммония должен отсутствовать, так как он мешает определению, образуя с реактивом белый кристаллический осадок.

**Выполнение реакции.** В пробирку помещают 2 капли раствора хлорида калия и 3 капли реактива. Пробирку охлаждают струей холодной воды, одновременно потирая внутренние стенки пробирки стеклянной палочкой для ускорения выпадения осадка. Если реакцию проводят с винной кислотой, то добавляют 1 каплю раствора уксуснокислого натрия –  $CH_3COONa$ .

**3. Реакция с гексанитритокобальтатом (3) натрия  $Na_3[Co(NO_2)_6]$**  осаждает из нейтрального или слабокислого раствора желтый кристаллический осадок гексанитритокобальтата (3) калия - натрия.

Подобный осадок получается и с солями аммония, поэтому реакцию нужно вести в их отсутствие. Эта очень чувствительная реакция и является

наиболее характерной для иона калия. Реактив  $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$  берут свежеприготовленный, так как при хранении он разлагается с выделением ионов  $\text{Co}^{+2}$ , имеющих розовое окрашивание. Такой реактив непригоден.

**Выполнение реакции.** К 2 каплям раствора соли калия добавляют 2 капли реактива. Наблюдают выпадение осадка.

### Реакция катиона натрия $\text{Na}^+$

**1. Реакция окрашивания пламени.** Соли натрия окрашивают бесцветное пламя в желтый цвет. Реакция очень характерна и чувствительна. Выполнение реакции такое же, как для ионов калия.

**2. Реакция с гексагидросостибиатом (5) калия  $\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$**  дает с солями натрия в строго нейтральной среде медленно образующийся белый кристаллический осадок. Реакцию нельзя проводить в кислой среде, так как в этом случае выделяется аморфный осадок метасурьмяной кислоты  $\text{HSbO}_3$ . Нельзя проводить определение и в сильно щелочных растворах, так как в этом случае осадок не выпадает из-за повышения его растворимости. Реакцию следует проводить в достаточно концентрированном растворе.

Растворимость  $\text{Na}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$  сильно возрастает с повышением температуры, поэтому реакцию проводят при охлаждении. Для лучшей кристаллизации при проведении реакции необходимо потирать стеклянной палочкой о стенки пробирки.

**Выполнение реакции.** К 2 каплям раствора соли натрия добавляют 3 капли реактива. Пробирку с испытуемым раствором охлаждают под струей воды, одновременно потирая палочкой внутренние стенки пробирки. Наблюдают выпадение осадка.

### Реакции катиона аммония $\text{NH}_4^+$

**1. Реакция со щелочами.** Гидроксиды щелочных металлов  $\text{NaOH}$  и  $\text{KOH}$  при добавлении к водному раствору соли аммония выделяют аммиак. При нагревании раствора аммиак улетучивается. Выделяющийся аммиак можно обнаружить:

- При помощи красной или фиолетовой лакмусовой бумаги. Попадая на влажную лакмусовую бумагу, аммиак взаимодействует с водой. Образующийся анион  $\text{OH}^-$  изменяет окраску лакмуса на синий цвет.

- При достаточной концентрации аммонийной соли выделяющийся аммиак можно обнаружить по запаху.

- По образованию белого «дыма» около палочки, смоченной концентрированной соляной кислотой, поднесенной к отверстию пробирки.

**Выполнение реакции.** В пробирку помещают 2 капли раствора соли аммония и прибавляют 3 - 4 капли раствора щелочи так, чтобы капли не попали на стенки пробирки. Держа у отверстия пробирки лакмусовую бумагу, смоченную водой. Нагревают пробирку на водяной бане. На лакмусовой бумаге

появляется синее пятно. При выполнении реакции надо следить за тем, чтобы лакмусовая бумага не соприкасалась с внутренними стенками пробирки.

**2. Реакция с Реактивом Несслера (смесь  $K_2[HgI_2]$  с  $KOH$ )** дает с солями аммония красно-бурый осадок оксодимеркураммония. Ионы калия и натрия не мешают определению. Рекомендуется всегда приливать избыток реактива, так как образующийся осадок растворим в большом количестве аммонийных солей. Реакция очень чувствительна и является характерной для ионов аммония. Обычно ее применяют, когда надо убедиться в отсутствии ионов аммония, мешающих открытию калия и натрия. Интенсивность окраски осадка зависит от концентрации ионов  $NH_4^+$ .

**Выполнение реакции.** К 1 капле раствора соли аммония добавляют 3 капли реактива Несслера.

### Анализ смеси катионов первой аналитической группы

Для проведения анализа смеси катионов первой аналитической группы дается раствор или смесь сухих солей, растворимых в воде.

Анализ смеси катионов первой группы проводится в следующем порядке. Первым открывают катион аммония, так как он мешает открытию калия и натрия. После этого, удалив из раствора ион аммония выпариванием раствора и прокаливанием сухого остатка, открывают ионы калия и натрия. Удалить ион аммония можно, применив в качестве блокирующего реактива формалин.

Если для анализа дана сухая соль, то следует убедиться в отсутствии в ней ионов аммония. Для этого готовят раствор и 5 - 6 капель раствора исследуют на присутствие иона аммония. Если ион аммония отсутствует, то сухую смесь растворяют в 2 - 3 мл дистиллированной воды.

Если ионы аммония присутствуют, то, прежде следует удалить ионы аммония прокаливанием. Убедившись в отсутствие ионов аммония, смесь растворяют и в ней открывают ионы калия и натрия. Схема анализа катионов первой группы приведена в схеме 1.



Схема 1 – Анализ смеси катионов первой аналитической группы

## Контрольные вопросы

1. Какие катионы относятся к первой аналитической группе?
2. Какие реактивы применяют для обнаружения иона калия?
3. В присутствии каких ионов первой группы нельзя открыть ион калия?
4. В какой среде и почему открывают ион калия с помощью винной кислоты?
5. Какая реакция на ион калия является наиболее чувствительной?
6. Какими реакциями можно обнаружить ион натрия?
7. Почему открытие ионов натрия с помощью реактива  $K[Sb(OH)_6]$  надо проводить при охлаждении и потирании стеклянной палочкой?
8. Какая среда раствора должна быть при открытии ионов натрия с помощью гексагидроксостибиата (5) калия? Почему?
9. Перечислите реакции открытия ионов аммония.
10. Опишите, как открыть ион аммония при помощи гидроксида натрия?
11. При действии на испытуемый раствор реактива Несслера образовался красно-бурый осадок. О присутствии какого иона это свидетельствует?
12. Прежде чем открывать в испытуемом растворе ионы натрия, присутствие какого иона надо проверить?
13. Как удалить аммонийные соли из раствора?
14. Дайте ход анализа раствора, в котором надо проверить наличие ионов аммония и калия?

## Лабораторная работа 2

### Основные аналитические реакции катионов второй группы

#### Цель работы

1. Ознакомиться с лабораторным набором, его назначением.
2. Научиться проводить полумикрометодом основные аналитические реакции катионов второй группы.
3. Ознакомиться с порядком определения в растворе катионов второй группы.
4. Научиться проводить анализ смеси катионов второй аналитической группы в растворе.

#### Задание для самоподготовки

К занятию нужно знать:

- общую характеристику катионов второй аналитической группы,
- способы выражения концентрации растворов,
- правила техники безопасности и работы в химико-аналитической лаборатории;

уметь:



- выполнять аналитические реакции катионов полумикрометодом.

### Реактивы

1. Растворы солей ртути, 0,05 мол/л серебра, свинца.
2. Соляная кислота.
3. Гидроокиси натрия и калия.
4. Серная кислота.
5. Иодид свинца.
6. 30% - раствор ацетата натрия или аммония.
7. Хромат калия.

### Характеристика группы

Ко второй аналитической группе катионов относятся ионы  $Pb^{2+}$ ;  $Hg_2^{2+}$ ;  $Ag^+$ . Соли этих катионов почти все плохо растворимы в воде. Хорошо растворимы только нитраты катионов этой группы, а также ацетаты серебра и свинца. Катионы свинца, серебра и ртути бесцветны.

Гидроксиды серебра и ртути (1) являются неустойчивыми соединениями и в момент образования распадаются на соответствующий оксид и воду.

Гидроксид свинца  $Pb(OH)_2$  трудно растворим и обладает амфотерными свойствами. Соли катионов второй группы подвергаются гидролизу и их растворы имеют кислую реакцию. Ионы свинца, серебра и ртути(1) способны образовывать комплексные соединения. Катион серебра образует комплексные соединения с аммиаком,  $CN^-$ ,  $SO_3^{2-}$  и другие. Благодаря этой способности соли серебра ( $AgCl$ ,  $AgBr$  и другие) можно переводить в раствор.

Групповым реактивом для второй аналитической группы являются разбавленная соляная кислота и ее растворимые соли. При этом образуются творожистые осадки  $PbCl_2$ ,  $AgCl$ ,  $Hg_2Cl_2$ , причем  $Pb^{2+}$  полностью не осаждаются.

**Все растворимые соединения свинца и ртути ядовиты!**

### Ход работы

#### Реакции катиона свинца $Pb^{2+}$

**1. Реакция с соляной кислотой и растворимыми хлоридами.** Катионы свинца осаждают из растворов солей свинца(2) со слабокислой реакцией белый хлопьевидный осадок хлорида свинца(2). Осадок хлорида свинца легко растворим в горячей воде, особенно при нагревании, поэтому катионы свинца осаждаются из растворов хлорид – ионами не полностью. Осадок хлорида свинца растворяется в горячей воде; при охлаждении раствора из него снова выпадает хлорид свинца, но уже в форме игл.

**Выполнение реакции.** В пробирку помещают 2 капли раствора нитрата свинца  $Pb(NO_3)_2$  и добавляют 2 капли соляной кислоты. К раствору с осадком добавляют 1мл дистиллированной воды и нагревают смесь на водяной бане.

Наблюдают растворение осадка и постепенное его выпадение при охлаждении раствора в форме игл.

**2. Реакция с гидроксидами щелочных металлов KOH и NaOH.** Из растворов солей свинца осаждают гидроксид свинца - осадок белого цвета. Из концентрированных растворов осадок хлорида свинца не выпадает.

Гидроксид свинца обладает амфотерными свойствами, поэтому он растворяется в разбавленной азотной или уксусной кислотах и в избытке щелочи.

**Выполнение реакции.** К 2 каплям соли свинца прибавляют сначала 1 каплю раствора щелочи, а затем её избыток и наблюдают выпадение осадка и последующее его растворение в избытке щелочи.

**3. Реакция с серной кислотой  $H_2SO_4$  и растворимыми сульфатами.** Сульфат ионы выделяют из растворов свинцовых солей трудно растворимый сульфат свинца - осадок белого цвета. Осадок растворяется в щелочах при нагревании, концентрированной серной кислоте и в 30% - ном растворе ацетата аммония.

**Выполнение реакции.** К 2 каплям раствора соли свинца прибавляют 2 капли разбавленной серной кислоты и наблюдают выпадение осадка.

Открытие катионов свинца в виде сульфата мешают катионы кальция, бария, ртути.

**4. Реакция с иодидом калия (фармакопейная).** Иодид калия, взаимодействуя с растворами свинцовых солей, дает желтый осадок иодида свинца(2), растворимый в горячей воде, в растворе уксусной кислоты. При охлаждении раствора из него снова выпадают красивые золотисто – желтые кристаллы иодида свинца (реакция «золотого дождя»). Мешают катионы серебра, ртути.

Реакция часто применяется для открытия ионов свинца.

**Выполнение реакции.** К 2 каплям раствора нитрата свинца добавляют 2 капли раствора иодида калия. В полученный раствор с осадком добавляют 1мл воды и 3 - 4 капли разбавленной уксусной кислоты, нагревают смесь на кипящей водяной бане в течение двух минут, затем охлаждают содержимое пробирки под струей воды. Растворившийся при нагревании осадок иодида свинца вновь выпадает в виде красивых золотистых чешуек.

**5. Реакция с хроматом калия  $K_2CrO_4$ .** Хромат калия и дихромат калия выделяет из слабокислых растворов солей свинца желтый осадок хромата свинца и дихромата свинца.

Осадок не растворяется в уксусной и разбавленной азотной кислотах, в водном растворе аммиака, но растворяется в щелочах. Реакция чувствительна и является характерной для ионов свинца. Мешают ионы бария.

**Выполнение реакции.** К 2 каплям раствора соли свинца добавляют 2 – 3 капли раствора ацетата натрия и три капли раствора хромата калия. Наблюдают выпадение осадка.

## Реакции катиона серебра $\text{Ag}^+$

**1. Реакция с соляной кислотой и растворимыми хлоридами, бромидами и иодидами.** Катионы серебра при взаимодействии с растворимыми хлоридами, бромидами, иодидами образуют соответственно осадки: белый, желтоватый и желтый. Осадок хлорида серебра растворяется в концентрированном аммиаке с образованием комплексного соединения  $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]\text{Cl}$ . При подкислении раствора этого комплекса снова выпадает осадок хлорида серебра. При прибавлении к раствору комплекса раствора иодида калия образуется осадок иодида серебра. Осадок хлорида серебра также растворяется в концентрированных растворах соляной кислоты и хлоридов.

Осадок бромида серебра малорастворим, а иодид серебра – не растворим в концентрированном аммиаке.

Эту реакцию обычно используют для открытия иона серебра.

**Выполнение реакции.** К 2 каплям нитрата серебра добавляют 2 капли разбавленной соляной кислоты. Испытывают на растворимость осадка. К раствору с осадком добавляют 5 капель концентрированного раствора аммиака и встряхивают смесь до растворения осадка.

К полученному раствору прибавляют 6 капель концентрированной азотной кислоты. Наблюдают выпадение осадка.

**2. Реакция с иодидом калия.** Иодид калия образует с ионом серебра светло - желтый осадок  $\text{AgI}$ . Иодид серебра не растворяется в растворе аммиака в отличие от хлорида серебра.

**Выполнение реакции.** К 2 каплям раствора нитрата серебра добавляют 2 капли иодида калия и наблюдают выпадение жёлтого осадка.

**3. Реакция с хроматом калия.** Из растворов солей серебра осаждают кирпично-красный хромат серебра. Осадок растворяется в растворе аммиака и растворах кислот. Мешают все катионы, образующие малорастворимые хроматы.

**Выполнение реакции.** К 2 каплям нейтрального раствора нитрата серебра добавляют 2 капли раствора хромата калия и наблюдают выпадение осадка.

## Реакции катиона ртути (1) $\text{Hg}_2^{+2}$

**1. Реакция с соляной кислотой и растворимыми хлоридами.** Катионы  $\text{Hg}_2^{+2}$  при взаимодействии с хлорид – ионами в растворах образуют белый осадок каломели  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ . На свету осадок постепенно чернеет с выделением тонкодисперсной металлической ртути. Осадок не растворяется в разбавленной, но растворяется в концентрированной азотной кислоте. При прибавлении к осадку каломели раствора аммиака он темнеет вследствие выделения тонкодисперсной металлической ртути.

С помощью этой реакции открывают ион ртути.

**Выполнение реакции.** К 2 каплям раствора нитрата ртути добавляют 2 капли разбавленной соляной кислоты. К раствору с осадку добавляют 3 капли раствора аммиака. Наблюдают почернение осадка.

**2. Реакция с иодидом калия.** Из растворов солей ртути осаждает иодид ртути - осадок болотно-зелёного цвета. При стоянии цвет осадка изменяется вследствие образования иодида ртути и металлической ртути.

**Выполнение реакции.** К двум каплям раствора нитрата ртути добавляют две капли раствора иодида калия. Наблюдают выпадение осадка и изменение его цвета при встряхивании.

**3. Реакция с хроматом калия.** Хромат калия образует с солями ртути красно-бурый осадок  $Hg_2CrO_4$ . Осадок не растворяется в щелочах и разбавленной уксусной кислоте.

**Выполнение реакции.** 2 капли раствора соли ртути помещены в пробирку, нагревают на водяной бане и добавляют 2 капли раствора хромата калия.

### **Анализ смеси катионов свинца и серебра**

К исследуемому раствору 2 – 3 мл прибавляют по каплям раствор соляной кислоты до полного выделения осадка. Полноту осаждения проверяют таким образом: раствору с осадком дают отстояться, а затем к прозрачному раствору над осадком добавляют каплю соляной кислоты. Отсутствие мути доказывает полноту осаждения. В противном случае повторяют операцию осаждения. Далее смесь фильтруют, осадок на фильтре промывают соляной кислотой.

**Определение катиона серебра.** К осадку хлоридов прибавляют немного горячей воды, и смесь нагревают до кипения. Хлорид свинца переходит в раствор. В отдельной пробе этого раствора открывают катион свинца реакциями с дихроматом кальция в присутствии ацетата натрия (выпадет желтый осадок) или с иодидом калия (выпадет желтый осадок).

Присутствие катионов серебра проверяют растворением осадка в концентрированном аммиаке. Схема анализа катионов второй группы приведена в схеме 2.

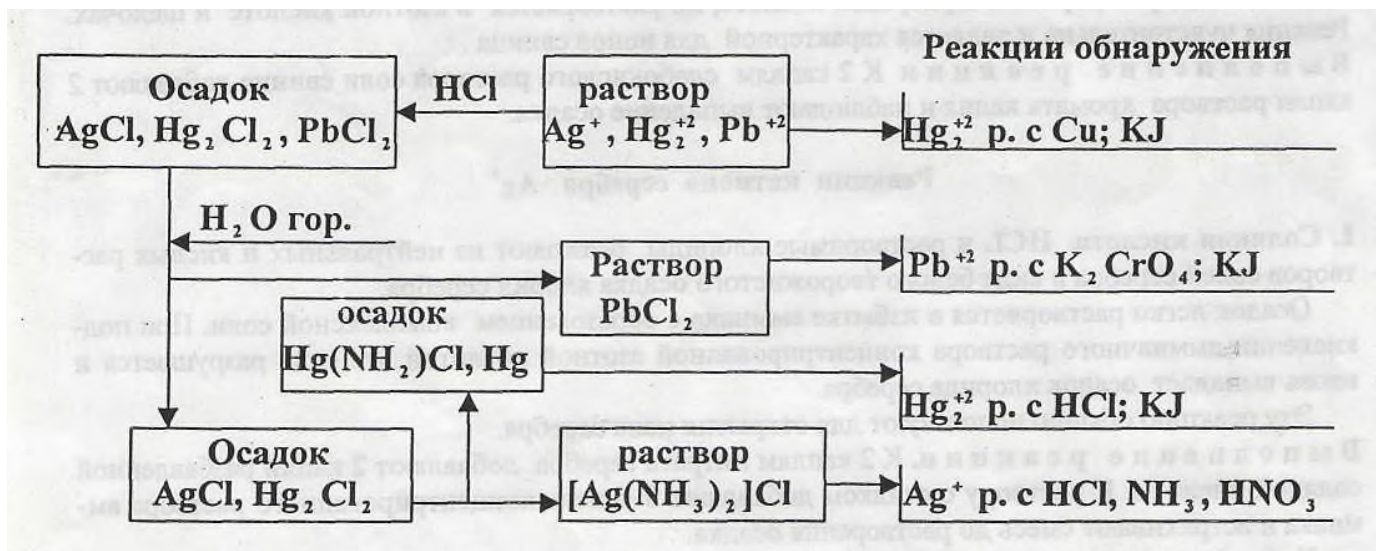


Схема 2 – Анализ смеси катионов второй аналитической группы

### Контрольные вопросы

1. Какие катионы входят в состав второй аналитической группы?
2. Какой реактив является групповым на вторую аналитическую группу катионов?
3. Перечислите наиболее характерные реакции катионов свинца.
4. В чем растворяется осадок хлорида серебра?
5. Какого цвета образуются осадки при действии хромата калия на каждый из катионов второй группы?
6. Какого цвета образуются осадки при действии иодида калия на каждый из катионов второй группы?
7. Как отделить катион свинца от катиона серебра?

### Лабораторная работа 3

#### Основные аналитические реакции катионов третьей группы

#### Цель работы:

1. Научиться проводить полумикрометодом основные аналитические реакции катионов третьей группы.
2. Ознакомиться с порядком определения в растворе катионов третьей группы.
3. Научиться проводить анализ смеси катионов третьей аналитической группы в растворе.

## Характеристика группы

К третьей группе катионов относятся ионы двух валентных металлов  $Ba^{2+}$ ,  $Ca^{2+}$ ,  $Sr^{2+}$ . Эти катионы бесцветны. Галогениды, нитраты и ацетаты этих катионов хорошо растворимы в воде. Гидроксиды катионов этой группы являются сильными электролитами и растворимость их уменьшается в последовательности  $Ba(OH)_2 - Cu(OH)_2 - Ca(OH)_2$ . Сульфаты бария, стронция, кальция плохо растворимы в воде, поэтому групповым реактивом является серная кислота. Наименее растворим сульфат бария, а наиболее - сульфат кальция.

При действии группового реактива катионы кальция не полностью осаждаются из водного раствора в форме осадка сульфата кальция, часть ионов кальция остается в растворе. Для более полного осаждения катионов кальция в форме сульфата кальция при действии группового реактива к анализируемому раствору прибавляют этанол, в присутствии которого растворимость сульфата кальция уменьшается.

Сульфаты кальция, стронция, бария практически не растворимы в разбавленных кислотах и щелочах. Сульфат бария заметно растворяется в концентрированной серной кислоте, сульфат кальция растворим в водном растворе сульфата аммония.

### Ход работы

#### Реакция катионов бария $Ba^{2+}$

##### 1. Реакция окрашивания пламени.

Летучие соли бария окрашивают пламя в желто - зеленый цвет.

**Выполнение реакции.** Соль бария смачивают соляной кислотой и вносят в основание пламени на тонкой проволоке, а затем переводят в часть с наибольшей температурой.

**2. Реакция с разбавленной серной кислотой и растворимыми сульфатами.** Сульфат – ионы выделяют даже из очень разбавленных растворов осадок сульфата бария. Осадок не растворяется в кислотах и щелочах, за исключением концентрированной серной кислоты, в которой он заметно растворяется с образованием гидросульфата бария.

При нагревании с растворами карбонатов сульфат бария превращается в малорастворимый в воде карбонат бария, который растворяется в кислотах.

**Выполнение реакции.** К 1 капле раствора бариевой соли добавляют 1 каплю раствора серной кислоты – выпадает белый осадок сульфата бария.

**3. Реакция с хроматом калия или натрия.** Ионы бария осаждаются из нейтральных или уксуснокислых растворов бариевой соли хромат бария желтого цвета. Аналогично протекает реакция с дихроматом калия.

**Выполнение реакции.** К 1 капле раствора соли бария в присутствии ацетата натрия (1 капля) добавляют 1 каплю раствора хромата калия, при этом выпадает желтый кристаллический осадок хромата бария.

## Реакция катионов кальция $\text{Ca}^{2+}$

### 1. Реакция окрашивания пламени.

Летучие соли кальция окрашивают пламя в кирпично-красный цвет.

**Выполнение реакции.** Соль кальция смачивают соляной кислотой и вносят в основание пламени на тонкой проволоке, а затем переводят в часть с наибольшей температурой. Наблюдают изменение цвета пламени.

### 2. Реакция с разбавленной серной кислотой или с сульфат ионами.

Ионы кальция с сульфат ионами образуют малорастворимый белый осадок сульфата кальция, который при медленной кристаллизации выделяется в форме игольчатых кристаллов гипса – дигидрата кальция  $\text{CaSO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ . Вследствие достаточно высокой растворимости сульфата кальция (2г /л) осаждение возможно только из достаточно концентрированных растворов солей кальция. Более полное осаждение сульфата происходит при добавлении к раствору этилового спирта. Осадок сульфата кальция не растворим в кислотах и щелочах, но растворяется в насыщенном водном растворе сульфата аммония с образованием комплексного соединения  $(\text{NH}_4)_2[\text{Ca}(\text{SO}_4)_2]$ , что позволяет отделить катионы кальция от катионов стронция и бария.

**Выполнение реакции.** К 3 каплям раствора соли кальция добавляют 3-4 капли раствора серной кислоты. К помутневшему раствору прибавляют 8-10 капель этилового спирта. Наблюдают выпадение осадка.

Реакцию катионов кальция с сульфат ионами обычно проводят микрокристаллоскопическую.

**Выполнение реакции.** На предметное стекло помещают 1 каплю раствора соли кальция и рядом 1 каплю разбавленной серной кислоты. Соединяют стеклянной палочкой обе капли и слегка подсушивают (но не досуха) над огнем до появления каемки по краям капли. Образующиеся кристаллы рассматривают под микроскопом.

### 3. Реакция с оксалатом аммония $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ (фармакопейная).

Катионы кальция дает на холоду в нейтральных, уксуснокислых или слабо щелочных растворах белый мелкокристаллический осадок оксалата кальция. Осадок не растворим в уксусной кислоте, но легко растворим в минеральных кислотах. Реакцию с оксалатом аммония нельзя проводить в присутствии солей бария, так как ион бария образует с оксалатом аммония белый осадок оксалата бария. Эта реакция – наиболее качественная реакция на ион кальция.

**Выполнение реакции.** К 2 каплям раствора соли кальция добавляют 2 капли уксусной кислоты и 3 капли раствора оксалата аммония. Наблюдают выделение осадка.

**4. Реакция с гексацианоферратом(2) калия  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ .** Катионы кальция с солями гексацианоферрата(2) калия образуют при нагревании в слабощелочной среде (в присутствии солей аммония) белый кристаллический осадок, нерастворимый в уксусной кислоте. В присутствии значительных количеств иона бария не рекомендуется применять эту реакцию для открытия ионов кальция, так как ион бария при достаточном количестве может дать осадок с гексацианоферратом (2) калия.

**Выполнение реакции.** К 3 - 4 каплям раствора соли кальция добавляют 4 капли раствора буферной смеси ( $\text{NH}_4\text{Cl} + \text{NH}_4\text{OH}$ ) и нагревают 1 – 2 минуты на водяной бане. К горячему раствору прибавляют 5 - 6 капель раствора гексацианоферрата калия. Вновь нагревают 2 - 3 мин на водяной бане, при этом выпадает белый кристаллический осадок, нерастворимый в уксусной кислоте. Реакция менее чувствительна, чем реакция с оксалатом аммония.

### Анализ смеси катионов третьей аналитической группы

Для открытия катионов бария используют реакцию с дихроматом калия. Реакцию проводят в уксуснокислой среде. В случае положительного эффекта к раствору прибавляют хромат калия до полного осаждения бария. Осадок отделяют фильтрованием. В фильтрате определяют присутствие кальция.

Фильтрат окрашен в желто – оранжевый цвет вследствие присутствия хромат ионов. Ионы кальция отделяют от хромат ионов, действуя раствором карбоната натрия до перехода окраски из желто – оранжевой в желтую. Выделившийся осадок карбонатов кальция отделяют от раствора фильтрованием. Фильтрат отбрасывают, осадок промывают дистиллированной водой. И растворяют в уксусной кислоте. В отдельной порции полученного раствора открывают ионы кальция. Анализ смеси катионов третьей группы приведен в схеме 3.

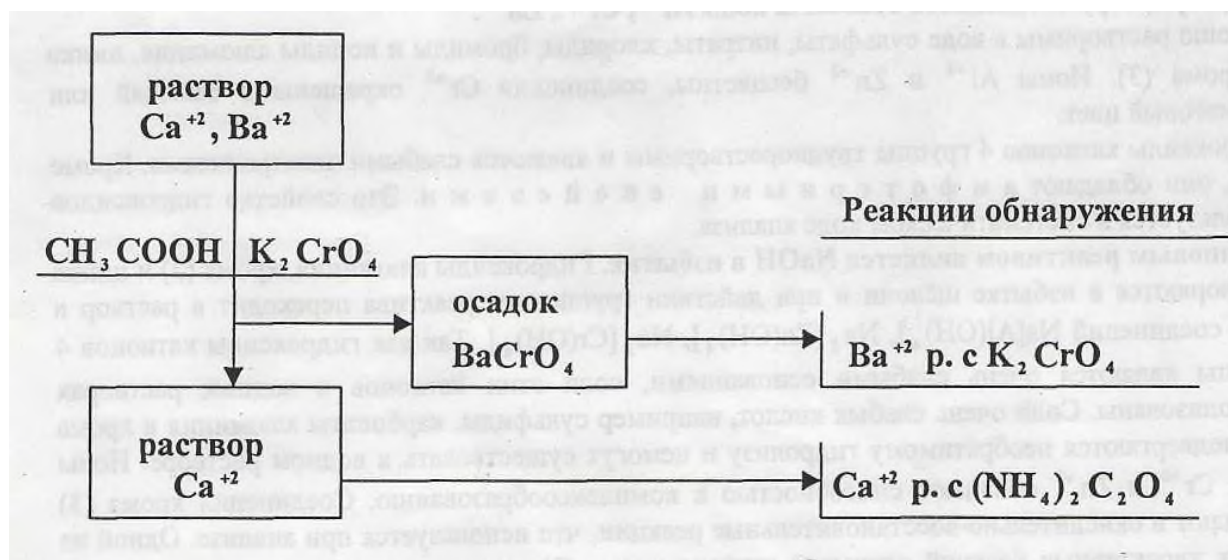


Схема 3 – Анализ смеси катионов третьей аналитической группы

### Контрольные вопросы

1. Какие катионы входят в состав третьей аналитической группы катионов?
2. Какова сравнительная растворимость сульфатов третьей группы?
3. Какая реакция наиболее характерна для катиона бария?
4. Какая реакция наиболее характерна для катиона кальция?



5. Как выполняется кристаллоскопическая реакция на ион кальция?
6. Как отделить катион кальция от катиона бария?
7. В какой цвет окрашивается бесцветное пламя горелки летучими солями бария, кальция?

## 2.5 Качественный анализ анионов

**Цель:** На основе знаний химико – аналитических свойств анионов – проводить характерные аналитические реакции анионов, определять их подлинность, анализировать смеси.

Задачи:

1. Изучить различные классификации анионов по группам.
2. Научиться проводить аналитические реакции анионов по классификации, основанной на образовании анионами малорастворимых солей бария и серебра.
3. Научиться проводить аналитические реакции некоторых органических анионов.
4. Научиться проводить анализ смеси анионов.
5. Научиться решать задачи по применению закона действующих масс к окислительно – восстановительным равновесиям и равновесиям комплексообразования.

### Аналитическая классификация анионов по группам

Как и катионы, многие анионы входят в состав лекарственных препаратов. При контроле качества лекарственных средств, технологических стадий их получения, лекарственного сырья и в ряде других случаев возникает необходимость проведения качественного и количественного анализа анионов. Идентификацию анионов чаще всего проводят с использованием различных аналитических реакций, позволяющих открывать эти анионы.

При аналитической классификации анионов, основанной на образовании ими малорастворимых солей бария и серебра, анионы, охваченные этой классификацией, делятся на три группы (таблица 5).

Таблица 5 - Классификация анионов, основанная на образовании малорастворимых солей бария и серебра

Группа	Анионы	Групповой реагент
I	$\text{SO}_4^{2-}$ , $\text{SO}_3^{2-}$ , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ , $\text{CO}_3^{2-}$ , $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$ , $\text{BO}_2^-$ , $\text{PO}_4^{3-}$ , $\text{AsO}_4^{3-}$ , $\text{AsO}_3^{3-}$ , $\text{F}^-$	Раствор $\text{BaCl}_2$ в нейтральной или слабощелочной среде
II	$\text{Cl}^-$ , $\text{Br}^-$ , $\text{I}^-$ , $\text{BrO}_3^-$ , $\text{CN}^-$ , $\text{SCN}^-$ , $\text{S}^{2-}$	Раствор $\text{AgNO}_3$ в разбавленной (2 моль/л) азотной кислоте
III	$\text{NO}_2^-$ , $\text{NO}_3^-$ , $\text{CH}_3\text{COO}^-$	Отсутствует

При аналитической классификации анионов, основанной на их окислительно – восстановительных свойствах, анионы делятся на три группы (таблица 6).

Таблица 6 – Классификация анионов, основанная на окислительно – восстановительных свойствах

Группа	Анионы	Групповой реагент
I Окислители	$\text{BrO}_3^-$ , $\text{AsO}_4^{3-}$ , $\text{NO}_3^-$ , $\text{NO}_2^-$	Раствор $\text{KI}$ в сернокислой среде
II Восстановители	$\text{S}^{2-}$ , $\text{SO}_3^{2-}$ , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ , $\text{AsO}_3^{3-}$	Раствор $\text{I}_2$ в $\text{KI}$
	$\text{S}^{2-}$ , $\text{SO}_3^{2-}$ , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ , $\text{AsO}_3^{3-}$ , $\text{NO}_2^-$ , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ , $\text{Cl}^-$ $\text{Br}^-$ , $\text{I}^-$ , $\text{CN}^-$ , $\text{SCN}^-$	Раствор $\text{KMnO}_4$ в сернокислой среде
III Индифферентные	$\text{SO}_4^{2-}$ , $\text{CO}_3^{2-}$ , $\text{PO}_4^{3-}$ , $\text{CH}_3\text{COO}^-$ , $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$ , $\text{BO}_2^-$	Отсутствует

В отличие от катионов почти все анионы можно открыть дробным методом в отдельной порции исследуемого раствора в присутствии других анионов, групповые реактивы применяются не для разделения групп анионов, а только для их обнаружения.

Если какая либо группа отсутствует, ее групповой реактив с анализируемым раствором не дает никакого осадка. В этом случае отпадает необходимость проводить реакции на отдельные анионы данной группы. Со многими реакциями мы встречались при изучении катионов.

Например, ионы бария открывали при помощи реакции с  $\text{SO}_4^{2-}$ , ионы  $\text{Ca}^{2+}$  - при помощи  $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ , ионы  $\text{Ag}^+$  - при помощи  $\text{Cl}^-$  и так далее, а в анализе анионов, наоборот, при помощи этих катионов открывают соответствующие анионы.

## Лабораторная работа 4

### Аналитические реакции анионов первой аналитической группы

#### Характеристика группы

К первой группе относятся анионы кислот: серной  $\text{SO}_4^{2-}$ , сернистой  $\text{SO}_3^{2-}$ , серноватистой  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ , фосфорной  $\text{PO}_4^{3-}$ , хромовой  $\text{CrO}_4^{2-}$ , угольной  $\text{CO}_3^{2-}$ , щавелевой  $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$  борной  $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$  и  $\text{BO}_2^-$ .

Анионы первой аналитической группы бесцветны.

Групповым реактивом на первую группу анионов является хлорид бария  $\text{BaCl}_2$  в нейтральной или слабощелочной среде. Соли серебра анионов первой группы в отличие от второй группы растворимы в  $\text{HNO}_3$ , а сульфат серебра растворим и в воде. Бариевые соли анионов первой группы не растворяются в воде, но растворяются в минеральных разбавленных кислотах (кроме  $\text{BaSO}_4$ ).

#### Ход работы

#### Реакции сульфат – ионов

Сульфат ион – анион сильной двухосновной серной кислоты. В водных растворах сульфат – ион бесцветен, практически не гидролизует, обладает окислительными свойствами, которые, однако, в разбавленных растворах обычно не реализуются. Сульфат ион как лиганд образует сравнительно малостойкие сульфатные комплексы металлов.

Сульфаты аммония и многих металлов хорошо растворяются в воде. Сульфаты кальция, стронция, бария, свинца малорастворимы в воде, что широко используется в химическом анализе.

**1. Реакция с хлоридом бария (фармакопейная).** Сульфат ион при взаимодействии с катионом бария образует белый кристаллический осадок сульфата бария, который не растворим в кислотах и щелочах, за исключением концентрированной серной кислоты, в которой он частично растворяется с образованием кислой соли.

**Выполнение реакции.** К 2-3 каплям раствора сульфата натрия приливают 2-3 капли раствора хлорида бария. Осадок делят на две части и испытывают растворимость его в соляной кислоте и щелочи.

**2. Реакция с катионами свинца.** Растворимые соли свинца с сульфат – ионами образуют белый осадок сульфата свинца, который не растворим в разбавленных кислотах, но растворяется при нагревании в едких щелочах и ацетате аммония.

**Выполнение реакции.** К 4-5 каплям серной кислоты или раствора ее соли прибавляют столько же реактива. Испытывают растворимость осадка в щелочах и концентрированном растворе ацетата аммония при нагревании.

Концентрированная серная кислота растворяет осадок сульфата свинца с образованием бисульфата свинца:  $\text{Pb}(\text{HSO}_4)_2$ .

## Реакции сульфит – ионов

Сульфит ионы  $\text{SO}_3^{2-}$  и гидросульфит ионы  $\text{HSO}_3^-$  – анионы двухосновной нестабильной в водных растворах сернистой кислоты  $\text{H}_2\text{SO}_3$ , которая при ионизации по первой стадии является кислотой средней силы, а по второй – очень слабой. В водных растворах сульфит ионы бесцветны, подвергаются гидролизу. Они не устойчивы и в водных растворах легко окисляются до иона  $\text{SO}_4^{2-}$ , поэтому являются сильными восстановителями. Однако некоторые сильные восстановители, такие как металлический цинк, в кислой среде, могут восстановить сульфит – ион до сероводорода. Сульфит – ион обладает довольно эффективными комплексообразующими свойствами как лиганд.

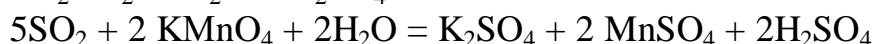
Средние сульфиты натрия и калия хорошо растворяются в воде, средние сульфиты других металлов, как правило, малорастворимые в воде.

При действии кислот на сульфиты они разлагаются.

**1. Реакция с хлоридом бария (фармакопейная).** Сульфит – ионы образует с катионами бария белый кристаллический осадок сульфита бария. Осадок растворяется в соляной и азотной кислотах с выделением  $\text{SO}_2$ .

**Выполнение реакции.** К 4-5 каплям раствора сульфита натрия прибавляют столько же хлорида бария. Испытывают растворимость осадка в азотной и соляной кислотах. Если осадок не полностью растворяется в кислотах, то это объясняется присутствием в осадке сульфата бария.

**2. Реакция разложения сульфита кислотами (фармакопейная).** Все минеральные кислоты разлагают сульфиты с выделением сернистого газа. Выделяющийся сернистый газ обнаруживают по запаху либо по обесцвечиванию раствора йода или перманганата калия:



Разложение сульфитов под действием кислот ускоряется при нагревании и при понижении pH среды.

**Выполнение реакции.** Реакцию проводят в специальном приборе. В склянку помещают 5-6 капель раствора сульфита натрия, приливают столько же раствора серной кислоты и быстро закрывают пробкой с пипеткой, в которой находятся 1-2 капли раствора йода или подкисленного раствора перманганата калия. Выделяющийся сернистый газ обесцвечивает раствор в пипетке. Опыт можно проводить в пробирке и выделяющийся сернистый газ определять по запаху.

**3. Реакция с окислителями.** Окислители – йод, перманганат калия и другие окисляют сульфит – ионы до сульфат – ионов.

**Выполнение реакции.** К 2 – 3 каплям раствора сульфита натрия прибавляют 1 – 2 капли раствора соляной кислоты и 2 – 3 капли раствора йода. Наблюдают обесцвечивание йода.

Перманганат калия в кислой среде также обесцвечивается вследствие восстановления  $\text{Mn}^{7+}$  до  $\text{Mn}^{2+}$ .

В щелочной или нейтральной среде перманганат калия восстанавливается сульфит - ионом до четырехвалентного марганца, выпадает бурый хлопьевидный осадок марганцоватистой кислоты или  $MnO(OH)_2$ .

**4. Реакция с нитратом серебра.**  $AgNO_3$  с сульфит – ионами и нейтральной среде образует белый кристаллический осадок сульфита серебра.

Осадок растворим в  $HNO_3$  и  $NH_4OH$ . В избытке сульфита натрия осадок растворяется с образованием комплексной соли  $Na_3[Ag(S_2O_3)_2]$  (дисульфитиаргената натрия). При кипячении раствора комплексной соли или осадка сульфита серебра осадок темнеет за счет выделения оксида серебра –  $Ag_2O$ .

**Выполнение реакции.** К 5 – 6 каплям раствора сульфита натрия прибавляют столько же нитрата серебра. Наблюдают выпадение белого осадка. Раствор с осадком делят на 3 части и испытывают растворение осадка в разбавленной азотной кислоте, гидроокиси аммония и в избытке сульфита натрия. Раствор в третьей пробирке кипятят и наблюдают выделение из раствора оксида серебра.

### Реакции тиосульфат – иона $S_2O_3^{2-}$

Тиосульфат – ион  $S_2O_3^{2-}$  - анион неустойчивой двухосновной тиосерной кислоты  $H_2S_2O_3$  средней силы, которая в водных растворах разлагается с выделением элементарной серы.

В водных растворах тиосульфат – ион бесцветен, практически не гидролизуется, является сильным восстановителем и достаточно эффективным лигандом – комплексообразователем.

Тиосульфаты щелочных металлов стронция, цинка, кадмия, марганца(2), железа(2), кобальта(2), никеля(2) растворимы в воде. Тиосульфаты других металлов малорастворимы в воде.

**1. Реакция с хлоридом бария  $BaCl_2$ .** Хлорид бария с тиосульфат ионами дает белый осадок тиосульфата бария, который растворяется в кипящей воде и в разбавленных минеральных кислотах с выделением серы.

**Выполнение реакции.** К 4-5 каплям раствора тиосульфата натрия прибавляют столько же хлорида бария. К полученному осадку прибавляют 10-15 капель воды и кипятят. Наблюдают растворение осадка.

**2. Реакция с кислотами.** Разбавленные кислоты вытесняют из тиосульфатов серноватистую кислоту, которая тотчас разлагается.

Выделение серы вызывает помутнение раствора.

**Выполнение реакции.** К 4-5 каплям раствора тиосульфата натрия прибавляют столько же 2 н раствора соляной кислоты. Смесь слегка нагревают и наблюдают выделение свободной серы.

**3. Реакция с нитратом серебра.**  $AgNO_3$  с тиосульфат ионами дает белый осадок тиосульфата серебра. Осадок постепенно бурееет и затем становится черным, превращаясь в сульфид серебра.

Избыток тиосульфата натрия растворяет осадок тиосульфата серебра с образованием комплексной соли:  $Na_3[Ag[S_2O_3)_2]$

По этой же причине и  $\text{AgCl}$  растворяется в тиосульфате натрия.

**Выполнение реакции.** К 3-4 каплям раствора тиосульфата натрия приливают по каплям раствор нитрата серебра до образования осадка. Содержимое пробирки делят на две части. В одну пробирку приливают по каплям раствор тиосульфата до растворения осадка, в другой наблюдают изменение окраски осадка.

**4. Реакции с йодом.** Раствор йода обесцвечивается тиосульфатами, которые окисляются до солей тетраионовой кислоты. Тиосульфаты восстанавливают также  $\text{KMnO}_4$  в кислой среде.

**Выполнение реакции.** К 4-5 каплям раствора тиосульфата натрия приливают по каплям раствор йода.

### Реакции карбонат – ионов

Карбонаты – соли нестабильной очень слабой угольной кислоты  $\text{H}_2\text{CO}_3$ , которая в свободном состоянии в водных растворах неустойчива и разлагается с выделением диоксида углерода.

Угольная кислота образует два ряда солей: средние карбонаты, или просто карбонаты и гидрокарбонаты. Карбонаты аммония, калия, рубидия цезия растворимы в воде. Карбонат лития в воде малорастворим. Карбонаты других металлов малорастворимы. Гидрокарбонаты растворяются в воде.

Карбонат – ионы в водных растворах бесцветны, не обладают ни окислительными, ни восстановительными свойствами. Карбонат – ионы способны, как лиганды, к образованию различных по устойчивости карбонатных комплексов с катионами ряда металлов.

Карбонат – ионы в водных растворах подвергаются гидролизу. Водные растворы гидрокарбонатов щелочных металлов не окрашиваются при прибавлении к ним капли фенолфталеина, что позволяет отличать растворы карбонатов от растворов гидрокарбонатов.

**1. Реакция с хлоридом бария.** Хлорид бария с карбонат - ионами образует белый осадок карбоната бария, который растворим в азотной, соляной и уксусной кислотах.

**Выполнение реакции.** К 4-5 каплям раствора карбоната натрия приливают столько же хлорида бария. Проверяют растворимость осадка в кислотах.

**2. Реакция с минеральными кислотами (фармакопейная).** Разбавленные кислоты разлагают карбонаты с выделением углекислого газа. Это специфическая реакция на ион  $\text{CO}_3^{2-}$

Выделение углекислого газа обнаруживается по помутнению известковой или баритовой воды. При длительном пропускании  $\text{CO}_2$  осадок растворяется вследствие образования бикарбоната кальция.

**Выполнение реакции.** Опыт проводится в приборе, который применялся для обнаружения сернистого газа. В склянку прибора помещают 5-6 капель раствора карбоната и столько же соляной кислоты. Быстро закрывают склянку

пробкой с пипеткой, в которой находятся 1 - 2 капли известковой воды, и наблюдают помутнение раствора – образование  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ .

Присутствие сульфит - и тиосульфат - ионов мешает открытию карбонат - ионов, так как при действии кислот они выделяют сернистый газ, который также вызывает помутнение известковой воды. Если эти ионы обнаружены, то перед открытием аниона  $\text{CO}_3^{2-}$  их окисляют. Для этого к 5-6 каплям испытуемого раствора добавляют 5 - 6 капель раствора  $\text{H}_2\text{O}_2$  или  $\text{KMnO}_4$  а затем приступают к открытию  $\text{CO}_3^{2-}$ .

**3. Реакция с нитратом серебра.** Нитрат серебра из растворов карбонатов осаждает белый осадок карбоната серебра, который растворяется в разбавленных кислотах и гидроксиде аммония.

**Выполнение реакции.** К 2-3 каплям раствора карбоната натрия прибавляют столько же раствора серебра.

**4. Реакция с сульфатом магния (фармакопейная).** Карбонат – ион с сульфатом магния образует белый осадок карбоната магния, который растворяется в кислотах. Гидрокарбонат – ион образует с сульфатом магния осадок только при кипячении.

**Выполнение реакции.** В пробирку вносят 3 – 5 капель раствора карбоната натрия, прибавляют столько же насыщенного раствора сульфата магния. Выпадает белый осадок карбоната магния.

### Контрольные вопросы

1. Какие анионы первой группы проявляют окислительно – восстановительные свойства? Напишите уравнения реакций.
2. Какие анионы первой группы не проявляют окислительно – восстановительных свойств?
3. Какие вы знаете анионы летучих кислот?
4. Какие групповые реагенты можно предложить для анионов исходя из окислительно – восстановительных свойств? Напишите уравнения реакций.
5. Какие бариевые соли растворяются в уксусной кислоте?
6. Что наблюдается при пропускании через известковую воду избытка окиси углерода?

### Лабораторная работа 5

#### Аналитические реакции анионов второй группы анионов

##### Цель работы:

Знать:

Аналитические реакции анионов второй аналитической группы анионов.

Правила работы с высокотоксичными веществами.

Уметь:

Составлять уравнения аналитических реакций изучаемых анионов.

Составлять реакции комплексообразования.

## Характеристика группы

Ко второй аналитической группе относятся анионы кислот: соляной  $\text{Cl}^-$ , бромистоводородной  $\text{Br}^-$ , иодистоводородной  $\text{I}^-$  и сероводородной  $\text{S}^{2-}$ .

Соли серебра анионов второй группы не растворимы в воде и в разбавленной азотной кислоте. Групповым реактивом на анионы второй группы является  $\text{AgNO}_3$  в присутствии  $\text{HNO}_3$ .

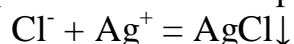
Все анионы второй аналитической группы в водных растворах бесцветны. Большинство анионов первой группы также образует с нитратом серебра нерастворимые в воде соли, однако все они растворяются в азотной кислоте и обнаружению второй группы не мешают. Соли бария анионов второй группы в отличие от первой растворимы в воде, поэтому хлорид бария с анионами второй группы осадков не образует.

### Ход работы

#### Реакции хлорид – ионов

Хлорид – ион – анион сильной одноосновной соляной кислоты, бесцветный, не гидролизует, обладает восстановительными свойствами, эффективный лиганд, способный к образованию устойчивых хлоридных комплексов с катионами многих металлов. Хлориды щелочных, щелочноземельных и большинства других металлов хорошо растворяются в воде. Хлориды меди(1), серебра, ртути, свинца малорастворимы в воде.

**1. Реакция с нитратом серебра (фармакопейная).** Хлорид – ионами образует с катионами серебра белый творожистый осадок хлорида серебра. Осадок при стоянии на свету темнеет вследствие выделения мелкодисперсного металлического серебра за счет фотохимического разложения хлорида серебра.



Осадок  $\text{AgCl}$  растворим в аммиаке, карбонате аммония, тиосульфате натрия  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  и 10% растворе  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ .

Растворимость осадка в карбонате аммония используется для отделения хлорида серебра от бромидов и иодидов, которые не растворяются в карбонате аммония, что связано с величиной ПР.

**Выполнение реакции** смотри в анализе катионов второй группы.

**2. Реакция с сильными окислителями. Окислители -  $\text{MnO}_2$ ,  $\text{KMnO}_4$ ,  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ,  $\text{KClO}_3$  и другие** в кислой среде окисляют хлорид – ионы до свободного хлора.

**Выполнение реакции.** Поместить в пробирку немного двуокиси марганца, прилить 4 - 5 капель раствора хлорида натрия и столько же концентрированной серной кислоты. Смесь осторожно нагревают. Выделяющийся хлор обнаруживают по цвету и запаху или по посинению йодкрахмальной бумаги, если подержать ее у отверстия пробирки.

В присутствии бромид – и иодид – ионов реакция неприменима, так как они выделяются в свободном виде и мешают обнаружению хлора.



## Реакции бромид – ионов

Бромид – ион – анион сильной одноосновной бромистоводородной кислоты.

В водных растворах бромид – ион бесцветен, не гидролизует, обладает восстановительными свойствами, образует устойчивые комплексы с катионами многих металлов.

Бромиды аммония и большинства металлов хорошо растворимы в воде.

**1. Реакция с нитратом серебра (фармакопейная).** Нитрат серебра с ионами брома дает желтовато-белый осадок бромида серебра. Осадок не растворяется в азотной кислоте, плохо растворяется в гидроокиси аммония и хорошо растворяется в растворе тиосульфата натрия с образованием тиосульфатного комплекса серебра  $[Ag(S_2O_3)_2]^{3-}$ .

**Выполнение реакции.** К 4 – 5 каплям раствора бромида калия приливают 4 -5 капель раствора азотнокислого серебра. Испытывают растворимость осадка в азотной кислоте и гидроокиси аммония.

**2. Реакция с сильными окислителями.** Хлорная вода, а также  $KMnO_4$  и  $MnO_2$  окисляют в кислой среде бромид – ионы до свободного брома. Образующийся молекулярный бром, придающий водному раствору желто – бурую окраску, можно экстрагировать из водной фазы органическими растворителями (хлороформ, четыреххлористый углерод, бензол), в которых он растворяется больше, чем в воде. Органический слой окрашивается в желто – бурый или желто – оранжевый цвет.

**Выполнение реакции.** К 2-3 каплям раствора бромида калия добавляют столько же разбавленной серной кислоты и 5-6 капель бензола или хлороформа. В полученную смесь приливают по каплям хлорную воду при энергичном встряхивании. Органический растворитель, в котором бром растворяется лучше, чем в воде, окрашивается в лимонно или красно-бурый цвет. При большом избытке хлорной воды раствор обесцвечивается, так как образуется бесцветное соединение  $BrgCl$ .

**3. Реакция с фуксинсернистой кислотой.** Фуксинсернистая кислота (раствор фуксина, обесцвеченный сернистой кислотой) с парами брома дает сине - фиолетовое окрашивание. Хлориды и иодиды не мешают реакции.

**Выполнение реакции.** В пробирку прибора поместить 5 - 6 капель раствора бромида калия, 4 - 5 капель раствора  $KMnO_4$  и 4 - 5 капель 2 н раствора серной кислоты. Пробирку закрывают пробкой с пипеткой, содержащей 2 - 3 капли раствора фуксина. Пробирку слегка нагревают. В присутствии брома обесцвеченный фуксин окрасится в сине - фиолетовый цвет.

## Реакции йодид – ионов

Йодид – ион – анион сильной одноосновной йодистоводородной кислоты. В водных растворах йодид – ион бесцветен, не гидролизует, обладает выраженными восстановительными свойствами; как лиганд образует устойчивые йодидные комплексы с катионами многих металлов.

Йодиды аммония и большинства металлов хорошо растворяются в воде. Малорастворимы в воде йодид меди (I), серебра, свинца, ртути(I), ртути(II).

**1. Реакция с нитратом серебра.**  $\text{AgNO}_3$  с йодид - ионами образует бледно-желтый осадок йодида серебра. Осадок йодида серебра практически не растворим в воде, в азотной кислоте и гидроокиси аммония, плохо растворяется в растворе тиосульфата аммония.

**Выполнение реакции.** К 4 - 5 каплям раствора йодида калия прибавляют столько же реактива. Проверяют растворимость осадка в азотной кислоте и растворе аммиака.

**2. Реакция с солями свинца.** Растворимые соли свинца из растворов йодидов осаждают йодид свинца в виде желтого осадка. Осадок растворяется в воде при нагревании и вновь выделяется при охлаждении раствора в виде золотистых чешуек.

**Выполнение реакции** смотрите в лабораторной работе 2.

**3. Реакция с нитритами (фармакопейная).** Нитрит калия или нитрит натрия в кислой среде окисляет йодид – ион до свободного йода.

**Выполнение реакции.** К 3 - 4 каплям исследуемого раствора прибавляют 2 - 3 капли 2н раствора серной кислоты, 2 - 3 капли раствора крахмала и 2 - 3 капли раствора нитрита калия или натрия. Окрашивание раствора в синий цвет укажет на присутствие йодид – ионов.

Эта реакция является специфической для открытия йодидов, так как хлориды и бромиды нитритами не окисляются.

**4. Реакция с окислителями.** Хлорная и бромная вода вытесняет из растворов йодидов свободный йод, который окрашивает органический растворитель в красновато-фиолетовый цвет, а раствор крахмала - в синий.

**Выполнение реакции.** а) К 1 - 2 каплям раствора йодида калия, подкисленного 1 каплей серной кислоты (в щелочной среде окраска йода исчезает), прибавляют 5 - 6 капель бензола (бензина или хлороформа), 1 - 2 капли хлорной воды и, встряхнув смесь, наблюдают окраску слоя бензола. Прибавляют избыток хлорной воды, наблюдают обесцвечивание органического растворителя.

б) К 1 - 2 каплям раствора йодида калия прибавляют 8 - 10 капель раствора крахмала, 1 - 2 капли хлорной воды и, встряхнув смесь, наблюдают изменение окраски. В присутствии йодид - ионов раствор окрасится в синий цвет.

Хлорной водой можно открыть ионы  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$  при их совместном присутствии. Сначала хлорная вода окисляет йодид - ионы до свободного йода, затем прибавленный избыток хлорной воды обесцвечивает фиолетовую окраску

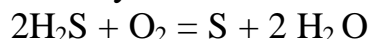
бензольного слоя вследствие окисления свободного йода до  $\text{HIO}$ . После этого начинается выделение брома, который окрашивает слой бензола в красно-бурый цвет. Выполнению реакции мешают анионы  $\text{SO}_3^{2-}$ ,  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ ,  $\text{S}^{2-}$  поэтому их предварительно окисляют перманганатом калия в кислой среде до  $\text{SO}_4^{2-}$ .

Анион йода легко окисляется перманганатом калия, бихроматом калия или другими окислителями в кислой среде, а также такими слабыми окислителями, как  $\text{Fe}^{3+}$  и  $\text{Cu}^{2+}$  так как является сильным восстановителем.

### Аналитические реакции сульфид ионов

Сульфид ион  $\text{S}^{2-}$  - бесцветный анион очень слабой двухосновной сероводородной кислоты  $\text{H}_2\text{S}$ . В водных растворах сульфид ион подвергается глубокому гидролизу, не склонен к образованию комплексных соединений. Средние сульфиды аммония, щелочных и щелочноземельных металлов хорошо растворяются в воде. Средние сульфиды большинства других металлов малорастворимы в воде. Кислые гидросульфиды, содержащие гидросульфид ион  $\text{HS}^-$ , хорошо растворяется в воде.

Сульфид ион – очень сильный восстановитель и окисляется большинством известных окислителей. Так, например, сероводородная кислота в водном растворе окисляется кислородом воздуха с выделением элементарной серы:



Поэтому при стоянии сероводородная вода мутнеет.

Сероводород  $\text{H}_2\text{S}$  – весьма ядовит. **Работать с сероводородом можно только под тягой!**

**1. Реакция с нитратом серебра.** Сульфид ион с катионами серебра дает черный осадок малорастворимого сульфида серебра.

**Выполнение реакции.** В пробирку с 2 – 3 каплями сульфида натрия или аммония прибавляют по каплям раствор азотнокислого серебра и наблюдают выпадение черного осадка.

**2. Реакция с сильными кислотами.** Сульфид ион при действии сильных кислот переходит в сероводородную кислоту, которая выделяется из растворов в виде газообразного сероводорода. При избытке ионов водорода равновесие смещается вправо, и образующийся сероводород удаляется из сферы реакции. Выделяющийся сероводород обнаруживают по характерному запаху, а также по почернению фильтровальной бумаги, пропитанной раствором ацетата свинца.

**Выполнение реакции.** В пробирку вносят 2 – 3 капли раствора сульфида натрия или аммония и прибавляют раствор соляной или серной кислоты. Наблюдают выделение характерного запаха сероводорода. К пробирке подносят фильтровальную бумагу, пропитанную раствором ацетата свинца. Бумага чернеет вследствие выделения черного сульфида свинца.

**3. Реакция с катионами кадмия.** Сульфид ион образует с катионами кадмия в кислых и нейтральных растворах желтый осадок сульфида кадмия. Эта реакция описана в анализе катионов кадмия.

## Лабораторная работа 6

### Анализ анионов третьей аналитической группы

К третьей группе относятся анионы кислот: азотной  $\text{NO}_3^-$ , азотистой  $\text{NO}_2^-$ , и уксусной  $\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2^-$ . Анионы третьей группы бесцветны. Соли бария и серебра этих анионов растворимы в воде (исключение –  $\text{AgNO}_2$ ). Группового реактива на анионы третьей группы нет.

#### Реакции нитрат – ионов

Нитрат – ион – анион одноосновной сильной азотной кислоты. В водных растворах бесцветный нитрат – ион не гидролизует, обладает окислительными свойствами. Как лиганд нитрат – ион малоэффективен и образует не устойчивые нитратокомплексы металлов, из которых нитратогруппы легко вытесняются молекулами воды в водных растворах. Поэтому в аналитической химии нитраты щелочных металлов (например,  $\text{KNO}_3$ ) используются в качестве фона как индифферентные (то есть не реагирующие с другими ионами в растворе) сильные электролиты для поддержания постоянной ионной силы раствора.

Нитраты хорошо растворяются в воде.

Некоторые аналитические реакции являются общими как для нитратов, так и для нитритов. В отличие от нитритов, нитраты не обесцвечивают подкисленные водные растворы перманганата натрия.

**1. Реакция с сульфатом железа (II) и концентрированной серной кислотой.** Нитрат – ион при нагревании с  $\text{FeSO}_4$  в среде концентрированной серной кислоты восстанавливает азотную кислоту и ее соли до окиси азота. Окись азота с избытком реактива образует непрочные комплексные ионы  $(\text{FeNO})^{2+}$  бурого цвета.

Реакцию с образованием того же соединения дает и нитрит – ион, поэтому нельзя открыть этой реакцией нитрат – ион в присутствии нитрит – иона.

**Выполнение реакции.** а) К 5 – 6 каплям насыщенного раствора  $\text{FeSO}_4$  добавляют 2-3 капли нитрата натрия и перемешивают. Затем осторожно по стенке пробирки приливают 5 – 6 капель концентрированной серной кислоты так, чтобы жидкости не смешивались. В месте соприкосновения обеих жидкостей появляется темно - бурое окрашивание жидкости (кольцо).

б) Реакцию можно выполнить таким способом. На поверхность стеклянной пластинки помещают 2 – 3 капли раствора  $\text{NaNO}_3$ , к которой прибавляют маленький кристаллик  $\text{FeSO}_4$  и каплю концентрированной серной кислоты -  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Вокруг кристаллика  $\text{FeSO}_4$  образуется комплексное соединение  $[\text{FeNO}]\text{SO}_4$  бурого цвета.

**3. Реакция с металлической медью (фармакопейная).** Медь в присутствии серной кислоты восстанавливает нитрат – ион при нагревании с образованием буро – желтых паров окиси азота.

**Выполнение реакции.** К 4-5 каплям раствора нитрата натрия прибавляют 5 – 6 капель концентрированной серной кислоты, кусочек металлической меди и нагревают на водяной бане (осторожно, под тягой!). Выделяющаяся окись азота окисляется кислородом воздуха до двуокиси, имеющей бурый цвет, что хорошо заметно на белом фоне.

**4. Реакция с алюминием или цинком.** Алюминий и цинк в присутствии щелочи восстанавливают азотную кислоту и ее соли до аммиака. Выделяющийся аммиак ощущается по запаху и окрашивает влажную красную лакмусовую бумагу в синий цвет.

Мешают катионы аммония.

**Выполнение реакции.** К 4 – 5 каплям раствора нитрата натрия или калия прибавляют 5-6 капель 6 н. раствора щелочи и кусочек алюминия (цинка или магния). Содержимое пробирки слегка нагревают на водяной бане. Выделяющийся аммиак определяют по запаху или по посинению влажной красной лакмусовой бумаги, поднесенной к отверстию пробирки.

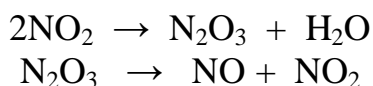
**5. Реакция с дифениламином (фармакопейная).**  $(C_6H_5)_2NH$  окисляется азотной кислотой, образуя соединение темно-синего цвета. Эта реакция общая для нитратов и для нитритов. Поэтому данной реакцией нельзя открывать нитраты в присутствии нитритов.

**Выполнение реакции.** На часовое стекло помещают 3–4 капли раствора дифениламина в концентрированной серной кислоте и добавляют каплю раствора нитрата натрия. Раствор окрашивается в темно – синий цвет.

Ионы  $NO_2^-$  также дают эту реакцию.

### Реакции нитрит – ионов

Нитрит – ион – анион довольно слабой одноосновной азотистой кислоты, которая в водных растворах при обычных температурах неустойчива и легко разлагается по схеме:



Что следует принимать при анализе кислых растворов, содержащих нитриты.

Нитрит – ион как ион слабой кислоты в водных растворах гидролизуется, редокс – амфотерен: обладает как окислительными, так и восстановительными свойствами. Нитриты хорошо растворяются в воде. Некоторые из этих координационных соединений, в отличие от «простых» нитритов, малорастворимы в воде, например, гексанитрокобальтаты калия и аммония  $K_3[Co(NO_2)_6]$ ,  $(NH_4)_2[Co(NO_2)_6]$ , что используется в качественном анализе.

### Нитриты токсичны!

**1. Реакция с сильными кислотами (фармакопейная).** Разбавленные сильные кислоты разлагают нитриты с выделением двуокиси азота (газообразные продукты желто – бурого цвета).

**Выполнение реакции.** К 4 – 5 каплям раствора нитрита калия добавляют столько же разбавленного раствора серной кислоты. Выделяющийся желто – бурый газ хорошо виден на белом фоне.

**2. Реакция с йодидом калия (йодид – ион – окислитель).** Йодид – ион окисляется нитритами в кислой среде до свободного йода. Образующийся йод обнаруживают реакцией с крахмалом, или экстрагируя его органическим растворителем – бензолом, хлороформом (органический слой окрашивается в фиолетовый цвет).

Нитрат – ион не мешает проведению реакции, поэтому ионы нитрита можно открыть с помощью рассматриваемой реакции в присутствии нитрат – ионов.

**Выполнение реакции.** А) К 4 - 5 каплям раствора нитрита калия прибавляют 4 – 5 капель  $H_2SO_4$ , 4-5 капель раствора йодида калия. Выделяющийся йод обнаруживают по реакции окрашивания крахмала в синий цвет.

Б) В пробирку вносят 2 - 3 капли раствора йодида калия, прибавляют 3 – 4 капли раствора серной кислоты, 3 – 4 капли бензола или хлороформа и 2 – 3 капли нитрита калия. Встряхивают смесь. Органический слой окрашивается в фиолетовый цвет за счет образования йода.

**3. Реакция с перманганатом калия (нитрит – ион – восстановитель).** Перманганат калия окисляет нитрит– ионы в кислой среде до нитрат – ионов.

**Выполнение реакции.** К 4 - 5 каплям раствора нитрита калия прибавляют столько же серной кислоты. К раствору приливают по каплям раствор  $KMnO_4$  и наблюдают обесцвечивание перманганата калия.

**4. Реакция с сульфатом железа (II).** Реакция проводится аналогично - реакции на ионы  $NO_3^-$ .

В слабокислой среде этой реакцией можно открыть ионы  $NO_2^-$  в присутствии ионов  $NO_3^-$ . Нитрат - ионы дают эту реакцию лишь при прибавлении концентрированной серной кислоты.

**5. Реакция с солями аммония** – реакция разложения (удаления) нитритов. Нитрит - ионы мешают открытию нитрат - ионов, поэтому их следует удалить перед открытием ионов  $NO_3^-$ . Нитрит – ион окисляет катионы аммония при нагревании до свободного азота.

Удаление нитрит - ионов производится нагреванием исследуемого раствора с твердым  $NH_4Cl$ .

**Выполнение реакции.** К 4 - 5 каплям раствора содержащего нитрит - ионы добавляют до насыщения сухой  $NH_4Cl$  и нагревают 7 - 8 минут на водяной бане. Испытание на полноту удаления ионов  $NO_2^-$  проводят с перманганатом калия в отдельной пробе.

### Реакции ацетат – ионов

Ацетат – ион  $CH_3COO^-$  - анион слабой одноосновной уксусной кислоты  $CH_3COOH$ , в водных растворах бесцветен, подвергается гидролизу, не обладает окислительно-восстановительными свойствами.

Ацетат – ион довольно эффективный лиганд и образует устойчивые ацетатные комплексы с катионами многих металлов.

Ацетат аммония, щелочных металлов и большинства других металлов хорошо растворяются в воде. Ацетаты серебра и ртути менее других металлов растворимы в воде.

**1. Реакция с серной кислотой.**  $\text{H}_2\text{SO}_4$  вытесняет свободную уксусную кислоту из ее солей.

**Выполнение реакции.** К 4 - 5 каплям раствора ацетата натрия прибавляют столько же серной кислоты и смесь слегка нагревают. Уксусную кислоту обнаруживают по характерному запаху.

**2. Реакция с этиловым спиртом.**  $\text{CH}_3\text{COOH}$  и ее соли в присутствии концентрированной серной кислоты образуют со спиртом уксусноэтиловый эфир, который обнаруживается по запаху, напоминающему запах плодов.

**Выполнение реакции.** К 5 - 6 каплям раствора  $\text{CH}_3\text{COONa}$  прибавляют 5 - 6 капель  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$  и 5 - 6 капель  $\text{H}_2\text{SO}_4$  концентрированной. Смесь нагревают на водяной бане, после чего выливают в стакан с холодной водой и исследуют запах.

**3. Реакция с хлоридом железа (III).**  $\text{FeCl}_3$  с солями уксусной кислоты образует ацетат железа. При нагревании раствора вследствие гидролиза выпадает красно-бурый осадок основной соли железа.

**Выполнение реакции.** К 8-10 каплям раствора ацетата натрия приливают 3-4 капли раствора хлорида железа и 8-10 капель воды. Смесь кипятят. Выпадает осадок основной соли.

Проведению реакции мешают многие другие анионы, осаждающие ионы  $\text{Fe}^{3+}$  (например,  $\text{PO}_4$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$ ). Перед открытием ацетат - ионов все мешающие ионы удаляют, осаждая их действием  $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$  и  $\text{AgNO}_3$ . Исследуемый раствор должен быть нейтральным.

### Контрольные вопросы

1. Какие анионы при действии минеральных кислот дают летучие соединения?
2. Какой цвет имеют осадки солей серебра, образованные анионами второй аналитической групп?
3. Какой общий реактив можно применить для открытия хлорид- и иодид – ионов?
4. Что произойдет, если к хлороформному экстракту йода добавить избыток хлорной воды? Напишите уравнение соответствующей реакции.
5. Напишите уравнение реакции открытия ацетат – иона.
6. Напишите уравнения реакций открытия нитрит- и нитрат – ионов.
7. Какие ионы и почему мешают открытию нитрит – ионов реакцией с йодид – ионами?
8. При открытии каких ионов используют экстракцию?
9. Какие ионы и почему мешают обнаружению нитрит- иона и наоборот?

10. Какие ионы и почему мешают обнаружению нитрит- и нитрат - иона реакцией с дифениламином?

## **2.6 Анализ сухой соли**

### **Лабораторная работа 7 Анализ сухой соли**

В общем случае анализируемый твердофазный объект может содержать любой из катионов трех аналитических групп катионов и любой анион из трех аналитических групп анионов.

Контрольную задачу получают в виде измельченной сухой соли.

Полученное вещество делят на три части: одну часть используют для анализа катиона, вторую – для анализа аниона, а третью – для проведения предварительных результатов и для проверки результатов анализа.

#### **Предварительные наблюдения и испытания**

Имеют целью на основании визуальных наблюдений и выполнения некоторых реакций сделать предварительные выводы о качественном составе анализируемого образца.

Окрашивание пламени горелки позволяют обнаружить некоторые катионы, такие как катионы калия, натрия, бария, кальция.

Действие разбавленной серной кислоты. К небольшому количеству исследуемого вещества прибавляют несколько капель разбавленной серной кислоты. При наличии карбонат – иона происходит энергичное шипение и вспенивание за счет выделения углекислого газа. При наличии хлорид – или ацетат – ионов выделяются бесцветные газы, имеющие характерный запах. При наличии нитрат – иона выделяется красно – бурый газ с резким запахом.

Действие концентрированной серной кислоты. К небольшому количеству вещества добавляют несколько капель кислоты. При этом разрушаются не только перечисленные выше анионы, но также нитрат -, хлорид -, бромид -, иодид – анионы, о выделении которых можно судить по характерному запаху и цвету.

На основании предварительных испытаний делают предположения о составе анализируемой смеси, которые дополняют и уточняют в ходе последующего анализа.

Перевод вещества в растворенное состояние. Сухую соль растворяют в дистиллированной воде. Полная растворимость в воде свидетельствует об отсутствии карбонатов, сульфатов катионов второй и третьей группы катионов.

Обнаружение катиона. Определяют присутствие катиона аммония специфическим реактивом (реактив Несслера).

Присутствие отдельных групп катионов проверяют действием групповых реактивов.



Катион обнаруживают дробным методом. Желательно доказать присутствие катиона аналитическими несколькими реакциями.

Все операции по анализу «сухой» соли и вывод о присутствии в ее составе катиона должны быть зафиксированы в лабораторном журнале в виде протокола.

Обнаружение аниона. Присутствие аниона определяют дробным методом.

### **Контрольные вопросы**

1. Какой предположительный вывод о составе образца сухой соли можно сделать вывод, если он бесцветен?

2. Какое заключение о составе сухой соли можно сделать, если образец полностью растворяется в воде?

3. Какие катионы могут входить в состав анализируемого образца, если при разбавлении и последующем нагревании его солянокислого раствора выделяется белый хлопьевидный осадок?

4. Почему при анализе неизвестного вещества обнаружение катионов проводят перед обнаружением анионов?

5. Что можно сказать об осадке, если он растворяется в горячей воде?

6. Какие анионы могут входить в состав анализируемой смеси, если при обработке сухого образца разбавленной серной кислотой бурно выделяется бесцветный газ, не имеющий запаха?

### 3 Количественный анализ

#### 3.1 Гравиметрический анализ

#### Лабораторная работа 1

##### Определение влажности целлюлозы

**Цель:** Научиться определять влажность материалов гравиметрическим методом анализа.

**Сущность метода:** Количество влаги в целлюлозе определяют по разности в весе навески до и после высушивания при температуре 105<sup>0</sup>С.

**Ход анализа:**

1. Расчет навески.
2. Взятие навески в предварительно взвешенный бюкс.
3. Высушивание навески при 105<sup>0</sup>С в сушильном шкафу.
4. Взвешивание бюкса после удаления влаги.
5. Расчет результатов анализа.

**Необходимая посуда и оборудование:** Бюкс с притертой крышкой. Весы аналитические. Сушильный шкаф. Эксикатор. Исследуемая проба.

#### Ход определения

Чистый бюкс с перевернутой на бок крышкой поставить в сушильный шкаф. После сушки (45 минут) охладить бюкс в эксикаторе в течение 15 минут. Записав номер бюкса, взвесить его на технических, затем на аналитических весах с точностью до 0,0002 г. Поместить в него навеску пробы целлюлозы около 2 г и точно взвесить на аналитических весах, записать вес в журнал.

Высушивание навески. Снять с бюкса крышку, поместить ее на ребро и поставить бюкс с крышкой и с навеской в эксикатор. После охлаждения 15-20 минут взвесить бюкс с крышкой на аналитических весах. Записать вес бюкса с навеской и снова поставить сушить на 30-40 минут. Затем снова охладить и взвесить.

Если второе взвешивание дало результаты, отличающиеся от первого взвешивания не более чем на 0,0002 г можно считать, что вся влага удалена, в противном случае высушивание повторить.

Вычисление процентного содержания влаги.

Пример расчета:

А) вес бюкса с целлюлозой	9,5895 г
Б) вес пустого бюкса	8,1300 г
В) навеска целлюлозы	1,4595 г
Г) вес бюкса после первого высушивания	9,4890 г
Д) вес бюкса после второго высушивания	9,4892 г
З) вес бюкса после третьего высушивания	9,4890 г

Ж) вес влаги  $9,5895 - 9,4890 = 0,1005$  г

Расчет влаги:  $0,1005 \times 100 / 1,4595 = 6,88$  %.

Определение абсолютной ошибки рассчитывается по формуле 1:

$$D_{\text{абс}} = D_{\text{получ}} - D_{\text{ист}}, \quad (1)$$

где  $D_{\text{абс}}$  - абсолютная ошибка анализа;  
 $D_{\text{получ}}$  - результат, полученный экспериментальным путем;  
 $D_{\text{ист}}$  - истинный результат анализа.

Например: истинная влажность – 7,01 %.

Определение абсолютной ошибки анализа: 7,01 - 6,88 = 0,13 %.

Определение относительной ошибки анализа рассчитывается по формуле 2:

$$D_{\text{отн}} = D_{\text{абс}} \cdot 100 / D_{\text{ист}}, \quad (2)$$

где  $D_{\text{отн}}$  - относительная ошибка анализа;  
 $D_{\text{абс}}$  - абсолютная ошибка анализа;  
 $D_{\text{ист}}$  - истинный результат анализа.

Определение относительной ошибки анализа:  $0,13 \times 100 / 7,01 = 1,84$  %.

## Лабораторная работа 2 Определение содержания бария в хлориде бария

**Цель работы:** Обучиться приемам весового анализа.

**Оборудование, посуда и реактивы:** весы технические и аналитические; эксикатор, термостат, муфельная печь, электроплитка, водяная баня, лабораторный штатив, щипцы тигельные, промывалка, стаканы химические емкостью 250-300мл, 50-100мл, стеклянные палочки, стеклянная воронка под углом  $60^\circ$ , диаметром 6 -7см, тигель фарфоровый, часовое стекло, беззольный фильтр (синяя лента), фильтровальная бумага, растворы: 2н раствор соляной кислоты, 0,2н раствор серной кислоты, раствор азотнокислого серебра, хлористый барий.

### Ход работы Взятие и растворение навески

Возьмите часовое стекло и взвесьте его вначале на технических, а затем на аналитических весах. Прибавьте к этому весу 0,5-0,6г и взвесьте вначале на технических, затем на аналитических весах.

По разности между массой стекла с навеской и массой пустого стекла, определите точную навеску хлорида бария. Она должна быть около 0,5г.

Результат запишите в протокол анализа.

Стекло с навеской из весовой комнаты перенесите на рабочее место и аккуратно ссыпьте навеску со стекла в чистый стакан, емкостью 250-300мл. Затем смойте остатки соли дистиллированной водой. Прилейте в стакан 2-3мл 2н раствора соляной кислоты (чтобы получить более крупные кристаллы

сульфата бария и предотвратить образование коллоидного раствора) и доведите дистиллированной водой объем жидкости в стакане до 100 – 150 мл.

### Осаждение

Нагрейте стакан с полученным раствором на электроплитке с асбестированной сеткой до температуры  $70^{\circ}$ - $80^{\circ}$ , но не до кипения. В другой стакан емкостью 100мл налейте 30 мл 0,2н раствора серной кислоты (осадителя), и нагрейте его почти до кипения. Горячий раствор серной кислоты медленно по каплям при непрерывном помешивании стеклянной палочкой приливайте к горячему раствору хлорида бария.

Старайтесь не касаться палочкой дна и стенок стакана, т.к. иначе осадок плотно прилипнет к стеклу и затем будет плохо отмываться.

Палочку из стакана вынимать **нельзя!**, так как при этом будут потеряны приставшие к ней частицы осадка. Когда вся кислота будет прилита, стакан с полученным осадком (палочка остается в стакане) помещают на водяную баню.

Как только осадок сернокислого бария осядет на дно и раствор над осадком станет прозрачным, делают пробу на полноту осаждения ионов бария. Для этого по стенке стакана к осветленному раствору приливают несколько капель серной кислоты.

Если осаждение полное, раствор остается прозрачным. Если появляется муть, то следует добавить еще 2-3мл горячей серной кислоты, хорошо перемешать, дать раствору отстояться и еще раз сделать пробу на полноту осаждения. Когда полнота осаждения будет достигнута, не вынимая палочки из стакана, накройте его листком бумаги (со своей фамилией) и оставьте до следующего занятия для «созревания» осадка.

### Фильтрация и промывание осадка

Для фильтрации возьмите плотный беззольный фильтр (синяя лента), хорошо подгоните его к воронке и смочите дистиллированной водой. Фильтр не должен доходить до верхнего края на 5мм. Между стеклом и бумагой (после смачивания водой) не должно оставаться пузырьков воздуха.

Воронку поместите в кольцо штатива и подставьте под неё чистый стакан для сбора фильтрата так, чтобы скошенный конец трубки касался стенки стакана (это предотвращает разбрызгивание жидкости при фильтрации).

Затем осторожно по стеклянной палочке декантируйте (сливайте) прозрачную жидкость над осадком на фильтр, старайтесь не взмучивать осадок и заполнять фильтр более чем на 2/3. Стеклянную палочку каждый раз после сливания помещайте в стакан, а не на стол (будет потеря осадка). В период фильтрации нужно поставить тигли в муфельную печь для прокаливания и доведения их до постоянного веса.

Когда сливание жидкости с осадка станет невозможным, убедитесь в отсутствии в фильтрате малейших признаков мути и вылейте его.

#### Примечание:

Если фильтрат оказался мутным, нужно снова профильтровать его через тот же фильтр, повторяя это до тех пор, пока жидкость не станет прозрачной.

### **Промывание осадка**

Приготовьте промывную жидкость. Нагрейте в стакане 100-120мл дистиллированной воды и прилейте к ней 2мл 0,2н раствора серной кислоты. Для этого налейте в стакан, где у вас на дне осадок 20-30мл промывной жидкости, перемешайте палочкой, дайте осадку отстояться и декантируйте жидкость на фильтр. Промывание повторите 3-4 раза.

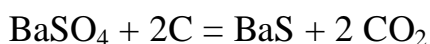
Затем осадок количественно (без потерь) перенесите на фильтр. Для чего влейте в стакан с осадком последнюю порцию промывной жидкости (она должна быть в 2 раза меньше предыдущей), перемешайте осадок и полученную суспензию, осторожно, по палочке слейте на фильтр, не теряя ни одной капли жидкости. Для удаления ионов хлора необходимо промыть осадок на фильтре чистой водой. Горячую воду из промывалки наливайте маленькими порциями (по 2-3мл) в стакан, где был осадок. С помощью стеклянной палочки с резиновым наконечником смывайте остаток осадка со стенок и дна стакана и сливайте воду на фильтр. Промывание продолжайте до тех пор, пока несколько капель фильтрата на часовом стекле, подкисленные несколькими каплями азотной кислоты, не будут давать мути хлорида серебра, при действии 2-3 капель нитрата серебра. Попутно осадок смывают в нижнюю часть фильтра.

Стакан, где был сульфат бария, и палочка должны быть чистыми.

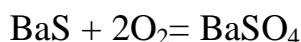
### **Высушивание и прокаливание осадка**

Воронку с промытым осадком накройте листком фильтровальной бумаги, прижмите его, поставьте свои инициалы и поместите на 20-30 минут в термостат, нагретый до 105 градусов. Если осадок не будет прокаливаться в этот день, то помещать его в сушильный шкаф не нужно, так как он высохнет при комнатной температуре. Подсушенный фильтр с осадком осторожно выньте из воронки, сверните его (смотри учебник или спроси у преподавателя) и поместите в тигель вершиной кверху. Осторожно озолийте фильтр в вытяжном шкафу на электроплитке. Следите, что бы фильтр постепенно обуглился, а не сгорел! Горение с пламенем приводит к потере частиц осадка. После полного обугливания фильтра, тигель перенесите в муфельную печь и прокаливаете 30 мин., до тех пор, пока содержимое тигля не побелеет. Затем перенесите тигель в эксикатор, охладите до комнатной температуры и взвести на аналитических весах. Повторите прокаливание (по 30 минут) до постоянной массы. Разница между последним и предпоследним взвешиваниями должна быть не больше  $\pm 0,0002$  г.

При прокаливании осадка сульфата бария, он частично восстанавливается углем:



Затем сульфид бария снова окисляется кислородом воздуха до сульфата бария:



Достижение постоянной массы свидетельствует о том, что окисление закончилось, и осадок уже не содержит примеси сульфида. Закончив прокаливание осадка, запишите в лабораторный журнал. Приступайте к вычислению результатов анализа.

### **Ход определения (расчеты) Расчет навески хлорида бария**

Исходные данные:

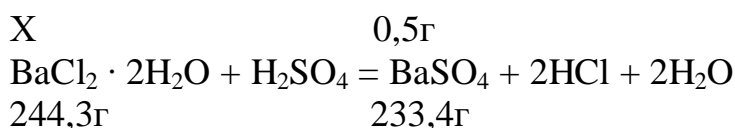
норма кристаллического осадка – 0,5г (в пределах 0,5-0,6г).

молярные массы веществ:

$$M_{\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} = 244,3\text{г};$$

$$M_{\text{BaSO}_4} = 233,4\text{г}.$$

Уравнение реакции взаимодействия хлорида бария и серной кислоты:



Для расчета навески составляется пропорция:

$$\text{X} - 0,5 \text{ г} \qquad M_{\text{BaSO}_4} \text{ X} = \frac{0,5 \cdot 244,3}{233,4} = 0,52 \text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$$

$$244,3 \text{ г} - 233,4 \text{ г}$$

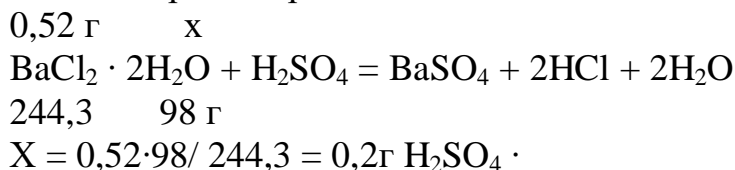
Навеска хлорида бария составляет 0,52 г.

### **Расчет количества растворителя**

Так как осаждение ведется из разбавленных растворов (концентрация 0,5-1%) следует взять 100-150мл воды. В этом количестве воды растворяем хлорид бария.

### **Расчет количества осадителя**

Осаждение проводится разбавленным раствором серной кислоты. Рассчитать какое количество серной кислоты в граммах следует прибавить для осаждения хлорида бария:



Рассчитать какое количество серной кислоты в мл следует прибавить для осаждения хлорида бария:

Концентрация кислоты - 0,2н  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ;

г-экв  $\text{H}_2\text{SO}_4 = 98/2 = 49\text{г}$ ;

$0,2\text{н } \text{H}_2\text{SO}_4 = 0,2 \cdot 49 = 9,8\text{г } \text{H}_2\text{SO}_4$ .

Рассчитать какой объем (мл) серной кислоты будет содержать 9,8 г:

9,8г  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ---- 1000мл раствора

0,2г ---- x мл раствора

$X = 0,2 \cdot 1000 / 9,8 = 20 \text{ мл}$

Осадитель берут в полуторном избытке, то есть  $20\text{мл} \cdot 1,5 = 30\text{мл}$ .

### Протокол анализа

1. Масса часового стекла на технических весах	17,95г
2. Масса часового стекла на аналитических весах	17,9438г
3. Масса стекла с навеской на аналитических весах	18,4364г
4. Масса стекла после сбрасывания навески	17,9438г
5. Точная навеска	0,4926г
6. Масса тигля на технических весах	9,95г
7. Масса тигля на аналитических весах	9,9448г
8. Масса тигля после 1 – го прокаливания	9,9344г
9. Масса тигля после 2 – го прокаливания	9,9340г
10. Масса тигля после 3 – го прокаливания	9,9340г
11. Масса тигля с осадком после 1 – го прокаливания	10,4042г
12. Масса тигля с осадком после 2 – го прокаливания	10,4040г
13. Масса прокаленного осадка	10,4040г

Масса осадка сульфата бария составляет:

$$10,4040 - 9,9340 = 0,4700\text{г}.$$

### Расчет результата анализа

Масса осадка  $\text{BaSO}_4$  - 0,4700г (после прокаливания);

Масса  $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  - 0,4926г (взятого для анализа);

Масса г – м  $\text{BaSO}_4$  – 233,4 г;

г – а  $\text{Ba}^{2+}$  - 137,3 г ;

г – м  $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  – 244,3 г.

1. Рассчитать массу бария в осадке:

$233,4 \text{ BaSO}_4 - 137,3 \text{ г Ba}^{2+}$

$0,4700 \text{ г} - x_1 \quad x_1 = 0,2767\text{г Ba}^{2+}$  (практически):

2. Рассчитать массу бария в навеске:

$244,3 \text{ BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} - 137,3 \text{ г Ba}^{2+}$

$0,4926 \text{ г} - x_2 \quad x_2 = 0,2768 \text{ г Ba}^{2+}$  (теоретически);

3. Рассчитать содержание бария в навеске в %:

$0,4926 \text{ г BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} - 0,2768 \text{ г Ba}^{2+}$

$100 \% - x_3 \quad x_3 = 56,19\%$  (теоретически);

$$4. 0,4926 \text{ г BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} - 0,2767 \text{ г}$$

$$100 \% \quad - x$$

$$x = 56,17 \% .$$

### Расчет ошибок анализа

Рассчитать абсолютную ошибку анализа следует по формуле 3:

$$D_{\text{абс}} = 56,17 - 56,19 = - 0,02\% .$$

Рассчитать относительную ошибку анализа следует по формуле 4:

$$D_{\text{отн}} = - 0,02 \cdot 100 / 56,19 = - 0,0355\% .$$

*Примечание:*

1. Для облегчения вычислений в весовом анализе часто используют факторы пересчета – F, называемые аналитическими множителями.

$$2. F = \frac{\text{атомная масса бария}}{\text{молекулярная масса}} = \frac{137,3}{233,4} = 0,5882$$

3. Факторы пересчета приводятся в аналитических справочниках.

4. Пользуясь факторами пересчета, делают вычисления по готовым формулам.

Например, чтобы вычислить процентное содержание бария в хлориде бария, используют формулу 3:

$$X = \frac{m_1 \times F}{m_2} \times 100, \tag{3}$$

где  $m_1$  - масса осадка сульфата бария, в (г);

F - фактор пересчета;

$m_2$  - навеска анализируемого вещества ( $\text{BaCl}_2$ ) в (г).

$$\text{Тогда: } X = \frac{0,4704 \times 0,5882}{0,4926} \times 100 = 56,17\% .$$

### Контрольные вопросы

1. Каким требованиям должны удовлетворять осадки в весовом анализе?
2. Почему ионы бария осаждают серной кислотой, а не её солью?
3. Что называют весовой и осаждаемой формой определяемого вещества?
4. Какую цель преследует прокаливание до постоянной массы? а) пустого тигля, б) тигля с осадком?
5. Какие ошибки называют систематическими? Случайными? Грубыми?
6. Каково назначение эксикатора?
7. Что находится на дне эксикатора, с какой целью?
8. Как регенерировать  $\text{CaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ?
9. Какие бумажные фильтры вы знаете?



10. Вычислить процентное содержание алюминия в образце, если после обработки 0,9000г алюмокалиевых квасцов получено 0,0967г  $Al_2O_3$ . (Ответ 5,68%).

11. Для чего применяются бюксы?

12. Вычислить процентное содержание гигроскопической воды в хлориде бария по следующим данным: масса бюкса – 6,82г, масса бюкса с навеской – 6,7698г, масса бюкса после высушивания – 6,7506г. (Ответ – 3,01%).

13. Чем отличается объемный анализ от весового?

### **Тест для проверки знаний «Посуда и оборудование весового анализа»**

1. Для точного взвешивания используют весы:

а) напольные; б) демпферные; в) ВДА – 200; г) ВТК – 500.

2. Детальными весов называются:

а) вейтограф; б) коромысло; в) лодочки; г) серёжки.

3. Воздушные успокоители, быстро затормаживающие весы называются:

а) лимб; б) вейтограф; демпферы; г) призмы.

4. Для взвешивания предназначена посуда:

а) тигли; б) бюксы; в) фильтры; г) часовые стекла.

5. Прибор, предназначенный для охлаждения просушенных предметов:

а) сушильный шкаф; б) эксикатор; в) спиртовка; г) муфельная печь.

6. Вещества, используемые для заполнения эксикаторов:

а) прокаленный  $CaO$ ; б) концентрированная  $H_2SO_4$ ; в)  $P_2O_5$ ; г) прокаленный  $CaCl_2$ .

7. Для прокаливания осадка потребуется:

а) сушильный шкаф; б) муфельная печь; в) тигельные щипцы; г) бюкс; д) термостойкий стакан; з) тигель.

8. Для просушивания вещества требуется:

а) тигель; б) бюкс; в) воронка; сушильный шкаф; д) водоотнимающее вещество.

9. Для отделения осадка от раствора требуется:

а) центрифуга; б) фильтр; г) бюкс; воронка.

10. Фильтрование кристаллических осадков производят через фильтр марки:

а) белая лента; б) синяя лента; в) плотные фильтры; красная лента.

11. Для фильтрования аморфных осадков применяют фильтра марки:

а) белая лента; б) синяя лента; в) плотные фильтры; красная лента.

12. Размер фильтра при фильтровании зависит от:

а) количества осадка; б) объема фильтрующей жидкости; в) свойств осадка; г) размера воронки; д) скорости фильтрования.

## Варианты вопросов для письменной защиты лабораторных работ

### Вариант 1

1. Какую навеску торфа следует взять для анализа на влажность, если ожидаемая влажность образца около 15%?
2. При определении содержания меди в сплаве взята навеска 0,2152 г, из которой методом электролиза получен осадок чистой меди 0,0898 г. Сколько процентов меди содержал сплав?

### Вариант 2

1. Рассчитать навеску каменного угля для анализа на содержание летучих веществ, если ожидается, что их около 20%?
2. Для анализа доломита взята навеска 1,0842 г. После растворения навески в кислоте не растворившийся осадок отделен от фильтрата, промыт, прокален и взвешен. Масса его оказалась 0,0356 г. Сколько процентов нерастворимых веществ содержал образец?

### Вариант 3

1. Какой должна быть навеска каменного угля, анализируемая на содержание золы, если ожидаемая зольность около 1 0%?
2. Навеска каменного угля 2,6248 г после высушивания до постоянной массы стала равной 2,5420 г. Сколько процентов влаги содержал образец?

### Вариант 4

1. При определении содержания золота в сплаве навеска сплава 0,1000 г растворена в азотной кислоте. Не растворившееся золото отделено, промыто и прокалено. Масса его оказалась 0,0724 г. Сколько процентов золота содержал сплав?
2. Навеска просушенного, каменного угля 2,0500 г после прокаливания стала равной 1,2348 г. Сколько процентов летучих веществ содержал образец?

### Вариант 5

1. Рассчитать навеску сплава, содержащего около 56% Au для определения в нем золота, которое при анализе выделяют в виде чистого металла.
2. Навеска сухого известняка 1,5120 г после прокаливания до постоянной массы стала равной 0,8470 г. Сколько процентов CaO и CO<sub>2</sub> содержал образец?

### Вариант 6

1. Какую навеску медного купороса CuSO<sub>4</sub>·5H<sub>2</sub>O следует взять для анализа

на содержание кристаллизационной воды?

2. Для анализа образца торфа взята навеска 1,6340 г, из которой после прокаливания до постоянной массы получилось 0,4102 г золы. Какова зольность образца?

### Вариант 7

1. Какую навеску мела следует взять для анализа на содержание CaO, если образец содержит около 20 % влаги?

2. Сколько процентов безводной соды содержится в частично выветрившемся образце кристаллогидрата, если из навески 2,1080 г образовалось 1,2640 г безводного остатка?

## 3.2 Титриметрический анализ

Студент должен:

**уметь:**

- рассчитать навеску и концентрацию установочных и рабочих растворов;
- подбирать и подготавливать лабораторное оборудование для проведения эксперимента;
- определять концентрации веществ;

**знать:**

- теоретические основы и классификацию методов титриметрического анализа;
- способы приготовления рабочих растворов и определение их точки эквивалентности;
- способы расчета концентрации растворов;
- установочные вещества, требования к ним.

### Основные понятия титриметрического анализа

В титриметрическом анализе количественное определение вещества производится путем точного измерения объема раствора известной концентрации, затраченного на реакцию с определенным веществом.

Объемный (титриметрический) анализ, как и весовой, является частью количественного анализа. Его цель – определение количественного содержания элемента (или соединения) в исследуемом веществе. Он основан на точном измерении **объемов** реагирующих веществ.

Объемный анализ в отличие от весового анализа имеет свои особенности. Если в весовом анализе определяемый компонент анализируемого вещества переводят в осадок и по весу осадка вычисляют количество этого компонента, то в объемном анализе измеряют объемы двух взаимодействующих растворов и по известной концентрации одного из них определяют неизвестную концентрацию другого. Если в весовом анализе реактив добавляют в избытке, то в объемном – его добавляют в количестве химически точно эквивалентном

определяемому веществу. В основе объемного анализа лежит **закон эквивалентов**. В весовом анализе главную роль играют весы и взвешивание на них, в объемном же анализе – точное измерение объемов.

Раствор, содержание растворенного вещества в котором точно известно, называется **рабочим (стандартным) или титрантом**.

Требования к реакциям, используемым в титриметрическом методе анализа:

- реакции должны быть необратимыми;
- реакции должны протекать быстро и до конца;
- конец реакции между растворами должен легко фиксироваться с помощью индикаторов;
- изменение внешних условий, в которых выполняются реакции, не должны влиять на её ход и на свойства конечных продуктов.

Момент окончания реакции в называется точкой эквивалентности (ТЭ) (конец титрования).

Точка эквивалентности фиксируют с помощью индикаторов или по изменению окраски реагирующих веществ ( $\text{KMnO}_4$ ). В настоящее время точка эквивалентности фиксируют с помощью инструментальных методов (инструментальное или физико-химическое титрование).

Титриметрический анализ в отношении скорости выполнения имеет большое преимущество по сравнению с гравиметрическим анализом. Время титрования измеряется минутами. Поэтому в химическом анализе большинство работ выполняют методами титриметрического анализа. Область применения титриметрического анализа значительно шире, чем гравиметрического, вследствие применения самых разнообразных типов реакций: нейтрализации, окислительно-восстановительных, комплексообразования и так далее. Тогда как в гравиметрическом анализе (метод осаждения) используются лишь реакции, сопровождающиеся выпадением осадка. Точность титриметрического анализа ниже точности гравиметрического анализа, но она вполне допустима для выполнения производственных и научных исследовательских работ.

В зависимости от типа реакции, используемых в титриметрическом анализе, различают следующие основные методы:

- кислотно - основной метод;
- окислительно - восстановительный метод (редоксиметрия);
- метод комплексообразования.

Несмотря на то, что число типов реакций в титриметрическом анализе велико, не все они могут найти применение.

Реакции, используемые в анализе, должны удовлетворять следующим требованиям:

- реакция должна быть необратимой – практически должна протекать до конца;
- реакция должна протекать в строго эквивалентных количествах и с достаточной скоростью, так как при медленно идущих реакциях практически

невозможно точно фиксировать точку эквивалентности. Точка эквивалентности должна точно и легко фиксироваться;

- прибавляемый стандартный раствор должен расходоваться только на реакцию с определенным компонентом, то есть при титровании не должны протекать побочные реакции.

- вспомогательные вещества, находящиеся в растворе, не должны мешать основной реакции.

Постепенное прибавление титрованного (рабочего) раствора к другому раствору называется титрованием его. Титровать растворы – значит определять объемы, в которых они эквивалентны между собой.

### Виды титрования

По способу титрования в химическом анализе используют следующие методы: метод прямого, обратного и заместительного титрования.

При **прямом титровании** раствор исследуемого вещества непосредственно титруют стандартным раствором. ( $\text{HCl} + \text{KOH}$ ;  $\text{FeSO}_4 + \text{KMnO}_4$ ;  $\text{KCl} + \text{AgNO}_3$ ).

**Обратное титрование** используют, если стандартный раствор не взаимодействует с исследуемым раствором. Тогда к исследуемому раствору добавляют заведомо избыточный определенный объем третьего вещества известной концентрации, реагирующего с исследуемым веществом в эквивалентных количествах. Избыток третьего вещества оттитровывают стандартным раствором.

**Заместительное титрование** применяют в таких случаях:

- определяемые ионы не взаимодействуют со стандартным раствором;
- реагируют со стандартным раствором, но в нестехиометрическом соотношении. К исследуемому раствору прибавляют избыток вспомогательного реактива; образующееся новое вещество оттитровывается стандартным раствором.

Например, при йодометрическом определении окислителей происходят следующие реакции: а) Окислитель +  $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{KI} \rightarrow \text{I}_2 + \dots$  ;

б)  $\text{I}_2 + \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \rightarrow$  (выделившийся йод оттитровывается тиосульфатом натрия).

### Способы приготовления стандартных (рабочих) растворов

Для определения содержания компонентов в исследуемом растворе, а также для вычисления концентрации приготовленных растворов в титриметрическом анализе применяют стандартные («рабочие») растворы. От точности концентрации приготовленного стандартного раствора зависит точность всех определений, выполненных с помощью этого раствора. Стандартные растворы готовят из более концентрированных растворов или из твердых веществ.

**Растворы с приготовленным титром** готовят из веществ, удовлетворяющих ряду требований. Если вещество химически чистое, соответствует определенной химической формуле, устойчиво при хранении и в растворе, то концентрацию этого раствора определяют по точной навеске. Такими веществами являются  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ,  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  и другим.

Массу навески веществ рассчитывают исходя из объема мерной колбы, в которой готовят раствор и концентрации раствора. Чаще готовят растворы 0,05 - 0,1 (М или Н).

На взвешивание точной навески идет много времени, поэтому берут массу навески, близкую к рассчитанной. Но взвешивают с точностью 0,0001 г на аналитических весах часовое стекло, затем на технических весах часовое стекло с навеской и далее на аналитических весах часовое стекло вместе с навеской. Затем переносят в мерную колбу (через воронку) взятую навеску вещества, остатки вещества смывают в воронку дистиллированной водой. Содержимое тщательно перемешивают вращениями до полного растворения навески, полученный раствор доводят до метки водой, закрывают пробкой и перемешивают 15-20 раз. Зная навеску и объем мерной колбы вычисляют концентрации по формулам 4, 5:

$$T = m / V, \quad (4)$$

$$N = 1000 \cdot T / \text{Э}, \quad (5)$$

где T - титр вещества;

N - нормальная концентрация раствора;

V - объем раствора (л);

Э - эквивалент раствора.

В этом случае растворы называются **растворами с приготовленным титром**.

**Растворы с установленным титром.** Если для приготовления стандартного раствора используют неустойчивые вещества, которые могут взаимодействовать с кислородом воздуха или углекислым газом, или с парами воды и так далее. Например:  $\text{HCl}$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{KOH}$ ,  $\text{NaOH}$ ,  $\text{KMnO}_4$ ,  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ . То концентрация раствора, приготовленного из такого вещества, будет приблизительной. Точную концентрацию его устанавливают на основании результатов титрования другим стандартным раствором известной концентрации. Например, концентрация раствора  $\text{KOH}$  определяется по щавелевой кислоте. Анализ проводят таким образом: в бюретку наливают раствор  $\text{KOH}$ , в колбу помещают точно известное содержание щавелевой кислоты, индикатор фенолфталеин и титруют. Концентрация щелочи и щавелевой кислоты должны быть близкими по значению. Для расчета концентрации используют закон эквивалентов (формула б):

$$N_{\text{кон}} = \frac{N_{\text{щ.к}} \cdot V_{\text{щ.к}}}{V_{\text{кон}}}; \quad (6)$$

где  $N_{\text{щ.к}}$  - нормальная концентрация щавелевой кислоты;

$V_{\text{щ.к}}$  - объем щавелевой кислоты;

$V_{\text{кон}}$  - объем щелочи;

$N_{\text{кон}}$  - нормальная концентрация щелочи.

В таком случае определение концентрации стандартного раствора называют - **титрованием по исходному веществу**.

Титрованные растворы, точную концентрацию которых находят в результате титрования, называются **растворами с установленным титром**.

Для определения точной концентрации стандартного раствора (или стандартизации) пользуются **исходными или установочными веществами**. От свойств установочного вещества зависит точность определения титра стандартного раствора, следовательно, и точность всех последующих определений.

**Установочное вещество должно удовлетворять следующим требованиям:**

- Соответствие состава вещества его химической формуле.
- Химическая чистота (содержание примесей не более 0,1%).
- Устойчивость на воздухе, то есть не гигроскопичность или неизменяемость под влиянием кислорода и углекислого газа, воздуха.
- Устойчивость в растворе (не окисляться и не разлагаться в растворе).
- Возможно большая эквивалентная масса, это уменьшает относительную ошибку при определении.
- Хорошая растворимость в воде.
- Способность реагировать с раствором, титр которого устанавливается по строго определенному уравнению и с большой скоростью.

**Приготовление раствора из фиксанала.** Для получения титрованных растворов часто пользуются **фиксаналами**, представляющими собой запаянные стеклянные ампулы, с точными навесками реактивов.

Основные формулы объемного анализа приведены в Приложении Б.

### 3.1 Кислотно – основное титрование (метод нейтрализации)

*Сущность метода.* Кислотно-основной метод анализа основан на реакции нейтрализации, при которой происходит связывание ионов водорода ( $H^+$ ) кислоты с гидроксид ионами ( $OH^-$ ):



Этим методом определяют кислоты, гидроксиды и гидролизующиеся соли ( $Na_2CO_3$ ,  $Na_2B_4O_7$ ,  $NH_4Cl$ ,  $(NH_4)_2SO_4$ ), а также оксиды ( $CaO$  и  $Na_2O$ ) и жесткость воды.

Основными стандартными растворами в этом методе являются соляная и серная кислоты, а также едкие щелочи гидроксид натрия или калия.

По ходу кислотно-основного титрования изменяется концентрация  $H^+$  и  $OH^-$ , следовательно изменяется и рН титруемого раствора. При определенном значении рН достигается точка эквивалентности (ТЭ) и титрование в этот момент должно быть закончено.

**Величина рН в точке эквивалентности зависит от природы реагирующих веществ (кислоты и гидроксидов) и от их концентрации.**

### Кислотно – основные индикаторы

В методе нейтрализации конец химической реакции (точка эквивалентности) фиксируют с помощью кислотно-основных индикаторов.

В методе кислотно-основного титрования наиболее широкое распространение получили **цветные индикаторы**, окраска которых зависит от рН среды.

Каждый индикатор характеризуется так называемым **интервалом перехода окраски (ИП)**.

**Интервалом перехода индикатора называют** тот промежуток между двумя значениями рН, в котором происходит изменение его окраски.

Например, если к раствору кислоты прибавить 1-2 капли фенолфталеина и постепенно нейтрализовать кислоту щелочью, то концентрация  $[H^+]$  постепенно будет уменьшаться, а рН раствора будет расти. Индикатор же при этом будет бесцветный и останется бесцветным, когда кислота вся будет нейтрализована и рН станет несколько больше 7. Малиновое окрашивание появится лишь при рН = 8. Дальнейшее прибавление щелочи усиливает интенсивность окраски раствора только до рН 10,0. После этого окраска изменяться не будет, таким образом, изменение окраски фенолфталеина происходит в интервале рН от 8,0 до 10,0. Зависимость окраски индикаторов от рН раствора показано в таблице 7.

Таблица 7 - Интервал перехода окраски индикаторов

Индикатор	Интервал Перехода (рН)	Окраска в кислой среде	Окраска в щелочной среде	Показатель Титрования рТ
Метилловый-Оранжевый	3,1 – 4,4	Розовая	желтая	3,75
Метилловый красный	4,4 – 6,2	Красная	желтая	5,3
Нейтральный красный	6,8 – 8,0	Красная	желтая	7,4
Лакмус	5,0 – 8,0	Красная	синяя	9,0
Фенолфталеин	8,0 – 10,0	Бесцветная	красная	9,0
Тимолфталеин	9,3 – 10,5	Бесцветная	синяя	9,9



Интервал перехода метилового оранжевого находится в пределах рН от 3,1 до 4,4. Внутри этого интервала окраска его постепенно изменится от розовой до желтой. Поэтому при титровании одного и того же раствора, но с разными индикаторами получаются различные результаты. Многие индикаторы меняют окраску не в точке нейтральности, то есть при  $pH = 7$ , а в слабокислой или слабощелочной среде. Только нейтральный красный изменяет окраску и в кислой и в щелочной среде. При титровании рабочего раствора приливают до заметного на глаз изменения окраски индикатора.

В каждом случае титрование заканчивается в момент резкого изменения окраски индикатора.

Значение рН, лежащее внутри интервала перехода индикатора, при котором практически заканчивается титрование, называется **показателем титрования**, или **точкой конца титрования** этого индикатора (**pT**).

**Показатель титрования** – то значение рН, при котором наиболее ярко изменяется окраска индикатора. Другими словами pT это величина рН, до которой титруют раствор с данным индикатором.

На показания индикатора влияют ряд факторов: температура, посторонние примеси, количество индикатора (чем больше индикатора, тем труднее заметить перемену окраски).

### Выбор индикатора

При сливании эквивалентных количеств кислоты и щелочи не всегда полученный раствор будет иметь строго нейтральную среду. Величина рН раствора в точке эквивалентности зависит от природы титруемых кислот и щелочей. В одних случаях эта точка будет находиться в нейтральной среде, то есть при  $pH=7$ , в других - в кислой или щелочной.

Конец титрования устанавливают по изменению окраски индикатора, который зависит от рН раствора. Поэтому, важно в каждом случае подобрать такой индикатор, который бы изменял свою окраску при значениях рН вблизи точки эквивалентности, или в самой точке эквивалентности этого титрования.

В объемном анализе сильные и слабые кислоты титруют сильными основаниями, а сильные и слабые основания - сильными кислотами. Титрование слабых кислот слабыми основаниями (и наоборот) не применяется так как резкого изменения рН раствора в точке эквивалентности при этом не происходит.

Изменения рН раствора от количества прибавленного раствора при титровании можно выразить графически в виде **кривой титрования**. Вблизи точки эквивалентности она характеризуется резким скачком и перегибом. Кривые титрования позволяют правильно выбрать индикатор.

Резкое изменение рН, вызванное прибавлением последней капли рабочего раствора, носит название **скачка титрования** и соответствует вертикальному участку кривой титрования. Размер скачка титрования имеет важное значение,

так как чем больше интервал изменения рН, тем с большей точностью можно провести титрование.

### Общая оценка метода

Методы кислотно-основного титрования характеризуются высокой точностью: погрешность рядовых определений составляет 0,1 - 0,2 %. Рабочие растворы устойчивы. Для индикации ТЭ имеется набор разнообразных рН – индикаторов, и разработаны различные физико-химические методы: потенциометрические, кондуктометрические, термометрические и другие. Область практического применения методов кислотно – основного титрования весьма обширна. Интенсивно развиваются методы кислотно – основного титрования в неводных растворах.

### Лабораторная работа 3

#### Приготовление рабочего раствора кислоты и его стандартизация

##### Цель:

- Научиться готовить титрованный раствор соляной кислоты;
- Научиться готовить установочные вещества;
- Выполнить лабораторную работу и рассчитать результаты определений.

**Реактивы, посуда и оборудование.** Концентрированная соляная кислота; тетраборат натрия ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ) сухой реактив ч.д.а; индикатор метиловый оранжевый; бюретка, вместимостью 25 мл; пипетки, вместимостью 10, 20 мл; мерные колбы различной вместимости, ареометр; колбы конические для титрования; воронки, промывалки, бюкс, весы аналитические.

**Сущность метода** нейтрализации, выбор индикатора, выбор исходного (установочного) вещества, требования к исходным веществам объясняется преподавателем.

Исходными веществами для стандартизации кислот являются тетраборат натрия ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ) и бикарбонат натрия ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ). Сначала готовят точный **0,1н** рабочий раствор тетрабората натрия, затем из концентрированной кислоты готовят приблизительно **0,1н** раствор соляной кислоты. Затем путем титрования устанавливают нормальность кислоты по буре. Растворы, титр которых находят не по точной навеске, а устанавливают по исходному веществу - тетраборату натрия, называются установленными. Химическая реакция взаимодействия соляной кислоты с тетраборатом натрия:



## Ход работы

1. Тщательно вымыть посуду.
2. Приготовление 250 мл 0,1н раствора соляной кислоты.

Для этого нужно ареометром замерить плотность исходной кислоты и, зная плотность, определить по справочной таблице ее концентрацию.

Плотности водных растворов сильных кислот при 20 ° С приведены в Приложении Д.

Допустим, что ее плотность 1,179 г/мл, это соответствует 30% HCl.

$\rho_{HCl} = 36,5$  г;

0,1н HCl,  $0,1 \cdot 36,5 = 3,65$  г HCl содержится в 1 л раствора.

Рассчитать сколько г HCl содержится в 250 мл раствора:

3,65 г HCl - 1000 мл раствора

X - 250 мл раствора

$X = 3,65 \cdot 250 / 1000 = 0,912$  г.

Или так:  $36,5 \cdot 0,1 \cdot 0,25 = 0,912$  г HCl.

Рассчитать в каком количестве раствора содержится 0,912 г HCl:

В 100 г раствора - 36 г HCl

X - 0,912 г HCl

$X = 2,53$  г.

Пересчет массы раствора на объем (формула 7):

$$V = m / \rho, \tag{7}$$

где V - объем раствора в мл;

m - масса раствора в г;

$\rho$  - плотность раствора в г/мл.

Рассчитать в каком объеме содержится 2,53 г HCl:

$$V_{HCl} = \frac{m}{\rho} = \frac{2,53}{1,179} = 2,1 \text{ мл}$$

Отмерьте этот объем маленьким цилиндром, вылейте в мерную колбу, разбавьте дистиллированной водой до 250 мл, закройте пробкой и тщательно перемешайте.

3. Приготовить 200 мл 0,1 н раствора тетрабората натрия (буры) по точной навеске.

$$\Gamma\text{-экв } Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O = \frac{M}{2} = \frac{381,4}{2} = 190,7 \text{ г}$$

Для расчета массы вещества можно воспользоваться формулой 8:

$$M = N \cdot V \cdot \Gamma, \tag{8}$$

где M - масса вещества в г;

V - объем раствора в л;

Э - эквивалент вещества.

Для приготовления 200 мл 0,1н раствора потребуется:  
 $190,7 \cdot 0,1 \cdot 0,2 = 3,814$  г буры.

### Протокол анализа:

1. Масса часового стекла на аналитических весах 7,9438 г,
2. Масса часового стекла с навеской буры на аналитических весах 21,9778 г,
3. Навеска буры ,0340 г.

Навеску буры осторожно пересыпьте через сухую воронку (к мокрой воронке вещество пристанет и забьет ее отверстие) в мерную колбу на 200 мл. Затем струей горячей воды из промывалки хорошо смойте буру из воронки в колбу, выньте воронку и, помешивая содержимое колбы плавными круговыми движениями, добейтесь растворения буры.

После этого колбу охладите водой под краном до комнатной температуры и доведите объем раствора холодной дистиллированной водой до метки. Закройте колбу пробкой и тщательно перемешайте.

Рассчитайте T и N установочного вещества (по формулам 4 и 5):

$$T_{\text{буры}} = \frac{4,0340}{200} = 0,020170 \text{ г / мл}$$

$$N_{\text{буры}} = \frac{T \cdot 1000}{\text{Э}_{\text{буры}}} = \frac{0,020170 \cdot 1000}{190,7} = 0,1057$$

4. Приготовление раствора свидетеля.

Примерно 40 мл дистиллированной воды отмерьте мерным цилиндром и вылейте в коническую колбу, добавьте 1-2 капли метилового оранжевого и 2-3 капли кислоты из бюретки, перемешайте. Раствор должен иметь золотисто-розовый цвет.

5. Установка нормальности кислоты.

Заполните бюретку объемом 25 мл раствором 0,1 н кислоты по всем правилам. Отмерьте пипеткой емкостью 10 или 20 мл раствор буры и вылете в коническую колбу. Добавьте в колбу 2-3 капли метилового оранжевого, поставьте ее на лист белой бумаги и приступите к титрованию, перемешивая жидкость в колбе при титровании.

Нужно уловить момент, когда от одной капли HCl раствор приобретает розовый оттенок, как у раствора "свидетеля". Титрование проводят 2 - 3 раза, разница в титровании должна быть не более 0,1 мл.

Расчет результатов анализа:

Объем HCl, пошедший на титрование:

1. 19,5 мл
2. 19,4 мл

Средний объем равен  $\frac{19,5 + 19,4}{2} = 19,45 \text{ мл}$

Рассчитать концентрацию кислоты по закону эквивалентов (формула 8):

$$V_{\text{кисл}} \cdot N_{\text{кисл}} = V_{\text{буры}} \cdot N_{\text{буры}}$$

Примечание: имеется в виду  $C_N$  (кислоты), равнозначное

$V_{\text{буры}} = 20 \text{ мл}; N_{\text{буры}} = 0,1057; V_{\text{кисл}} = 19,45 \text{ мл};$

$19,45 \cdot N_{\text{кисл}} = 0,1057 \cdot 20; N_{\text{кисл}} = 0,1057 \cdot 20 / 19,45;$

Рассчитайте  $T$  кислоты (формула 6):

$$T_{\text{кисл}} = \frac{N \cdot \Delta}{1000} = \frac{0,108 \cdot 36,5}{1000} = 0,003942 \text{ г / мл}$$

Сделайте вывод о проделанной работе.

Кислоту не выливайте, а буру можно вылить.

#### **Лабораторная работа 4** **Определение количества щелочи в растворе**

Этим методом пользуются в целлюлозно-бумажной промышленности для анализа белого и зеленого щелока.

Необходимая посуда и реактивы: бюретка на 25 мл, пипетка емкостью 10 мл, колбы для титрования, капельница с метиловым оранжевым, раствор щелочи, рабочий раствор соляной кислоты.

1. Подготовить посуду.

Не забудьте ополоснуть бюретку соляной кислотой, а пипетку анализируемым раствором щелочи.

10 мл анализируемого раствора щелочи перенесите пипеткой в колбу для титрования, прибавьте 1-2 капли метилового оранжевого и титруйте раствором соляной кислоты до перехода желтой окраски в золотисто - оранжевую. Титрование проводят не менее двух раз, если разница в результате будет не более 0,1 мл.

2. Расчет результата определения.

Пример. Объем раствора соляной кислоты, израсходованный на 1 титрование 20, 15 мл; на 2 титрование 20,20 мл. Средний объем равен  $\frac{20,15 + 20,2}{2} = 20,17 \text{ мл}$

Рассчитать  $N$  щелочи по закону эквивалентов (формула 7):

$$V_{\text{кис}} \cdot N_{\text{кис}} = V_{\text{щел}} \cdot N_{\text{щел}}$$

Рассчитайте  $T$  щелочи, и количество щелочи в 100 мл раствора.

3. Вычисление ошибок определения.

Рассчитайте абсолютную и относительную ошибку, взяв за истинную величину действительную нормальность анализируемого раствора щелочи по формулам 3 и 4.

Например:

$N_{1 \text{ щел}} = 0,1$  (заданная);  $N_{2 \text{ щел}} = 0,99$  (полученная).

$D = N_1$  (заданная) –  $N_2$  (полученная) = 0,01;

$0,01 \cdot 0,1 / 100 = 10\%$ .

Рассчитайте поправочный коэффициент «f» для своего раствора.

### Контрольные вопросы:

1. В чем сущность метода нейтрализации?
2. Какие рабочие растворы, и индикаторы применяются при титровании по методу нейтрализации?
3. Как готовят рабочие растворы кислот и щелочей?
4. Какой индикатор берется при титровании слабой кислоты сильной щелочью и наоборот?
5. Какое значение имеет порядок титрования, количество индикатора?
6. Что такое "свидетель" и для чего он применяется?
7. Определить чистоту соды, если на титрование 1 г раствора соды пошло 18 мл 1н HCl. Ответ: 95,4%.

### Варианты вопросов для письменной защиты лабораторных работ

#### Вариант 1

1. Что называется точкой эквивалентности?
2. Что такое раствор с приготовленным титром?
3. 25 мл раствора КОН нейтрализуется 20,5 мл 0,2 н раствором HCl. Чему равна  $N_{\text{KOH}}$ , T, K.
4.  $T_{\text{NaOH}}=0,004$ . Найти  $T_{\text{NaOH/HCl}}$ ,  $N_{\text{NaOH}}$ .

#### Вариант 2

1. Что такое рабочие растворы?
2. Что такое раствор с установленным титром?
3. Сколько мл 0,2 н раствора HCl потребуется для нейтрализации 40 мл 0,1 н раствора КОН.
4.  $T_{\text{KOH}}=0,005842$ . Найти  $T_{\text{KOH/H}_2\text{SO}_4}$ ,  $N_{\text{KOH}}$ .

#### Вариант 3

1. Требования к растворам, применяемые в объёмном анализе?
2. Что такое индикаторы? Примеры.
3. Сколько мл раствора HCl, содержащего 3,646 г HCl в 1 л, потребуется для нейтрализации 25 мл раствора NaOH, содержащего 4 г NaOH в 1л.
4.  $T_{\text{HCl}}=0,003647$ . Найти  $T_{\text{HCl/KOH}}$ ,  $N_{\text{HCl}}$ .

#### Вариант 4

1. Что такое с приготовленным титром?
2. Сущность метода нейтрализации?
3. 20 мл раствора KCl реагирует нацело с 22,45 мл 0,2 н раствором AgNO<sub>3</sub>. Определить N, T, K<sub>KCl</sub>.
4.  $T_{\text{H}_2\text{SO}_4}=0,004674$ . Найти  $N_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ ,  $T_{\text{H}_2\text{SO}_4/\text{KOH}}$ .

## Окислительно – восстановительное титрование

Методы окислительно - восстановительного титрования, или редокс - методы, основаны на использовании реакций с переносом электронов окислительно – восстановительных реакций.

В любой окислительно - восстановительной реакции участвуют, по крайней мере, две редокс - пары. Чем выше окислительно - восстановительный потенциал окислителя, тем больше число восстановителей можно оттитровать и определить с помощью данного окислителя. Поэтому в редоксиметрии в качестве титрантов чаще применяют окислители,  $E^0$  которых имеют как можно более высокие значения.

$E^0(\text{MnO}_4^-, \text{H}^+/\text{Mn}^{2+}) = 1,51 \text{ В}$ .  $E^0(\text{Cr}_2\text{O}_4^{2-}, \text{H}^+/\text{Cr}^{3+}) = 1,36 \text{ В}$  и другие.

Если же определяемые вещества - окислители, то для их титрования целесообразно применять восстановители, стандартный потенциал  $E^0$  которых имеет по возможности минимальное значение.

$E^0(\text{I}_2/\text{I}^-) = 0,54 \text{ В}$ ;  $E^0(\text{S}_4\text{O}_4^{2-}) = 0,09 \text{ В}$  и так далее.

### Классификация редокс – методов

Известно несколько различных методов окислительно-восстановительного титрования.

Классификация методов по природе реагента:

- броматометрия ( $\text{KBrO}_3$ ),
- бромометрия ( $\text{Br}_2$ ),
- дихроматометрия ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ),
- иодиметрия ( $\text{I}_2$ ),
- иодометрия ( $\text{KI}$ ;  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ),
- нитритометрия, ( $\text{NaNO}_2$ ),
- перманганатометрия ( $\text{KMnO}_4$ ),
- цериметрия (сульфат Се (IV)).

### Условия проведения окислительно - восстановительного титрования

Реакции применяемые в окислительно-восстановительном титровании должны удовлетворять ряду требований, важнейшие из которых:

- Реакции должны протекать практически до конца.
- Реакции должны протекать достаточно быстро.
- Реакции должны протекать стехиометрически.
- Конечная точка титрования должна определяться точно и однозначно либо с индикатором, либо без индикатора.

## Виды окислительно - восстановительного титрования

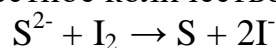
В окислительно - восстановительном титровании, как и в кислотно - основном титровании, применяют прямое, обратное и заместительное титрование. Наиболее точные результаты получают при прямом титровании. Молярную массу эквивалента реагирующего вещества А (окислителя или восстановителя) и молярную концентрацию эквивалента с ( $1/z$  А) вычисляют исходя из того, что в окислительно-восстановительных реакциях величина z равна числу электронов, принимающих или отдающих в результате реакции. А соответственно молярная масса вещества, эквивалент которого рассчитывается.

**Прямое окислительно - восстановительное титрование** проводят тогда, когда окислительно-восстановительная реакция удовлетворяет требованиям, перечисленным выше.

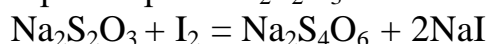
**Обратное окислительно - восстановительное титрование** проводят тогда, когда применение прямого титрования нецелесообразно по тем или иным причинам.

К аликвотной части анализируемого раствора, содержащего определяемый компонент X, прибавляют точно известное количество вещества А, взятого в избытке по сравнению с его стехиометрическим количеством, и выдерживают раствор некоторое время для обеспечения полноты протекания реакции между X и А. Избыток вещества А, не вступившем в реакцию, оттитровывают стандартным раствором титранта Т.

Например, при определении  $S^{2-}$  к аликвотной части раствора ( $S^{2-}$ ) прибавляют избыток - точно известное количество  $I_2$ :



Часть  $I_2$  взаимодействует с  $S^{2-}$ , а непрореагировавший избыток  $I_2$  оттитровывают стандартным раствором  $Na_2S_2O_3$ .

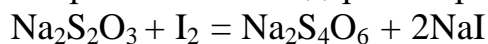


По количеству затраченного раствора  $Na_2S_2O_3$  судят о количестве  $S^{2-}$  в растворе. Расчеты проводят по закону эквивалентов.

**Заместительное титрование** применяют для определения веществ как вступающих, так и не вступающих в окислительно-восстановительные реакции. Например, при иодометрическом определении  $H_2O_2$  к аликвотной части анализируемого раствора, содержащего определяемый пероксид водорода в сернокислой среде, прибавляют избыточное количество по сравнению со стехиометрическим количеством иодида калия:

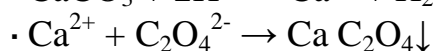
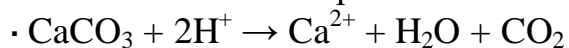


Выделившийся  $I_2$  (заместитель) в количестве, эквивалентном количеству  $H_2O_2$  в аликвотной части, оттитровывают стандартным раствором  $Na_2S_2O_3$ :

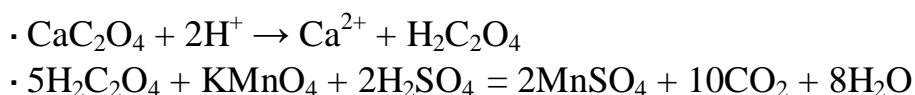


Расчеты проводят так же как при прямом титровании.

Заместительным титрованием можно определять карбонаты:







### Индикаторы окислительно - восстановительного титрования

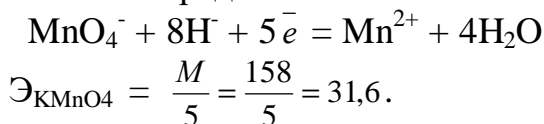
В редокс - методах конечную точку титрования определяют индикаторным методом. При этом роль индикатора может играть сам реагент (раствор титранта) -  $\text{KMnO}_4$ , либо специально вводимый индикатор, который вступая во взаимодействие с окислителем или восстановителем дает окрашенное соединение ( $\text{I}_2 + \text{крахмал} \rightarrow \text{синий раствор}$ ). Редокс - индикаторы, вещества способные окисляться или восстанавливаться при определенном значении потенциала (в ТЭ или вблизи от неё). Например, в дихроматометрии, применяют дифениламин. Интервал перехода окраски изменяется в пределах  $E = 0,76 \pm 0,0295\text{В}$ .

### Перманганатометрическое титрование

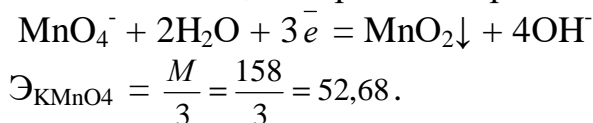
Перманганатометрия - метод оксидиметрии, при котором рабочим раствором служит  $\text{KMnO}_4$  (сильный окислитель).

Окислительная способность  $\text{KMnO}_4$  зависит от среды, в которой протекает реакция.

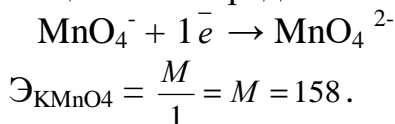
В кислой среде:



В слабокислой, нейтральной среде:



В щелочной среде:



Ясно, что образование темного осадка затрудняет определение конца реакции, поэтому титрование проводят в кислой среде, прибавляя большой избыток кислоты. Кроме того, окислительная активность  $\text{KMnO}_4$  в кислой среде гораздо выше, чем в щелочной или нейтральной среде. Нормальный окислительный потенциал пары  $\text{MnO}_4^-/\text{Mn}^{2+}$  (+1,51В) гораздо выше, чем нормальный окислительный потенциал пары  $\text{MnO}_4^-/\text{MnO}_2$  (+0,59В). Следовательно, окислительная активность  $\text{KMnO}_4$  в кислой среде несравненно выше, чем в щелочной, и количество титруемых им восстановителей в первом случае значительно больше, чем во втором.

Для подкисления применяют серную кислоту, соляную кислоту применять нельзя, так как она вступает в окислительно-восстановительную реакцию с

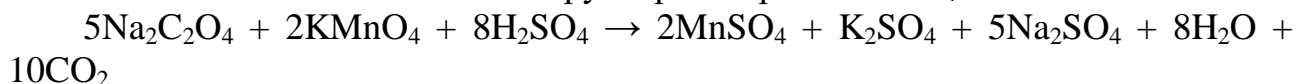
перманганатом калия и на неё расходовалось бы добавочное количество титранта, что естественно искажало бы результат титрования. Азотная кислота, которая является окислителем, для подкисления в методах оксидиметрии не применяется.

Ионы  $\text{MnO}_4^-$  придают раствору  $\text{KMnO}_4$  малиновую окраску, в процессе титрования в кислой среде раствор обесцвечивается ( $\text{Mn}^{2+}$ ). В момент, когда в растворе не останется восстановителя, от прибавления одной капли  $\text{KMnO}_4$  титруемая смесь приобретает розовую окраску. Таким образом, ТЭ фиксируется при помощи самого же титранта и индикатор в этом случае не применяется.

В некоторых случаях окислительно-восстановительная реакция с  $\text{KMnO}_4$  проходит с небольшой скоростью. Поэтому титрование проводят в нагретом почти до кипения растворе. Реакция ускоряется и за счет действия катализатора, роль которого выполняют ионы  $\text{Mn}^{+2}$ . Ионы  $\text{Mn}^{2+}$  образуются в процессе титрования (так называемый автокатализ), поэтому нет необходимости специально добавлять катализатор. Однако в самом начале титрования катализатор отсутствует, поэтому первые порции раствора  $\text{KMnO}_4$  реагируют медленно и начинать титрование надо с прибавления очень небольших порций  $\text{KMnO}_4$ .

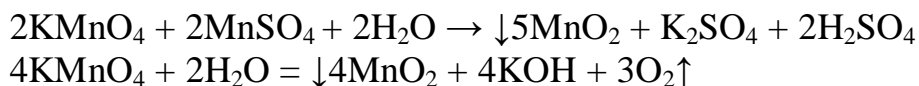
Титрованный раствор  $\text{KMnO}_4$  по точной навеске приготовить нельзя. Это объясняется тем, что  $\text{KMnO}_4$  всегда содержит примеси (чаще всего  $\text{MnO}_2$ ). Кроме того, он восстанавливается под влиянием органических веществ, присутствующих в воде. Вследствие этого концентрация раствора  $\text{KMnO}_4$  в первое время после приготовления раствора несколько уменьшается. Поэтому раствор  $\text{KMnO}_4$  готовят приблизительно требуемой концентрации, затем устанавливают его титр. Установочным веществом для приготовления рабочего раствора  $\text{KMnO}_4$  является щавелевая кислота  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  (лучше  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  - не выветривается, не гигроскопичен, не содержит кристаллы  $\text{H}_2\text{O}$ ).

Перманганатометрию чаще всего применяют для анализа солей железа (II), кальция в виде оксалата, щавелевой кислоты, меди (I), пероксида водорода. Этот метод можно применять для определения окислителей. В этом случае используют обратное титрование, прибавляя к определяемому веществу заведомо избыточное, точно отмеренное количество раствора восстановителя, затем избыток восстановителя титруют раствором  $\text{KMnO}_4$ .



$$\mathcal{E}_{\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4} = \frac{134}{2} = 67, \quad \mathcal{E}_{\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} = \frac{126,0}{2} = 63,03$$

При длительном стоянии окраска постепенно исчезает, то есть идет реакция:



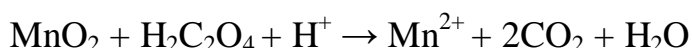
## Практическое применение перманганометрии

Методом перманганометрии можно определять восстановители (прямое титрование), окислители (обратное титрование) и некоторые вещества – методом замещения.

**Определение восстановителей (прямое титрование):** Fe, Sn (2), оксалаты, нитраты, перекись водорода и другие. Одним из важных применений является определение железа. На анализ поступают обычно пробы с содержанием железа (3), поэтому перед титрованием его необходимо восстановить до железа(2).



**Определение окислителей - (обратное титрование или титрование по остатку).**



**Определение ионов, не обладающих окислительно – восстановительными свойствами (титрование по замещению).** Например,  $\text{Ca}^{2+} + \text{C}_2\text{O}_4^{2-} \rightarrow \text{CaC}_2\text{O}_4 \downarrow$ , затем после осаждения, фильтрования, и тщательного промывания, растворяют осадок в серной кислоте ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) и выделившуюся щавелевую кислоту ( $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ) титруют перманганатом калия ( $\text{KMnO}_4$ ).

### Лабораторная работа 5

#### Приготовление рабочего раствора перманганата натрия и его стандартизация

##### Цель работы:

- Научиться готовить устанавливая нормальность раствора перманганата калия.
- Научиться готовить рабочие растворы щавелевой кислоты или растворы её солей.

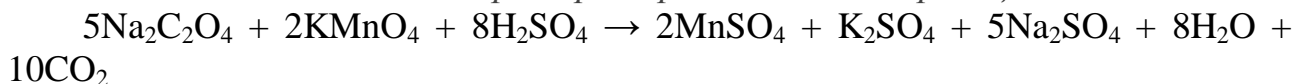
Необходимая посуда и оборудование: бюретка на 25 мл; мерная колба, вместимостью 200 мл; пипетка на 10 мл; колбы для титрования, воронка диаметром 6 - 7 см, промывалка; мерный цилиндр, вместимостью 50 - 100 мл; часовое стекло, сушильный шкаф, раствор серной кислоты 2н, готовый раствор перманганата в темной склянке приблизительно 0,02н, кристаллическая щавелевая кислота.

#### Выполнение работы

Титрованный раствор перманганата нельзя приготовить по точной навеске, так как он в течение 7-10 дней заметно меняет свой титр. В процессе хранения он взаимодействует с органикой воды и другими восстановителями. Поэтому

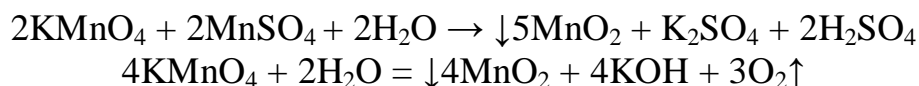
приступать к стандартизации раствора следует по истечении 7 – 10 дней. Исходными веществами для установки титра перманганата служит щавелевая кислота и её соли.

*В основе выполнения лабораторной работы лежит реакция:*



$$\text{Э}_{\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4} = \frac{134}{2} = 67, \quad \text{Э}_{\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} = \frac{126,0}{2} = 63,03$$

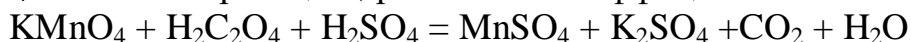
При длительном стоянии окраска постепенно исчезает, то есть идет реакция:



### Ход работы

1. Тщательно вымыть посуду и подготовить всё необходимое: часовое стекло, промывалку, воронку, колбу.
2. Получить у преподавателя готовый раствор перманганата.
3. Приготовить 200 мл 0,02н раствора щавелевой кислоты по точной навеске.

Для приготовления 200мл 0,02н раствора щавелевой кислоты рассчитать навеску  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ . Напишите реакцию, расставьте коэффициенты:



Вычислите эквивалент  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ .

Взвесьте на аналитических весах на часовом стекле навеску щавелевой кислоты и осторожно пересыпьте через воронку её в мерную колбу, емкостью 200 мл. Затем из промывалки обмойте воронку, выньте её, растворите навеску и доведите объем до метки, закройте пробкой и тщательно перемешайте раствор (переворачивая колбу).

4. Установить нормальность раствора перманганата по щавелевой кислоте.

Приготовьте бюретку для титрования. Возьмите коническую колбу, отмерьте 10 мл пипеткой щавелевую кислоту, влейте туда 10 мл 2н раствора серной кислоты, отмеренной цилиндром и нагрейте на плитке до 60-70° (не допуская кипения), и горячий раствор титруйте перманганатом при интенсивном перемешивании содержимого колбы. В начале титрования раствор перманганата приливайте по каплям, добавляя каждую следующую каплю после того, как обесцветилась предыдущая. Титрование прекратить, когда избыточная капля перманганата окрасит раствор в бледно розовый цвет, не исчезающий в течение 1-2 минут. Отсчет перманганата делайте по верхнему мениску.

Титрование повторите, пока разница последнего перманганата будет не более 0,1мл. Титрованный раствор перманганата идет для следующих определений восстановителей.

### 5. Расчет результатов определения.

Пример. Объем раствора перманганата, израсходованный на 1 титрование 20,00 мл, на 2 титрование 20,10 мл, на 3 титрование 20,05мл. Вычислите средний объем, пошедший на титрование.

$$V_{\text{cp}} = 20,00 + 20,10 + 20,01 / 3 = 20,05 \text{ мл}$$

По закону эквивалентов рассчитайте  $N_{\text{KMnO}_4}$ .

$$V_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4} \cdot N_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4} = V_{\text{KMnO}_4} \cdot N_{\text{KMnO}_4}$$

Определите  $T_{\text{KMnO}_4}$  и количество перманганата в литре раствора, поправочный коэффициент для раствора перманганата.

Вылейте перманганат из бюретки, промойте щавелевой кислотой, затем водой, залейте её водой.

## Лабораторная работа 6 Определение количества железа в соли Мора

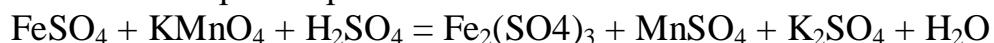
**Цель:** Научиться определять количество железа в растворе.

**Необходимая посуда и реактивы:** бюретка на 25мл, пипетка на 10мл, колбы для титрования, мерный цилиндр на 10мл, рабочий раствор  $\text{KMnO}_4$ , соль Мора,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  2н, промывалка.

### Ход работы

#### 1. Установка нормальности раствора соли Мора.

Налейте в бюретку раствор перманганата калия, предварительно ополоснув её этим раствором. 10мл раствора соли Мора перенесите пипеткой в коническую колбу, подкислите 10мл 2н раствором серной кислоты и титруйте раствором перманганата калия на холоду до появления устойчивой розовой окраски. Повторите титрование 2-3 раза. Соль Мора имеет состав  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ . В реакции участвует только  $\text{FeSO}_4$ . Уравнение реакции взаимодействия соли Мора с перманганатом калия:



Расставьте коэффициенты в уравнении электронно-ионным способом, рассчитайте эквиваленты веществ, участвующих в реакции.

#### 2. Расчет результата определения.

Пример: Объем раствора перманганата калия на израсходованный на первое титрование – 20,10мл, на второе титрование - 20,15мл.  $V_{\text{среднее}} = 20,12\text{мл}$ .

Рассчитайте нормальность и титр  $\text{FeSO}_4$ , количество «m» грамм соли Мора в 100мл раствора. Определите количество железа в 100 мл соли Мора.

$$152\text{г FeSO}_4 - 55,85 \text{ Fe} \\ \text{«m» г} - X\text{г}$$

#### 3. Ошибки определения.

Рассчитайте абсолютную и относительную ошибку определения.

## Контрольные вопросы

1. В чем сущность метода перманганатометрии? Почему не нужен индикатор?
2. Как приготовить титрованный раствор перманганата?
3. Почему титрование перманганатом чаще всего проводят в кислой среде?
4. В мерной колбе на 200мл приготовлен раствор щавелевой кислоты. На 20мл этого раствора расходуется при титровании 18,25мл раствора перманганата, титр которого 0,001616 г/мл. Сколько граммов безводной щавелевой кислоты содержалось в колбе?

Ответ: 0,4194 г.

## Иодиметрия. Иодомерия

**Иодиметрия** – метод определения восстановителей прямым титрованием стандартным раствором иода.

**Иодомерия** – метод определения окислителей косвенным титрованием заместителя – иода стандартным раствором тиосульфата натрия.

Иногда (довольно часто) оба метода объединяют под одним общим названием – иодиметрия или иодомерия.

### **Иодиметрия**

Сущность метода В основе метода лежит реакция восстановления:



$j^0_{I^0/I^-} = + 0,54$  В (при комнатной температуре), то есть имеет не очень высокое значение. Формально считается, что окислителем является  $I_2$ , однако  $I_2$  мало растворим в  $H_2O$  (не более 0,001моль/л), но хорошо растворяется в присутствии  $I^-$ . Поэтому для титрования применяют раствор  $I_2$  в  $KI$  [ $I_2 + KI \leftrightarrow K[I_3]$  триодид калия. Поскольку  $j^0_{I^0/I^-}$  невелик, то раствор  $I_2$  - менее эффективный окислитель, чем  $KMnO_4$  или  $K_2Cr_2O_7$ . Им можно титровать восстановители, у которых  $j^0 \ll 0,2$  (можно определять  $Na_2S_2O_3$ ,  $SnCl_2$ ,  $Na_2SO_3$ ,  $Cu_2Cl_2$  и другие).

**Титрант метода** - раствор  $I_2$  в  $KI$  (0,1; 0,01 моль/л). Готовят по точной навеске предварительно сублимированного (сублимация или возгонка) кристаллического иода (х.ч.). Затем раствор стандартизируют по тиосульфату натрия прямым титрованием в присутствии крахмала. Растворы иода неустойчивы и изменяют свой титр при хранении вследствие летучести иода, его способности окислять органические вещества, следы которых могут быть в воде, из которой готовится титрант, а также окисления  $I^-$  кислородом воздуха:  $4I^- + O_2 + 4H^+ = 2I_2 + 2H_2O$ . Поэтому стандартные растворы иода (в  $KI$ ) хранят в плотно закрытых склянках из темного стекла, в темном месте,

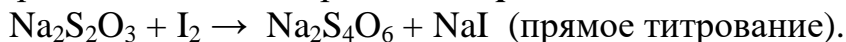
на холоду. Концентрацию его проверяют перед применением. Стандартизацию - по  $Al_2O_3$ , менее точно по тиосульфату натрия.

### Условия проведения реакций

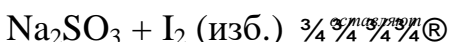
1. На холоду (летучесть иода, чувствительность  $I_2$  + крахмал).

2. Среда слабокислая, нейтральная или  $pH \leq 8$ .

Применяют иодиметрию для **определения восстановителей**:



Определение сульфитов проводят методом обратного титрования, так как при прямом титровании, вблизи ТЭ реакция идет медленно, результаты получаются не точные.



Далее титруют. Таким методом определяют:  $Hg_2Cl_2$ , аналгин, аскорбиновую кислоту и другие восстановители.

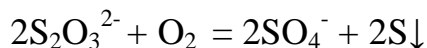
### Иодометрия

**Сущность метода.** В основе метода лежит реакция  $2I^- + Ox \rightarrow I_2^0 + Red$ . Иодид - ион довольно эффективный восстановитель, однако растворы  $KI$  непосредственно не применяют в качестве титранта, так как они неустойчивы и окисляются кислородом воздуха.

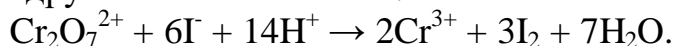
На практике к анализируемому раствору определяемого окислителя прибавляют избыток  $KI$ . Иод, выделившийся в качестве заместителя в количестве, эквивалентном количеству вступившего в реакцию окислителя  $Ox$ , оттитровывают стандартным раствором тиосульфата натрия. Количество израсходованного титранта ( $Na_2S_2O_3$ ) эквивалентно количеству определяемого  $Ox$ , прореагирующего с  $I^-$ .

**Титрантом метода** является стандартный раствор тиосульфата натрия (0,1; 0,02; 0,01н). Их не готовят по точной навеске, так как  $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$  при хранении частично обезвоживается. Поэтому вначале готовят раствор с приблизительной концентрацией, а затем стандартизируют по точному раствору иода.

Растворы тиосульфата при хранении изменяют свой титр из-за неустойчивости  $S_2O_3^{2-}$  - ионов, которые разлагаются в кислой среде с выделением серы:  $S_2O_3^{2-} + H^+ = HSO_3^- + S \downarrow$  и окисляются кислородом воздуха:

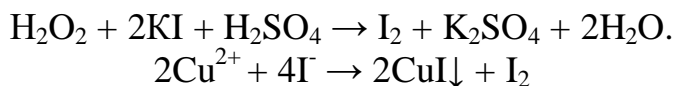


Тиосульфат - ионы в водном растворе разлагаются на свету и в присутствии микроорганизмов. Растворы тиосульфата наиболее устойчивы при  $pH \sim 9-10$ , поэтому для стабилизации раствора в них вводят  $Na_2CO_3$  или  $NaHSO_4$ . Стандартизацию проводят по иодату  $KIO_3$ , бромату  $KBrO_3$ , или бихромату  $K_2Cr_2O_7$  и другими окислителями.



К аликвотной части бихромата калия прибавляют избыток KI, HCl. Выделившийся иод I<sub>2</sub> (эквивалентный бихромату), титруют стандартным раствором тиосульфата в присутствии крахмала, который прибавляют перед окончанием титрования. Концентрацию рассчитывают, согласно закону Эквивалентов (5).

**Применение иодометрии.** Иодометрическим методом определяют окислители – H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>; пероксиды Na<sub>2</sub>O<sub>2</sub>; MgO<sub>2</sub>; BaO<sub>2</sub>; Cu(2); K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>; KMnO<sub>4</sub>; I<sub>2</sub> и так далее.



## Лабораторная работа 7

### Приготовление рабочих растворов тиосульфата натрия и йода и их стандартизация

#### Цель:

- Научиться готовить рабочие растворы тиосульфата натрия и йода.
- Научиться устанавливать нормальность раствора тиосульфата натрия по йоду.

**Посуда и реактивы:** Бюретка на 25 мл, склянка (темного стекла) емкостью на 500 мл, пипетка на 10 мл, колбы для титрования, часовое стекло, мерный цилиндр на 10мл, раствор крахмала, 0,02н раствор йода, тиосульфат натрия.

#### Ход работы

1. Подготовка посуды.
2. Приготовление 250 мл 0,02н раствора тиосульфата натрия. Взвесить на технических весах рассчитанное количество тиосульфата натрия. Помните, что тиосульфат натрия неустойчив при хранении и разлагается под действием CO<sub>2</sub> воздуха и кислорода.
3. Получите готовый раствор йода от преподавателя. Раствор йода готовят из фиксаля.
4. Установка нормальности раствора тиосульфата натрия. Вымытую бюретку ополосните раствором тиосульфата натрия и подготовьте к титрованию. Чистую пипетку на 10 мл ополосните раствором йода. Отмерьте 10 мл йода в колбу для титрования и титруйте из бюретки раствором тиосульфата натрия до соломенного цвета, после этого прибавьте 2-3 капли крахмала и продолжайте титровать синий раствор до обесцвечивания. Повторите титрование 2-3 раза.

#### 5. Расчет результатов определения.

Пример: Объем раствора Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> пошедший на титрование

1 титрование 20,00 мл

2 титрование 20,05 мл  $V_{\text{среднее}} = 20,025$  мл.



Определите: титр и нормальность  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  и количество  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  в 1 литре раствора, абсолютную и относительную ошибку, определите поправочный коэффициент для раствора тиосульфата натрия.

## Лабораторная работа 8

### Определение содержания меди в растворе методом йодометрии

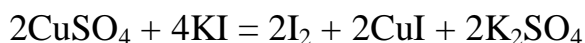
#### Цель:

- Научиться проводить йодометрические определения восстановителей.
- Рассчитать содержание меди в медном купоросе.

**Реактивы, посуда:** рабочий раствор тиосульфата натрия; исследуемое вещество  $\text{CuSO}_4$ ; 10%KI; бюретка; пипетка 10 мл; мерная колба 100 мл; колбы конические; стакан химический; воронка; цилиндр; весы технические и аналитические, крахмал.

Это одно из важнейших йодометрических определений, широко используемое при анализе сплавов, руд и т.д.

Оно основано на том, что катионы меди(2) взаимодействуя с анионами йода приобретают один электрон и восстанавливаются до меди (1) с выделением эквивалентного количества свободного йода. В основе метода лежит реакция:



Последний титруется раствором тиосульфата натрия (косвенный метод или метод замещения).

#### Ход работы

1. Тщательно вымыть посуду.
2. Установка нормальности раствора медного купороса.

Получите раствор медного купороса. Отберите 10 мл раствора пипеткой, поместите в колбу для титрования, добавьте туда 7,5 мл 20% - ного раствора иодида калия, закройте колбу часовым стеклом и поставьте в темное место на 5 – 7 минут до завершения реакции.

После чего титруйте бурый раствор, с выпавшим осадком иодида меди, раствором тиосульфата натрия до тех пор, пока окраска не станет соломенно-желтой. Затем добавьте 5 мл крахмала и продолжайте титрование до исчезновения синей окраски (взмученный в растворе осадок иодида меди по окончании титрования имеет цвет слоновой кости).

Повторите результат несколько раз и из трех сходящихся результатов возьмите средний.

3. Расчет результатов определения.

Рассчитайте нормальность раствора медного купороса, а затем определите количество меди в 100 мл анализируемого раствора.

Учтите, что окислительный грамм-эквивалент медного купороса в этой реакции равен грамм – молекуле, то есть 249,7 г, а грамм – эквивалент меди равен её грамм – атому, то есть 63,54 г.

4. Вычисление ошибок определения.

Рассчитайте абсолютную и относительную ошибку определения, исходя из истинной нормальности анализируемого раствора.

## **Лабораторная работа 9**

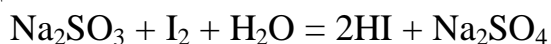
### **Определение количества сульфитов в техническом образце**

#### **Цель:**

- Научиться проводить йодометрические определения восстановителей методом обратного титрования.
- Научиться производить расчеты по методу обратного титрования.

**Реактивы, посуда и оборудование:** рабочий раствор йода; рабочий раствор тиосульфата натрия; бюретка на 25 мл; пипетка на 10 мл; мерная колба на 250 мл; колбы конические; стакан химический; воронка; цилиндр; весы технические и аналитические, электрическая плитка.

**Общие сведения:** Определение сульфита натрия в реактиве  $\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  основано на реакции:



Схему электронного баланса составьте самостоятельно. Опыт показывает, что прямое титрование дает не точные результаты. Причина заключается в том, что реакция между йодом и большинством восстановителей идет сравнительно медленно, особенно в конце титрования, концентрация восстановителя становится незначительной. В результате успевший прореагировать с восстановителем крахмал раньше достижения ТЭ и результат определения окажется заниженным. Этому способствует также частичное окисление титруемого восстановителя кислородом воздуха во время титрования. Чтобы избежать таких осложнений приходится прибегать к методу обратного титрования. При этом к определяемому восстановителю (сульфит натрия) сначала добавляют точно отмеренный, заведомо избыточный объем титрованного раствора йода, а затем избыток последнего оттитровывают тиосульфатом натрия.

#### **Ход работы**

1. Тщательно вымыть посуду.
2. Приготовить 250 мл раствора сульфита натрия. Расчет навески производится по формуле 8.

Взвесьте на аналитических весах навеску  $\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  и осторожно пересыпьте через воронку её в мерную колбу, вместимостью 250 мл. Затем из промывалки обмойте воронку, выньте её и доведите объем до метки. Закройте пробкой и перемешайте раствор.

3. Установка нормальности  $\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ .

Отобрать 10 мл полученного раствора сульфита натрия, перенести в коническую колбу для титрования. Прибавить к нему точно отмеренное бюреткой или пипеткой 20 мл титрованного раствора йода. Накрыть колбу

часовым стеклом, и поставить в темное место для завершения реакции. Через несколько минут избыток не вошедшего в реакцию йода оттитровывают раствором тиосульфата натрия. Титрование повторить не менее двух раз.

#### 4. Расчет результатов определения.

Рассчитать по закону эквивалентов объем йода, не прореагировавшего с сульфитом натрия.

Зная объем прилитого йода и его избыток, рассчитать количество йода, вступившего в реакцию с сульфитом натрия по формуле 9:

$$V_{I_2} = 20 - V_{I_2 \text{ изб}}; \quad (9)$$

где:  $V_{I_2}$  - объем йода, прореагировавшего с сульфитом натрия;

$V_{I_2 \text{ изб}}$  - объем йода, не прореагировавшего с сульфитом натрия.

По закону эквивалентов рассчитать нормальность сульфита натрия, далее титр и массу сульфита натрия, содержащегося в навеске.

Рассчитать процентное содержание  $\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  во взятой навеске.

#### 5. Сделать вывод о проделанной работе.

### **Варианты вопросов для письменной защиты лабораторных работ**

#### **Вариант 1**

1. Сущность метода перманганатометрии: рабочий раствор, уравнение реакции, лежащей в основе метода, определяемые вещества.

2. Какой индикатор применяется в методе иодометрии. Условия применения индикатора.

3. Рассчитать навеску для приготовления  $\text{KMnO}_4$  0,05 н 750 мл.

4. 25 мл раствора  $\text{I}_2$  нейтрализуется 20,5 мл 0,2 н раствором  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ . Чему равна N и T йода?

#### **Вариант 2**

1. Сущность метода иодометрии: рабочий раствор, уравнение реакции, лежащей в основе метода, определяемые вещества.

2. Катализатор метода перманганатометрии. Автокатализ.

3. Рассчитать навеску для приготовления  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,05 н 500 мл.

4. Сколько мл 0,2 н раствора  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$  потребуется для нейтрализации 40 мл 0,1 н раствора  $\text{KMnO}_4$ .

#### **Вариант 5**

1. Приготовление рабочего раствора перманганата натрия.

2. Стандартизация тиосульфата натрия по йоду. Особенности применения индикатора.

3. Рассчитать навеску щевелевой кислоты для стандартизации  $\text{KMnO}_4$  0,05 н.

4. 20 мл раствора  $\text{I}_2$  нейтрализуется 20,5 мл 0,1 н раствором  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ . Чему равна N и T йода?

#### Вариант 3

1. Какие индикаторы применяются в методах оксидиметрии? Назовите условия применения индикаторов.

2. Индикатор метода перманганатометрии.

3. Сколько граммов  $\text{KMnO}_4$  содержится в 200 мл 0,1н раствора?

4. 20 мл раствора  $\text{I}_2$  нейтрализуется 10,5 мл 0,25 н раствором  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ . Чему равна N и T йода?

#### Вариант 4

1. Приготовление рабочего раствора йода, укажите установочное вещество, напишите уравнение реакции.

2. Как рассчитывают эквиваленты веществ в методах оксидиметрии?

3. Чему равна нормальность йода, если  $T_{\text{I}} = 0,0002765$ .

4. Какова нормальность раствора железа (2), если для нейтрализации 40 мл пошло 25 мл 0,1 н раствора  $\text{KMnO}_4$ ?

## Заключение

Аналитическая химия – наука о методах определения химического состава веществ и их смесей. Она делится на качественный и количественный анализ.

Цель качественного анализа – обнаружение, или открытие, элементов или ионов, из которых состоит образец. Задача количественного анализа – определение количественного содержания элементов в исследуемом веществе.

Исследование всегда начинается с качественного анализа. Установив состав вещества, определяют его количественный состав. Таким образом, качественный анализ всегда предшествует количественному.

Данная методическая разработка представляет материал, позволяющий проводить качественный анализ неизвестных образцов. В работе рассмотрены общие правила работы в химических лабораториях, дан перечень лабораторных работ, подробно описаны методики проведения эксперимента.

Качественный анализ включает в себя два раздела: качественный анализ катионов и качественный анализ анионов. Для закрепления материала представлен список контрольных вопросов по каждой лабораторной работе.

В качестве зачетного занятия рекомендуется провести лабораторную работу «Анализ сухого вещества», где студент в полной мере должен продемонстрировать знания и умения, полученные при изучении данного материала.

Данная методическая разработка позволяет студентам изучить методики на практике. Студент должен свободно ориентироваться в методиках.

Данная методическая разработка может быть использована для подготовки студентов химических специальностей, работниками химико – аналитических лабораторий.

### Список использованных источников

- 1 Харитонов Ю.Я., Аналитическая химия, 1 том, М., Высшая школа, 2003.
- 2 Барсуков З. А., Аналитическая химия, М., Высшая школа, 1990.
- 3 Полеес М.Э., Аналитическая химия, М., Медицина, 1994.
- 4 Крешков А.П., Ярославцев А. А., Курс аналитической химии, качественный анализ, М., Химия, 1982.
- 5 Шапиро С. А., Гурвич Я. А., Аналитическая химия, М., Высшая школа, 1968.
- 6 Харитонов Ю. Я., Григорьева В. Ю., Аналитическая химия. Практикум: Учебное пособие, М., ГЭОТАР – Медиа, 2009.
- 7 Ищенко А. А., Аналитическая химия, М., Академия, 2004.

## Приложение А

### Правила обращения с аналитическими весами

12. Перед каждым взвешиванием проверьте состояние весов (смахните мягкой кисточкой пыль с чашек и установите нулевую точку весов).
13. Во время взвешивания стул не передвигайте, и сидите точно против весов; на весовой стол не облакачивайтесь; весы с занимаемого места не сдвигайте.
14. Не допускайте никаких прикосновений к неарретированным весам.
15. Не нагружайте весы сверх установленной предельной нагрузки(100-200 г).
16. Не ставьте на весы влажные или грязные предметы. Не просыпайте и не проливайте ничего внутри шкафа весов.
17. Не взвешивайте горячих (или слишком холодных) предметов. Взвешиваемый предмет должен остыть (или нагреться) в эксикаторе до комнатной температуры.
18. Гигроскопические вещества, а также жидкости, особенно выделяющие едкие, действующие на весы пары, взвешивайте обязательно в герметически закрытых сосудах (бюксах).
19. Во время взвешивания открывайте только боковые дверцы шкафа весов.
20. Во время наблюдения за отклонением стрелки дверцы шкафа должны быть закрыты.
21. Нельзя касаться руками разновесок, чашек и коромысла весов разновески кладите на правую чашку весов в центр чашки и снимайте только пинцетом.
22. Футляр с разновесами открывайте только на время пользования ими.
23. Подсчитывайте массу разновесок по пустым гнездам футляра; проверяйте правильность подсчета перенося разновески на места.

## Рецензия

На «Методическое пособие по выполнению лабораторных работ по аналитической химии» для специальности 18.02.01 «Аналитический контроль качества химических соединений» для очной формы обучения среднего профессионального образования (СПО) Братского целлюлозно-бумажного колледжа БрТУ.

Учебная дисциплина «Аналитическая химия» обеспечивает с другими дисциплинами фундаментальную специальную подготовку по специальности 18.02.01 «Аналитический контроль качества химических соединений» и предусматривает изучение студентами теоретических основ химических, физических и физико-химических закономерностей проведения анализа, а также изучение и освоение методов качественного и количественного анализов, и освоение основных приемов анализа веществ.

Для изучения данной дисциплины программой предлагается две большие темы - качественный и количественный анализ. В методических указаниях по каждой теме предложен теоретический курс и блок лабораторных работ для закрепления практических навыков предложены варианты вопросов для письменной защиты лабораторных работ. В методическом указании четко сформулированы наименования изучаемых тем и лабораторных работ в соответствии с программой. Лабораторные работы написаны грамотно. Приведены примеры расчетов результатов анализов. Для проверки полученных знаний имеются контрольные вопросы. Методическое пособие рекомендовано внедрению в учебный процесс по дисциплине «Аналитическая химия» для очного отделения.

Преподаватель кафедры ХМД

Юдинцева Г.Н.