**ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ ПРОФЕССИОНАЛЬНОЕ**

**ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ САМАРСКОЙ ОБЛАСТИ**

**«НОВОКУЙБЫШЕВСКИЙ НЕФТЕХИМИЧЕСКИЙ ТЕХНИКУМ»**

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ**

**по выполнению лабораторных/ практических работ**

**по дисциплине ОП.03 Аналитическая химия**

**Профиль профессионального образования Естественно- научный**

**Программы подготовки специалистов среднего звена**

**18.02.012 Технология аналитического контроля химических соединений**

Новокуйбышевск, 2019 г

|  |  |
| --- | --- |
| РАССМОТРЕНО  предметной (цикловой) комиссией  Протокол № \_\_\_\_  от \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_201\_\_\_ г.  \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_В.А. Афонина | УТВЕРЖДАЮ  Заместитель директора по НМР  \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ О.Д. Щелкова |

Разработчик:

ГАПОУ СО «ННХТ» преподаватель\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ В.А. Афонина

(место работы) (занимаемая должность) (И.О.Фамилия

**Внутренняя экспертиза**

Зам. дир. по УР ГАПОУ СО «ННХТ» Семисаженова В.Б

Методические указания (рекомендации) к практическим (лабораторным) занятиям по дисциплине «Аналитическая химия»: метод. Указ. Для студентов ГАПОУ СО «ННХТ», Новокуйбышевск, 2019 г.

В методических указаниях (рекомендациях) представлены задания и рекомендации по выполнению практических/лабораторных работ по дисциплине «Аналитическая химия» для студентов специальности18.02.12

Содержание

1. Пояснительная записка

2. Внутренний распорядок и безопасные методы работы в лаборатории.

3. Основные сведения об оборудовании и методах, используемых при проведении органических синтезов разделении и очистке веществ.

4. Практические/лабораторные работы

1. Практическое занятие № 1. Решить задачи на тему «Чувствительность аналитических реакций»
2. Практическое занятие № 2. Решить задачи на тему «Химическое равновесие».
3. Практическое занятие № 3. Решить задачи на тему «Ионное равновесие»
4. Практическое занятие № 4. Решить задачи на тему «Равновесие в насыщенных растворах»
5. Практическое занятие № 5. Уравнять окислительно-восстановительные реакции

6. Практическое занятие № 6. Решить задачи на тему «Комплексные соединения»

7. Лабораторная работа № 1 Изучение характерных реакций катионов I аналитической группы

8. Лабораторная работа № 2 Изучение характерных реакций катионов II аналитической группы.

9. Лабораторная работа № 3 Изучение характерных реакций катионов III аналитической группы.

10. Лабораторная работа № 4 Анализ смеси катионов I-III групп

11. Лабораторная работа№ 5 Изучение характерных реакций катионов IV аналитической группы.

12. Лабораторная работа № 6 Изучение характерных реакций катионов V аналитической группы.

13. Лабораторная работа № 7 Изучение характерных реакций катионов VI аналитической группы

14. Лабораторная работа № 8 Анализ смеси катионов IV-VI аналитических групп

15. Лабораторная работа № 9 Анализ анионов I-III аналитических групп.

16. Практическое занятие № 7. Отработать приемы математической обработки результатов анализа»

17. Лабораторная работа № 10 . «Определение кристаллизационной воды в кристаллогидрате хлорида бария»

18. Практическое занятие № 8. Рассчитать навеску

19. Практическое занятие № 9. Рассчитать количество растворителя и осаждающего реактива.

20.Практическое занятие № 10. Вычисление результатов гравиметрических анализов.

21. Лабораторная работа № 11 «Приготовление и стандартизация раствора гидрооксида натрия по стандартному раствору соляной кислоты»

22. Лабораторная работа № 12 «Определение концентрации карбоната натрия в контрольном растворе»

23. Лабораторная работа № 13 «Определение концентрации соды и щелочи при совместном присутствии»

24. Лабораторная работа № 14 «Определение общей жесткости воды»

25. Лабораторная работа № 15 «Определение концентрации перманганата калия в контрольном растворе по стандартному раствору щавелевой кислоты»

26. Лабораторная работа № 16 «Определение концентрации тиосульфата натрия по стандартизованному раствору перманганата калия»

27. Лабораторная работа № 17 «Определение концентрации тиосульфата натрия с помощью раствора бихромата калия»

28. Лабораторная работа №18 «Определение концентрации раствора йода по стандартизованному раствору тиосульфата натрия»

29. Лабораторная работа № 19 «Приготовление и стандартизация раствора трилона Б»

30. Лабораторная работа № 20 «Приготовление и стандартизация раствора нитрата серебра»

31. Лабораторная работа № 21 «Определение концентрации железа в соли Мора»

32. Лабораторная работа № 22 «Определение концентрации уксусной кислоты в контрольном растворе»

33. Практическое занятие № 11. Решить задачи по теме «Способы выражения концентрации растворов»

34. Практическое занятие № 12. Решить задачи по теме «Приготовление и установка титров рабочих растворов кислотно-основного титрования»

35. Практическое занятие № 13. Решить задачи по теме «Вычисление результатов кислотно-основного титрования»

36. Практическое занятие № 14. Решить задачи по теме «Вычисление результатов пермангонатометрии и йодометрии»

37. Практическое занятие № 15. Решить задачи по теме «Вычисление результатов осадительного титрования»

38. Практическое занятие № 16. Решить задачи по теме «Вычисление результатов комплексонометрических определений»

39. Практическое занятие № 17. Произвести расчета хроматограмм различными методами.

40. Лабораторная работа № 23. Фотометрическое определение железа в питьевой воде.

41. Лабораторная работа № 24. Потенциометрическое определение содержания кислоты и щелочи.

5. Информационные источники

Приложение 1 - Оформление лабораторной работы

**Пояснительная записка**

Методические указания (рекомендации) составлены в соответствии с рабочей программой дисциплины «Аналитическая химия» для специальностей 18.02.06 Химическая технология органических веществ ГАПОУ СО «ННХТ».

Целью лабораторного практикума является экспериментальное ознакомление с основными классами органических соединений и методами  
эксперимента, усвоение правил техники безопасной работы в химической  
лаборатории.  
 Перед тем как приступить к выполнению лабораторной работы, сле-  
дует внимательно изучить методику выполнения опытов и обратить особое  
внимание на вопросы техники безопасности.  
Описание лабораторной работы ведется в процессе ее выполнения  
или сразу же после окончания. В отчете должно быть записано уравнение  
происходящей реакции с указанием условий проведения, описан прибор,  
обязательно отражено, происходило ли в ходе реакции появление или ис-  
чезновение окраски или осадка, выделение газа, самопроизвольное повы-  
шение температуры и т. д., как контролировалось течение реакции, как оп-  
ределялся ее конец.  
После каждой лабораторной работы предлагаются контрольные вопросы и задачи, которые студенту необходимо выполнить в письменном  
виде

Практические работы по дисциплине «Органическая химия» предназначены для закрепления теоретических знаний студентов и приобретения практических навыков в решении различных ситуационных задач, которые могут быть использованы в будущей практической деятельности:

- обобщение, систематизацию, углубление, закрепление, развитие и детализацию полученных теоретических знаний по конкретным темам учебной дисциплины;

- формирование умений применять полученные знания на практике, реализацию единства интеллектуальной и практической деятельности;

- формирование и развитие умений: наблюдать, сравнивать, сопоставлять, анализировать, делать выводы и обобщения, самостоятельно вести исследования, пользоваться различными приемами измерений, оформлять результаты в виде таблиц, схем, графиков;

- приобретение навыков работы с различными приборами, аппаратурой, установками и другими техническими средствами для проведения опытов;

Результатом освоения программы дисциплины: аналитическая химия явля-ется овладение профессиональными (ПК ) компетенциями.

В результате их выполнения, обучающийся должен:

**уметь:**

- подбирать условия проведения качественного анализа в соответствии с чувствительностью и специфичностью аналитических реакций;

- подбирать условия, необходимые для изменения скорости аналитической реакции и равновесия обратимых реакций;

-рассчитывать концентрацию ионов в растворах слабых и сильных электролитов;

-проводить осаждение ионов;

- проводить дробное осаждение ионов;

- определять степень насыщения растворов;

- проводить расчет рН растворов сильных и слабых электролитов;

- проводить расчеты с целью приготовления буферных растворов;

-рассчитывать концентрацию комплексных ионов в растворе комплексной соли;

- проводить качественный анализ катионов;

- проводить качественный анализ анионов.

-выбирать оптимальный метод анализа;

-проводить расчеты, необходимые для выполнения гравиметрического анализа;

-проводить гравиметрический анализ органических и неорганических веществ;

-проводить метрологическую обработку данных;

- выбирать оптимальный метод титриметрического анализа;

- проводить расчет концентрации раствора;

- проводить приготовление растворов и реактивов;

-проводить титриметрический анализ органических и неорганических веществ различными методами и способами;

проводить расчет результатов титриметрического анализа.

**знать:**

- правила хранения, использования, утилизации химических реактивов;

-методы качественного анализа;

- условия проведения аналитических реакций;

- аналитическую классификацию ионов;

- законы действия масс;

- теорию электролитической диссоциации;

- кислотно-основныхесвойства веществ;

- способы расчета рН растворов;

- характеристики комплексных соединений;

- способы обнаружения катионов;

- способы обнаружения анионов.

- сущность гравиметрического анализа;

- технику выполнения гравиметрического анализа;

- основные операции гравиметрического анализа;

- область применения гравиметрического анализа;

- сущность титриметрического анализа;

- способы выражения концентрации;

- правила приготовления стандартных и стандартизованных растворов;

- методы и способы титриметрического анализа;

- этапы обработки данных титриметрического анализа;

- метрологические характеристики методик;

**обладать общими компетенциями**

ОК 01. Выбирать способы решения задач профессиональной деятельности, применительно к различным контекстам.

ОК 02. Осуществлять поиск, анализ и интерпретацию информации, необходимой для выполнения задач профессиональной деятельности.

ОК 03. Планировать и реализовывать собственное профессиональное и личностное развитие.

ОК 04. Работать в коллективе и команде, эффективно взаимодействовать с коллегами, руководством, клиентами.

ОК 05. Осуществлять устную и письменную коммуникацию на государственном языке с учетом особенностей социального и культурного контекста.

ОК 06. Проявлять гражданско-патриотическую позицию, демонстрировать осознанное поведение на основе традиционных общечеловеческих ценностей.

ОК 07. Содействовать сохранению окружающей среды, ресурсосбережению, эффективно действовать в чрезвычайных ситуациях.

ОК 10. Пользоваться профессиональной документацией на государственном и иностранном языке

**обладать профессиональными компетенциями**:

ПК 1.1. Оценивать соответствие методики задачам анализа по диапазону измеряемых значений и точности.

ПК 1.2. Выбирать оптимальные методы анализа.

ПК 1.3. Подготавливать реагенты, материалы и растворы, необходимые для анализа.

ПК 1.4 Работать с химическими веществами и оборудованием с соблюдением отраслевых норм и экологической безопасности.

ПК 2.1. Обслуживать и эксплуатировать лабораторное оборудование, испытательное оборудование и средства измерения химико-аналитических лабораторий.

ПК 2.2. Проводить качественный и количественный анализ неорганических и органических веществ химическими и физико-химическими методами.

ПК 2.3. Проводить метрологическую обработку результатов анализов..

производственную деятельность лаборатории и оценивать экономическую эффективность работы.

Методические указания (рекомендации) дают возможность студентам изучить методы и пути обеспечения безопасных условий труда на производстве, эксплуатации технологического оборудования, научиться работать с различной литературой и методическими пособиями.

**2. Внутренний распорядок и безопасные методы работы в лаборатории**

**1. Общие требования безопасности**

1.1 Рационально строить свою работу.

1.2 Все работы вести точно и аккуратно.

1.3 Соблюдать все меры предосторожности при работе с ядовитыми, взрывоопасными и огнеопасными веществами.

1.4 Не загромождать свое рабочее место ненужными предметами.

1.5 Немедленно убирать с пола осколки разбитой посуды, пролитые жидкости или жиры.

1.6 Осторожно обращаться с легко-воспламеняющими, горячими и взрывоопасными веществами. При случайных проливах огнеопасных жидкостей необходимо выключить нагревательные приборы, спиртовки, место пролива жидкости засыпать песком или собрать тряпкой, затем тряпки и песок удалить, а место, где была пролита жидкость, хорошо промыть водой.

1.7 Нельзя хранить на рабочем месте, какие – либо вещества неизвестного происхождения.

1.8 Нельзя хранить и применять пищу на рабочем месте.

1.9 К работе в лаборатории органической химии допускаются  
лишь студенты, проведшие инструктаж по технике безопасности.  
 Инструктаж проводится преподавателем на первой вводном заня-  
тии.  
 Во время работы в лаборатории студенты обязаны неукосни-  
тельно выполнять правила техники безопасности. Студент, нару-  
шивший правила, немедленно отстраняется от лабораторных заня-  
тий и допускается к работе лишь после повторного инструктажа.

**2. Требования безопасности перед началом работы**

2.1. В лаборатории разрешено находится в белом халате и медицинской шапочке, во второй обуви

2.2. Дежурные студенты принимают химическую лабораторию у предыдущей группы.

2.3. Внимательно прочитать инструкцию к выполнению данной работы и продумать последовательность операций.

2.4. Предварительно подробно ознакомиться с проведением химического опыта и хорошо понять химизм процессов, которые предстоит изучить на практике.

2.2. Тщательно проверить, имеется ли все необходимое для проведения данной работы.

**3. Требования безопасности во время работы**

3.1. При работе с реактивами необходимо: реактивы закрывать пробкой или крышками. Если на склянке или банке нет этикетки, нельзя применять реактив.

3.2. Нельзя выливать или засыпать реактив обратно в склянку.

3.3. Применять реактивы следует в той концентрации и том количестве, которое указано в методическом указании.

3.4. Нельзя работать с грязной посудой.

3.5. Нельзя пробовать вещества на вкус.

3.6. Нюхать вещества, можно направляя к себе движением руки струю газа или пара, держа отверстие сосуда с веществом на некотором расстоянии от лица.

3.7. С сильно пахнущими веществами следует работать в вытяжном шкафу.

3.8. При растворении кислот наливают кислоту в воду, а не наоборот.

3.9. Не наклоняться над сосудом с кипящей жидкостью.

3.10. Нагревать жидкость в пробирке следует с верхних слоев, постепенно прогревая всю пробирку. Пробирку следует держать так, чтобы отверстие было направлено в сторону от себя и соседей, вдоль рабочего стола.

3.12. Нельзя путать крышки от склянок с разными веществами - это загрязняет реактивы.

3.13. Зажигать спиртовку следует спичками, ни в коем случае зажигалками или другой горящей спиртовкой. Нельзя перемещать горящую спиртовку.

3.14 Получив задание на работу, необходимо ознакомиться с ха-  
рактеристиками веществ, используемых в синтезе, правилами тех-  
ники безопасности при работе с ними и составить обстоятельный  
план работы.

3.15 Студент может приступать к выполнению работы  
только с разрешения преподавателя после утверждения им плана  
работы и (если возникает необходимость) проведенных расчетов.  
 3.16 Производить в лаборатории, какие бы то ни было действия, не  
связанные с выполнением практикума, запрещается.

3.17 Перед началом каждой операции необходимо тщательно  
осмотреть аппаратуру, посуду, убедиться в их исправности, пра-  
вильности сборки установки и соответствии взятых реактивов с  
веществами, указанными в описании синтеза.  
 3.18 При проведении работ при повышенной температуре необхо-  
димо собирать прибор так, чтобы можно было быстро и безопасно  
убрать нагревательный прибор и охладить нагретую поверхность.  
 3.19 Оставлять без присмотра работающую установку ***категориче-***  
***ски запрещается***. Закончив работу, нужно обязательно убрать свое  
рабочее место, тщательно вымыть посуду и сдать рабочее место  
дежурному студенту или лаборанту. Оставлять полупродукты и ре-  
акционные смеси до следующего занятия можно только в посуде с  
четкой этикеткой с указанием фамилии исполнителя, группы, даты  
и названия содержимого.  
 3.20 В целях обеспечения безопасности работы необходимо также  
быть внимательным к соседу, работающему рядом, знать – с каки-  
ми веществами он работает и какие операции выполняет.  
 3.21 Во время работы в лаборатории необходимо соблюдать чисто-  
ту и порядок, не загромождать рабочее место посудой, бумагой и  
реактивами. ***Категорически запрещается*** бросать бумагу, битое  
стекло и другие твердые вещества в раковины, а также сливать в  
раковины органические вещества, концентрированные растворы  
кислот и щелочей: для этого в лаборатории имеются специальные  
емкости.  
 3.22 Обо всех замеченных неисправностях электропроводки, при-  
боров необходимо немедленно сообщать преподавателю.

3.23 Находясь в лаборатории, необходимо бережно и аккуратно относиться к  
имуществу лаборатории, приборам, посуде. Не допускать попада-  
ния химических веществ на рабочий стол и пол. Если все-таки ве-  
щество пролито или рассыпано, необходимо немедленно сообщить  
об этом преподавателю и под его контролем собрать вещество и  
провести соответствующую обработку испорченной поверхности.

**4. Требования безопасности в аварийных ситуациях**

4.1. Перед проведением очередного занятия в лаборатории преподаватель должен повторить указания о мерах предосторожности, которые необходимо соблюдать при использовании в данных опытах тех или иных реактивов.

4.2. При ранении стеклом нужно убедиться, что в ранке не осталось стекла, быстро протереть ранку ваткой, смоченной спиртом, смазать йодом и забинтовать.

4.3. При термических ожогах на обожженное место следует приложить бинт, смоченной холодной водой и обратиться в медицинский пункт колледжа.

4.4. В случае ожога лица, рук кислотой или щелочью немедленно обмыть пораженное место большим количеством воды, При попадании кислоты или щелочи в глаза необходимо промыть их большим количеством воды и обратиться в медицинский пункт колледжа.

4.5. При необходимости пострадавшего после оказания первой помощи доставить в поликлинику.

**5. Требования безопасности по окончанию работы**

5.1. После окончания работы привести в порядок рабочее место, вымыть посуду, которая использовалась в химическом анализе, и сдать его лаборанту, дежурному или преподавателю. Посуда должна быть чисто вымыта и ополоснута дистиллированной водой.

5.2. Нельзя выливать в раковину отходы реактивов, вредные, пахучие вещества, для этого имеются специальные банки «Слив реактивов».

5.3 Уходящий из лаборатории последним обязан проверить: вы-  
ключены ли вода, электроприборы и вытяжная вентиляция **во всей**  
**лаборатории**.

**3. Основные сведения об оборудовании и методах, используемых при проведении органических синтезов разделении и очистке веществ.**

**2.1Химическая посуда**  
В лаборатории органической химии большинство химических  
реакций и операций по разделению и очистке веществ проводится в  
стеклянных приборах и посуде. Наиболее часто используют следу-  
ющую стеклянную посуду (см. рис. 1):  
***Стаканы (1)*** применяют как вспомогательную посуду при ра-  
боте только с водными растворами. Нагрев или проведение процес-  
сов, сопровождающихся разогреванием, можно проводить только в  
тонкостенных стеклянных или фарфоровых стаканах.  
***Конические колбы (2)*** (колбы Эрленмейера) – используют при  
работе с органическими растворами.

Колбы плоскодонные (3) при-  
меняют обычно для хранения химических веществ и растворов.  
Помните: колбы плоскодонные и конические нельзя применять для  
работы в вакууме!  
***Колбы для отсасывания (4)*** (колбы Бунзена) – изготавливают  
толстостенными и применяют только для фильтрования растворов  
под вакуумом водоструйного насоса.  
***Конические воронки (5а)*** применяют для заливания жидко-  
стей в узкие отверстия. Для фильтрования в органической лабора-  
тории не используются!  
***Воронки Бюхнера (56)*** применяют с бумажным фильтром для  
отделения твердых веществ от жидкостей фильтрованием в вакуу-  
ме.  
***Фильтры Шотта (5в)*** стеклянные цилиндрические воронки  
с впаянными пористыми пластинами. Используют для фильтрова-  
ния сильнокислых растворов.  
***Капельные воронки (6)*** служат для постепенного прибавления  
жидкости в процессе реакции. Делительные воронки (7) служат для  
разделения несмешивающихся жидкостей и для экстракции.  
***Колбы круглодонные (8)*** применяют для нагревания веществ  
  
при повышенной температуре и работ под вакуумом.  
***Двух-, трех - и четырехгорлые колбы (9)*** применяют при  
проведении операций и синтезов, в том числе и при нагревании,  
когда необходимо одновременно производить перемешивание, из-  
мерение температуры реакционной массы, постепенное прибавле-  
ние каких-либо веществ в ходе реакции и т.п.  
***Перегонные колбы Вюрца (10)*** применяют для перегонки  
жидкостей при атмосферном давлении. Перегонные колбы Кляйзе-  
на (11) применяют для перегонки жидкостей в вакууме. Перегон-  
ные колбы с дефлегматором (12) применяют для более эффектив-  
ного разделения жидкостей с близкими температурами кипения  
(дефлегматор работает на основе принципа ректификации).  
***Прямой холодильник (холодильник Либиха) (13)*** применяют  
для перегонки низкокипящих жидкостей (т. кип. ниже 150° С).  
***Воздушный холодильник (14)*** – используют при перегонки  
высококипящих жидкостей (т. кип. выше 150° С).  
***Обратный шариковый холодильник (15)*** используют при ки-  
пячении, длительном нагревании всех жидкостей, а также при лю-  
бом нагревании низкокипящих жидкостей (т.кип. ниже 150° С).  
***Хлоркальциевые трубки (16)*** применяют с влагопоглощаю-  
щим (обычно прокаленный хлористый кальций) наполнителем для  
предотвращения взаимодействия содержимого колбы с атмосфер-  
ной влагой.  
***Алонжи (17)*** применяют для соединения наклонного холо-  
дильника с приемником.  
***Пауки (18)*** применяют при фракционной вакуумной перегон-  
ке жидкостей.  
***Форштоссы (двурогие, трехрогие) (19)*** применяют для уве-  
личения числа вводов в реакционную колбу.  
***Насадки Вюрца (20), Кляйзена (21), дефлегматоры (22),***  
присоединенные к круглодонным колбам (8), позволяют использо-  
вать последние в качестве колб Вюрца (10), Кляйзена (11) или колб  
для фракционной перегонки (12).  
**Помните:** многие отсутствующие виды посуды при некоторой  
изобретательности могут быть заменены несложными конструкци-  
ями из имеющейся посуды.  
**17**  
**2.2. Основные правила сборки приборов** **из стеклянной посуды и работы с ними**  
Соединение стеклянных деталей осуществляется при помощи  
резиновых пробок, резиновых шлангов, а также с помощью шлифов  
(при наличии посуды со шлифами). Детали установки монтируют  
на штативах и стендах с помощью лапок, зажимов, колец.  
***Соединение деталей*** всегда должно быть плотным и исклю-  
чающим подтекание жидкостей или газов (при работе в вакууме) в  
местах соединений.  
Резиновые пробки и шланги разрушаются под действием  
сильных кислот и галогенов, набухают при контакте с органиче-  
скими растворителями. Кроме того, органические вещества извле-  
кают из пробок растворимые соединения и загрязняются ими. По  
возможности необходимо производить соединение таким образом,  
чтобы исключить непосредственный контакт жидкостей с местом  
соединения. При соединении на пробках конец входящей в пробку  
детали должен выступать из пробки на 20-25 мм (рис. 2), тогда сте-  
кающая жидкость не будет касаться пробки. (В отдельных случаях  
пробку может заменить короткий отрезок гладкой резиновой труб-  
ки соответствующего диаметра).  
Наиболее удобна в работе стеклянная посуда с нормальными  
(конусными) шлифами (конусные шлифы подразделяются по мак-  
симальному диаметру, чаще всего используются шлифы с макси-  
мальным диаметром 14.5, 19 и 29 мм) (рис. 3). Детали с различаю-  
щимися по диаметру шлифами соединяют с помощью переходов  
(рис. 4). Кроме того, бывают плоские, цилиндрические и шаровые  
шлифы.  
При использовании шлифов необходимо помнить о том, что  
сильнощелочные растворы быстро разъедают стекло, особенно раз-  
витую поверхность шлифа, и шлифованные соединения "заедает".

Для разъединения такого соединения нужно осторожно постучать  
по диаметру шлифа, смочить шлиф растворителем и осторожно по-  
пытаться, раскачивая керн шлифа, разъединить его.  
При соединении с помочью пробок вначале вставляют трубку  
в отверстие пробки вращательными движениями, предварительно  
смазав внутреннюю часть пробки и трубку глицерином, а затем  
вставляют пробку с трубкой в отверстие другой детали, также при-  
меняя вращательные движения. Вставляя трубку в пробку или  
шланг, необходимо держать ее пальцами как можно ближе к тому  
месту, которое вставляется, иначе можно сломать трубку и пора-  
нить руки. Гораздо легче надевается шланг, предварительно вы-  
держанный некоторое время в толуоле или кипящей воде.  
При сборке прибора на пробках для работы в вакууме пробку  
смазывают в центральной части небольшим количеством вазелина  
или вакуумной смазки, вращением добиваясь образования сплош-  
ного кольца смазки по месту соединения пробки с внутренней по-  
верхностью отверстия.  
При работе при атмосферном давлении с соединениями на  
пробках ***нельзя*** употреблять смазку, т. к. пробка будет выскальзы-  
вать из отверстия. Перед сборкой приборов на шлифах, как при ра-  
боте в вакууме, так и при атмосферном давлении, шлифы необхо-  
димо смазывать. Небольшое количество смазки наносят узким  
кольцом на центральную часть керна, и, соединив керн с муфтой,  
**20** легким вращением равномерно распределяют смазку до образова-  
ния прозрачного кольца.  
***Сборка прибора и крепление его деталей*** всегда необходимо  
начинать с "головы", то есть с колбы, в которую первоначально за-  
гружают вещество. Во всех случаях высота крепления колбы долж-  
на быть такой, чтобы в ходе операции (синтез, перегонка и т. п.)  
под колбу можно было свободно поставить и убрать плитку (баню),  
а также изменить расстояние между колбой и плиткой.  
Все приборы, за исключением приборов для перегонки, необ-  
ходимо крепить на одном штативе.  
Между металлической поверхностью лапок, зажимов, колец и  
стеклянными деталями всегда должны быть резиновые или кожа-  
ные прокладки.  
Колбу крепят лапкой или зажимом за верхнюю часть горла.  
При горизонтальном или наклонном креплении деталей (холодиль-  
ников и т. п.) неподвижная часть зажима лапки помещается обяза-  
тельно снизу, закрепляемая деталь должна на ней лежать без  
напряжений. Чтобы избежать поломки стеклянной детали при за-  
креплении, необходимо вначале рукой зажать лапку (зажим) и за-  
крутить барашек на зажиме до упора (без усилия!). Каждая деталь  
прибора должна быть закреплена, нельзя крепить детали просто  
надеванием на пробку (шлиф).  
**2.3. Некоторые общие требования к приборам** **и правила работы с ними**  
Перед сборкой прибора проверьте целостность используемой  
стеклянной посуды. Запрещается пользоваться посудой с отбитыми  
краями, трещинами и т. п.  
Перед сборкой прибора, а также после его сборки, подумайте,  
позволяет ли конструкция прибора, расположение деталей осу-  
ществлять все необходимые в ходе работы операции (прибавление  
реактивов, измерение и регулирование температуры реакционной  
массы, смену приемников и т.п.).  
Загружать вещество в прибор разрешается только после его  
полной сборки.  
Во всех случаях нельзя заполнять колбы более чем на 2/3 их  
объема. При работе при атмосферном давлении любой прибор ***обя-***  
***зательно*** должен иметь сообщение с атмосферой.  
Холодильник подключают таким образом, чтобы перемеще-  
ние воды в рубашке было противоположно направлению движения  
конденсируемой жидкости.  
Разборку прибора производят в порядке, противоположном  
сборке.  
Шланги, которые не удается легко снять при разборке прибо-  
ра, лучше срезать, так как при снятии прилипшего к стеклу шланга  
можно сломать стекло и поранить руки.  
Особое внимание следует обратить на мытьё химической по-  
суды. Стеклянную посуду целесообразнее мыть сразу же после ис-  
пользования, иначе со временем осадки и налеты реакционной мас-  
сы стареют, и их отмывание становится весьма затруднительно.  
Растворители для мытья следует подбирать соответственно типу загрязнений: кислые осадки отмывают разбавленными растворами  
соды или щелочи, основные – разбавленными минеральными кис-  
лотами. Особенно эффективны хромовая смесь и спиртовый рас-  
твор гидроксида калия. В некоторых случаях оправдано использо-  
вание органических растворителей. Твердые остатки, прочно при-  
ставшие к стенкам, можно удалить щеткой (ершом). После мытья  
посуду ополаскивают водой (по хорошо промытой стеклянной по-  
верхности вода стекает сплошной пленкой) или, для ускорения  
процесса сушки, ацетоном (под тягой, вдали от нагревательных  
приборов!). В последнем случае для полного высушивания доста-  
точно продуть посуду воздухом из резиновой груши.  
Мелкую посуду сушат в сушильном шкафу при 100 – 110° С, а  
крупную – просто на воздухе.

**4. Практические занятия /лабораторные работы**

**Практическое занятие № 1**

**Решить задачи на тему «Чувствительность аналитических реакций»**

Чувствительность аналитических реакций определяет возможность обнаружения вещества (ионов, молекул) в растворе. Количественно

чувствительность реакции характеризуется: предельным разбавлением Vlim,

предельной концентрацией clim (cmin), минимальным объемом предельно

разбавленного раствора Vmin, пределом обнаружения (открываемым ми-

нимумом) т, показателем чувствительности рсmin.

Предельное разбавление Vlim (Vпред) – максимальный объем раствора,

в котором может быть однозначно обнаружен один грамм данного вещест-

ва при помощи данной аналитической реакции. Предельное разбавление

выражается в мл/г.

Предельная концентрация clim (cmin) – наименьшая концентрация, при

которой определяемое вещество может быть обнаружено в растворе дан-

ной аналитическое реакцией. Предельная концентрация выражается в г/мл.

Предельная концентрация и предельное разбавление связаны соотношением

Clim=1/ Vlim (1.1)

или

Сmin=1/ Vпред (1.2)

Иногда (особенно в старой литературе) предельную концентрацию

называют чувствительностью реакции и выражают в мкг/мл.

Минимальный объем предельно разбавленного раствора Vmin - наименьший объем анализируемого раствора, необходимый для обнаружения

дорываемого вещества данной аналитической реакцией. Выражается в мл.

Предел обнаружения (открываемый минимум) т (в мкг) — наименьшая масса определяемого вещества, однозначно открываемого данной аналитической реакцией в минимальном объеме предельно разбавленного раствора. Выражается в мкг (1 мкг= 10-6 г), иногда обозначаемых греческой буквой γ (гамма): 1 мкг = 1 γ.

Нетрудно видеть, что

M= c limVmin 106= Vmin106/ Vlim (1.3)

Показатель чувствительности аналитической реакции опрёделяется

Pclim=- lg clim=- lg( 1/ Vlim)= lgVlim . (1.5)

Аналитическая реакция тем чувствительнее, чем меньше ее открываемый минимум, минимальный объем предельно разбавленного раствора чем больше предельное разбавление.

Пример. Вычислить предельную концентрацию и предельное разбавление раствора соли Pb2+, если открываемый минимум Pb2+- 0,15 мкг, а

минимальный объем раствора, необходимый для открытия свинца в виде

хромата, равен 0,03 см3.

Решение

Clim=1/ Vlim

Clim= cmin

Cmin= m/ Vmin\*106=0,15/0,03\*106=1/200000, г/см3

V lim=V пред=1/ сlim=1/с пред=1/ сmin=200000 см3/г.

1. Вычислить предельное разбавление и минимальную концентрацию, если открываемый минимум соли натрия, определяемой в виде цинк-уранил ацетата, составляет 12,5 мкг, а минимальный объем-0,05 см3 .

2. Микрокристаллоскопическая реакция на ион М g2+ в виде соли

MgNH4PO4 удается с предельно разбавленным раствором, содержащим

1,2 ∙ 105 г/см3 М g 2+. Минимальный объем- 0,001 см 3. Найти открываемый

минимум.

3 Реакция ионов серебра с иодидом калия удается при разбавлении

75000 см3/г. Открываемый минимум равен 0,13 мкг. Каков минимальный

объем исследуемого раствора?

4. Реакция на SО42- с хлоридом кальция удается при наличии 0,21 мкг

определяемого иона в объеме 0,02 см3. При каком разбавлении возможна

эта реакция?

5. Открываемый минимум ионов Zn2+ в виде соли Zn[Hg(CNS)4] равен

0,1 мкг. Минимальный объем исследуемого раствора - 0,005 см3. Найти

предельное разбавление.

6. Вычислить минимальный объем соли С u2+ в виде соли Сu[Fе(СN)6],

если открываемый минимум равен 0,02 мкг, а предельное разбавление рас-

твора 2 500 000 см3/г.

7. Капельная реакция на никель с диметилглиоксимом позволяет об-

наружить 0,0625 мкг никеля в капле, объемом 0,05 см3. Вычислить пре-

дельное разбавление.

8. Минимальный объем раствора, необходимый для открытия NН 4 ре-

активом Hесслера, равен 5 см3. Вычислить открываемый минимум, если

предельное разбавление ионов NН 4 в растворе составляет 20 000 000 см3/г.

9. Ион РО43- определяется из 0,005 М раствора фосфата натрия действием ацетата свинца в объеме 0,003 см3. Рассчитать открываемый минимум

иона РО43-.

10. B дм3 воды содержится 0,5 г С u2+. Открываемый минимум иона С u2+

с гидроксидом аммония - 0,2 мкг. Рассчитать минимальный объем раствора, содержащего открываемый минимум определяемого иона.

11. Открываемый минимум ионов Р b2+ c KJ в уксуснокислой среде 0,07

мкг в объеме 0,05 см3. Вычислить предельную концентрацию и предельное

разбавление исследуемого раствора.

12 Ион Аg+ с хроматом калия определяется из объема 0,001 см3 0,02 М

раствора нитрата серебра. Найти предельное разбавление и открываемый

минимум исследуемого раствора.

13 Открываемый минимум реакции иона калия с кобальтинитритом на-

трия составляет 0,12 мкг. Предельная концентрация раствора равна 1:8000

г/см3. Вычислить минимальный объем.

14 Чему равен открываемый минимум реакции обнаружения иона каль-

ция в виде оксалата, если она удается с 0,001 см3 0,001 М раствора хлорида

кальция?

15. Вычислить Vmin для реакции иона CrO42- с карбазидом, если открываемый минимум этой реакции - 0,25 мкг, а предельная концентрация -1/2∙10-5 г/см3.

16. Предельная концентрация иона CNS- в реакции с нитроном состав-

ляет 1:1000 г/см3, минимальный объем - 0,001 см3. Найти открываемый

минимум.

**Практическое занятие № 2**

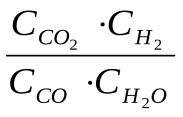
**Решить задачи на тему «Химическое равновесие»**

**Пример 1.** Константа равновесия гомогенной системы

СО (г)+Н2О (г) ↔СО2(г)+Н2(г)

при 850°С равна 1. Вычислите концентрации всех веществ при равновесии, если исходные концентрации: (https://studfiles.net/html/2706/217/html_X_1oWI2CGi.EZFJ/img-6eX1a3.png)*исх.*=З моль/л, (https://studfiles.net/html/2706/217/html_X_1oWI2CGi.EZFJ/img-uDwRYk.png)*исх.*=2 моль/л.

**Решение.**При равновесии скорости прямой и обратной реакции равны, а отношение констант этих скоростей называется константой равновесия данной системы и выражается через равновесные концентрации участников реакции следующим образом:

К*равн.* = 

В условии задачи даны исходные концентрации тогда как в выражение К*равн.* входят только равновесные концентрации всех веществ системы. Предположим, что к моменту равновесия концентрации (https://studfiles.net/html/2706/217/html_X_1oWI2CGi.EZFJ/img-DnrkU5.png)*равн.*== *х*моль/л. Согласно уравнению реакции:

*х моль х моль х моль х моль*

СО (г)+Н2О (г) ↔СО2(г)+Н2(г)

*1моль 1моль 1моль 1моль*

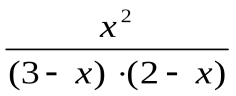
число молей образовавшегося водорода при этом будет также *х* моль/л. По столько же молей (*х* моль/л) СО и Н2О расходуется для образования по *х* молей СО2 и Н2. Следовательно, равновесные концентрации всех четырех веществ будут:

(https://studfiles.net/html/2706/217/html_X_1oWI2CGi.EZFJ/img-yM7R1e.png)*равн.*= (https://studfiles.net/html/2706/217/html_X_1oWI2CGi.EZFJ/img-tTdMCc.png)*равн.*= *х* моль/л;

(https://studfiles.net/html/2706/217/html_X_1oWI2CGi.EZFJ/img-dvzFDl.png)*равн.*= (*З — х*) моль/л;

(https://studfiles.net/html/2706/217/html_X_1oWI2CGi.EZFJ/img-TDO0lO.png)*равн.* = (*2 — х*) моль/л.

Зная константу равновесия, находим значение *х*, а затем и исходные концентрации всех веществ:

1 = ,

Отсюда *х* = 1,2 моль/л. Таким образом, равновесные концентрации участников реакции:

(https://studfiles.net/html/2706/217/html_X_1oWI2CGi.EZFJ/img-BWa29z.png)*равн.*= (https://studfiles.net/html/2706/217/html_X_1oWI2CGi.EZFJ/img-_tPc3i.png)*равн.*=1,2 моль/л; (https://studfiles.net/html/2706/217/html_X_1oWI2CGi.EZFJ/img-QhA4tY.png)*равн.*= (З — 1,2) = 1,8 моль/л;

(https://studfiles.net/html/2706/217/html_X_1oWI2CGi.EZFJ/img-6Srny3.png)*равн.* = (2 — 1,2) = 0,8 моль/л.

**Пример 2.** Эндотермическая реакция разложения пентахлорида фосфора протекает по уравнению

РСl5 (г) ↔РСl3 (г) + С12 (г);∆H*х.р.* = + 92,59 кдж.

Как надо изменить: а) температуру; б) давление; в) концентрацию, чтобы сместить равновесие в сторону прямой реакции — разложения РСl5?

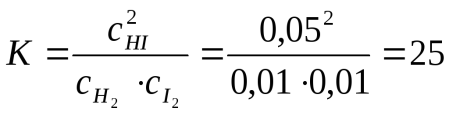
**Решение.** Смещением или сдвигом химического равновесия называют изменение равновесных концентраций реагирующих веществ в результате изменения одного из условий реакции. Направление, в котором сместилось равновесие, определяется по принципу Ле Шателье:

а) так как реакция разложения РСl5 эндотермическая (∆Н*х.р.*>0), то для смещения равновесия в сторону прямой реакции нужно повысить температуру; б) так как в данной системе разложение РСl5 ведет к увеличению объема (из одной молекулы газа образуются две газообразные молекулы), то для смещения равновесия в сторону прямой реакции надо уменьшить давление;

в) смещения равновесия в указанном направлении можно достигнуть как увеличением концентрации РСl5 так и уменьшением концентрации РСl3 или С12.

**Пример 3.** Равновесие в системе H2(г)+ I2(г)↔ 2HI(г) установилось при следующих концентрациях участников реакции: HI – 0,05 моль/л, водорода и иода – по 0,01моль/л. Как изменятся концентрации водорода и иода при повышении концентрации HI до 0,08моль/л?

**Решение.** Зная равновесные концентрации участников реакции, можно рассчитать константу равновесия данной реакции:

;

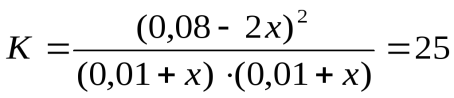
При повышении концентрации HI до 0,08моль/л равновесие сместится в обратном направлении, т.е.более интенсивно начнет протекать обратная реакция

*хмоль хмоль 2хмоль*

H2(г)+ I2(г)↔ 2HI(г)

*1моль 1моль 2моль*

Если убыль HI к моменту достижения нового состояния равновесия принять равной *2х* моль, то прирост концентраций Н2 и I2 к этому моменту составит *х* моль; подставив новые равновесные концентрации в выражение для константы равновесия, получим:

, откуда *х* = 0,004,

и новые равновесные концентрации Н2 и I2 составят (0,01+0,004) = 0,014 моль/л.

**Практическое занятие № 3**

**Решить задачи на тему «Ионное равновесие»**

**Ионные равновесия в растворах сильных кислот и оснований**   
1. Рассчитайте рН 0.01 М водного раствора азотной кислоты. Примите, что азотная кислота в растворе диссоциирована полностью.

(2)   
2. В 0.1 М водном растворе хлороводородной кислоты объемом 1 л содержится 5.48 ∙ 1022 хлорид-ионов. Рассчитайте степень диссоциации и рН такого раствора.

(91 %, 1.04)   
3. Рассчитайте концентрацию ионов водорода и значение рН 0.1 М водного раствора гидроксида натрия. Примите, что гидроксид натрия в растворе диссоциирован полностью. Ионное произведение воды 1 ∙ 10–14.

(10–13 моль / л, 13)  
4. Рассчитайте значение рН 0.01 М водного раствора гидроксида бария. Примите, что гидроксид бария диссоциирован полностью по обеим ступеням.

(12.3)   
5. Рассчитайте значение рН водного раствора соляной кислоты концентрацией 10–8 моль / л. Степень диссоциации кислоты в указанном растворе равна 100 %. Обсудите результаты точного и приближенного расчетов.

(6.96)   
6. К 2 л воды прибавлено 2 мл 72 % (масс.) раствора азотной кислоты (плотность 1.43 г / см3). Рассчитайте рН раствора.

(1.79)

**Ионные равновесия в растворах слабых кислот и оснований**   
1. В водном растворе муравьиной кислоты концентрацией 0.5 моль / л равновесная концентрация ионов водорода равна 10–2 моль / л. Рассчитайте значение константы диссоциации муравьиной кислоты.

(2 ∙ 10–4)  
2. Константа диссоциации хлорноватистой кислоты при температуре 25 °С равна 2.8 ∙ 10–8. Рассчитайте степень диссоциации кислоты в растворе концентрацией 0.01 моль / л.

(1.67 ∙ 10–3)  
3. Константа диссоциации трихлоруксусной кислоты Cl3CCOOH при температуре 25 °С равна 0.2. Рассчитайте концентрацию ионов водорода в растворе трихлоруксусной кислоты концентрацией 0.5 моль / л.

(0.23 моль / л)  
4. Константа диссоциации муравьиной кислоты HCOOH при температуре 22 °С равна 1.8 ∙ 10–4. Рассчитайте значение рН водного раствора муравьиной кислоты концентрацией 0.5 моль / л.

(2.02)   
5. Рассчитайте концентрацию раствора уксусной кислоты, если степень диссоциации кислоты в растворе равна 1.3 % и рН раствора равен 2.88. Плотность раствора составляет 1.00 г / см3.

(0.1 моль / л)

**Ионные равновесия в растворах гидролизующихся солей**   
1. Какие из представленных ниже уравнений являются уравнениями реакции гидролиза:   
а) Na2CO3 + H2O → NaHCO3 + NaOH,

б) Mg + 2H2O → Mg(OH)2 + H2,

в) CuSO4 + 5H2O → CuSO4 ∙ 5H2O,

г) 2CuSO4 + 2H2O → Cu2(OH)2SO4 + H2SO4,

д) SO3 + H2O → H2SO4,

е) Cr2S3 + 6H2O → 2Cr(OH)3 + 3H2S,

ж) CaH2 + 2H2O → Ca(OH)2 + 2H2,

з) CaC2 + 2H2O → Ca(OH)2 + C2H2,

и) SO2Cl2 + 2H2O → H2SO4 + 2HCl,

к) Al(OH)Cl2 + H2O → Al(OH)2Cl + HCl.

(уравнения а, г, е, з, и, к)   
2. Составьте уравнения гидролиза следующих солей в молекулярной и сокращенной ионной формах: KCN, NH4Cl, ZnCl2, Na2S, Na3PO4, Al2(SO4)3.   
3. Закончите уравнения реакций совместного гидролиза солей:   
СuSO4 + Na2CO3 + H2O → Cu2(OH)2CO3 + …,

BeSO4 + NaHCO3  + H2O → BeCO3 + ...,

AlCl3 + CH3COONa + H2O → Al(OH)(CH3COO)2 + …,

Na2SiO3 + NH4Cl + H2O → ...,

FeCl3 + (NH4)2CO3 + H2O → ...,

Cr2(SO4)3 + Na2S + H2O → ...  
4 Рассчитайте значения константы гидролиза, степени гидролиза и рН 0.1 М раствора нитрата аммония при 22 °С. Ионное произведение воды равно 1 ∙ 10–14, константа диссоциации Kb (NH4OH) = 1.8 ∙ 10–5.

(5.6 ∙ 10–10, 7.5 ∙ 10–3 %, рН = 4.76)  
5 Степень гидролиза цианида натрия в 0.01 М растворе при температуре 22 °С равна 3.7 ∙ 10–2. Рассчитайте константу диссоциации циановодорода HCN при указанной температуре. Ионное произведение воды равно 1 ∙ 10–14.

(7.1 ∙ 10–10)  
6. Рассчитайте степень гидролиза и рН водного раствора формиата натрия HCOONa концентрацией 0.1 моль / л. Ионное произведение воды равно 1 ∙ 10–14, константа диссоциации Ka (HCOOH) = 2.0 ∙ 10–4.

(2.24 ∙ 10–5, 8.35)

**Ионные равновесия в буферных растворах**   
1. В 1 л раствора содержится 3.0 г уксусной кислоты и 4.1 г ацетата натрия. Рассчитайте рН этого раствора. Константа диссоциации Ka (СH3COOH) = 1.8 ∙ 10–5.

(4.74)   
2. К 1 л 0.1 М раствора аммиака добавлено 10.7 г кристаллического хлорида аммония. Константа диссоциации Kb (NH4OH) = 1.8 ∙ 10–5. Рассчитайте рН полученного раствора.

(8.95)   
3. К 0.5 л 0.1 н. водного раствора синильной кислоты добавлено 0.05 моль цианида натрия. Рассчитайте значение рН раствора. Константа диссоциации Ka(HCN) = 7.2 ∙ 10–10. Степень диссоциации соли в растворе равна 90 %.

(рН = 9.1)  
4. К 200 мл водного раствора муравьиной кислоты концентрацией 0.3 моль / л прибавили 400 мл водного раствора формиата натрия концентрацией 0.03 моль / л. Степень диссоциации соли в растворе равна 100 %. Константа диссоциации Ka(HCООН) = 1.8 **.** 10–4. Рассчитайте значение рН раствора.

(рН = 3.07)  
5. Рассчитайте рН ацетатного буферного раствора, приготовленного из 80 мл 0.1 н. раствора уксусной кислоты и 20 мл 0.1 н. раствора ацетата натрия. Константа диссоциации кислоты Ka(СH3COOH) = 1.8 ∙ 10–5, степень диссоциации соли в растворе равна 100 %.

(рН = 4.16)  
6. Рассчитайте массу хлорида аммония, которую необходимо добавить к 0.5 л водного раствора гидроксида аммония концентрацией 0.05 моль / л, чтобы рН раствора стал равным 8. Степень диссоциации соли в растворе равна 90 %, константа диссоциации Kb(NH4OH) = 1.8 **.** 10–5.

(26.75 г)

**Гетерогенное ионное равновесие**   
1. Насыщенный раствор хромата бария содержит 1.5 · 10–5 моль соли в 1 л раствора. Рассчитайте значение произведения растворимости соли.

(2.25 · 10–10)  
2. В 1 л насыщенного водного раствора хлорида серебра содержится 1.9 · 10–3 г соли. Рассчитайте значение произведения растворимости хлорида серебра.

(1.75 · 10–10)

3. Произведение растворимости иодида серебра ПР (AgI) = 1.5 · 10–16. Рассчитайте растворимость иодида серебра (в моль / л) в воде.

(1.2 · 10–8 моль / л)  
4. Произведение растворимости бромида свинца ПР (PbBr2) = 1.6 · 10–5. Рассчитайте растворимость бромида свинца (в моль / л) в воде.

(1.6 · 10–2 моль / л)  
5. Произведение растворимости фосфата кальция ПР (Сa3(PO4)2) = 1.0 · 10–25. Рассчитайте растворимость фосфата кальция (в моль / л) в воде.

(3.9 · 10–6 моль / л)

**Направление протекания обменных ионных реакций**   
1. Проведя необходимые расчеты, покажите, что действие растворов щелочей на растворы солей меди (II) приводит к образованию осадка гидроксида меди (II). Покажите, что выпавший осадок гидроксида меди (II) растворяется в растворах сильных кислот. Kw = 1 ∙ 10–14, ПР (Cu(OH)2) = 2.2 ∙ 10–20.

(lg KC/z0 = 9.8 для осаждения,

lg KC/z0 = 4.2 для растворения)

2. Проведя необходимые расчеты, покажите, что осаждение гидроксида магния из его раствора действием раствора аммиака требует применения избытка осадителя. ПР (Mg(OH)2) = 6 ∙ 10–10, Kb (NH4OH) = 1.8 ∙ 10–5.

(lg KC/z0 = – 0.1)

3. Проведя необходимые расчеты, проанализируйте возможность растворения сульфида железа (II) в водных растворах соляной или уксусной кислот. ПР (FeS) = 5 ∙ 10–18, Ka1 (H2S) = 6 ∙ 10–8, Ka2 (H2S) = 1 ∙ 10–14, Ka (CH3COOH) = 1.8 ∙ 10–5.

(lg KC/z0 = 2.0 для HCl,

lg KC/z0 = – 2.8 для CH3COOH)

4. Выполнив необходимые расчеты, покажите, что взаимодействие растворов карбоната натрия и хлорида кальция приводит к образованию осадка карбоната кальция, причем выпадающий осадок карбоната кальция способен растворяться в растворах соляной или уксусной кислоты. ПР (CaCO3) = 5 ∙ 10–9, Ka1 (H2CO3) = 4.45 ∙ 10–7, Ka2 (H2CO3) = 4.69 ∙ 10–11, Ka (CH3COOH) = 1.8 ∙ 10–5.

(lg KC/z0 = 4.2 для осаждения,

lg KC/z0 = 4.2 для HCl,

lg KC/z0 = – 0.6 для CH3COOH)

5. Проведя необходимые расчеты, обоснуйте возможность протекания процесса каустификации соды – получения гидроксида натрия действием на раствор карбоната натрия водной взвесью гидроксида кальция. ПР (Ca(OH)2) = 5.5 ∙ 10–6, ПР (CaCO3) = 5 ∙ 10–9.

(lg KC/z0 = 1.5)

**Практическое занятие № 4**

**Решить задачи на тему «Равновесие в насыщенных растворах»**

**Практическое занятие № 5**

**Уравнять окислительно – восстановительные реакции**

**Расстановка стехиометрических коэффициентов**   
1. Расставьте стехиометрические коэффициенты в уравнениях реакций методом электронного баланса:   
CuS + O2 → CuO + SO2,

FeS2 + O2 → Fe2O3 + SO2,

KNO3 + C + S → N2 + CO2 + K2S,

CuI2 → CuI + I2 ,

(NH4)2Cr2O7 → N2 + Cr2O3 + H2O ,

KClO3 → KCl + O2 ,

KClO3 → KClO4 + KCl ,

(NH4)NO2 → N2 + H2O ,

Pb(NO3)2 → PbO + NO2 + O2 ,

NaNO3 → NaNO2 + O2 ,

AgNO3 → Ag + NO2 + O2 ,

Na2S2O3 + H2SO4 → S + SO2 + Na2SO4 + H2O ,

HNO2 → HNO3 + NO + H2O ,

K2MnO4 + H2O → KMnO4 + MnO2 + KOH ,

NO2 + H2O → HNO3 + HNO2 ,

NaOCl → NaClO3 + NaCl ,

N2H4 → N2 + NH3 ,

Ca(OH)2 + Br2 → Ca(BrO3)2 + CaBr2 + H2O ,

ClO2 + Ba(OH)2 → Ba(ClO2)2 + Ba(ClO3)2 + H2O.

2. Расставьте стехиометрические коэффициенты в уравнениях реакций методом полуреакций:  
Zn + HNO3 (разб.) → Zn(NO3)2 + NH4NO3 + H2O ,

KNO2 + KMnO4 + H2SO4 → KNO3 + K2SO4 + MnSO4 + H2O ,

PbS + HNO3 (конц.) → PbSO4 + NO2 + H2O ,

Zn + H2SO4 (конц.) → ZnSO4 + SO2 + S + H2S + H2O ,

AgNO3 + AsH3 + H2O → Ag + H3AsO4 + HNO3,

P + KIO3 + KOH → K3PO4 + KI + H2O ,

FeSO4 + Pb3O4 + H2SO4 → Fe2(SO4)3 + PbSO4 + H2O ,

P + Ba(OH)2 + H2O → PH3 + Ba(H2PO2)2 ,

Na2S2O3 + Cl2 +H2O → Na2SO4 + H2SO4 + HCl ,

KMnO4 + H2O2 + H2SO4 → MnSO4 + K2SO4 +O2 + H2O ,

Cr2(SO4)3 + H2O2 + KOH → K2CrO4 + H2O + K2SO4 ,

Pb(NO3)2 + H2S2O8 + NH4OH → PbO2 + (NH4)2SO4 + NH4NO3 + H2SO4 + H2O,

Cr2(SO4)3 + K2S2O8 + H2O → K2Cr2O7 + K2SO4 + H2SO4 ,

K2Cr2O7 + C2H5OH + H2SO4 → CH3COH + Cr2(SO4)3 + K2SO4 + H2O ,

KClO3 + C12H22O11 + H2SO4 → K2SO4 + CO2 + Cl2 + H2O ,

Sn + C6H5NO2 + HCl → C6H5NH2 + SnCl4 + H2O ,

As2S3 + HNO3 → H3AsO4 + NO2 + H2O + H2SO4 ,

KI + KIO3 + H2SO4 → I2 + K2SO4 + H2O ,

Na2SO3 + KMnO4 + H2SO4 → Na2SO4 + MnSO4 + K2SO4 +H2O,

Na2SO3 + KMnO4 + NaOH → Na2SO4 + K2MnO4 + Na2MnO4 + H2O ,

Na2SO3 + KMnO4 + H2O → Na2SO4 + MnO2 + KOH .

**Практическое занятие № 6**

**Решить задачи на тему «Комплексные соединения»**

**Равновесие комплексообразования**   
1. Концентрация нитрит-ионов в 0.1 М водном растворе К[Ag(NO2)2] равна 5.6 **.** 10–2 моль / л. Рассчитайте значение константы нестойкости комплексного иона, считая, что соль в растворе диссоциирует нацело.

(1.2 **.** 10–3)  
2. Рассчитайте массу ионов серебра, содержащихся в 1 л 0.1 М раствора хлорида диамминсеребра (I). Константа нестойкости комплексного иона равна 5.7 ∙ 10–8.

(0.122 г)  
3. Рассчитайте массу ионов серебра, находящихся в 1 л 0.1 М раствора Na3[Ag(S2O3)2], содержащем, кроме того, 25 г Na2S2O3 ∙ 5H2O. Константа нестойкости комплексного иона равна 3.5 ∙ 10–14.

(3.8 ∙ 10–11 г)  
4. Рассчитайте объем 1 М раствора аммиака, который необходимо прилить к 0.717 г хлорида серебра для полного растворения соли. Рассчитайте концентрацию ионов серебра в полученном растворе. Константа нестойкости образующегося комплексного иона [Ag(NH3)2]+ равна 5.7 ∙ 10–8.

(10 мл, 1.93 · 10–3 моль / л)  
5. Рассчитайте концентрацию ионов серебра в растворе, содержащем совместно 0.08 моль / л [Ag(NH3)2]NO3 и 0.8 моль / л аммиака. Константа нестойкости комплексного иона равна 5.7 ∙ 10–8.

(7.1 ∙ 10–9 моль / 0  
6. Рассчитайте массу хлорида натрия, которую следует добавить к 0.5 л 0.5 М раствора K[Ag(CN)2], чтобы начал выпадать осадок хлорида серебра. Константа нестойкости комплексного иона равна 1.0 ∙ 10–21. Произведение растворимости хлорида серебра равно 1.6 ∙ 10–10. При расчетах примите, что обе соли в растворе диссоциированы полностью.

(0.094 г)  
7. В 1 л раствора содержится 0.05 моль K2[Cd(CN)4] и 0.1 моль KCN. Рассчитайте, при какой начальной концентрации сульфид-иона происходит разрушение комплекса с образованием осадка сульфида кадмия. Константа нестойкости комплексного иона равна 1.4 ∙ 10–17. Произведение растворимости сульфида кадмия равно 3.6 ∙ 10–29. При расчетах примите, что обе соли в растворе диссоциированы полностью.

(5.1 ∙ 10–15 моль / л)  
8. Рассчитайте количество вещества аммиака, которое должно содержаться в 1 л 0.1 М раствора нитрата диамминсеребра (I), чтобы добавление к 1 л такого раствора 1.5 г хлорида калия не вызывало выпадение осадка хлорида серебра. Константа нестойкости комплексного иона равна 5.7 ∙ 10–8. Произведение растворимости хлорида серебра равно 1.6 ∙ 10–10. При расчетах примите, что обе соли в растворе диссоциированы полностью.

(более 1.07 моль)

**Лабораторная работа № 1**

**Изучение характерных реакций катионов 1 аналитической группы**

**Качественные реакции катионов первой аналитической группы NH4+, Na+, К+, (Mg2+)**

**Цель работы:**изучить качественные реакции катионов первой аналитической группы.

***Реактивы:***

NaOH(10–15%-ный водный раствор);Na2CO3илиK2CO3 (ТВ.);NaHC4H4O6(10–15%-ный водный раствор);Na3[Co(NO2)6] (свежеприготовленный); реактив НесслераK2HgJ4(щелочной раствор); формалин (33%-ный раствор формальдегида СН2О).

***Оборудование:***пробирки; штатив; спиртовка; химические стаканы; стеклянные палочки; воронки; бумажные фильтры; нихромовая проволока для петли; плитка.

Общая характеристика катионов первой аналитической группы

К первой аналитической группе анионов относятся Li+,Na+,K+,NH4+, (Mg2+) и некоторые другие катионы. Все эти катионы не имеют общего группового реактива и поэтому они одновременно не могут быть осаждены каким-либо реактивом. Это отличаетIгруппу катионов от всех остальных групп, имеющих групповые реактивы. Отличительной чертой катионовIаналитической группы является то, что большинство их солей хорошо растворимы в воде. Наиболее растворимыми являются соединения натрия и калия. Так, например, хорошо растворяются в воде хлориды, фториды, карбонаты, сульфаты, фосфаты, сульфиды, гидроксиды и многие другие соединения натрия и калия. КатионыIаналитической группы бесцветны, поэтому их соли образуют бесцветные растворы. Окрашенными соединениями являются хроматы (желтые), бихроматы (оранжевые), манганаты (зеленые), перманганаты (малиново-красные), гексацианоферраты (II) (желтые), гексацианоферраты (III) (красные), гексанитрокобальтаты (III) (желтые и красные). Окраску этих соединений обусловливают соответствующие анионы. Все катионыIаналитической группы, кроме ионов аммония, устойчивы к действию окислителей и восстановителей.

Выводы:

1. NH4+–ионы можно открыть в присутствии всех остальных катионовIаналитической группы при помощи едкого натра или едкого кали.
2. Mg2+–ионы, если они будут присутствовать в этой группе, можно открыть в присутствии всех остальных катионовIаналитической группы при помощи гидрофосфата натрия в присутствииNH4OH.
3. Na+–ионы можно открыть в присутствии остальных катионовIаналитической группы при помощи ацетата уранила и, еще лучше, при помощи ацетата цинк-уранила.
4. К+–ионы невозможно открыть в присутствии остальных катионовIаналиттической группы, так какNH4+–ионы реагируют аналогичным образом со всеми рективами, образующими осадки с К+–ионами.
5. Открытие К+–ионов можно проводить реактивами –NaHC4H4O6иNa3[Co(NO3)6] в присутствииNa+иMg2+–ионов.
6. Так как открытию К+–ионов мешаютNH4+-ионы, то при обнаружении К+–ионов необходимо предварительно удалять соли аммония.
7. Для удаления солей аммония с целью открытия ионов калия, можно воспользоваться реакцией с NaOHилиNa2CO3. При длительном кипячении указанных реактивов со смесью катионов первой аналитической группы соли аммония разлагаются с выделением аммиака, а соли магния образуют осадок гидроксида магния или гидроксикарбоната магния.

Свойство гидроксикарбоната магния растворяться в растворах солей аммония (в частности, в NH4Cl) может быть использовано для отделения ионов магния от карбонатов катионов второй аналитической группы, которые практически не растворяются в растворах солей аммония.

***При выполнении лабораторной работы следует соблюдать последовательность опытов, указанную в таблице. В отчете уравнения проведенных реакций записываются в молекулярной и ионной формах.***

Таблица 1.1 - Действие реактивов на катионы первой аналитической группы

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Реактивы | Катионы | | |
| Na+ | K+ | NH4+ |
| NaOH,KOH | – | – | Выделяется NH3 (при кипячении) |
| Na2CO3, K2CO3(при нагревании) | – | – | Выделяется NH3 (при кипячении) |
| Na2HPO4 | – | – | Выделяется NH3(при кипячении) |
| KH2SbO4 | Образуется белый кристаллический осадок NaH2SbO4, который растворяется в воде при нагреваниии, в щелочах на холоду | – | Образуется белый аморфный осадок HSbO3, который растворяется в соляной кислоте и щелочах |
| NaHC4H4O6 | – | Образуется кристаллический осадок KHC4H4O6, который растворяется в воде при нагревании, в щелочах и кислотах на холоду | Образуется белый кристаллический осадок  NH4HC4H4O6, который растворяется в щелочах и кислотах |
| Na3[Co(NO2)6] | – | Образуется желтый кристаллический осадок K2Na[Co(NO2)6  Растворяется в минеральных кислотах | Образуется желтый кристаллический осадок  (NH4)2Na[Co(NO2)6], который растворяется в минеральных кислотах |
| UO2(CH3COO)2  или (Zn(UO2)3(CH3COO)8 | Образуется зеленовато-желтый кристаллический осадок  CH3COONa×  (CH3COO)2UOили лимонно-желтый  NaZn(UO2)3(CH3COO)9 | – | – |
| Реакция окрашивания пламени | Пламя окрашивается в желтый цвет | Пламя окрашивается в фиолетовый цвет |  |
| Реактив Несслера  K2HgJ4 | – | – | [OHg2NH2]J  Оранжевый осадок |
| Формалин | – |  |  |

**Лабораторная работа №2**

**Изучение характерных реакций катионов второй аналитической группы**

**Качественные реакции катионов второй аналитической группы: Ag+, [Hg2]2+, Pb2+**

**Цель работы**: изучить качественные реакции катионов второй аналитической группы, освоить методы анализа катионов второй группы.

***Реактивы:***NaOH(водный раствор 10–15 %);Na2CO3,K2CO3 (ТВ.);NaHC4H4O6(водный раствор 10–15 %);Na3[Co(NO2)6] (свежеприготовленный реактив); реактив НесслераK2HgJ4(щелочной раствор); формалин (33%-ный раствор формальдегида СН2О).

***Оборудование:***пробирки; штатив; спиртовка; химические стаканы; стеклянные палочки; воронки; бумажные фильтры; нихромовая проволока для петли; плитку; склянки для слива растворов, содержащих соединения серебра и ртути. Склянки должны быть обязательно промаркированы.

**Общая характеристика катионов второй аналитической группы**

Ко второй аналитической группе катионов относятся катионы Ag+, [Hg2]2+,Pb2+. Катионы этой группы осаждаются групповым реактивом – хлористоводородной кислотой в виде хлоридов. Большинство соединений катионов второй аналитической группы бесцветны и малорастворимы в воде. Окрашенными соединениями являются хроматы, перманганаты, гексанитрокобальтаты (III). Из окрашенных соединений серебра в аналитической химии имеют значения: арсенат – шоколадного цвета, арсенит, бромид, иодид, фторид, фосфат, карбонат, гексацианоферрат (III), окрашенные в желтый цвет, хромат и дихромат красного цвета, оксид бурого цвета, сульфид – бурый, бромид, фторид, и карбонат [Hg2]2+, имеющие желтую окраску. Из окрашенных соединений свинца имеют значение: иодид – золотисто-желтого цвета, сульфид – черно-бурый, хромат – желтый, дихромат – красный.

В реакциях окисления-восстановления соединения серебра, ртути и свинца (IV) проявляют себя как окислители. Ионы серебра, ртути восстанавливаются до элементарного состояния. Соединения свинца (IV) восстанавливаются до соединений свинца (II). СоединенияPb**2+**способны окисляться до соединений высшей валентности.

Выводы:

1. .Катионы Аg+иPb2+с групповым реагентом образуют белые осадки, которые можно разделить, прокипятив раствор. При этом хлорид свинца растворяется.
2. «Открыть» катионы свинца можно выполнив реакцию «золотого дождя», перекристаллизовав хлорид свинца в присутствии уксусной кислоты.
3. Взаимодействие этих катионов с другими реактивами (табл. 2.1) позволяет легко выявить наличие в образце катионов серебра и свинца.
4. Соединения (соли) серебра в водном растворе на свету неустойчивы, необходимо это учитывать.

***При выполнении лабораторной работы следует соблюдать последовательность опытов, указанную в табл. 2.1. В отчете уравнения проведенных реакций записываются в молекулярной и ионной формах.***

\* Качественные реакции на катионы ртути не выполняются

Таблица 2.1 - Действие некоторых реактивов на катионы второй аналитической группы

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Реактивы | Катионы | | |
| Ag+ | Pb2+ | [Hg2]2+(\*) |
| NaOH, КОН | Ag2O(бурый осадок, растворяется в аммиаке) | Pb(OH)2(белый осадок, растворяется в избытке реагента) | Hg2O(черный осадок) |
| Растворяются в азотной кислоте | | |
| NH4OH | Ag2O(бурый осадок, растворяется в избытке аммиаке) | Pb(OH)2(белый осадок, не растворяется в избытке реагента) | Образует черный осадок Hgи амидосоединение ртути [OHg2NH2]+ |
| K2CO3,Na2CO3 | Ag2CO3(осадок карбоната серебра желтого цвета, растворяется в азотной кислоте, аммиаке) | Pb2(OH)2CO3(осадок белого цвета, растворяется в минеральных, уксусной кислотах и щелочах) | Hg2CO3(осадок желтого цвета, быстро разлагается доHgOиHg, при этом выделяетсяCO2) |
| H2SO4 | Ag2SO4(осадок растворяется в горячей воде) | PbSO4(осадок растворяется в щелочах, в растворе ацетата аммония и конц.HClиH2SO4) | Hg2SO4(осадок растворяется в царской водке) |
| Белые осадки | | |
| H2S, (NH4)2S | В солянокислом, щелочном, аммиачном и нейтральном растворах осаждают черные осадки | | |
| Ag2S | PbS | HgS+S |
| HCl | AgCl | PbCl2 | Hg2Cl2 |
| Белые осадки | | |
| Растворяется в NH4OH, карбонате аммония и тиосульфате натрия с образованием комплексных соединений, в конц.HClcобразованием комплексов [AgCl2]–, [AgCl3]2– | Растворяется в горячей воде,  в конц. HClcобразованием комплексов [PbCl3]–, [PbCl4]2– | В растворе аммиака образует черный осадок ClHg2NH2+Hg |

**Лабораторная работа №3**

**Изучение характерных реакций катионов третьей аналитической группы**

Качественные реакции катионов третьей аналитической группы

**Цель работы:** изучить качественные реакции катионов третьей аналитической группы, освоить систематический метод анализа смеси катионов третьей аналитической группы.

***Реактивы:***см. таблице 3.1.

***Оборудование:***пробирки; штатив; спиртовка; химические стаканы; стеклянные палочки; воронки; бумажные фильтры; нихромовая проволока для петли; плитку; склянки для слива растворов, содержащих соединения серебра и ртути. Склянки должны быть обязательно промаркированы.

**Общая характеристика катионов третьей аналитической группы**

К третьей группе катионов относятся катионы: Ca2+,Sr2+,Ba2+. Катионы этой группы осаждаются в присутствииNH4Cl+NH4OHреактивом (NH4)2СO3в виде карбонатов. Большинство соединений третьей аналитической группы бесцветны и мало растворимы в воде. Нерастворимы в воде фториды, сульфаты, сульфиты, карбонаты, оксалаты, фосфаты, хроматы бария и стронция.

Все катионы третьей группы устойчивы по отношению к действию окислителей и восстановителей. В таблице 3.1 указаны те реакции, которые рекомендованы студентам в учебном практикуме

1. При сопоставлении действия реактивов на катионы третьей аналитической группы необходимо отметить, что: обнаружению Ca2+мешают ионы стронция и бария, следовательно, при обнаружении ионов кальция необходимо отделитьSr2+иBa2+.
2. В отсутствии катионов Ba2+можно обнаружитьSr2+с помощью реакции с насыщенным раствором (NH4)2SO4.
3. Для отделения ионов бария от других катионов можно воспользоваться действием K2CrO4в уксуснокислой среде. Хроматы кальция и стронция в этих условиях растворимы.
4. Свойство оксалата кальция не растворяться в уксусной кислоте может быть использовано для обнаружения Ca2+в растворе, в присутствии катионов стронция и бария.

Таблица 3.1 - Действие некоторых реагентов на катионы третьей аналитической группы

| Реактивы | Катионы | | |
| --- | --- | --- | --- |
| Ca2+ | Sr2+ | Ba2+ |
| NaOH  (раствор) | Ca(OH)2 | Sr(OH)2 | Ba(OH)2 |
| Белые осадки из концентрированных растворов, заметно растворяются в воде | | |
| (NH4)2CO3  Na2CO3  K2CO3 | CaCO3 | SrCO3 | BaCO3 |
| Белые осадки, растворяются в минеральных и уксусной кислотах | | |
| K2CrO4 | – | SrCrO4  Желтый осадок (из конц. растворов), растворяется в минеральных и уксусной кислотах | BaCrO4  Желтый осадок, растворяется в минеральных кислотах и не растворяется уксусной кислоте |
| K2Cr2O7  (в присутствии СН3СООNa) | – | – | BaCrO4  Желтый осадок |
| Na2PO4  При рН=5-6  рН≥7  (NH4)2C2O4 | CaНPO4  Ca3(PO4)2 | SrНPO4  Sr3(PO4)2 | BaНPO4  Ba3(PO4)2 |
| Белые осадки, растворяются в минеральных и уксусной кислотах | | |
| CaC2O4 | SrC2O4 | BaC2O4 |
| Белые осадки, растворяются в минеральных кислотах и не растворяются в уксусной кислоте | | |
| K4[Fe(CN)6] | CaK2[Fe(CN)6]  Белый осадок, растворяется в минеральных кислотах | – | BaK2[Fe(CN)6]  Белый осадок из концентрированных растворов, растворяется в минеральных кислотах |
| H2SO4 или  (NH4)2SO4  (насыщенный раствор) | CaSO4  Заметно растворяется в воде и в растворе (NH4)2SO4с образованием (NH4)2[Ca(SO4)2] | SrSO4 | BaSO4 |
| Белые осадки, не растворяются в разб. кислотах, растворяются в конц. H2SO4 | |

**Лабораторная работа № 4**

**Анализ смеси катионов I-III групп**

Анализ смеси катионов I, II, III аналитических групп

**Цель работы:**освоить методику систематического анализа смеси катионов I, II, III по кислотно-основной классификации.

Анализ образца включает несколько стадий:осмотр образца; усреднение состава образца (для твердых образцов); отбор пробы; проведение предварительных испытаний; выполнение систематического анализа.

Предварительные испытания позволяют установить присутствие некоторых элементов, обнаружение которых затруднено при систематическом анализе.

К предварительным испытаниям относят окрашивание пламени летучими соединениями некоторых элементов. Растворимость образца в воде. Качественные реакции, которые характерны для индивидуального катиона, при этом присутствующие другие катионы не влияют на внешней эффект проводимой реакции. В таблице 4.1 приведены предварительные испытания на катионы.

После предварительных испытаний проводят систематический анализ. Ход анализа зависит от принятой классификации катионов. В данном методическом руководстве предлагается принять кислотно-основную классификацию катионов.

Таблица 4.1 - Предварительные испытания на катионы

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Катион | Химическая реакция | Аналитический эффект |
| NHhttps://studfiles.net/html/2706/650/html_LGIY6LWL1y.69_P/img-0E24v9.png | К нескольким каплям раствора соли (к нескольким кристалликам сухой соли) прибавляют 0.5 мл 2Н раствора NaOH, смесь нагревают (1). | Выделение газа с характерным запахом |
| NHhttps://studfiles.net/html/2706/650/html_LGIY6LWL1y.69_P/img-fABBI0.png | К нескольким каплям полученного раствора (1) добавляют 3–5 капель реактива Несслера | Раствор окрашивается в желто-бурый цвет |
| [Hg2]2+ | Восстановление на медной пластине | Поверхность становится зеркальной |
| К+ | Реакция окрашивания пламени | Фиолетовая окраска |
| Na+ | Реакция окрашивания пламени | Желтая окраска |
| Са2+ | Реакция окрашивания пламени | Кирпично-красная окраска |
| Sr2+ | Реакция окрашивания пламени | Карминово-красная окраска |
| Bа2+ | Реакция окрашивания пламени | Желто-зеленая окраска |

Систематический анализ образца

Предлагаемая схема разделения и обнаружения катионов на аналитические группы приведена в таблице 4.2

Таблица 4.2 - Схема разделения катионов на аналитические группы

кислотно-основным методом

|  |  |
| --- | --- |
| К аликвоте анализируемого раствора прибавляют 1.5-кратный объем 2н. раствора HCl, перемешивают и отделяют (центрифугируют) осадок 1 от раствора 1 | |
| Осадок 1: хлориды катионов IIгруппы.  Обрабатывают горячей водой, цетрифугируют, получают осадок 3 и раствор 3 | Раствор 1: катионы III,Iгрупп. К раствору прибавляют равный объем насыщенного раствора (NH4)2SO4и центрифугируют (осадок 2 и раствор 2) |
| Раствор 3: Раствор соли PbCl2: проводят реакции сKJ. катионыIIгруппы. | Раствор 2: катионы Iгруппы. Если в пробе присутствует катион аммония, его удалят при кипячении со щелочью, или маскируют формальдегидом. После чего открываютK+ реакцией сNa3[Co(NO2)6] |
| Осадок 3: хлориды серебра и ртути.  Прибавляют к осадку концентрированный раствор аммиака, образуется раствор 4 и черный осадок ртути и ее оксид (осадок не исследуется). | Осадок 2: Осадок переносят в фарфоровую чашку, добавляют 10мл 4Н раствора Na2CO3и кипятят 10 мин. После охлаждения добавляют 25 мл. воды, перемешивают и фильтруют. Раствор 3: катионыIII,IVгрупп. К раствору прибавляют равный объемNa2CO3,нагревают и фильтруют (осадок 5 и раствор 5, который не анализируется) |
| Раствор 4: Нейтрализуется азотной кислотой по фенолфталеину, аммиакат серебра разрушается появление белой мути указывает на присутствие ионов серебра; или серебро определяется реакцией с иодидом калия. | Осадок 5 промывают горячей водой и растворяют в нескольких каплях 2Н раствора CH3COOH; 1–2 капли раствора смешивают с равным объемом гипсовой воды и наблюдают за выпадением осадка   * 1. (таблица 3) |
| Осадок 1: Ba2+. Не исследуется | Раствор 1: Ca2+,Sr2+. Прибавляют 2–5 капель насыщенного раствора (NH4)2SO4, нагревают до кипения и фильтруют (осадок 2 и раствор 2) |
| Осадок 2: Sr2+. Белый осадок промывают 3-4 раза кипящей водой, заливают 4мл насыщенного раствораNa2CO3, кипятят 5 мин. и фильтруют. Повторяют обработку полученного осадка. Промытый осадок растворяют в минимальном количестве 2Н раствораCH3COOHи открывают стронций реакцией с родизонатом натрия. | Раствор 2: Ca2+. В растворе открывают кальций по реакции с родизонатом натрия. |

**Лабораторная работа № 5**

**Изучение характерных реакций катионов четвертой аналитической группы**

Качественные реакции катионов четвертой аналитической группы

**Цель работы:** изучить качественные реакции на катионы IVаналитической группы, ознакомиться с ходом разделения смеси катионов четвертой аналитической группы.

***Реактивы:***см. таблице 5.1

***Оборудование и материалы:*** пробирки; штативы; спиртовки; стаканы химические; стеклянные палочки; воронки; бумажные фильтры; нихромовая проволока; плитка.

Общая характеристика катионов четвертой аналитической группы кислотно-основного метода

Катионы пятой аналитической группы включают: Zn2+,Al3+,Sn2+,Cr3+,As3+,As5+. Групповым реагентом на катионы этой группы катионов является гидроксид натрия (обычно избыток) в присутствие пероксида водорода, который осаждает катионы в виде гидроксидов, растворимых в избытке реактива с образованием гидроксокомплексов:

1. Al3++ 3OH– = Al(OH)3 Al(OH)3 + 3OH– = [Al(OH)6]3–
2. Cr3++ 3OH– = Cr(OH)3 Cr(OH)3 + 3OH– = [Cr(OH)6]3–
3. Zn2++ 2OH– = Zn(OH)2 Zn(OH)2 + 2OH– = [Zn(OH)4]2–
4. Sn2++ 2OH– = Sn(OH)2 Sn(OH)2 + 4OH– = [Sn(OH)6]4–

Осадки гидроксидов катионов четвертой группы не растворяются в водном аммиаке, за исключением гидроксида цинка, который растворяется в водном растворе аммиака с образованием аммиачного комплекса [Zn(NH3)4]2+.

Открыть катионы алюминия можно капельным методом реакцией с ализарином. Открытию алюминия мешают катионы хрома, цинка, олова. Мешающие катионы можно перевести в малорастворимые соединения гексацианоферратом (II).

Присутствие олова доказывают реакциями с солями ртути и солями висмута в щелочной среде. Ртуть и висмут при реакции с оловом восстанавливаются до металлического состояния и выпадают в виде черных осадков.

**\***При осуществлении реакций катионов с органическими реагентаминеобходимо соблюдать условия проведения этих реакций.

***В отчете уравнения реакций ионного обмена записываются вмолекулярной и сокращенной ионной формах. Окислительно-восстановительные процессы оформляются с указанием окислителя и восстановителя и записью уравнения в молекулярной форме и электронного баланса.***

Выводы:

В четвертой группе присутствуют катионы, обладающие окислительно-восстановительными свойствами Sn2+,Cr3+. В присутствии пероксида водорода катионыSn2+,Cr3+,As3+окисляются соответственно до гексагидроксостаннат-ионов [Sn(OH)6]4–,хромат-ионовCrO42–, арсенат-ионовAsO43–.

Используя реакции катионов четвертой группы с органическими реагентами, в результате которых образуются комплексы с характерной окраской, открытие этих катионов упрощается.

Соли олова в водном растворе заметно гидролизуются, для проведения качественных реакций необходимо подкислять раствор, чтобы подавить гидролиз.

Окисление олова азотнокислым висмутом проходит в сильно щелочной среде, чтобы в растворе образовался висмутат-ион (висмутат готовят в отдельной пробирке – водный раствор азотнокислого висмута подщелачивают и небольшое количество этого раствора приливают к раствору соли олова).

Реакция образования надхромовой кислоты может проводиться в присутствии остальных катионов этой группы, т.е. как предварительные испытания.

Таблица 5.1 - Качественные реакции катионов четвертой аналитической группы

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| Реагент | Продукты аналитических реакций катионов | | | |
| Zn2+ | Al3+ | Sn2+ | Cr3+ |
| Щелочь  (раствор) NaOH  Или  KOH | Белый аморфный осадок гидроксида цинка, растворимый в избытке щелочи. | Белый осадок гидроксида алюминия, растворимый в избытке щелочи, кислотах, но не растворяется в аммиаке и NH4Cl. | Белый осадок гидроксида олова, растворимый в избытке щелочи, кислотах. | Серо-зеленый или сине-фиолетовый осадок гидроксида хрома, растворяется в избытке реагента, частично в аммиаке. |
| Гидроксид аммония | Белый аморфный осадок гидроксида цинка, растворимый в избытке реагента с образованием бесцветного комплекса цинка. | Белый осадок гидроксида алюминия, не растворимый в избытке реагента, кислотах, но не растворяется в аммиаке и NH4Cl. | Белый осадок гидроксида олова, не растворимый в избытке реагента. | Серо-зеленый или сине-фиолетовый осадок гидроксида хрома, растворяется в избытке реагента, частично в аммиаке. |
| Сульфид-ионы (Na2S) | Белый осадок сульфида цинка ZnS, не растворимый в уксусной кислоте, но растворяется в мининеральных кислотах. | Белый осадок гидроксида алюминия. | Темно-коричневый осадок SnS, нерастворимый в щелочах и избытке реагента | – |
| K4[Fe(CN)6]  (pH<7) | Белый осадок – в нейтральной или слабокислой среде | – | – | – |
| Дитизон\* | Комплекс красного цвета, который экстрагируется из водной фазы в органическую | – | – | – |
| Ализарин\* | – | В аммиачной среде образуется малорастворимый комплекс ярко красного цвета | – | – |
| Алюминон\* |  | В уксуснокислой или аммиачной среде образуется комплекс красного цвета |  |  |
| \*8-оксихинолин  в присутствии ацетата натрия | – | Зеленовато-желтый кристаллический осадок, растворимый в минеральных кислотах | – | – |
| Окислители – пероксид водорода в кислой среде  Пероксид водорода в щелочной среде в присутствии экстрагента (амиловый спирт + диэтиловый эфир) | – | – | – | Cr3+окисляется доCrO42-появляется желтая окраска в щелочной среде; в кислой среде оранжевая –Cr2O72-  Образуется надхромовая кислота Н2CrO6, которая неустойчива в воде; в присутствии экстрагента извлекается из воды и органический слой окрашивается в интенсивно-синий цвет |
| Соли висмута (III) + раствор щелочи |  |  | Черный осадок металлического висмута |  |
| Пламя горелки |  |  | Синее окрашивание |  |

**Лабораторная работа № 6**

**Изучение характерных реакций катионов пятой аналитической группы**

Качественные реакции катионов пятой аналитической группы

**Цель работы**: изучить качественные реакции на катионыVIаналитической группы, ознакомиться с ходом разделения смеси катионов шестой аналитической группы.

***Реактивы:***см. таблице 6.1

***Оборудование:***пробирки; штативы; спиртовки; стаканы химические; стеклянные палочки; воронки; бумажные фильтры; нихромовая проволока; плитка.

Общая характеристика катионов пятой аналитической группы кислотно-основного метода

Катионы пятой аналитической группы включают: Mg2+,Mn2+,Fe2+,Fe3+,Bi3+,Sb3+,Sb5+. Групповым реагентом на катионы этой группы является гидроксид аммония, который осаждает их в виде гидроксидов, нерастворимых в избытке реактива. Элементы, катионы которых имеют переменную степень окисления, обладают склонностью к комплексообразованию. Гидроксиды катионов пятой группы, кроме гидроксида сурьмы (III), не обладают амфотерностью и не образуют растворимых аммиакатов. Катионы этой группы количественно осаждаются избыткомKOH или NaOH, которые также могут быть групповым реагентом.

Катионы железа (II) открывают дробным методом с гексацианоферратом калияK3[Fe(CN)6]. Катионы железа (III) открывают дробным методом с гексацианоферратом калияK4[Fe(CN)6], а также реакцией с тиоцианатом калия или аммония. В предварительных испытаниях можно открыть каионы марганца (II) реакцией с висмутатом натрия, катионы висмута – реакцией с солями олова(II) в щелочной среде. Окрашенными соединениями являются хроматы (желтые), бихроматы (оранжевые), манганаты (зеленые), перманганаты (малиново-красные), гексацианоферраты (II) (желтые), гексацианоферраты (III) (красные), гексанитрокобальтаты (III) (желтые и красные). Окраску этих соединений обусловливают соответствующие анионы.

Катионы сурьмы и мышьяка в учебном практикуме не рассматриваются. Проведение качественных реакций требует определенных условий, которые необходимо обязательно создавать.

***В отчете уравнения реакций ионного обмена записываются в молекулярной и сокращенной ионной формах. Окислительно-восстановительные процессы оформляются с указанием окислителя и восстановителя и записью уравнения в молекулярной форме и электронного баланса.***

Выводы:

1. Реакция окисления катиона марганца может быть проведена в предварительных испытаниях.

2. Реакции обнаружения катионов железа (Fe2+,Fe3+) при совместном присутствии дает осадки не совсем чистой окраски, поэтому катионFe3+проверяется дополнительно с роданид-ионом. Эти реакции используют при предварительных испытаниях.

Таблица 6.1 ­- Качественные реакции катионов пятой аналитической группы

**Лабораторная работа № 7**

**Изучение характерных реакций катионов VI аналитической группы**

Качественные реакции катионов шестой аналитической группы

**Цель работы:**изучить качественные реакции на катионы VI аналитической группы, ознакомиться с ходом разделения смеси катионов шестой аналитической группы.

***Реактивы:***см. таблицу 7.1

***Оборудование:***пробирки, штативы, спиртовки, стаканы химические, стеклянные палочки, воронки, бумажные фильтры, нихромовая проволока, плитка.

Общая характеристика катионов шестой аналитической группы кислотно-основного метода

Катионы шестой аналитической группы (Cu2+,Co2+,Cd2+,Ni2+,Hg2+) характеризуются способностью к комплексообразованию. Групповым реагентом на катионы этой группы катионов является гидроксид аммония, взятый в избытке. Растворы солей меди, кобальта, никеля окрашены, кадмия и ртути – бесцветны.

Гидроксиды калия и натрия образуют с растворами, содержащими катионы Cu2+,Cd2+,Ni2+, аморфные осадки гидроксидов, с катионамиHg2+– оксид, с катионамиCo2+– основные соли. Все эти осадки растворимы в кислотах (HCl,HNO3,H2SO4) и в избытке аммиака, кроме соединений ртути (II), которые растворяются в 25%-ном растворе аммиака лишь при добавлении солей аммония.

Образование аммиакатов ртути (II) и кобальта происходит при нагревании и добавлении к раствору хлорида аммония.

Растворы аммиакатов довольно устойчивы, за исключением аммиаката кобальта (II), который под влиянием кислорода воздуха переходит в аммиакат кобальта(III), имеющий вишнево-красный цвет. В присутствии окислителей реакция протекает мгновенно.

Сероводород из нейтральных растворов осаждает все катионы шестой группы в виде сульфатов. Сульфиды меди, ртути (II), никеля и кобальта окрашены в черный цвет. Сульфид кадмия имеет желтую окраску. В таблице 8 охарактеризованы продукты некоторых качественных реакций катионов шестой аналитической группы.

Таблица 7.1 - Действие некоторых реагентов на катионы шестой аналитической группы

| Реагент | Продукты аналитических реакций катионов | | | | |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Cu2+ | Co2+ | Cd2+ | Ni2+ | Hg2+ |
| 25%-ный растворNH4OH(избыток) | Аммиакат меди, имеет сине-фиолетовую окраску   * 1. [Cu(NH3)4]2+ | Аммиакат кобальта (II) переходит в аммиакат  (III)  [Co(NH3)6]3+  (вишнево-красный цвет) | Аммиакат кадмия  [Cd(NH3)4]2+ | Аммиакат никеля  [Ni(NH3)6]2+ | Аммиакат ртути  [Hg(NH3)4]2+ |
| раствр NH4OH  (в эквивалентном количестве) | Осадок соли, содержащей катион  (CuOH)+  (соли зеленого цвета) | Розовый осадок соли, содержащей катион  (CoOH)+ | Образуется  гидроксид кадмия  Cd(OH)2 | Осадок соли, содержащей катион  (NH2Hg)+ | |
| Na2S2O3 | Осадок смеси  CuS и S |  |  | Черный осадок HgS, не растворим в разб.HNO3 | |
| K4[Fe(CN)6](pH < 7) | Красно-бурый осадок Cu2Fe(CN)6, растворим в аммиаке | Зеленоватый осадок  Co2[Fe(CN)6] |  |  | |
| Металлическое железо, медь | Железо восстанавливает Cu2+до свободного металла |  |  | Медь восстанавливает Hg2+до металлической ртути | |
| Дитизон  (pH = 1–2) | Внутрикомплексное соединение красно-фиолетового цвета, экстрагируемое CHCl3 |  | Красное внутрикомплексное соединение (рН> 6,5), экстрагируемое CHCl3 | Внутрикомплексное соединение оранжевого цвета, экстрагируемое CHCl3 | |
| H2S или Na2S | Черный осадок CuS | Черный осадок CoS, не растворяется в разбавленнойHCl | Желтый осадок CdS, растворим в конц.HClиHNO3 | Черный осадок  HgS | |
| Na2HPO4 | Голубой осадок Cu3(PO4)2, растворяется в аммиаке и уксусной кислоте | Фиолетовый осадок  Co3(PO4)2, растворяется в аммиаке и уксусной кислоте | Белый осадок  Cd3(PO4)2, растворяется в аммиаке и уксусной кислоте | Белый осадок HgHPO4 | |

**Лабораторная работа № 8**

**Анализ смеси катионов IV-VI аналитических групп**

Систематический анализ смеси катионов IV, V, VI аналитических групп

**Цель работы:**освоить методику систематического анализа смеси катионовIV,V,VIаналитических групп.

***Задачи:***провести осмотр пробы для сбора первичной информации о составе образца, выполнить предварительные испытания на ионы, обнаружению которых не мешают присутствующие в пробе катионы, провести последовательное разделение и открытие катионовIV,V,VIаналитических групп, присутствующих в выданном образце.

Анализ смеси начинают с предварительных наблюдений и испытаний. Прежде всего, обращают внимание на цвет раствора и определяют рН. По цвету раствора можно сделать вывод о наличии или отсутствии катионов Cr3+,Fe3+,Cu2+,Ni2+,Co2+.

Низкое значение рН раствора может быть обусловлено присутствием сильно гидролизующихся солей висмута, ртути, железа. Если величина рН заметно не изменяется после осторожной нейтрализации, то можно предположить, что могут присутствовать какие–либо из этих катионов. Если анализируемый раствор имеет щелочную реакцию, то могут присутствовать [Cu(NH3)4]2+, [Co(NH3)4]2+. Сурьма и олово в этом случае могут находиться в виде анионов соответствующих кислот.

1.Предварительные испытания

В отдельных порциях раствора обнаруживают ионы Fe2+,Fe3+.

**2.Отделение катионов IV группы от катионов V и VI групп**

15–20 капель исследуемого раствора помещают в пробирку, добавляют несколько капель H2O2для окисления ионов марганца (II) и ионов сурьмы (III), затем избыточное количество 2н. раствора гидроксида натрия (до щелочной реакции), нагревают в течение 3–5 минут и тщательно перемешивают стеклянной палочкой. Избыток пероксида водорода удаляют кипячением. Полученную смесь центрифугируют, получают осадок 1 и раствор 1.

|  |  |
| --- | --- |
| **Осадок 1** | **Раствор 1** |
| Fe(OH)3, H2MnO3, Co(OH)3, Cd(OH)2, Ni(OH)2, Cu(OH)2, HgO, Bi(OH)3, SbO(OH)3, Mg(OH)2. | AlO2‾, ZnO22‾, SnO3‾2, CrO42‾ – ионы |

**3. Отделение ионов Al+3 и Sn (IV) в виде гидроксидов**

К **раствору 1**добавляют небольшими порциями кристаллическийNH4Clи упаривают раствор до небольшого объема. Центрифугируют полученную смесь и получают осадок 2 и раствор 2.

|  |  |
| --- | --- |
| **Осадок 2** | **Раствор 2** |
| Al(OH)3, Sn(OH)4 | [Zn(NH3)4]2+, CrO42‾ |

**4. Обнаружение ионов алюминия и олова (IV**)

**Осадок 2**обрабатывают 2н. растворомHCl. Полученный раствор, содержащий ионыAl+3и [SnCl6]‾2делят на две части и в одной из них обнаруживают ионы алюминия, в другой – олова.

**5.Обнаружение ионов алюминия**

К 5–7 каплям испытуемого раствора добавляют 3–5 капель 2н. CH3COOH, и 5–7 капель алюминона. Смесь осторожно нагревают, перемешивают и добавляют раствор аммиака до щелочной реакции, а затем 4 капли 2н. раствора карбоната аммония. Выпадает красный осадок или появляется красная окраска.

Алюминий можно обнаружить с помощью 8-оксихинолина (условия проведения реакции см. качественные реакции).

6. Обнаружение олова (IV)

Металлический магний и металлическое железо восстанавливают олово (IV) доSn(II):

[SnCl6]2‾ +Mg=Sn2++ 6Cl‾+Mg2+или

[SnCl6]2‾ + Fe = Sn2++ 6Cl‾+ Fe2+

Реакции протекают в кислой среде. Образовавшиеся в результате восстановления ионы Sn2+, можно обнаружить по реакции восстановленияBi3+.

**7.Обнаружение ионов Zn2+**

**Раствор 2**нагревают с концентрированным растворомNa2CO3до полного удаления аммиака. Полученную смесь центрифугируют, получают осадок 3 и раствор 3.

|  |  |
| --- | --- |
| **Осадок 3** | **Раствор 3** |
| Zn2(OH)2CO3 | CrO42‾ |

**Осадок 3**обрабатывают 2н. растворомHCl, в полученном растворе открывают цинк реакцией с дитизоном или какой-либо другой качественной реакцией (условия проведения реакций см. качественные реакции на ионы цинка).

**8. Обнаружение иона CrO42**‾

Желтая окраска **раствора 3**указывает на присутствиеCrO4‾2. Подтвердить это можно реакцией образования надхромовой кислоты: Добавляют к исследуемому раствору 6н. раствора серной кислоты до кислой реакции, затем несколько капель 3%-ного раствора пероксида водорода и эфира. Смесь осторожно встряхивают, образующаяся надхромовая кислота переходит в слой эфира, появление синей окраски эфира подтверждает присутствие хрома.

9. Обнаружение и отделение ионов сурьмы (V)

**Осадок 1**обрабатывают при слабом нагревании небольшим количеством 2н. раствора азотной кислоты в присутствии 3%-ного раствора пероксида водорода. Смесь центрифугируют, получают осадок 4 и раствор 4.

|  |  |
| --- | --- |
| **Осадок 4** | **Раствор 4** |
| H2SbO3 | Fe3+, Mn2+, Mg2+, Cu2+, Cd2+, Ni2+, Co2+, Hg2+, Bi3+ |

**Осадок 4**обрабатывают сероводородной водой, вследствие образованияSb2S5, осадок окрашивается в оранжево-красный цвет.

**10. Отделение катионов V группы от катионов IV группы**

К **раствору 4**добавляют при нагревании концентрированный растворNH4OH, смесь центрифугируют, получают осадок 5 и раствор 5.

|  |  |
| --- | --- |
| **Осадок 5** | **Раствор 5** |
| Mg(OH)2, Bi(OH)3, Fe(OH)3, Mn(OH)2, Fe(OH)2 | Аммиакаты Ni2+, Co2+, Hg2+, Cu2+, Cd2+ |

**11. Отделение и обнаружение ионов Mg2+**

К **осадку 5**добавляют 2н. растворNH4Cl(для растворения гидроксида магния) и 3%-ный растворH2O2(для окисления ионов марганца), Полученную смесь центрифугируют, отделяют**раствор 6** от **осадка 6**.

|  |  |
| --- | --- |
| **Осадок 6** | **Раствор 6** |
| Bi(OH)3, Fe(OH)3, MnO(OH)2 | Mg2+ |

В **растворе 6**обнаруживают ионы магния гидрофосфатом натрия в присутствии аммиака и хлорида аммония.

**12. Отделение и обнаружение ионов Mn (VII)**

**Осадок 6**обрабатывают 2н. растворомHNO3. Смесь центрифугируют, получают осадок 7 и раствор 7.

|  |  |
| --- | --- |
| **Осадок 7** | **Раствор 7** |
| Mn(OH)4 | Fe(NO3)3, Bi(NO3)3 |

**Осадок 7**промывают дистиллированной водой и обрабатывают при нагревании 3н. растворомHNO3и концентрированным растворомH2O2. К полученному раствору добавляют 1–2 крупинки висмутата натрия. В присутствииMn(VII) раствор приобретает фиолетово-розовую окраску вследствие образованияMnO4–.

**13. Обнаружение Bi3+**

К **раствору 7**добавляют 2н. раствораNH4OHдо появления осадкаBiOCl, затем добавляют несколько капель 2н. раствораHClи кипятят. Затем смесь центрифугируют, получают осадок 8 и раствор 8.

|  |  |
| --- | --- |
| **Осадок 8** | **Раствор 8** |
| BiOCl | (не исследуется) |

**Осадок 8**обрабатывают раствором станнита натрия. Осадок чернеет вследствие образования металлического висмута.

**14.Разрушение аммиакатов катионов VI группы и отделение ионов Cu2+, Hg2+**

К**раствору 5**добавляют до кислой реакции 2н. растворH2SO4, затем при нагревании добавляют концентрированный растворNa2S2O3. Полученную смесь центрифугируют.

|  |  |
| --- | --- |
| **Осадок 9** | **Раствор 9** |
| Cu2S,HgS,S | NiSO4,CdSO4,CoSO4 |

**15. Отделение и обнаружение ионов Cu2+**

**Осадок 9** обрабатывают при нагревании 2н. растворомHNO3, смесь центрифугируют, получают **осадок 10** и **раствор 10.**

|  |  |
| --- | --- |
| **Осадок 10** | **Раствор 10** |
| HgS(не исследуется) | Cu2+ |

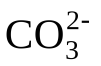
В растворе 10 открывают ионы Cu2+реакцией с раствором аммиака по синему окрашиванию раствора вследствие образования [Cu(NH3)4]2+.

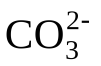
**16. Обнаружение ионов Co2+, Ni2+, Cd2+**

**Раствор 9**делят на три части. В одной из них открывают кобальт реакцией сNH4SCNилиKSCN. Во второй аликвоте открывают никель реакцией с диметилглиоксимом, а в третьей – при рН = 0,5 осаждают желтый осадок CdS сероводородом.

**Лабораторная работа № 9**

**Анализ анионов I-III аналитических групп**.

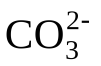
**Цель работы**: провести качественный анализ раствора, в котором возможно присутствие анионов ,,,Cl–, I–, ,.

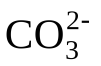
**Сущность работы**. Согласно классификации анионов, основанной на растворимости солей бария и серебра, ионы ,иотносятся к первой, ионы Cl– и I– – ко второй, а ионы и– к третьей аналитическим группам.

В отличие от катионов, анионы различных групп не мешают открытию друг друга, поэтому анализ предложенной смеси можно выполнить *дробным методом*, т. е. в отдельных порциях исследуемого раствора, не проводя групповых разделений.

При анализе смеси анионов *групповые реагенты* чаще всего применяют не для разделения групп, а для того, чтобы установить их наличие или отсутствие в ходе *предварительных испытаний*. Если установлено отсутствие анионов всей группы, то не следует проводить реакции на отдельные анионы. Таким образом, проведение *групповых реакций*значительно облегчает работу и экономит время. В работе используются следующие групповые реакции:

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Группа | Групповой реагент, условия | Групповые реакции | Аналитический эффект |
| I | BaCl2 при рН 7–9 | https://studfiles.net/html/2706/740/html_9RhEV7NbEw.cqY7/img-Jh8u1R.png+ BaCl2 → BaSО4↓ + 2Cl–  https://studfiles.net/html/2706/740/html_9RhEV7NbEw.cqY7/img-7v0M7v.png+ BaCl2 → BaСО3↓ + 2Cl–  https://studfiles.net/html/2706/740/html_9RhEV7NbEw.cqY7/img-Ih7SOe.png+ 3BaCl2 → Ba3(РО4)2↓ + + 6Cl– | Образование белых мелкокристаллических осадков |
| II | AgNO3в 2 н. НNO3 | Cl– + AgNO3 → AgCl↓ + https://studfiles.net/html/2706/740/html_9RhEV7NbEw.cqY7/img-VUadEk.png  I– + AgNO3 → AgI↓ + https://studfiles.net/html/2706/740/html_9RhEV7NbEw.cqY7/img-qkTQOm.png | Образование белого творожистого (AgCl) или светло-желтого (AgI) осадка |

При проведении предварительных испытаний на анионы делают также *пробу на выделение газов*, действуя на раствор 2 н. H2SO4. При этом анионы летучих кислот разлагаются с выделением пузырьков газа. Из анионов, которые могут быть в анализируемом растворе, такой эффект дают только  и :

+ 2Н+ → CO2↑ + Н2О

+ 2Н+ → NO2↑ + NO↑ + Н2О

Анионы I аналитической группы не мешают обнаружению друг друга, а внутри II и III аналитических групп необходимо провести *разделение*ионов.

Ионы I– мешают открытию ионов Cl–, поэтому их предварительно отделяют, используя *селективное растворение* осадков галогенидов серебра в NH4OH (конц.). Сначала действуют групповым реагентом AgNO3 в 2 н. НNO3, в результате оба иона переходят в осадок:

Cl– + AgNO3 → AgCl↓ + 

I– + AgNO3 → AgI↓ + 

Затем добавляют NH4OH (конц.), в котором осадок AgCl растворяется с образованием аммиаката, а AgI – не растворяется вследствие различия в значениях произведений растворимости (~ 10–10 и ~ 10–17соответственно):

AgCl↓ + 2NH4OH = [Ag(NH3)2]Сl + 2H2O

Осадок AgI отбрасывают, а в полученном фильтрате открывают ионы Cl–.

Ионы  мешают обнаружению ионов , поэтому их предварительно необходимо удалить. С этой целью проводят реакцию контрпропорционирования с мочевиной в кислой среде, в результате которой ионы NO2– уходят из раствора в виде газа:

+ 2H+ + CO(NH2)2 = CO2↑ + 2N2↑ + 3H2O

При проведении характерных реакций на анионы для доказательства их присутствия часто необходимо не только убедиться в выпадении осадка, но и провести *испытание на его растворимость* в растворах различных реагентов.

В работе используются следующие *характерные реакции*:

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Ион | Реагент, условия проведения реакции | Аналитическая реакция | Аналитический эффект |
| *Анионы I группы* | | | |
| https://studfiles.net/html/2706/740/html_9RhEV7NbEw.cqY7/img-gdDJwF.png | BaCl2 при рН 7–8, HCl | https://studfiles.net/html/2706/740/html_9RhEV7NbEw.cqY7/img-8fniEb.png+ Ва2+ → → ВаSO4↓ | Образование белого мелкокристаллического осадка, не растворимого в HCl |
| https://studfiles.net/html/2706/740/html_9RhEV7NbEw.cqY7/img-YNL2Uj.png | HCl, Ba(OH)2 | https://studfiles.net/html/2706/740/html_9RhEV7NbEw.cqY7/img-UT8j3S.png+ Н+ → CO2↑ + + Н2О  CO2↑ + Ba(OH)2 → → BaCO3↓ | Выделение из раствора пузырьков газа и помутнение баритовой воды |
| https://studfiles.net/html/2706/740/html_9RhEV7NbEw.cqY7/img-vvQWDa.png | Mg2+, NH4OH, NH4Cl | https://studfiles.net/html/2706/740/html_9RhEV7NbEw.cqY7/img-uh6231.png+ Mg2+ + NH4+ → MgNH4PO4↓ | Образование белого кристаллического осадка |
| *Анионы II группы* | | | |
| I– | Хлорная вода, H2SO4, бензол | 2I– + Cl2 → I2 + 2Cl– | Окрашивание бензольного слоя в малиновый цвет |
| Cl– | AgNO3, 2 н. HNO3, 25 %-ный NH4OH, KBr | Cl– + Ag+ → AgCl↓  AgCl↓ + 2NH4OH → [Ag(NH3)2]Сl + 2H2O  [Ag(NH3)2]Сl + KBr+ + 2HNO3 → AgBr↓ + KCl +2NH4NO3 | Образование белого творожистого осадка; растворение осадка в NH4OH; появление мути при действии KBr |
| *Анионы III группы* | | | |
| https://studfiles.net/html/2706/740/html_9RhEV7NbEw.cqY7/img-9q9HCu.png | KI, HCl или CH3COOH, крахмал (пробирочная реакция) | https://studfiles.net/html/2706/740/html_9RhEV7NbEw.cqY7/img-m4r8ix.png+ 2I– + 4H+ → I2 + 2NO + 2H2O | Побурение раствора; появление темно-синей окраски после добавления крахмала |
| KI, HCl или CH3COOH, крахмал (капельная реакция) | Появление синей окраски |
| https://studfiles.net/html/2706/740/html_9RhEV7NbEw.cqY7/img-DH2_ed.png | Дифениламин в конц. H2SO4 | https://studfiles.net/html/2706/740/html_9RhEV7NbEw.cqY7/img-hlSEBN.png+ H+ + + (С6Н5)2NH → продукт окисления синего цвета | Появление интенсивной синей окраски на стенках пробирки |

**Выполнение работы.**Получают пробу для проведения анализа, записывают ее номер в лабораторный журнал. Описывают внешний вид раствора (окраска, прозрачность). Далее используют отдельные порции исследуемого раствора для проведения предварительных испытаний и систематического хода анализа.

**Практическое занятие № 7.**

**Отработать приемы математической обработки результатов анализа**

**Цель занятия**: Научиться решать примеры и задачи по данной теме

**Вопросы теории ( исходный уровень)**

1. Основные понятия математической статистики
2. Генеральная совокупность и выборка.
3. Вариационный и интервальный статистические ряды.
4. Полигон частот и гистограмма.
5. Точечная и интервальная оценка параметров генеральной совокупности по данным выборки.
6. Порядок статистической обработки экспериментальных данных.
7. Статистическая обработка данных лабораторного эксперимента.
8. Теория погрешностей.
9. Обработка результатов непосредственных и косвенных измерений
10. Правила оформления результатов лабораторных работ.
11. Элементы корреляционного анализа (лекция №2)

**Содержание занятия**:

1.ответить на вопросы по теме занятия

2.решить примеры

Задачи и примеры Определить соответствие вариационного распределения измеренной величины нормальному закону распределения

1. Произвести измерения N величин и записать результаты измерений в протокол.
2. По результатам измерений построить вариационный ряд.

2.1.- в измеренных величинах найти величину ( хmin) с наименьшим значением и величину (хmax) с наибольшим значением.

2.2.-определить размах вариации R , представляющий собой разность между максимальной и минимальной вариантами совокупности ( R = xmax- xmin).

2.3.-по числу элементов совокупности N определим число классов К на которые следует разбить совокупность измеренных величин. При N≤100 К определим по формуле

K= 1+3,32 lg N, при N›100 К определим по формуле K= 5 lg N .

2.4.-определить величину классового интервала λ , как частное от деления размаха вариации R на число классов К , λ =R/К = (xmax- xmin)/ К.

Если окажется , что λ=1, собранный материал распределяется в безынтервальный вариационный ряд; если λ≠1, исходные данные необходимо распределить в интервальный ряд. При этом точность величины классового интервала должна соответствовать точности принятой при измерении величин.

2.5.- определить ширину классов входящих в интервальный вариационный ряд в которых расположатся все измеренные величины от xmaxдо xmin.

Ширина первого класса имеет протяженность от xmin до xmin+λ, т.е.[ xmin ÷ xmin+λ].

Ширина второго класса имеет протяженность от xmin+ λ +10-5λ до xmin+2λ , т.е.

[ xmin+ λ +10-5λ ÷ xmin+2λ] , где 10-5λ незначащее число и применяется для того, чтобы разграничить числа находящиеся на границе классовых интервалов и используется во всех классах для различия начала нового класса от конца предыдущего класса.

Ширина К-того класса имеет протяженность от xmin+(К-1) (λ +10-5λ ) до xmax, т.е.

[xmin+(К-1) (λ +10-5λ ) ÷ xmax], где xmax= xmin +К λ.

2.6.- найти среднее значение каждого класса хm . Среднее значение каждого класса равно полусумме значений начала и конца класса без незначащего числа 10-5λ, т.е.

хm=( xmin+(I-1) λ +xmin+Iλ)/2, где I принимает значения от 1 до К (I =1;2;…К).

2.7.- определить количество элементов n из измеренных N величин входящих в каждый класс, т.е. получить n1, n2,… nК

2.8. – определить относительную частоту рi попадания количества элементов ni из измеренных N величин в каждый класс, т.е. рi= ni/ N. Найти р1, р2,… рК.

1. На основании пункта 2 заполнить таблицу:

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| N= | | | | |
| xmax= xmin= R = xmax- xmin= | | | | |
| K= 1+3,32 lg N= | | | | |
| λ =R/К = (xmax- xmin)/ К= | | | | |
| Классные интервалы | 1 | 2 | … | К |
| Границы классных интервалов | [ xmin ÷ xmin+λ] | [ xmin+ λ +10-5λ ÷ xmin+2λ] | … | [xmin+(К-1) (λ +10-5λ ) ÷ xmax] |
| Среднее значение классного интервала хm | xmin+λ/2 | xmin+3λ/2 | … | xmin+(К+1)λ/2 |
| Количество величин входящих в класс ni | n1 | n2 | … | nК |
| Частота попадания величин в класс рi= ni/ N | р1= n1/ N | р2= n2/ N | … | рК= nК/ N |
| (хm)I\*pi | (xmin+λ/2)р1 | (xmin+3λ/2)р2 | … | (xmin+(К+1)λ/2)рК |

1. По полученным данным построить графики вариационных рядов.

4.1. - полигон частот; по оси абсцисс откладывают среднее значение классов, по оси ординат частоту попадания величин в класс. Высота перпендикуляров, восставляемых на ось абсцисс, соответствует частоте классов. Соединяя вершины перпендикуляров прямыми линиями, получают геометрическую фигуру в виде многоугольника называемую полигоном распределения частот. Линия соединяющая вершины перпендикуляров, называют вариационной кривой или кривой распределения частот вариационного ряда.

4.2. – гистограмма; по оси абсцисс откладывают границы классовых интервалов , по оси ординат – частоты интервалов. В результате получается совокупность прямоугольников . т.е. гистограмма распределения.

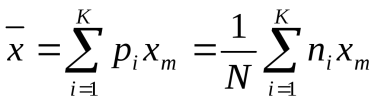
4.3. – кумулята; по оси абсцисс откладывают среднее значение классов, по оси ординат – накопление частоты интервалов ( накопление частот находят последовательным суммированием или кумуляцией частот в направлении от первого класса до конца вариационного ряда , т.е. например в третьем классе накопленная частота будет соответствовать сумме частот трех классов) с последующим соединением точек прямыми линиями, получается график называемый кумулятой. Имеет вид S-образной кривой.

4.4. – огива; по оси абсцисс откладывают частоты , а по оси ординат значение классов с последующим соединением геометрических точек прямыми линиями, полученный график называют огивой.

При построении вариационной кривой масштабы на осях прямоугольных координат следует выбирать с таким расчетом, чтобы основание кривой было в 1,5 –2,0 больше ее высоты.

5. Определить основные характеристики варьирующих величин .

5.1. – средняя арифметическая https://studfiles.net/html/2706/977/html_Ts9gNfd1rn.M6fp/img-C_6ULZ.png ; найти произведение среднего значения каждого класса (хevi)i на относительную частоту рi попадания количества элементов ni из измеренных N величин в каждый класс, т.е. рi\*(хm)i. Найти р1\*(хm) 1, р2\*(хm)2,... рК\*(хm)К. и по формуле определить среднее арифметическое



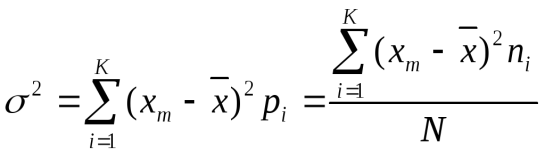
5.2. – дисперсия sx2 или σ2;

5.2.1. - найти отклонение среднего значение каждого класса хm от среднего арифметического https://studfiles.net/html/2706/977/html_Ts9gNfd1rn.M6fp/img-ZCaP4d.png,т.е.(хm)I-https://studfiles.net/html/2706/977/html_Ts9gNfd1rn.M6fp/img-78d_Q6.png,

5.2.2. – возвести в квадрат отклонение среднего значение каждого класса хm от среднего арифметического https://studfiles.net/html/2706/977/html_Ts9gNfd1rn.M6fp/img-fzV1kU.png,т.е.[(хm)i-https://studfiles.net/html/2706/977/html_Ts9gNfd1rn.M6fp/img-Bwiu0f.png]2,

5.2.3. – умножить квадрат отклонений среднего значение каждого класса хm от среднего арифметического https://studfiles.net/html/2706/977/html_Ts9gNfd1rn.M6fp/img-dOpQv2.pngна относительную частоту попадания в класс рi, т.е.

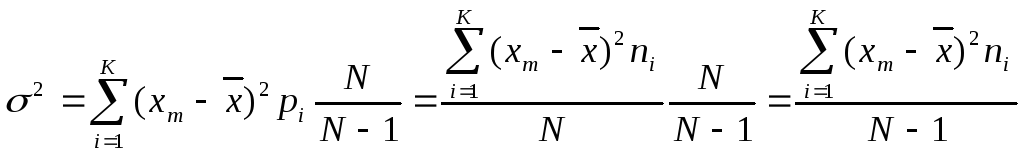
[ (хm)i-https://studfiles.net/html/2706/977/html_Ts9gNfd1rn.M6fp/img-ZhIHL0.png]2\*рi и по формуле определить дисперсию;

https://studfiles.net/html/2706/977/html_Ts9gNfd1rn.M6fp/img-CAkuks.png

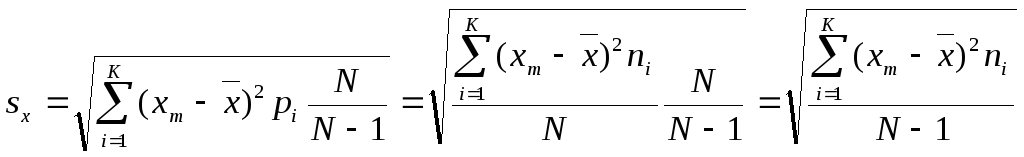
5.2.4.Установлено, что рассчитываемая по формуле дисперсия оказывается смещенной по отношению к своему генеральному параметру на величину , равную N/(N-1). Эта величина называется поправкой Бесселя. Разность (N-1)=k называют числом степеней свободы под которыми понимают число свободно варьирующих величин в составе численно ограниченной совокупности.

Несмещенная дисперсия и среднеквадратичное отклонение определяются;

5.2.4.1. – умножить квадрат отклонений среднего значение каждого класса хevi от среднего арифметическогоhttps://studfiles.net/html/2706/977/html_Ts9gNfd1rn.M6fp/img-2osjyM.pngнаколичество элементов n из измеренных N величин входящих в каждый класс, т.е. найти [ (хm)i-https://studfiles.net/html/2706/977/html_Ts9gNfd1rn.M6fp/img-vndcre.png]2\*ni и по формуле определить несмещенную дисперсию,



5.2.4.2. – среднее квадратичное отклонение sx есть показатель, представляющий корень квадратный из дисперсии,

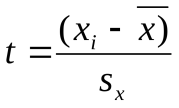


6.На основании пункта 5 заполнить таблицу:

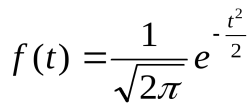
|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 1 | 2 | … | К |
| https://studfiles.net/html/2706/977/html_Ts9gNfd1rn.M6fp/img-Rt7f0w.png | | | | |
| (хm)I-https://studfiles.net/html/2706/977/html_Ts9gNfd1rn.M6fp/img-R5YeTU.png, | (хm)1-https://studfiles.net/html/2706/977/html_Ts9gNfd1rn.M6fp/img-XxU3dd.png, | (хm)2-https://studfiles.net/html/2706/977/html_Ts9gNfd1rn.M6fp/img-TIgWnA.png, | … | (хm)К-https://studfiles.net/html/2706/977/html_Ts9gNfd1rn.M6fp/img-6Iwfen.png, |
| [ (хm)i-https://studfiles.net/html/2706/977/html_Ts9gNfd1rn.M6fp/img-K9uu0Q.png]2, | [ (хm)1-https://studfiles.net/html/2706/977/html_Ts9gNfd1rn.M6fp/img-fIiU6K.png]2 | [ (хm)2-https://studfiles.net/html/2706/977/html_Ts9gNfd1rn.M6fp/img-xdxr19.png]2 | … | .[ (хm)К-https://studfiles.net/html/2706/977/html_Ts9gNfd1rn.M6fp/img-AdhWOC.png]2 |
| умножить ква[ (хm)i-https://studfiles.net/html/2706/977/html_Ts9gNfd1rn.M6fp/img-gxT5J3.png]2\*рi | [ (хm)1-https://studfiles.net/html/2706/977/html_Ts9gNfd1rn.M6fp/img-FQBFex.png]2\*р1 | [ (хm)2-https://studfiles.net/html/2706/977/html_Ts9gNfd1rn.M6fp/img-FawnNL.png]2\*р2 | … | [ (хm)К-https://studfiles.net/html/2706/977/html_Ts9gNfd1rn.M6fp/img-ARcCCN.png]2\*рК |
| определить дисперсию | https://studfiles.net/html/2706/977/html_Ts9gNfd1rn.M6fp/img-i0Lbeh.png | | | |
| [ (хm)i-https://studfiles.net/html/2706/977/html_Ts9gNfd1rn.M6fp/img-2FiGD8.png]2\*ni | [ (хm)1-https://studfiles.net/html/2706/977/html_Ts9gNfd1rn.M6fp/img-hknqRo.png]2\*n1 | [ (хm) 2-https://studfiles.net/html/2706/977/html_Ts9gNfd1rn.M6fp/img-jru4_y.png]2\*n2 |  | [ (хm)К-https://studfiles.net/html/2706/977/html_Ts9gNfd1rn.M6fp/img-mwxbub.png]2\*nК |
| определить несмещенную дисперсию, | https://studfiles.net/html/2706/977/html_Ts9gNfd1rn.M6fp/img-TRzb_D.png | | | |
| Определить среднее квадратическое отклонение sx | https://studfiles.net/html/2706/977/html_Ts9gNfd1rn.M6fp/img-pwrhf9.png | | | |

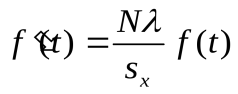
7. Определить соответствие вариационного распределения нормальному закону;

7.1. – найти нормированное отклонение t . Отклонение той или иной варианты от средней арифметической, отнесенное к величине среднего квадратического отклонения , называют нормированным отклонением и находят по формуле,



7.1. – Для соответствующих классов найдем функцию нормированного отклонения f(t) по таблице или по формуле,



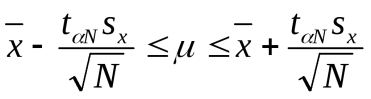
7.2. – найдем выравнивающие частоты вариационного ряда fI (t). Для того чтобы ордината выражала не вероятность, а абсолютные значения случайной величины, т.е. выравнивающие частоты вариант эмпирического распределения нужно fI (t) найти по формуле, https://studfiles.net/html/2706/977/html_Ts9gNfd1rn.M6fp/img-NpjLo3.png

8. На основании пункта 7 заполним таблицу:

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 1 | 2 | … | К |
| нормированное отклонение t | https://studfiles.net/html/2706/977/html_Ts9gNfd1rn.M6fp/img-qUdzEB.png | https://studfiles.net/html/2706/977/html_Ts9gNfd1rn.M6fp/img-9jOITo.png | … | https://studfiles.net/html/2706/977/html_Ts9gNfd1rn.M6fp/img-vuf14M.png |
| нормированного отклонения f(t) | https://studfiles.net/html/2706/977/html_Ts9gNfd1rn.M6fp/img-mpaU2e.png | https://studfiles.net/html/2706/977/html_Ts9gNfd1rn.M6fp/img-QTcSS6.png | … | https://studfiles.net/html/2706/977/html_Ts9gNfd1rn.M6fp/img-f6Y8bN.png |
| выравнивающие частоты вариационного ряда fI (t) | https://studfiles.net/html/2706/977/html_Ts9gNfd1rn.M6fp/img-6tTuHD.png | https://studfiles.net/html/2706/977/html_Ts9gNfd1rn.M6fp/img-1j8aoJ.png | … | https://studfiles.net/html/2706/977/html_Ts9gNfd1rn.M6fp/img-ykyfxj.png |

9. На графике полигона частот построить точки соответствующие выравнивающей частоте вариационного ряда, вычисленная по нормальному закону.

10. Записать значение исследуемой величины с границами доверительного интервала.



**Лабораторная работа № 10**

**«Определение кристаллизационной воды в кристаллогидрате хлорида бария»**

**Цель:** Сформировать умения и навыки по выполнению гравиметрического анали­за и проведению расчетов в весовом методе.

**Задачи:** Приобрести навыки работы с аналитическими весами, овладеть техникой декантации и фильтрования, познакомиться с техникой проведения озоления, научиться проводить расчеты в гравиметрическом анализе.

Кристаллогидрат BaCl2•2H20 теряет кристаллизационную воду при 105°С. Навеску перекристаллизованного хлорида бария высушивают в сушильном шкафу при температуре 105 — 125°С. При этом двуводный гидрат полностью обезвоживается:

BaCl2•2H20 = ВаС12+2Н20.

*Оборудование:* технохимические и аналитические весы, разновес, бюкс с крышкой, сушильный шкаф с термометром, эксикатор, фарфоровая ложка, тигельные щипцы.

*Реактивы:* перекристаллизованный BaCl2•2H20 (х. ч. или ч. д. а.)

**Ход определения**

1. *Подготовка бюкса.* Сначала следует подготовить бюкс. Его тщательно моют и приоткрытым ставят на 30 минут в сушильный шкаф, в котором поддерживают температуру 105—125°С. Высушенный бюкс закрывают крышкой, вынимают из сушильного шкафа и помещают в эксикатор (на 15 — 80 минут) для охлаждения, после чего взвешивают на аналитических весах. Делают соответствующую запись в журнале.

2. *Взятие навески.* Помещают в бюкс около 1,5 — 2 г перекристаллизованного BaCl2•2H20, закрывают крышкой и взвешивают сначала на технохимичеоких весах (с точностью до 0,1 г), а затем на аналитических (с точностью до 0,0002 г).

3. *Высушивание навески.* Открытый бюкс с навеской помещают на полку сушильного шкафа на 2 часа. Крышку бюкса помещают поперек его отверстия, поставив ее на ребро. Закрыв дверцу сушильного шкафа, следят за тем, чтобы температура в нем не превышала 125  С. Бюкс с веществом и крышкой через 2 часа вынимают (при помощи тигельных щипцов) из сушильного шкафа, помещают в эксикатор, охлаждают в течение 15—20 минут. Бюкс вынимают из эксикатора, закрывают крышкой, а затем взвешивают на аналитических весах. Записав массу бюкса с веществом, снова помещают его в нагретый (до той же температуры) сушильный шкаф на 1 час. Снова бюкс с содержимым охлаждают в эксикаторе, а затем взвешивают. Массу бюкса с веществом записывают в лабораторный журнал. Образец высушивают до тех пор, пока кристаллизационная вода полностью не испарится. Масса считается постоянной, если разница в результатах предпоследнего и последнего взвешива­ния не превышает 0,0002 г.

**Форма записи в лабораторном журнале**

*Определение содержания кристаллизационной воды в*BaCl2•2H20.

1. Краткое описание методики выполнения анализа.

2. Подготовка бюкса и взятие навески:

Масса бюкса с BaCl2•2H20 = 10,9334 г

Масса пустого бюкса = 9,4512 г

Навеска BaCl2•2H20 = 1,4822 г.

3. Реакция, протекающая при высушивании:

BaCl2•2H20== ВаСl2 + 2Н20.

4. Взвешивание вещества после высушивания в бюксе при температуре сушильного шкафа 105 — l25°C:

Масса бюкса с хлоридом бария после первого высушивания = 10,7161 г.

Масса бюкса с хлоридом бария после второго высушивания = 10,7150 г.

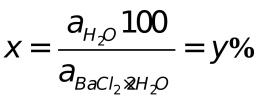
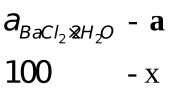
Масса бюкса с хлоридом бария после третьего высушивания = 10,7149г.

Масса кристаллизационной воды: 10,9334—10,7149 =0,2185г.

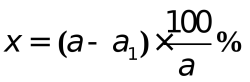
5. Вычисление процентного содержания воды в образце.

**Расчет процентного содержания бария в кристаллогидрате**BaCl2•2H20.

1. Вычисляем продентное содержание воды в указанном кри­сталлогидрате, зная уменьшение массы навески (BaCl2•2H20) после высушивания. Расчет проводят так:



где https://studfiles.net/html/2706/352/html_qbxoUBBArH.i4KC/img-C4BxAI.png(https://studfiles.net/html/2706/352/html_qbxoUBBArH.i4KC/img-hUKDt1.png — масса остатка после высушивания или прокаливания образца; https://studfiles.net/html/2706/352/html_qbxoUBBArH.i4KC/img-hX26SF.png— исходная навеска, г;https://studfiles.net/html/2706/352/html_qbxoUBBArH.i4KC/img-QN7HiW.png— граммовое содержание воды в навеске).

Можно проводить вычисления по формуле: 

где *х* — процентное содержание летучего компонента в анали­зируемом образце;

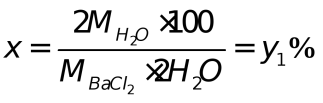
а — навеска исходного вещества, г;

a1 — масса остатки после высушввания образца, г;

100 — для пересчета в %.

2. Вычислите истинное содержащие кристаллизационной воды в BaCl2•2H20.

Расчет проводят до формуле:

.

3. Вычислите абсолютную и относительную ошибки анализа.

**Практическое занятие № 8.**

**Рассчитать навеску**

**Цель:** Получение практических навыков в расчетах по гравиметрии.

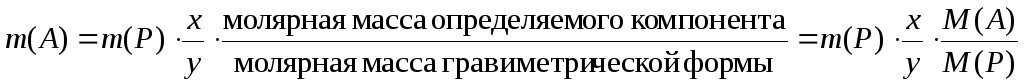
Конечной целью проведения гравиметрического анализа может быть вычисление массового содержания или массовой доли определяемого вещества. Результаты анализа можно выражать по-разному: в виде содержания в пробе элементов (Fe, Cu, P, O, C и т.д.), содержания ионов (например, Ca2+, Mg2+), содержания оксидов (SiO2, Fe2O3, Al2O3, CaO, P2O5 и т.д.).

Гравиметрический анализ включает два экспериментальных измерения:

– взвешивание навески анализируемого образца *mобр*.;

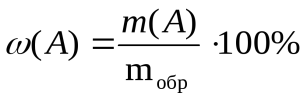
– взвешивание продукта известного химического состава *P*, полученного из этой навески в ходе анализа (гравиметрическая или весовая форма), для установления его массы *m (P)*.

Гравиметрическая или весовая форма может непосредственно состоять из определяемого компонента *A*(например, весовая форма имеет состав SiO2 при определении содержания SiO2), либо определяемый компонент входит в состав весовой формы в точно стехиометрических соотношениях (например, при определении содержания серы гравиметрическая форма имеет состав BaSO4). В случае косвенных определений гравиметрическая форма совсем не содержит определяемого компонента, но между ними могут быть установлены точные стехиометрические соотношения. Во всех случаях для достижения конечного результата расчета – вычисления массовой доли определяемого компонента – необходимо массу гравиметрической формы осадка *m(P)* пересчитать на массу *m* определяемого компонента *А* – *m(A)*.

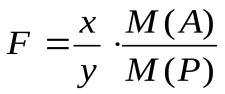


где *x* и *y* – целые числа, на которые нужно умножить молярные массы определяемого компонента и гравиметрической формы соответственно, чтобы числа молей в числителе и знаменателе были химически эквивалентны.

Вычисленное значение массы определяемого компонента *m (A)* позволяет рассчитать его массовую долю *ω* в анализируемом объекте по формуле

https://studfiles.net/html/2706/740/html_vEwc6O7Wwd.1bvp/img-teiCug.png

При любом изменении исходной навески, а, следовательно, и массы конечного продукта – гравиметрической формы, указанное эквивалентное отношение молярных масс в расчете массовой доли определяемого компонента сохраняется постоянным. Это отношение называется гравиметрическим фактором, фактором пересчета или аналитическим множителем и обозначается символом *F*:



При серийных анализах, то есть при большом потоке анализируемого материала, гравиметрический фактор, для упрощения расчетов, рассчитывают заранее, поскольку он не изменяется при данной выбранной схеме определения.

При выполнении методики и обработке результатов гравиметрического анализа можно выделить следующие основные типы расчетов:

1. Вычисление фактора пересчета (аналитического множителя, гравиметрического фактора);

2. Расчет количества осадителя;

3. Расчет навески анализируемого образца;

4. Расчет результатов анализа.

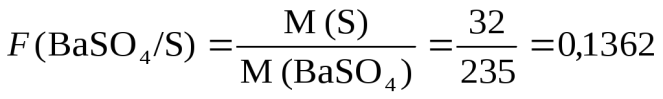
*Вычисление фактора пересчета*

Гравиметрический фактор (или фактор пересчета, или аналитический множитель) *F* – это эквивалентное отношение молярных масс определяемой и весовой (гравиметрической) формы. Эта величина рассчитывается по-разному в зависимости от состава гравиметрической формы и от стехиометрического соотношения между составом этой формы и составом определяемого компонента. Числовые значения гравиметрических факторов приведены в справочных таблицах.

*Пример 1*. Вычислить аналитический множитель для пересчета сульфата бария на серу и определить сколько граммов серы содержится в 0,2040 г сульфата бария?

*Решение*

Из формулы сульфата бария BaSO4 видно, что 1 моль серы эквивалентен 1 моль сульфата бария. Поэтому, в соответствии с определением, вычисляем величину аналитического множителя как отношение молярных масс определяемого вещества – серы и его гравиметрической формы – сульфата бария.



Тогда масса серы, содержащейся в 0,2040 г сульфата бария, равна

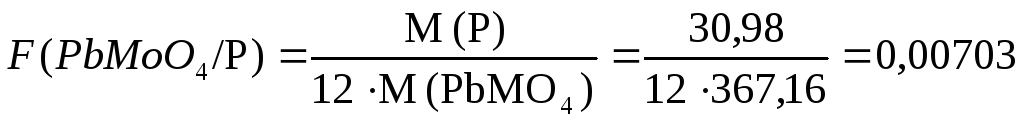
https://studfiles.net/html/2706/740/html_vEwc6O7Wwd.1bvp/img-DR2D6P.png*Пример 2*. При определении фосфора в чугуне осаждают фосфор в виде (NH4)3PO4 ·12 MoO3, затем осадок растворяют в аммиаке, осаждают молибденовую кислоту раствором ацетата свинца и взвешивают в виде PbMoO4, по массе которого определяют содержание фосфора. Вычислить фактор пересчета для такого определения.

*Решение*

Записываем схему определения:

P → PO43- → (NH4)3PO4 · 12 MoO3 → 12 PbMoO4.

Отсюда



*Расчет навески анализируемого образца*

Перед началом анализа необходимо приблизительно знать, сколько определяемой составной части содержится в анализируемом образце. На этом основании рассчитывают, сколько надо взять вещества для анализа, то есть какую навеску необходимо взять. Этот расчет обязательно должен предшествовать анализу во избежание получения слишком малого или, наоборот, слишком большого количества прокаленного осадка. При слишком малой массе осадка неизбежные потери на всех стадиях анализа, неточность аналитических весов внесут слишком значительную (в долевом отношении) ошибку. Если взять слишком большую навеску, при осаждении получится столь большое количество осадка, что его невозможно будет тщательно промыть. При расчете навески обычно достаточно определить только два первых знака, но само взвешивание, конечно, проводят с обычной аналитической точностью, то есть до четвертого знака.

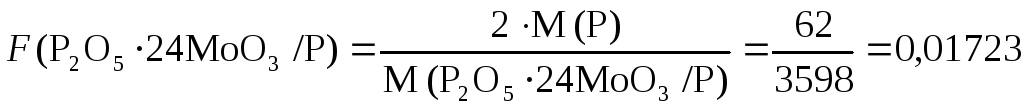
*Пример 4*. Какую навеску феррованадия, содержащего примерно 0,10–0,15 % (масс.) фосфора, следует взять для точного определения его содержания в сплаве, если фосфор осаждают в виде фосфорномолибденовоаммонийной соли (NH4)3PO4 · 12 MoO3 ·2H2O, которую высушивают и прокаливают до получения P2O5 ·24MoO3? Масса получаемого осадка примерно 0,1 г.

*Решение*

Сначала составляем схему анализа:

Р → (NH4)3 PO4 · 12 MoO3 ·2H2O → P2O5 ·24MoO3.

На ее основе вычисляем фактор пересчета для данного определения:



Для расчета массы фосфора, требуемого для проведения анализа, умножим фактор пересчета на полученную массу гравиметрической формы:

https://studfiles.net/html/2706/740/html_vEwc6O7Wwd.1bvp/img-B4Jipx.png

По условию содержание фосфора в сплаве не превышает 0,15 % (масс.).

Следовательно, навеска сплава для анализа *m*сплава вычисляется из пропорции

0,001723 г Р – 0.15%

*m*сплава – 100% .

Таким образом, для анализа необходимо взять навеску сплава

*m*сплава = (0,001723 · 100)/0,15 = 1,15 г .

*Расчет результатов анализа*

Конечной целью проведения гравиметричекого анализа является вычисление массового содержания или массовой доли определяемого вещества. Эти расчеты производятся на основе уравнений реакций образования гравиметрической формы.

*Пример 5*. Определение свинца в руде проводили осаждением его в виде PbSO4. Для этого навеску руды массой 2,2590 г растворили, осадили из подготовленного анализируемого раствора свинец в виде PbSO4. После соответствующей обработки полученный осадок сульфата свинца прокалили и взвесили. Масса осадка PbSO4 составила 0,2547 г. Вычислить массовую долю свинца в руде.

*Решение*

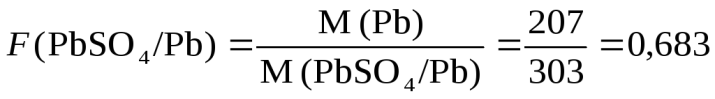
В основе определения лежит реакция образования труднорастворимого соединения сульфата свинца при взаимодействии определяемых ионов свинца с ионами сульфата:

Pb2+ + SO42- = PbSO4↓.

В данном случае составы осаждаемой и гравиметрической формы осадка совпадают. Требуемые для последующих расчетов молярные массы составляют

M (PbSO4) = 303 г/моль; M(Pb) = 207 г/моль.

Рассчитаем фактор пересчета сульфата свинца на свинец:



Вычислим массу свинца в полученной гравиметрической форме:

*m* (Pb) = *m*(PbSO4) · *F*(PbSO4 ∙ Pb) = 0,2547·0,683 = 0,1740 г.

Следовательно, в навеске анализируемой руды массой 2,2590 г содержится 0,1740 г свинца. Теперь можем вычислить массовую долю свинца в анализируемом веществе:

0,1740 г Pb содержится в 2,2590 г анализируемой руды

m г Pb содержится в 100 г анализируемой руды;

*m* (Pb) = *ω* ( Pb) = (0,1740·100) / 2,2590 =7,70 % *Pb*.

Следовательно, массовая доля свинца в исследуемой руде составляет *ω* (Pb) = 7,70 %.

Групповое задание. Решение задач

Последовательность оформления решения задачи:

1. Полностью переписать условие задачи;

2. Записать тип расчета, рассматриваемый в данной задаче;

3. Записать схему определения или химические уравнения реакций, лежащих в основе расчетов;

4. Привести подробное обоснование решения и необходимые вычисления.

*Задача № 1*. Вычислить фактор пересчета (гравиметрический фактор) в следующих вариантах:

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *Вариант* | *1* | *2* | *3* |
| Определяемое вещество | Bi | K3PO4 | Mg |
| Гравиметрическая форма | Bi2O3 | K2PtCl6 | Mg2P2O7 |

*Задача № 2*. Навеску алюминиевого сплава массой 0,1425 г растворили в колбе вместительностью 200,0 мл. Из 20,0 мл этого раствора получил осадок оксихинолината алюминияAl(C9H6ON)3массой 0,2012 г. Вычислить массовую долю (%) алюминия в сплаве.

*Задача № 3*. Вычислить число молекул воды в кристаллогидрате хлорида магния, если из навески его массой 0,5 г получили 0,2738 гMg2P2O7.

*Задача № 4*. Рассчитать массу навески апатито-нефелиновой руды, содержащей около 30 %P2О5, необходимую для получения 0,9 г осадка (NH4)3PO4∙12MoO3.

*Задача № 5*. Из навески каменного угля массой 2,6248 г после соответствующей обработки получили 0,3248 г BaSO4. Вычислить массовую долю (%) серы в каменном угле. Пересчитать массовую долю серы на сухое вещество, если содержание влаги составило 2,58 %.

*Задача № 6*. При определении оксидов щелочных металлов из образца силикатной породы массой 1,2505 г выделили смесьNaClиKClмассой 0,15 г. После многократной обработки этой смеси серной кислотой получили сульфатыNa2SO4иK2SO4массой 0,18 г. Вычислить массовые доли (%)Na2OиK2Oв силикатной породе.

**Практическое занятие № 9.**

**Рассчитать количество растворителя и осаждающего реактива**

*Расчет количества осадителя*

Реактивы, которые используют для осаждения, применяют в виде растворов различной концентрации. Для вычисления требуемого объема необходимо по уравнению реакции рассчитать необходимую массу реагента, а затем, зная концентрацию раствора, сделать пересчет на объем.

Вычисление необходимого количества реактива не требует особой точно-сти, поскольку на практике для уменьшения потерь при осаждении используют избыток осадителя.

*Пример 3*. Какой объем раствора ацетата свинца с массовой долей 1 % требуется для осаждения молибдена при определении его содержания в ферромолибдене в виде молибденовокислого свинца, если примерное содержание молибдена составляет 50 % (масс.), а навеска образца сплава около 0,25 г ?

*Решение*

Запишем схему определения:

Mo → MoO42- → MoO42- + Pb(CH3COO)2 → PbMoO4 ↓

Молярные массы определяемого вещества и осадителя равны

*М (*Mo*)* = 96 г/моль и *М*(Pb(CH3COO)2) = 266 г/моль.

Масса молибдена в анализируемой навеске сплава равна

*m (*Mo*)* =0,25 · 0,5 = 0,125 г.

Составим пропорцию, в соответствии с которой взаимодействуют определяемое вещество и осадитель:

96 г Mo – 266 г Pb(CH3COO)2

0,125 г Mo – m г Pb(CH3COO)2

Следовательно, *m* *Pb(CH3COO)2* = (0,125 ∙ 266)/96 = 0,346 г.

Учитывая массовую концентрацию раствора, вычисляем требуемую массу

раствора ацетата свинца

*m*р-ра= (0,346·100)/1 = 34,6 г.

Поскольку плотность разбавленного раствора близка к 1 г/см3 , вычисленная масса раствора равна его объему. На практике обычно используется полутора-двукратный объем осадителя. Следовательно, для полноты осаждения необходимо взять примерно 70 мл раствора ацетата свинца.

**Практическое занятие № 10.**

**Вычисление результатов гравиметрических анализов**

**Цель:**научится проводить расчеты в весовом анализе.

**Теоретическая часть:**

**Гравиметрический (весовой) анализ** - один из методов количественного анализа, который позволяет определять состав анализируемого вещества путем измерения массы. Этот метод часто используется в пищевых лабораториях для определения влажности, зольности, содержания отдельных элементов или соединений. По результатам анализа производят соответствующие вычисления.

**1. Определение зольности продукта.**

Взвешенный на аналитических весах исходный продукт (навеску) сжигают, полученную золу доводят до постоянной массы (прокаливают до тех пор, пока не перестанет изменяться масса) и взвешивают. Пусть исходная навеска продукта составляет **А** г, масса прокаленной золы - **В** г, тогда зольность продукта (в %) вычисляется, исходя из пропорции:

навеска А г составляет 100 %

масса золы В г - х % Х = В·100% / А

**2. Определение влажности продукта.**

Из навески исходного вещества полностью удаляют определяемую составную часть и остаток взвешивают. Навеску исходного вещества **А** г высушивают в сушильном шкафу до постоянной массы - **В** г.

Масса удаленной влаги (**А - В**) г. Определяем влажность продукта (в %):

А г продукта составляет 100%

(А - В) г влаги - Х% Х = (А- В) · 100% / А

**3.Определение содержания отдельных элементов.**

Определяемую составную часть количественно связывают в такое химическое соединение, в виде которого она может быть выделена и взвешена. Соединение, в виде которого определяемая часть выпадает в осадок, называется его *осаждаемой формой*, а в виде, которого оно взвешивается - *гравиметрической формой*. Расчетная формула для определения содержания (в %) любого элемента по исходной навеске и массе гравиметрической формы:

Q % = F·B·100% / A

А – масса исходной навески (г);

В – масса гравиметрической формы (г);

F – фактор пересчета, равный отношению атомной массы определяемого элемента к молекулярной массе соединения, представляющего гравиметрическую форму вещества:

F = Ar (определяемого элемента) / Mr (гравиметрической формы)

**Пример 1:** Навеску чистого BaCI2 · 2H2O массой 0,4872г для определения содержания бария перевели в осадок BaSO4. Масса осадка после прокаливания равна 0,4644г. Рассчитайте содержание (массовую долю) бария в данном образце.

Дано:

Решение:

А = 0,4872г

В = 0,4644г

Q (Ва) = ?

1.Определяем F

Ar (Ва) = 137

Mr (BaSO4) = 137 + 32 + 16·4 = 233

F = Ar (определяемого элемента) / Mr (гравиметрической формы) =137/233=0,59

2.Рассчитываем содержание (массовую долю) бария в данном образце

Q % = F·B·100% / A = 0,59 ∙ 0,4644· 100% / 0,4872 = 56,24%

Ответ:56,24%

**4. Пересчет результатов анализа на сухое вещество**.

Часто состав двух продуктов невозможно сравнить потому, что они различаются по содержанию гигроскопической влаги. Поэтому прибегают к пересчету на абсолютно сухое вещество. Для этого из суммы составных частей вычитают количество воды и содержание отдельных компонентов выражают в процентах к остатку. Таким же способом при необходимости производят пересчет на беззольное или на обезжиренное вещество, соответственно вычитая из суммы компонентов массу золы или жира.

**Пример 2:** Требуется сравнить два продукта по содержанию сахара, если анализом установлен их состав (%):

мука сахар вода

1-й продукт .............. 82,87 5,53 11,6

2-й продукт ............... 74,07 4,93 21,0

Решение: Пересчитаем содержание сахара на абсолютно сухое вещество:

1-й продукт (100 -11,6) составляет 100%

5,53 - х% х = 5,53·100/ (100 -11,6) = 6,25%

2-й продукт (100 -21) составляет 100%

4,93 - х% х = 4,93·1 /(100 -21) = 6,25%

Расчет показывает, что содержание сахара в анализируемых продуктах одинаковое.

**Практическая часть:**

**Задача 1.** В пшеничной муке высшего сорта минеральных веществ (золы) должно быть не более 0,55%. Рассчитайте зольность следующих образцов муки по ниже приведенным данным анализа и сделайте вывод о соответствии их стандартным требованиям.

**А)** Навеску муки 1,8562г прокалили, сожгли, довели массу до постоянной величины 0,0496г.

**Б)** Навеску муки 1,6734г прокалили, сожгли, довели массу до постоянной величины 0,0215г.

**Задача 2.** Навеску крахмала 2,6284г высушили в сушильном шкафу до постоянной массы 2,4933г. Определите влажность продукта.

**Задача 3.** Определите влажность сахара, если навеску 3,0742г высушили до постоянной величины 2,9116г. 4. Вычислите фактор пересчета в следующих примерах:

**А)** определяемый элемент – Ca;

гравиметрическая форма – CaO;

**Б)** определяемый элемент – CI;

гравиметрическая форма – AgCI;

**Задача 5.** Навеску AI2(SO4)3 · Н2О массой 0,7000г перевели в осадок AI2O3 массой 0,1070г. Рассчитайте массовую долю алюминия в навеске.

**Задача 6.** Из навески Na2SO4 · Н2О массой 0,4000г получен осадок BaSO4 массой 0,3262г. Рассчитайте массовую долю серы в навеске.

**Задача 7.** Даны два продукта, состав которых установлен в ходе анализа:

мука крахмал соль вода

1 продукт: 76,62% 18,95% 1,04% 3,39%

2 продукт: 80,14% 17,34% 1,46% 1,06%

**А)** сравните эти продукты по содержанию крахмала;

**Б)** сравните эти продукты по содержанию соли.

**Задания для самостоятельного решения:**

1. Как содержание влаги влияет на качество и на срок хранения продуктов?

2. Что такое фактор пересчета?

3. Вычислите фактор пересчета по данным: определяемый элемент – Fe; гравиметрическая форма – FePO4.

4. Вычислите массовую долю магния в навеске 0,5520г MgSO4 · xH2O, из которой получен осадок Mg2P2O7 массой 0,2492г.

**Лабораторная работа № 11**

**«Приготовление и стандартизация раствора гидроксида натрия по стандартному раствору соляной кислоты»**

**Цель работы**. Изучение методики стандартизации раствора щелочи NaOH (вторичный стандарт) методом пипетирования.

**Ход определения**. Титрование проводится прямым (1) или инверсным (2) методом.

1. В коническую колбу на 100 см3 внести отобранную аликвоту стандартизуемого раствора NaOH, 1-2 капли раствора метилового оранжевого. Оттитровать полученную смесь раствором соляной кислоты HCl с молярной концентрацией эквивалента 0,05000 М до перехода оранжево-желтой окраски в оранжевую.

2. В коническую колбу на 100 см3 внести отобранную аликвоту стандартного раствора соляной кислоты HCl с молярной концентрацией эквивалента 0,05000 М, 1-2 капли раствора фенолфталеина. Оттитровать полученную смесь раствором щелочи до появления бледно-розовой окраски, устойчивой в течение 30 сек.

Сделать отсчет по бюретке и записать данные. Провести два параллельных опыта до получения сходимых результатов.

Математическая обработка результатов измерений. Расчет концентрации раствора NaOH по полученным данным:

**https://pandia.ru/text/78/174/images/image001_197.gif**

https://pandia.ru/text/78/174/images/image002_155.gif,

https://pandia.ru/text/78/174/images/image003_98.gif

Расчет расхождения между параллельными измерениями:

https://pandia.ru/text/78/174/images/image004_81.gif

Таблица 1. Определение концентрации раствора щелочи NaOH

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| № опыта | С НCl, моль/л | V аликвоты, мл | Результаты титрования,  мл | Расхождения между параллельными определениями, мл | | Результаты определения, моль/л |
| Факт. | Допуст. |
| 1 | 0,05 | 10,0 | V1=10,1 | 0,1 | 0,1 | Х1=0,0495 |
| 2 |  |  | V2=10,2 | 0,1 |  | Х2=0,04902 |
|  |  |  |  |  |  | Х ср=0,04926 |

При титровании с метиловым оранжевым удобно пользоваться свидетелями. Для их приготовления в 2 конические колбы для титрования вносят с помощью мерного цилиндра 20 см3 дистиллированной воды, 2-3 капли индикатора. Затем в одну колбу вносят 1-2 капли 0,1 М раствора HCl, в другую – 1-2 капли 0,1 М раствора NaOH.

Сходимыми считаются результаты титрования, отличающиеся друг от друга не более чем на величину цены деления бюретки (как правило, это 0,05 см3 или 0,1 см3 в зависимости от типа бюретки). Если результаты титрования отличаются более чем на величину цены деления бюретки, то оба результата отбрасываются и титрование повторяются заново.

**Лабораторная работа № 12**

**«Определение концентрации карбоната натрия в контрольном растворе»**

Получить у преподавателя контрольный раствор соды в мерной колбе и записать в тетради его номер.

Довести объем раствора дистиллированной водой до метки и *тщательно пе­ремешать*. Промыть пипетку раствором соды, затем 10,0 мл кон­трольного раствора перенести промытой пипеткой в коническую колбу, при­бавить 1 каплю метилоранжа и титровать рабочим раствором соляной кислоты до перехода желтой окраски индикатора в бледно-розовую от одной капли ки­слоты. Титровать до получения сходящихся результатов не менее 3 раз.

Из сходящихся результатов взять среднее значение.

Вычислить сначала молярную концентрацию эквивалента раствора соды, а затем массу Na2CO3 в контрольном растворе, т.е. в 50 мл.

Оформите результаты титрования по образцу, с. 10.

В выводе отразите итог проделанной работы.

**Лабораторная работа № 13**

**«Определение концентрации соды и щелочи при совместном присутствии»**

**Цель работы:**определить содержание соды и щёлочи в пробе раствора при их совместном присутствии методом кислотно-основного титрования.

**Сущность работы**. Раствор, содержащий гидроксид и карбонат натрия, титруют раствором соляной кислоты. В ходе титрования последовательно протекают следующие реакции:

NaOH + HCl = NaCl + H2O (1);

Na2CO3 + HCl = NaHCO3 + NaCl (2);

NaHCO3 + HCl = H2CO3 + NaCl (3).

Каждой реакции соответствует эквивалентная точка. Первую эквивалентную точку с помощью цветных индикаторов определить невозможно, так как скачок рН в ней мал и лежит в сильнощелочной области. Вторую эквивалентную точку, отвечающую полному протеканию реакции (2) и имеющую значение рН = 8,3, можно установитьпообесцвечиванию розовой окраски индикатора фенолфталеина.Третьей эквивалентной точкесоответствует значение рН = 3,8, которое соответствуетпереходуокраскиметилоранжа от желтой к оранжевой.

Оборудование и реактивы: бюретка объёмом 25 мл; мерная пипетка объёмом 5 мл; коническая колба для титрования объёмом 100-250 мл; химический стакан объёмом 50 мл; соляная кислота, 0,1 н. раствор; фенолфталеин; метилоранж; проба раствора для анализа.

**Выполнение работы**

1. Из пробы раствора мерной пипеткой отобрать в коническую колбу для титрования аликвоту объёмом 5 мл.

2. Аликвоту разбавить дистиллированной водой до объёма 20-30 мл.

3. Добавить 2 капли фенолфталеина.

4. Залить в бюретку соляную кислоту, выпустить из носика бюретки воздух и довести уровень раствора до отметки «0».

5. Титровать из бюретки соляной кислотой до полного исчезновения розовой окраски. Окраска не должна восстанавливаться при перемешивании раствора в течение 30 секунд.

6. Записать эквивалентный объём V2.

7.Добавить 2-3 капли метилового оранжевого.

8. Не доливая бюретку до нуля, продолжать титрование до перехода жёлтой окраски раствора в оранжевую.

9. Записать эквивалентный объём V3.

10. Долить бюретку кислотой до нуля и повторить п.п. 1-9.

Содержание протокола лабораторной работы

Номер пробы.

Объем аликвоты Va, мл.

Концентрация соляной кислоты CHCl, экв/л.

Объём соляной кислоты, расходованный на титрование c фенолфталеином:

V1(HCl), мл;

V2(HCl), мл;

Vср(HCl)2, мл.

Объём соляной кислоты, расходованный на титрование c метиловым оранжевым:

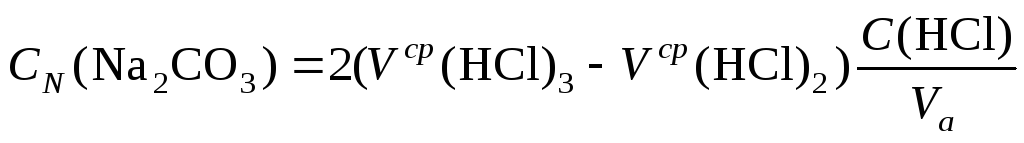
V1(HCl), мл;

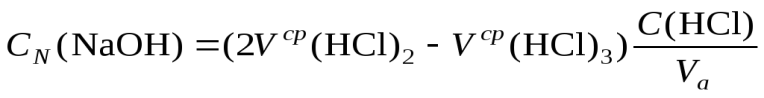
V2(HCl), мл;

Vср(HCl)3, мл.

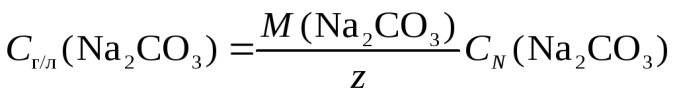
Обработка результатов эксперимента

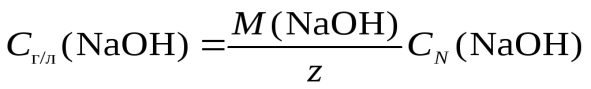
1. Вычислить нормальную концентрацию соды и гидроксида натрия в растворе:

, экв/л.

, экв/л.

2. Выразить содержание соды и щелочи в растворе в г/л:

;

.

Для соды значение обменного эквивалента равно 2, для щелочи – 1.

**Лабораторная работа № 14**

**«Определение общей жесткости воды»**

**Теоретические основы.**Общую жесткость воды можно экспериментально определить титрованием органическим реагентом – **трилоном Б**(динатриевой солью этилендиаминтетрауксусной кислоты). В качестве индикатора используется **эриохром черный Т**, который образует с ионами кальция и магния комплексную соль красного цвета. При добавлении к раствору трилона Б происходит ее разрушение и образование бесцветной комплексной соли металлов с трилоном Б. Когда количество добавленного трилона Б эквивалентно количеству ионов кальция и магния в воде, весь индикатор выделяется в свободном виде и окраска раствора меняется с красной на синюю. Реакция протекает в слабо щелочной среде, которую создают добавлением аммиачного буферного раствора (смеси водного раствора аммиака и раствора хлорида аммония).

**Цель работы.** Методом комплексонометрического титрования с трилоном Б определить общую жесткость воды. Зная значение временной жесткости, определить постоянную жесткость.

**Порядок работы**.

1. В коническую колбу отмерьте пипеткой точный объем жесткой воды (по указанию преподавателя), добавьте цилиндром 10 мл аммиачного буферного раствора, а затем несколько кристаллов индикатора - эриохрома черного Т.

2. Титруйте из бюретки раствором трилона Б до перехода красной окраски раствора в синюю.

3. Титрование проведите 3 раза.

**Форма лабораторного отчета**.

1. Название лабораторной работы.

2. Краткое описание, цель работы.

3. Номер варианта жесткой воды ...... .

4. Экспериментальные данные:

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| № опыта | 1 | 2 | 3 |
| Объем трилона Б V, мл |  |  |  |

Объем жесткой воды **Vhttps://studfiles.net/html/2706/162/html_PZClBEaRzQ.iso8/img-z5BYAz.png= .......**

Концентрация раствора трилона Б **СN (Тр.Б.)= ......**

5. Расчеты:

а) средний объем раствора трилона Б:

**V = https://studfiles.net/html/2706/162/html_PZClBEaRzQ.iso8/img-Wmh3xH.png= ......**

б) концентрация ионов кальция и магния в жесткой воде:

**СN (солей)= https://studfiles.net/html/2706/162/html_PZClBEaRzQ.iso8/img-hNpJ4H.png= .......**

в) общая жесткость воды: **Жобщ = СN (солей)https://studfiles.net/html/2706/162/html_PZClBEaRzQ.iso8/img-VhB2_x.png1000 = ....**

6. Временная жесткость воды, определенная в работе 5,

**Жврем = .......**

7. Постоянная жесткость воды **Жпост. = ........**

**Типовые задачи**.

1. При определении общей жесткости воды на титрование 100 мл воды пошло 14,0 мл 0,0550 Н раствора трилона Б (ЭДТА). Найти постоянную жесткость, если временная жесткость равна 7,0 мэкв/л.
2. При определении общей жесткости воды на титрование 100 мл воды пошло 15,0 мл 0,0620 Н раствора трилона Б (ЭДТА). Найти постоянную жесткость, если временная жесткость равна 8,0 мэкв/л.
3. Рассчитайте постоянную жесткость воды, если на титрование 100,0 мл ее потребовалось 5,6 мл 0,1015 N раствора трилона Б, а временная жесткость образца составляет 2,730 моль эквивалентов в 1 м3воды.

**Лабораторная работа № 15**

**«Определение концентрации перманганата калия в контрольном растворе по стандартному раствору щавелевой кислоты»**

**Цель:** научиться готовить стандартный раствор перманганата калия и определять его концентрацию и титр (по щавелевой кислоте) в растворе

**Реактивы и оборудование:** образцы х. ч. Н2С2O4 · 2H2O, КMnO4, Н2SO4, водяная баня, склянка из темного стекла, измерительная посуда, весы технические и аналитические, бюкс, титровальная установка, промывалка

Инструктаж по технике безопасности

**Порядок выполнения работы:**

I.  Приготовление раствора: КMnO4, С(1/5КMnO4) = 0,1 моль/л

Перманганат калия содержит примесь MnO2, а также часть его расходуется на окисление, имеющихся в воде восстановителей.

По этой причине стандартный раствор перманганата калия путем взятия точной навески готовить нельзя. Приготовление раствора начинают с расчета навески, необходимой для приготовления раствора заданной концентрации и объема.

1.  Расчет величины навески

Исходные данные:

С (1/5КMnO4) = 0,1моль/л

V р-ра = 250 мл

М(1/5 КMnO4) = 1/5М(КMnO4) = 1/5 · 158,04 = 31,61 г/моль

Расчет:

m(КМnO4) = https://pandia.ru/text/78/516/images/image028_15.gif = https://pandia.ru/text/78/516/images/image029_15.gif = 0,8 г

Так как часть КМnO4 будет израсходована на окисление органических примесей, попавших в дистиллированную воду из воздуха, навеску следует увеличить приблизительно на 10%, т. е. взять около 0,88 г.

2.  Взяв навеску на технических весах, растворите в колбе вместимостью 250 мл и оставьте в темном месте.

3.  Через 8-10 дней раствор отфильтруйте от выпавшего осадка через стеклянную вату (бумажным фильтром пользоваться нельзя, так как бумага восстанавливает перманганат).

  II.  Приготовление установочного раствора Н2С2O4 · 2H2O

1.  Расчет величины навески

Исходные данные:

С(½Н2С2O4·2H2O) = С(1/5 КMnO4) = 0,1 моль/л

V р-ра = 100 мл

М(½Н2С2O4·2H2O) = ½М(Н2С2O4·2H2O) = ½ · 126,07 = 63,04 г/моль

Расчет:

m(Н2С2O4·2H2O) = https://pandia.ru/text/78/516/images/image030_15.gif

= https://pandia.ru/text/78/516/images/image031_16.gif = 0,63 г

2.  Количественные данные для приготовления установочного раствора

Н2С2O4· 2H2O

Масса бюкса с навеской

Масса бюкса с остатками навески

Масса навески

Объем мерной колбы

3.  Точную навеску щавелевой кислоты Н2С2O4 · 2H2O растворите в мерной колбе на 100 мл и объем доведите до метки.

4.  Полученный раствор хорошо перемешайте.

5.  Рассчитайте титр и молярную концентрацию Н2С2O4· 2H2O

Т (Н2С2O4· 2H2O) = https://pandia.ru/text/78/516/images/image032_16.gif

С (½Н2С2O4· 2H2O) = https://pandia.ru/text/78/516/images/image033_15.gif

III.  Определение титра и молярной концентрации эквивалентов раствора перманганата калия

Реакция протекает по уравнении:

2 КMnO4+ 5Н2С2O4 + 3Н2SO4= 2МnSO4+K2SO4+10CO2+8H2O

|  |
| --- |
|  |
| https://pandia.ru/text/78/516/images/image034_14.gif |

МnOhttps://pandia.ru/text/78/516/images/image035_14.gif + 8H+ + 5https://pandia.ru/text/78/516/images/image036_14.gif → Мn2+ + 4H2O 2

C2Ohttps://pandia.ru/text/78/516/images/image037_12.gif -2https://pandia.ru/text/78/516/images/image036_14.gif → 2CO2 5

2 МnOhttps://pandia.ru/text/78/516/images/image035_14.gif + C2Ohttps://pandia.ru/text/78/516/images/image037_12.gif + 16H+ = 2Mn2+ + 8H2O + 10CO2

1.  Бюретку ополосните раствором КMnO4 и заполните до нулевого деления.

2.  Пипетку ополосните раствором щавелевой кислоты и 10 мл ее перенесите в колбу для титрования.

3.  Туда же мерным цилиндром добавьте 8-10 мл 2 н. Н2SO4 и раствор нагрейте на водяной бане до 60-700С.

4.  Горячий раствор щавелевой кислоты оттитруйте раствором КMnO4.

5.  Добавляйте каплю раствора КMnO4 , интенсивно перемешивая раствор, добиваясь его обесцвечивания, и только после этого прибавляйте следующую.

6.  Медленно обесцвечиваются только первые капли.

7.  Когда будет достигнута точка эквивалентности, следующая капля стандартного раствора обесцвечиваться не будет и окрасит жидкость в бледно - розовый цвет.

8.  Определение повторите трижды и для расчетов возьмите среднее значение.

9.  Количественные данные определения точной концентрации раствора КMnO4

Концентрация установочного раствора Н2С2O4· 2H2O

Объем Н2С2O4· 2H2O, взятого на титрование

Объем КMnO4, израсходованного на 1-е титрование

Объем КMnO4, израсходованного на 2-е титрование

Объем КMnO4, израсходованного на 3-е титрование

Средний объем КMnO4

10.  Расчет результата определения точной концентрации раствора КMnO4:

С(1/5КMnO4)·V(КMnO4) = С(½Н2С2O4· 2H2O)· V(Н2С2O4· 2H2O)

https://pandia.ru/text/78/516/images/image038_14.gif С(½Н2С2O4· 2H2O)· V(Н2С2O4· 2H2O)

С(1/5КMnO4)= V(КMnO4)

С(1/5КMnO4) · М(1/5КMnO4)

https://pandia.ru/text/78/516/images/image039_13.gif T(КMnO4) = 1000

Контрольные вопросы и задания:

1.  На чем основан метод окисления - восстановления?

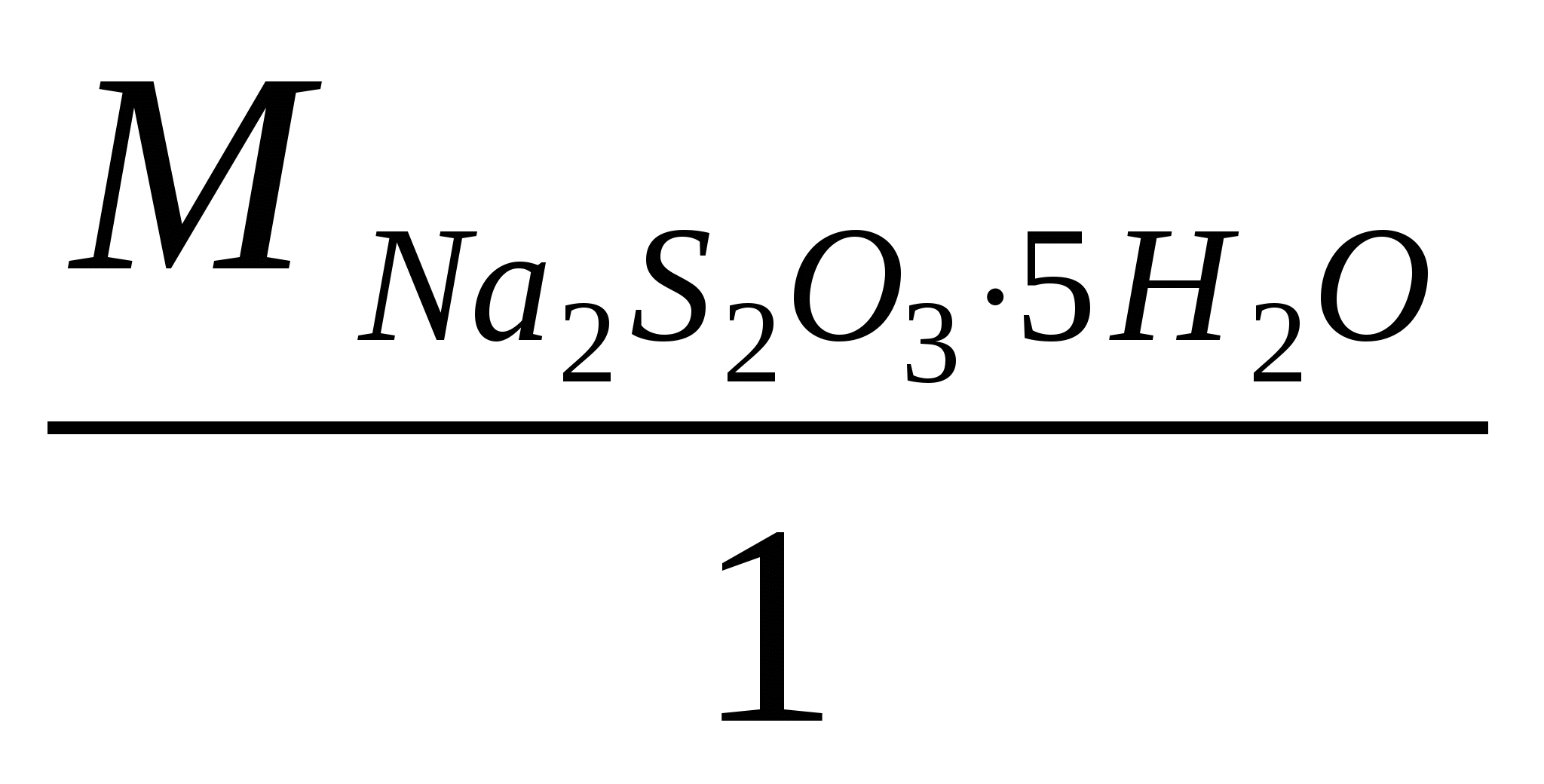
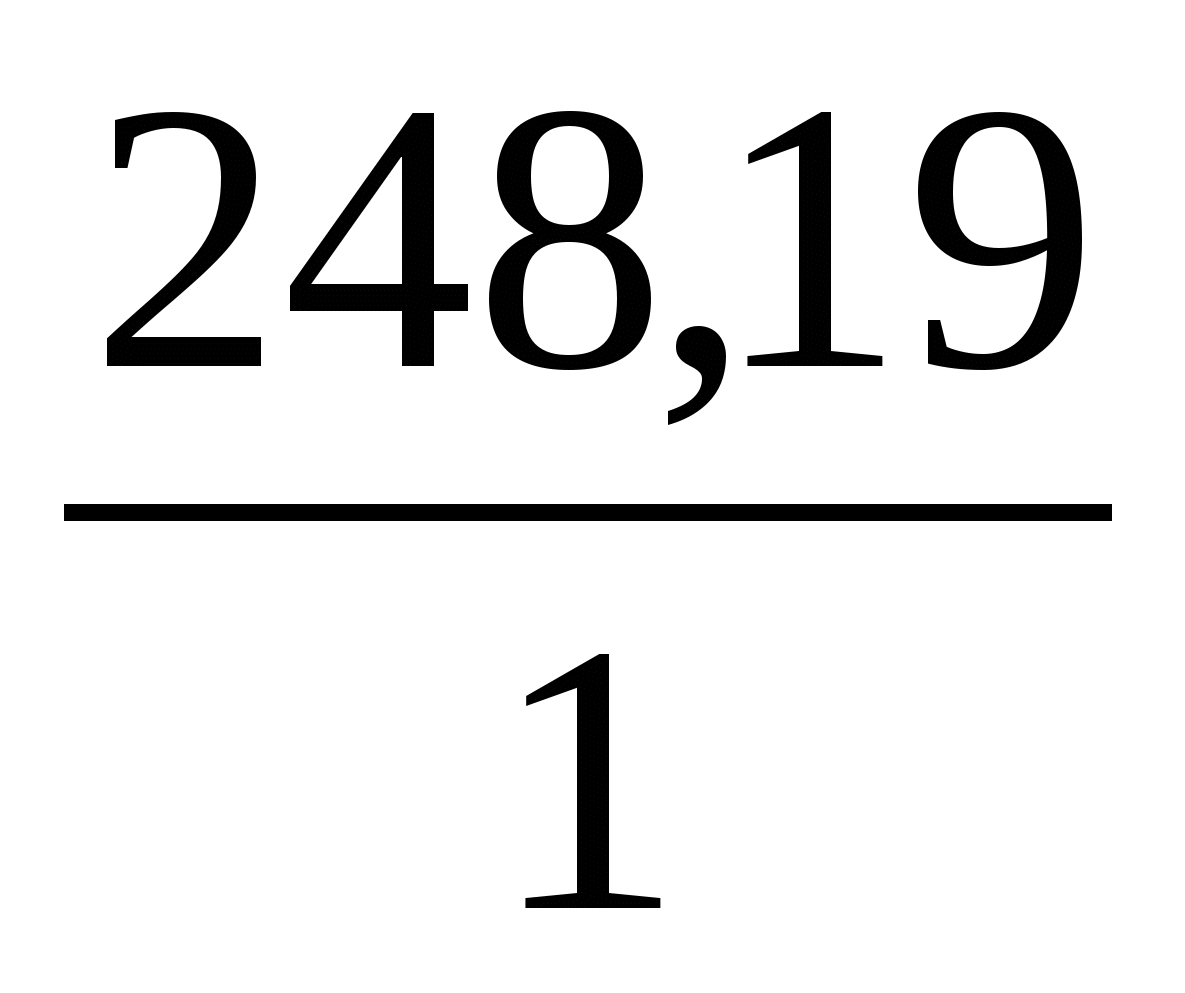
2.  Каким требованиям должны отвечать реакции окисления - восстановления, чтобы их можно было использовать в количественном анализе?

3.  Почему нельзя готовить точный раствор КMnO4 прямо из навески?

4.  Определите нормальность раствора перманганата калия, если 20,00 мл его окисляют такую навеску щавелевой кислоты, которая может быть нейтрализована 15,60 мл 0,0950 н. раствора гидроксида натрия.

**Лабораторная работа № 16**

**«Определение концентрации тиосульфата натрия по стандартизованному раствору перманганата калия»**

Рассмотрим окислительно-восстановительные процессы в реакции тиосульфата натрия с йодом:  
2Na2S2O3 + I2 = Na2S4O6 + 2NaI  
2S2O32- - 2е- = S4O62-  
I2 + 2е- = 2I-  
2S2O32- + I2 = S4O62- + 2I-  
Так как два иона S2O32- Теряют два электрона (по одному на каждый ион), то грамм-эквивалент восстановителя (тиосульфата натрия) равен:  
  
г-экв Na2S2O3 · 5Na2O == = 248,19г.  
Приготовить титрованный раствор тиосульфата натрия по точной навеске нельзя вследствие того, что кристаллы тиосульфаты натрия на воздухе выветриваются, и химический состав их не всегда соответствует формуле Na2S2O3 · 5H2O.Поэтому тиосульфат натрия готовят приблизительной концентрации, растворяя навеску тиосульфата натрия в свежекипяченой и охлажденной дистиллированной воде. Раствор выдерживают 8-10 дней. Хранят раствор в бутыли из темного стекла с пробкой, снабженной хлоркальциевой трубкой. Концентрация тиосульфата натрия устанавливается с помощью окислителя с известной концентрации. В качестве таких окислителей применяют перманганат калия (в кислой среде), бихромат калия (в кислой среде) и йод.  
**Выполнение работы**. В коническую колбу влить последовательно 20-25 мл. 2 н. серной кислоты, 15-20 мл. 10%-го раствора йода калия и точно отмеренный объем (отмерять пипеткой) титрированного раствора перманганата калия. Происходит реакция:   
2KMnO4 + 10KI + 8H2SO4 = 5I2 ↓+ 2MnSO4 + 6K2SO4 + 8H2O  
Накрыв колбу стеклом, смесь выдерживают 3-5 мин, поместив колбу в темное место. Затем добавить 100 мл дистиллированной воды и титровать тиосульфатом натрия:  
I2 + 2Na2S2O3 = Na2S4O6 + 2NaI  
Сначала титруют без крахмала до получения бледно-желтой окраски раствора. Затем, прилить 2-3 мл раствора крахмала и продолжать титровать до полного исчезновения окраски. Тиосульфат натрия следует приливать осторожно, перемешивая содержимое колбы после каждой прибавленной капли. Титрование повторить не менее трех раз. Из реакции видно, что перманганат калия непосредственно с тиосульфатом натрия не взаимодействует, но число затраченных грамм-эквивалентов тиосульфата равно числу грамм-эквивалентов йода, а последнее – числу грамм-эквивалентов перманганата калия. Поэтому, зная концентрацию [перманганата калия и тиосульфата натрия](http://topuch.ru/natrii-thiosulfas-natriya-tiosulefat-molekulyarnaya-formula/index.html), можно, пользуясь основным соотношением объемного анализа, рассчитать концентрацию тиосульфата натрия по формуле: V KMnO4 · N KMnO4= V Na2S2O3· N Na2S2O3  
N Na2S2O3 = V KMnO4· N KMnO4/V Na2S2O3  
Затем рассчитываем титр раствора тиосульфата натрия:  
TNa2S2O3 = Э Na2S2O3 N Na2S2O3 ·1000  
**Опыт 2. Приготовление рабочего раствора йода и определение его нормальности и титра по титрованному раствору тиосульфата натрия**.   
Для приготовления раствора йода по точной навеске его необходимо очищать возгонкой. Но можно приготовить титрованный раствор и из йода без предварительной очистки. Готовится раствор приблизительно нужной концентрации, а затем определяют его нормальность по раствору тиосульфата натрия. Для приготовления 0,02 н. раствора йода отвешивают около 2,7 г. кристаллического йода (грамм-эквивалент йода равен 126,91 г; 126,91 · 0,02 = 2,54 г.) и растворяют его в концентрированном растворе йодистого калия (йод плохо растворим в воде). Растворение йода проводят в мерной литро­вой колбе, а затем разбавляют дистиллированной водой до метки.  
**Выполнение работы.** В коническую колбу влить определен­ный объем 10мл (отмеренный пипеткой) приготовленного раство­ра йода. Разбавить приблизительно таким же объемом дис­тиллированной воды. Титровать рабочим раствором тиосуль­фата натрия до появления светло-желтого окрашивания. До­бавить 2 мл раствора крахмала и продолжать титрование до полного обесцвечивания раствора. Нормальность раствора йода определить по уравнению:  
  
NI = N Na2S2O3· V Na2S2O3/ VI  
  
T I = Э I · N Na2S2O31000

**Лабораторная работа № 17**

**«Определение концентрации тиосульфата натрия с помощью раствора бихромата калия»**

В основе определения лежат следующие реакции:

**К2Cr2O7 + 6KI + 7H2SO4 → Cr2(SO4)3 + 4K2SO4 + 3I2 + 7H2O**

**2Na2S2O3+ I2 → Na2S4O6 + 2NaI**

Для установления молярной концентрации эквивалента тиосульфата натрия (Cf), бюретку заполняют анализируемым раствором Na2S2O3 . В колбу для титрования переносят пипеткой 10 мл титрованного раствора К2Cr2O7(Cf = 0,02 н), добавляют мерной пробиркой 10 мл серной кислоты и 5 мл раствора йодистого калия. Через 5 мин после приготовления смеси из бюретки по каплям прибавляют раствор тиосульфата натрия до появления соломенно-желтого окрашивания. Затем вносят 1 мл раствора крахмала и продолжают титровать до исчезновения синей окраски раствора. Титрование повторяют 2-3 раза. Молярную концентрацию эквивалента тиосульфата натрия (Cf) вычисляют по формуле:

https://konspekta.net/lektsiacom/baza6/395676478055.files/image079.gif

где V(Na2S2O3) - среднее значение объема раствора из 2-3 определений, V(К2Cr2O7) - объем титрованного раствора.

**Лабораторная работа №18**

**«Определение концентрации раствора йода по стандартизованному раствору тиосульфата натрия»**

**Цель работы**: определить иодометрическим методом:

*– проба А –* массу меди(II) или соли CuSO4 ∙ 5H2O в пробе (г);

*– проба Б*– массовую концентрацию «активного хлора» в водопроводной воде (мг Cl2/л).

**Сущность работы**. В иодометрии применяют растворы восстановителей Na2S2O3 и KI, но прямое титрование ими окислителей невозможно, поскольку реакции между окислителями и Na2S2O3 идут нестехиометрично, а между окислителями и KI – медленно. Кроме того, раствор KI неустойчив и нет возможности зафиксировать к. т. т. при титровании этим раствором.

Поэтому для определения окислителей используют *титрование заместителя*: окислитель замещают эквивалентным количеством   
иода, затем титруют выделившийся йод раствором тиосульфата:

https://konspekta.net/poisk-ruru/baza2/850258402823.files/image265.gif

В качестве рабочего раствора используют стандартный раствор Na2S2O3, в качестве вспомогательных – растворы KI и Н2SO4. Специфический индикатор крахмал добавляют вблизи т. э.

**Определение Cu2+** основано на взаимодействии ионов Cu2+ с иодид-ионами и последующем титровании выделившегося иода стандартным раствором тиосульфата натрия:

2Cu2+ + 4I– = I2 + 2CuI↓

https://konspekta.net/poisk-ruru/baza2/850258402823.files/image267.gif

Значение стандартного потенциала пары I2/2I– (0,54 В) заметно превышает соответствующее значение пары Cu2+/Cu+ (0,16 В), поэтому окисление иодида ионами меди(II) представляется нереальным. Однако на самом деле реакция между Cu2+ и I– протекает количественно. Это обусловлено образованием малорастворимого осадка CuI, что существенно повышает потенциал пары Cu2+/Cu+. Реакцию следует проводить в *кислой среде*для подавления гидролиза ионов меди(II).

Факторы эквивалентности веществ определяются на основании полуреакций:

Cu2+ + *е*– = Cu+ Þ *f*экв(Cu2+) = 1

https://konspekta.net/poisk-ruru/baza2/850258402823.files/image260.gif Þ *f*экв(I2) = https://konspekta.net/poisk-ruru/baza2/850258402823.files/image194.gif

https://konspekta.net/poisk-ruru/baza2/850258402823.files/image271.gif Þ *f*экв(Na2S2O3) = 1

**Определение «активного хлора»**. Под термином «активный хлор» понимают суммарное содержание в воде свободного хлора Cl2, хлорноватистой кислоты НСlO, гипохлорит-ионов СlO–и хлораминов NH2Cl, NHCl2, NCl3.

При подкислении анализируемой воды и прибавлении к ней иодида калия все перечисленные вещества выделяют иод:

Сl2 + 2I– = I2 + 2Сl– (6)

СlO– + 2Н+ + 2I– = I2 + Сl– + Н2O

НСlO + 2I– + Н+ = I2 + Сl– + Н2O

NH2Cl + 2Н+ + 2I– = I2 *+*NH4+ + Cl–

Выделившийся иод оттитровывают тиосульфатом натрия в присутствии крахмала. Содержание «активного хлора» выражают в мг/л в пересчете на хлор.

**Оборудование и реактивы**: мерная колба, бюретка, пипетка Мора, мерные цилиндры (10–20 мл), коническая колба, часовые стекла.

**Для анализа пробы А**: стандартный 0,05 н. раствор Na2S2O3,   
5%-ный раствор KI, 2 н. раствор H2SO4, раствор крахмала.

**Для анализа пробы Б**: стандартный 0,01 н. или 0,005 н. раствор Na2S2O3, KI (крист.), 30%-ный раствор CH3COOН, 0,5%-ный раствор крахмала, ацетатный буферный раствор с рН = 4,5.

**Выполнение работы**

**Проба А***.****Cu2+ или соль CuSO4 × 5H2O***. Получают у лаборантов анализируемый раствор в мерную колбу, доводят объем дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Переносят пипеткой аликвотную часть раствора в коническую колбу, добавляют цилиндром 3 мл 2 н. раствора H2SO4 и 10–15 мл раствора KI. Накрыв колбу часовым стеклом, оставляют смесь в темноте на 5 мин для завершения реакции. В ходе реакции образуется I2, придающий раствору бурую окраску, и осадок CuI цвета слоновой кости, за счет чего раствор в колбе будет мутным.

Выделившийся I2 начинают титровать тиосульфатом. Когда окраска раствора станет бледно-желтой, добавляют раствор крахмала до появления темно-синего окрашивания и продолжают титрование. В конечной точке титрования эта окраска исчезнет, в растворе останется т По полученным данным рассчитывают массу меди(II) или соли CuSO4 × 5H2O в пробе (г).олько светлая муть (осадок CuI).

**Лабораторная работа № 19**

**«Приготовление и стандартизация раствора трилона Б»**

**Цель работы**: закрепление навыков по приготовлению, стандартизации растворов

**Приборы и реактивы:** весы аналитические; штатив; воронка; бюретка вместимостью 25 см3; колба коническая; колбы мерные вместимостью 100, 200, 1000 см3; пипетка вместимостью 15 см3; цилиндры мерные вместимостью 25 и 50 см3; капельница; бидистиллат; трилон Б; сульфат магния (фиксанал); мурексид +NaCl – 1 : 5 (смесь).

**Растворы:** HCl – 0,1 н.; трилона Б – 0,05 н.; аммиачной буферной смеси; NaOH – 2 н.; эрихром черного Т – ω = 0,1 %; метилового оранжевого – ω = 0,01 %.

**О п ы т 1**. Приготовление и стандартизация раствора трилона Б

Состав трилона Б отвечает формуле Na2C10O8N2 . 2H2O. При высушивании этой соли при 120 – 140 °C получается безводная соль. Обе соли могут служить исходными веществами для приготовления стандартного раствора трилона Б.

Массу трилона Б, необходимую для приготовления 200 см3 0,05 н. раствора, рассчитывают по

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | формуле |  |  |  |  |
|  | Мэ ( трилона Б) = | *М* | = | 372,24 | = 186,12 г/моль. |
|  | 2 | 2 |
|  |  |  |  |

Стандартизацию раствора трилона Б проводят по 0,05 н. раствору MgSO4, приготовленному из фиксанала.

**Порядок выполнения**

Пипеткой отбирают в коническую колбу 10 см3 раствора MgSO4, добавляют 90 см3 бидистиллата, 10 см3 аммиачной буферной смеси и 2 – 3 капли индикатора. Титруют при непрерывном перемещивании раствором трилона Б до перехода вишнево-красной окраски в синюю. Под конец титрование проводят медленно. Титрование проводят не менее трех раз до получения воспроизводимых результатов.

**Запись результатов опыта и расчеты**

Нормальную концентрацию комплексона III вычисляют по формуле

н1 = н2 *V*2 ,

*V1*

**Лабораторная работа № 20**

**«Приготовление и стандартизация раствора нитрата серебра»**

**Цель работы**: закрепление навыков по приготовлению, стандартизации растворов

**Приготовление раствора нитрата серебра**

Рассчитайте массу навески нитрата серебра, необходимой для приготовления 200 мл раствора с концентрацией 0,1 моль/л.

**Ход работы**

1 Взвесьте на технохимических весах рассчитанное количество Ag-

2 Приготовьте раствор AgNO3 с приблизительной концентрацией

**Приготовление стандартного раствора хлорида калия**

Титр раствора AgNO3 устанавливают по КСl или NaCl (х.ч.), которые предварительно высушивают при 500°С до постоянной массы.

Рассчитайте массу навески КСl, необходимой для приготовления 100,0 мл раствора КСl с концентрацией 0,100 моль/л.

**Ход работы**

1 Взвесьте на аналитических весах с точностью до 0,0002 г навеску.

2 Количественно перенесите навеску КСl в мерную колбу, доведите объем до метки дистиллированной водой, хорошо перемешайте.

3 Рассчитайте молярную концентрацию полученного раствора хлорида калия.

**Стандартизация раствора нитрата серебра**

Определение точной концентрации раствора нитрата серебра проводят по методу Мора:

Ag+ + Сl−→ AgCl.

**Ход работы**

1 Заполните бюретку приготовленным раствором AgNO3.

2 В колбу для титрования отмерьте пипеткой раствор КСl, добавьте

2–4 капли 5% раствора К2СrO4.

3 Медленно оттитруйте раствор КСl, хорошо перемешивая титруемую смесь после каждого добавления титранта, до появления красноватого цвета осадка.

4 Повторите титрование несколько раз.

5 Рассчитайте молярную концентрацию и титр раствора AgNO3.

**Определение хлорид-ионов**

Сущность метода заключается в связывании хлорид-ионов в трудно растворимый хлорид серебра.

В качестве индикатора применяют хромат калия К Сr О , также образующий с Аg+ красно-бурый осадок хромата серебра2. Е2сли7 в воде есть Сl−-ионы, то вначале при введении Аg+ осаждается хлорид серебра белого цвета, т.к. он имеет меньшую растворимость:

Сl− + АgNO3 = АgСl + NO3.

После связывания Сl−-ионов начинает выпадать осадок хромата серебра:

К2СrO4 + 2АgNО3 = Аg2СrO4 + 2КNO-3 .

Точка эквивалентности фиксируется изменением окраски осадка.

Определение проводят в нейтральной или слабощелочной среде (рН = 7–9), т.к. хромат серебра растворим в кислотах, а при рН > 9 в среде образуется бурый осадок Аg О. Поэтому пробу воды предварительно нейтрализуют (в присутствии 2 фенолфталеина) 0,1 н. серной кислоты или 0,1 н. NaОН.

Определению мешают ионы Ва2+, Рb2+, образующие труднорастворимые хроматы, и анионы S2−, Вr−, НРO2-4 , образующие с Аg+ труднорастворимые соли. Цветные воды предварительно коагулируют

сульфатом алюминия.

Во избежание температурной ошибки следует проводить определение при одной и той же температуре (20°С). Содержание Сl− в пробе воды должно быть от 10 до 300 мг/л. Так как точку эквивалентности при отсутствии опыта установить довольно трудно, то рекомендуется титровать в присутствии «свидетелей» – недотитрованной и оттитрованной проб.

**Ход работы**

В коническую колбу емкостью 250 мл отмерить пипеткой 100 мл исследуемой воды. Прибавить 2 капли фенолфталеина. При появлении

розовой окраски прибавлять по каплям 0,1 н. раствор Н SО до обесцвечивания. В отсутствии окраски нейтрализовать пробу 0,1 н. раство-

ром NaОН до появления розовой окраски, исчезающей при помешивании. При значении рН воды в интервале от 7 до 9 определение следует проводить без предварительной нейтрализации. К подготовленной пробе прилить 2 мл 10% раствора хромата калия. Титровать 0,03 н. раствором нитрата серебра до появления буроватой окраски (сравнить с окраской «свидетелей»).

**Расчет**

Вычислить содержание Сl− (в мг/л) по формуле

х(Cl− ) = 1000 ⋅ c(AgNO3) ⋅V (AgNO3) ⋅М (Сl)(Cl− )/ V (Cl− ),

где с(AgNO3) – молярная концентрация эквивалента рабочего раствора АgNО ; V(AgNO3 ) – объем рабочего раствора АgNО3 , пошедший на тит-

рование пробы

; М(Cl−) – молярная концентрация эквивалента Сl−-иона

(35,45 мг/ммоль);

V(Cl−) – объем пробы воды, мл.

**Лабораторная работа № 21**

**«Определение концентрации железа в соли Мора»**

**Цель работы**: закрепление навыков по приготовлению, стандартизации растворов

1.Готовят 0,1 N раствора перманганата калия по точной навеске (или из фиксанала), используя чистую дистиллированную воду. Растворы хранят в тёмных склянках. Каждые три месяца проводят стандартизацию раствора.

2. Раствор оксалата натрия с концентрацией 0,1 N готовят из фиксанала

3. 20 мл приготовленного раствора оксалата натрия помещают в коническую колбу (на 200 мл), добавляют 10 мл серной кислоты (2N раствор), нагревают до 75 – 80 ºС и титруют раствором перманганата калия (примерно 0,1 N). При титровании перманганата калия оксалатом натрия в кислотной среде происходит следующая реакция:

Результаты проведённого титрования представлены в таблице

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| № пп | Сэк(моль/л) | V(р) (мл) | V(р) (мл) |
|  | 0,1 |  |  |
|  | 0,1 |  | 20,6 |
|  | 0,1 |  | 20,7 |
|  | 0,1 |  | 20,8 |

4.Рассчитываем эквивалентную концентрацию и титр раствора перманганата калия.

Первый опыт ориентировочный, а средний результат трёх повторных опытов 20.7 мл = 0, 0207 л.

Раствор перманганата калия неустойчив и его стандартизацию следует проводить каждый месяц.

**Определение концентрации железа в соли Мора.**

1.Приготовление соли Мора.

Примерно 9,8 г соли Мора помещают в стакан ёмкостью 500 мл, растворяют в 250 мл серной кислоты, приготовленной предварительно (к 200 мл H2O осторожно прибавлено 50 мл концентрированной серной кислоты), количественно переносят в мерную колбу на 500 мл, разбавляют водой до метки.

2. Определение концентрации железа.

К 20 мл приготовленного раствора соли Мора прибавляют 10 мл серной кислоты (2N раствора). Титруют раствором перманганата калия с уже установленной концентрацией.

При титровании раствора соли Мора раствором перманганата калия в кислотной среде происходит следующая реакция

Результаты проведённого титрования представлены в таблице.

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| № пп | Сэк (моль/л) | V(р) (мл) | V(р) (мл) |
|  | 9,68·10– 2 | 10,8 |  |
|  | 9,68·10– 2 | 10,6 |  |
|  | 9,68·10– 2 | 10,5 |  |
|  | 9,68·10– 2 | 10,5 |  |

3. Проводят расчёт.

Первый опыт ориентировочный, среднее из трёх последующих опытов используют для расчёта точной концентрации. Расчёт проводят по следующим формулам

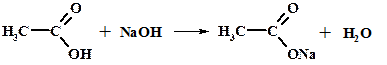
Устанавливают титр соли Мора

**Лабораторная работа № 22**

**«Определение концентрации уксусной кислоты в контрольном растворе»**

**Цель работы**: закрепление навыков по приготовлению, стандартизации растворов

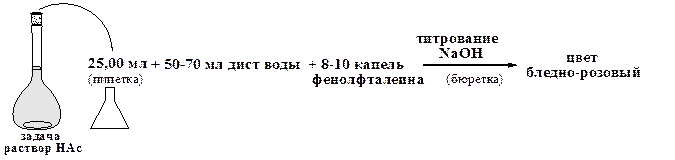
Основное уравнение титрования:



Индикатор выбирают по кривой титрования уксусной кислоты (У.К.) гидроксидом натрия. Кривую титрования уксусной кислоты гидроксидом натрия студенты строят самостоятельно.

Раствор задачи в мерной колбе доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Схема 2. Определение содержания уксусной кислоты в растворе

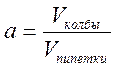


В коническую колбу для титрования вместимостью 250 см3 помещают аликвоту 25,00 cм3 исследуемого раствора уксусной кислоты (пипеткой), добавляют 8 – 10 капель индикатора (фенолфталеин), разбавляют водой до   
70 – 100 см3 и титруют раствором NaOH с известной концентрацией до слабо-розовой окраски, устойчивой в течение 30 секунд. Результаты титрования заносят в табл. 3.

Таблица 3

Результаты титрования раствора уксусной кислоты

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| № опыта | Объем исследованного. раствора HAc, см3 | Объем NaOH, см3 | Содержание HAc в растворе, г |
|  | 25,00 |  | http://konspekta.net/zdamsamru/baza1/589860011075.files/image066.gif |
|  | 25,00 |  | http://konspekta.net/zdamsamru/baza1/589860011075.files/image068.gif |
|  | 25,00 |  | http://konspekta.net/zdamsamru/baza1/589860011075.files/image070.gif |
|  | 25,00 |  | http://konspekta.net/zdamsamru/baza1/589860011075.files/image072.gif |
|  | 25,00 |  | http://konspekta.net/zdamsamru/baza1/589860011075.files/image074.gif |

* 
* это коэффициент разбавления (коэффициент аликвотирования).

Химизм реакции:

CH3COOH + NaOH ↔ CH3COONa + H2O

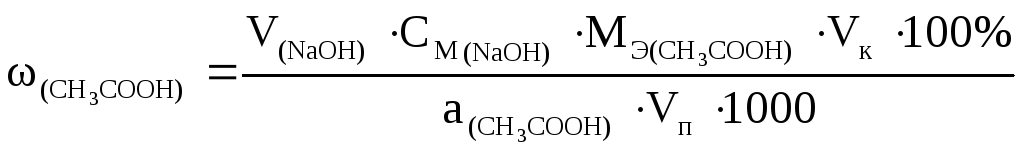
CH3COOH + OH- ↔ CH3COO- + H2O

Предварительные расчеты:

* М(CH3COOH) = 60,06 г/моль;
* fэ(CH3COOH) = 1;
* Мэ(CH3COOH) = fэ(CH3COOH) ∙ М(CH3COOH);
* Мэ(CH3COOH) = 1 · 60,06 = 60,06 г/моль.

Методика работы. В мерную колбу вместимостью 50,00 мл переносят пипеткой 5,00 мл анализируемого раствора, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Из полученного разведения отмеривают пипеткой 10,00 мл, переносят в колбу для титрования, прибавляют 1-2 капли индикатора фенолфталеина и титруют 0,1000 М раствором гидроксида натрия до появления слабо розового окрашивания, не исчезающего в течение 30 с. Титрование повторяют до получения трех воспроизводимых результатов.

По среднему значению объема титранта рассчитывают массовую долю (в %) уксусной кислоты по формуле:

* 

**4. *Статистическая обработка результатов анализа***

· Результаты располагают в порядке возрастания.

· Выявляют грубые погрешности (промахи).

Для выявления грубых погрешностей имеется простая методика, основанная на использовании Q-критерия:

*Q* http://konspekta.net/zdamsamru/baza1/589860011075.files/image080.gif , (8)

где *R* – размах варьирования; *R=Xmax - Xmin;*

*X1* – первый (последний) результат;

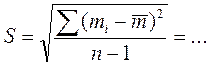
*X2*– соседнее значение по ряду.

Если *Q*рассч< *Q*табл, следовательно проверяемый результат не является грубым промахом и остается в выборке, если же *Q*рассч> *Q*табл – проверяемый результат является грубой погрешностью и должен быть исключен из выборки.

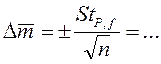
*Q*таблзависит от числа проведенных опытов (*n*) и доверительной вероятности (*Р*) (прил. 8)[6].

· Рассчитывают:

среднее арифметическое http://konspekta.net/zdamsamru/baza1/589860011075.files/image082.gif (9)

стандартное отклонение  (10)

относительное стандартное отклонение http://konspekta.net/zdamsamru/baza1/589860011075.files/image086.gif (11)

доверительный интервал для среднего  (12)

где http://konspekta.net/zdamsamru/baza1/589860011075.files/image090.gif – коэффициент Стьюдента (прил. 9) [6], где *f* – число степеней свободы (*f* = *n*-1)

· Записывают результат анализа в виде http://konspekta.net/zdamsamru/baza1/589860011075.files/image092.gif (13)

**Вывод:** приводят полученные данные в виде http://konspekta.net/zdamsamru/baza1/589860011075.files/image092.gif , сравнивают результат с действительным значением и делают заключение о наличии или отсутствии случайных и систематических погрешностей, проанализировав возможные источники их возникновения.

**Практическое занятие № 11.**

**Решить задачи по теме «Способы выражения концентрации растворов»**

**Цель занятия**: Формирование базовых знаний о способах определения свойств и концентраций растворов и навыков проведения расчетов.

Требования к знаниям, которые студент должен приобрести в результате освоения темы:

**знать:**способы выражения состава растворов;

**уметь:** вычислять состав и количества индивидуальных веществ в растворах

**Теоретическая часть:**

**Растворами** называют термодинамически устойчивые гомогенные смеси переменного состава, образованные из двух и более компонентов. Гомогенная система, образующая раствор, может быть твердой или жидкой. В состав каждого раствора обязательно входят растворенные вещества и растворитель. **Растворителем** называют компонент, который в чистом виде существует в том же агрегатном состоянии, что и полученный раствор, либо компонент, концентрация которого выше концентрации других компонентов. Растворитель представляет собой среду, в которой равномерно распределены растворенные вещества и сохраняет свое фазовое состояние при образовании растворов. Компонент раствора, присутствующий в нем в меньшей концентрации, чем растворитель и молекулы которого равномерно распределены между молекулами растворителя, обычно определяют как **растворенное вещество**.

Состав раствора, в частности, содержание растворенного вещества, может выражаться различными способами. **Концентрацией раствора** называют содержание растворенного вещества в определенном массовом или объемном количестве раствора или растворителя. В химической практике наиболее часто используются следующие величины, выражающие содержание растворенного вещества в растворе:

Ø **Массовая доля** растворенного вещества (ω). Массовая доля представляет собой отношение массы растворенного вещества к массе всего раствора. Это безразмерная величина, выражаемая в долях от единицы или в процентах.

**ω =https://ok-t.ru/helpiksorg/baza5/120023510175.files/image149.gif**или**ω = https://ok-t.ru/helpiksorg/baza5/120023510175.files/image151.gif**

где mв-ва – масса растворенного вещества, г;

mp – масса раствора, г.

Масса раствора представляет собой сумму масс растворенного вещества и растворителя:

**mp = m + mр-ля**

Ø **Мольная доля**(N) – отношение количества растворенного вещества (или растворителя) к сумме всех веществ, составляющих раствор. Также как и массовая доля, мольная доля является безразмерной величиной.

**Nв-ва = https://ok-t.ru/helpiksorg/baza5/120023510175.files/image153.gif**

**Nр-ля = https://ok-t.ru/helpiksorg/baza5/120023510175.files/image155.gif**

где νв-ва – количество растворенного вещества, моль;

νp – количество вещества растворителя, моль.

Ø **Молярная концентрация** растворенного вещества или**молярность** (СМ). Молярная концентрация вещества в растворе показывает, какое количество растворенного вещества (моль) содержится в 1 литре раствора. Молярная концентрация измеряется в моль/л или моль/дм3(М).

**СМ** = https://ok-t.ru/helpiksorg/baza5/120023510175.files/image157.gif или **СМ**= https://ok-t.ru/helpiksorg/baza5/120023510175.files/image159.gif

где νв-ва – количество растворенного вещества, моль;

mв-ва – масса растворенного вещества, г;

Мв-ва – молярная масса растворенного вещества, г/моль;

Vp-ра – объем раствора, л.

Ø **Молярная концентрация эквивалента** вещества или **нормальность** (Сн) – число эквивалентных масс растворенного вещества, содержащегося в 1 литре раствора; единицы измерения – моль эквивалентов/литр (н).

**Сн** = https://ok-t.ru/helpiksorg/baza5/120023510175.files/image161.gif

где mв-ва – масса растворенного вещества, г;

МЭ – молярная масса эквивалента вещества, г/моль.

Vp-ра – объем раствора, л;

Ø **Моляльная концентрация**растворенного веществаили**моляльность** (Сm) – величина, показывающая, какое количества растворенного вещества содержится в 1000 г растворителя. Единицы измерения моляльности – моль/кг или моль/г.

**Сm** = https://ok-t.ru/helpiksorg/baza5/120023510175.files/image163.gif ;

где mв-ва – масса растворенного вещества, г;

Мв-ва – молярная масса растворенного вещества, г/моль;

mр-ля – масса растворителя, кг.

Ø **Титр** растворенного вещества (Т). Титр – величина, измеряемая массой растворенного вещества (г) в 1 мл раствора.

**Т**= https://ok-t.ru/helpiksorg/baza5/120023510175.files/image165.gif **Т** = https://ok-t.ru/helpiksorg/baza5/120023510175.files/image167.gif ;

где Сн – молярная концентрация эквивалента (нормальность);

МЭ – молярная масса эквивалента растворенного вещества, г/моль;

CМ – молярная концентрация (молярность) растворенного вещества

Мв-ва – молярная масса растворенного вещества, г/моль.

Растворы готовят не только из чистых веществ, но и из **кристаллогидратов** – кристаллических веществ, включающих молекулы воды. Такая вода называется кристаллизационной. Количество ее находится в простом и постоянном отношении к количеству безводного соединения. Особенно легко образуются кристаллогидраты различных солей, причем многие соли образуют несколько кристаллогидратов. Каждый кристаллогидрат устойчив в определенном интервале температур и при определенном давлении водяного пара. Примерами кристаллогидратов являются гипс CaSO4·2H2O, мирабилит Na2SO4·10H2O, квасцы KAl(SO4)2·12H2O и др. При нагревании кристаллогидраты теряют воду.

**Практическая часть (примеры решения задач):**

**Задача 1:** Вычислить массовую долю раствора серной кислоты, приготовленного из 50 г кислоты и 350 мл воды.

Решение: Массовая доля растворенного вещества в растворе определяется по формуле:

**ω = https://ok-t.ru/helpiksorg/baza5/120023510175.files/image151.gif**

или, в нашем случае

**ω = https://ok-t.ru/helpiksorg/baza5/120023510175.files/image169.gif**

По условиям задачи растворенным веществом является серная кислота, а растворителем – вода. Для определения массы растворителя воспользуемся известной физической формулой:

**m = V ∙ ρ**

где m – масса вещества, г (кг);

V – объем вещества, см3 (м3);

ρ – плотность вещества, г/см3 (кг/м3)

Поскольку плотность воды ρ ≈ 1г/см3, а по объему 1см3 = 1 мл, масса 350 мл воды составит

mр-ля = 350 ∙ 1 = 350 г

а массовая доля серной кислоты в растворе:

ω = https://ok-t.ru/helpiksorg/baza5/120023510175.files/image171.gif = 12,5 %

**Задача 2:** Вычислить молярную концентрацию раствора серной кислоты по условиям задачи 1.

Решение: Молярная концентрация растворенного вещества в растворе определяется по формуле:

**СМ**= https://ok-t.ru/helpiksorg/baza5/120023510175.files/image159.gif

Молярная масса растворенного вещества (серной кислоты):

Мв-ва = 98 г/моль

Для проведения вычислений нам необходимо определить, какая масса серной кислоты содержится в 1 л раствора заданной концентрации. Поскольку плотность раствора не задана, ее нужно рассчитать на основании справочных данных методом интерполяции (нахождение промежуточных значений величины по имеющемуся дискретному набору известных значений). Найдем в таблице (приложение 4) для серной кислоты значения массовых долей, в интервале которых находится рассчитанное в задаче 1 значение ω = 12,5 %.

ω1 = 12,30 % ρ1 = 1085 кг/м3 = 1,085 г/см3

ω2 = 12,99 % ρ2 = 1090 кг/м3 = 1,090 г/см3

Считая, что в указанном интервале плотность раствора изменяется прямо пропорционально его концентрации, найдем разницу плотностей и соответствующую ей разницу концентраций, после чего определим поправку к плотности раствора и саму плотность.

Δω1 = 12,99 – 12,30 = 0,69 % – разница концентраций

Δρ1 = 1,090 – 1,085 = 0,005 г/см3 – разница плотностей

Δω2 = 12,50 – 12,30 = 0,29 %

Δρ2 = https://ok-t.ru/helpiksorg/baza5/120023510175.files/image173.gif = https://ok-t.ru/helpiksorg/baza5/120023510175.files/image175.gif = 0,002 г/см3– поправка к плотности раствора

отсюда плотность раствора серной кислоты с массовой долей кислоты 12,5 %

ρр-ра = 1,085 + 0,002 = 1,087 г/см3

Масса 1 л 12,5 %-ного раствора будет

mр-ра = 1000 ∙ 1,087 = 1087 г

Поскольку исходный раствор с массовой долей кислоты 12,5 % содержал 50 г кислоты в 400 г раствора (задача 1), найдем массу кислоты, которая должна содержаться в 1 л (1087 г) раствора такой же концентрации. Для этого составим пропорцию, обозначив через х массу вещества в 1 л раствора (массу кислоты):

400 г раствора – 50 г кислоты

1087 г раствора – х г кислоты

х = https://ok-t.ru/helpiksorg/baza5/120023510175.files/image177.gif = 135,875 г

Полученное значение х представляет собой массу растворенного вещества, содержащегося в 1 л раствора (mв-ва).

СМ= https://ok-t.ru/helpiksorg/baza5/120023510175.files/image179.gif = 1,39 моль/л

**Задача 3:** Вычислить молярную концентрацию эквивалента раствора серной кислоты по условиям задачи 1.

Решение: Молярная концентрация эквивалента определяется по формуле:

**Сн** = https://ok-t.ru/helpiksorg/baza5/120023510175.files/image161.gif

где молярная масса эквивалента серной кислоты

МЭ = М ∙ fЭ = 98 ∙ ½ = 49 г/моль

Массу растворенного вещества, содержащегося в 1 л раствора, мы определили в задаче 2: mв-ва = 135,785 г. Поэтому

Сн = https://ok-t.ru/helpiksorg/baza5/120023510175.files/image181.gif = 2,77 н

**Задача 4:** Вычислить моляльную концентрацию раствора серной кислоты по условиям задачи 1.

Решение: Моляльная концентрация растворенного вещества в растворе определяется по формуле:

**Сm** = https://ok-t.ru/helpiksorg/baza5/120023510175.files/image183.gif ;

Для решения данной задачи требуется определить, какая масса растворенного вещества содержится в 1000 г растворителя. Составим пропорцию, используя данные задачи 1 и обозначив через х массу вещества, содержащегося в 1000 г растворителя:

350 г растворителя – 50 г кислоты

1000 г растворителя – х г кислоты

х = https://ok-t.ru/helpiksorg/baza5/120023510175.files/image185.gif = 142,857 г

Полученное значение х представляет собой массу растворенного вещества, содержащегося в 1000 г растворителя (mв-ва).

Сm = https://ok-t.ru/helpiksorg/baza5/120023510175.files/image187.gif = 1,46 моль/кг

**Задача 5:** Вычислить объем 0,5 н раствора соляной кислоты, необходимый для полной нейтрализации 50 мл 0,1 н раствора гидроксида бария.

Решение: Согласно закону эквивалентов все вещества взаимодействуют друг с другом в количествах, пропорциональных их эквивалентам. Следовательно, растворы с одинаковыми молярными концентрациями эквивалентов должны взаимодействовать в равных объемах. Если же молярные концентрации эквивалентов взаимодействующих веществ различны, объемы реагирующих веществ будут обратно пропорциональны указанным концентрациям.

https://ok-t.ru/helpiksorg/baza5/120023510175.files/image189.gif = https://ok-t.ru/helpiksorg/baza5/120023510175.files/image191.gif откуда V1 ∙ cн1 = V2 ∙ cн2

Из полученного соотношения найдем необходимый объем (V2) соляной кислоты:

V2 = https://ok-t.ru/helpiksorg/baza5/120023510175.files/image193.gif = https://ok-t.ru/helpiksorg/baza5/120023510175.files/image195.gif = 10 мл

**Задача 6:** Вычислить массовую долю и молярную концентрацию раствора гидроксида калия, полученного при смешивании 700 мл 12%-ного раствора КОН с 1 л 28 %-ного раствора КОН и последующем доведении объема раствора водой до 3 литров.

Решение: Проанализируем состав полученного раствора и определим характеристики, необходимые для выполнения расчетов.

Обозначим индексом «1» все параметры, относящиеся к 12 %-ному раствору КОН, индексом «2» – к 28 %-ному раствору КОН, индексом «общ.» – к полученному раствору, параметры которого требуется определить. Поскольку в полученном растворе присутствует вода, обозначим ее объем через V3. Используя приложение 5, определим значения плотностей растворов.

V1 = 700 мл; ω1 = 12 %; ρ1 = 1,1 г/мл

V2 = 1000 мл; ω2 = 28 %; ρ2 = 1,263 г/мл

Vобщ = 3000 мл

Используя формулы

ω = https://ok-t.ru/helpiksorg/baza5/120023510175.files/image151.gif и m = V ∙ ρ

найдем массы веществ в растворах 1 и 2.

mв-ва = ω ∙ mр: 100 % = ω ∙ V ∙ ρ : 100 %

mв-ва1 = ω1 ∙ V1 ∙ ρ1 : 100 % =12 ∙700 ∙ 1,1 : 100 = 94,2 г

mв-ва2 = ω2 ∙ V2 ∙ ρ2 : 100 % =28 ∙1000 ∙ 1,263 : 100 = 353,64 г

mв-ва общ. = mв-ва1 + mв-ва2 = 94,2 + 353,64 = 447,84 г

Для определения массовой доли полученного раствора необходимо знать общую массу раствора, объем которого составляет 3. Эта величина складывается из массы раствора 1, массы раствора 2 и массы воды (300 мл).

mр общ. = mр1 + mр2 + 300 = V1 ∙ ρ1 + V2 ∙ ρ2 + 300 = 700 ∙ 1,1 +1000 ∙ 1,263 + 300

mр общ. = 2333 г

ω общ. = https://ok-t.ru/helpiksorg/baza5/120023510175.files/image197.gif =19,2 %

Теперь, зная массу вещества и общий объем раствора, рассчитаем молярную концентрацию:

**СМ**= https://ok-t.ru/helpiksorg/baza5/120023510175.files/image159.gif

Молярная масса растворенного вещества (гидроксида калия):

Мв-ва = 56 г/моль

СМ= https://ok-t.ru/helpiksorg/baza5/120023510175.files/image199.gif = 2,67 моль/л

**Задача 7:**Вычислить массу соли и воды, необходимую для приготовления 200 г 10 %-ного раствора сульфата никеля из кристаллогидрата NiSO4∙7H2O.

Решение: Найдем массу растворенного вещества и растворителя в 200 г 10 %-ного раствора. По аналогии с задачей 6

mв-ва = ω ∙ mр: 100 % = 10 ∙ 200 : 100 = 20 г

mр-ля = 200 – 20 = 180 г

Но для приготовления раствора используется не чистое вещество, содержащее только сульфат никеля, а его кристаллогидрат, в состав которого входит вода. Поэтому необходимо осуществить пересчет массы соли на чистое вещество. Для этого определим молярные массы чистого сульфата никеля и его кристаллогидрата:

М (NiSO4) = 154,7 г/моль

М (NiSO4∙7H2O) = 154,7 + 7 ∙ 18 = 280,7 г/моль

Таким образом, 1 моль кристаллогидрата содержит 154,7 г сульфата никеля и 126 г воды. Для определения массы соли, которую необходимо взять для приготовления заданного раствора, составим пропорцию:

154,7 г сульфата никеля (NiSO4) – 280,7 г кристаллогидрата (NiSO4∙7H2O)

20 г сульфата никеля (NiSO4) – х г кристаллогидрата (NiSO4∙7H2O)

х = https://ok-t.ru/helpiksorg/baza5/120023510175.files/image201.gif = 36,29 г

Полученное значение х представляет собой массу растворенного вещества (кристаллогидрата), которую необходимо взять для приготовления 200 г 10 %-ного раствора. Массу растворителя (воды) определим как разницу между массой раствора и массой растворенного вещества:

mр-ля= mр-ра – mв-ва = 200 – 36,29 = 163,71 г

Контрольные вопросы:

1. Что показывает концентрация раствора?

2. Как рассчитать массовую долю раствора?

3. Как рассчитать мольную долю раствора?

4. Что показывает молярная концентрация?

5. Что показывает молярная концентрация эквивалента?

6. Сравнив формулы для расчета СМ и Сн, определите фактор пересчета между ними.

7. Как определить моляльность раствора?

8. В чем заключается разница в расчете концентрации раствора, приготовленного из чистого вещества и из кристаллогидрата?

Контрольные задания:

1. В 500 г воды растворено 50 г кристаллогидрата меди CuSO4**∙**5H2O. Вычислите массовые доли кристаллогидрата и сульфата меди в растворе.

2. Рассчитайте, сколько граммов FeSO4**∙**7H2O необходимо для приготовления 2 кг 10%-ого раствора сульфата железа?

3. Рассчитайте массовую долю серной кислоты после выпаривания 50 г воды из 300 г 40 %-ного раствора серной кислоты.

4. Какова молярная концентрация эквивалента (нормальность) и какова молярность 10 %-ного раствора азотной кислоты? Плотность раствора ρ = 1,054 г/мл.

5. Чему равна массовая доля 0,2М раствора сульфата аммония c плотностью ρ = 1,015 г/мл?

6. Сколько миллилитров 70 %-ного раствора уксусной кислоты с плотностью ρ =1,0686 г/мл (уксусная эссенция) требуется для получения 500 мл 9 %-ного раствора СН3СООН, имеющего плотность ρ = 1,0112 г/мл, и 6 %-ного раствора СН3СООН (ρ = 1,0069 г/мл)? 9 %-ный и 6 %-ный растворы СН3СООН называют столовым уксусом.

7. Какова массовая доля растворенного вещества в растворе, полученном смешиванием 500 мл 10 %-ного (ρ = 1,049 г/мл) и 100 мл 38 %-ного (ρ = 1,194 г/мл) растворов соляной кислоты?

8. В каких массовых отношениях надо смешать два раствора с массовой долей 10 % и 40 %, чтобы получить раствор с массовой долей 20 %?

9. Вычислите нормальность и титр 38 %-ного раствора НСl плотностью ρ = 1,194 г/мл?

10. Сколько граммов сульфата алюминия и воды необходимо взять для приготовления 500 мл раствора с плотностью 1,226 г/мл и моляльной концентрацией 0,2 моль/кг?

**Практическое занятие № 12.**

**Решить задачи по теме «Приготовление и установка титров рабочих растворов кислотно-основного титрования»**

**Цель:**научится проводить расчеты в объемном анализе.

**Теоретическая часть:**

При объемно-аналитических определениях чаще всего приходится вычислять одну из трех величин: объем стандартного раствора **V**, израсходованный на титрование определяемого вещества (мл), концентрацию стандартного раствора **С** и содержание определяемого вещества **m** в растворе, в граммах. Данные величины связаны между собой, поэтому, зная две из них, всегда можно найти третью.

Концентрацию вычисляют по формулам:

Т = m / V

где Т- титр раствора, г/мл; m -навеска вещества, г; V-объем раствора, мл.

Сн = Т · 1000/ Мэ

где Сн – нормальность раствора; Мэ – эквивалентная масса вещества

Массу вещества m в растворе рассчитывают по формуле:

m = T·V (3) или m = Сн · Мэ · V /1000

Для расчетов можно использовать и титр по определяемому веществу.

**Задача 1**: В 250,0 мл раствора NaOH содержится 10,00г этого вещества. Чему равен титр этого раствора?

Дано:

Решение:

VNaOH = 250,0 мл

m NaOH = 10,00г

Т NaOH = ?

Титр раствора определяем по формуле

Т = m / V

Т = 10/250 = 0,04 г/мл

Ответ: Т NaOH = 0,040 г/мл

**Задача 2**: Какой объем 0,05н НСI потребуется для титрования 20,00мл 0,1н раствора КОН?

Дано:

Решение:

Сн НСI = 0,05 н

V КОН = 20,00 мл

Сн КОН = 0,1н

V НСI = ?

На основании формулы

Vк · Сн к = Vщ · Сн щ

V НСI · Сн НСI = V КОН · Сн КОН, отсюда

V НСI = V КОН · Сн КОН / Сн НСI =

20 ∙ 0,1/0,05 = 40,00 мл

Ответ: VНСI = 40,00 мл

**Задача 3**: На титрование 0,2173г соды Na2CО3 израсходовано 23,17 мл раствора НСI. Вычислить нормальную концентрацию НСI и титр соляной кислоты по соде.

Дано:

Решение:

m Na2CО3 = 0,2173г

V НСI = 23,17 мл

Сн НСI = ?

Т НСI/ Na2CО3= ?

1.Рассчитываем молярную массу эквивалента соды

Мэ Na2CО3 = М/2=106/2=53

2. По уравнению реакции рассчитываем массу соляной кислоты

2НСI + Na2CО3 → 2NaСI + СО2 + Н2О

М(НСI) = 35,5 + 1=36,5 г/моль

М(Na2CО3) = 23∙2 + 12 + 16∙3=106 г/моль

х г НСI - 0,2173 г Na2CО3

2 ∙ 36,5 г/ моль - 106 г/ моль

х =2∙ 36,5∙0,2173 /106 = 0,149 г

3. Рассчитываем нормальность соляной кислоты

Сн = m/Мэ ∙V= 0,149/36,5∙0,0237=0,17 моль/л

4.Рассчитываем титр соляной кислоты по соде

Т(HCI / Na2CO3)= Сн HCI ∙ Мэ Na2CО3/1000 = 0,17∙53/1000=0,00901 г/мл

**Задача 4**: На титрование раствора NaOH израсходовано 21,72 мл 0,1251н раствора НСI. Вычислить массу NaOH в растворе.

Дано:

Решение:

V НСI = 21,72 мл

Сн НСI = 0,1251н

m NaOH = ?

1. Рассчитываем молярную массу эквивалента соляной кислоты

Мэ НСI = М/1=36,5/1=36,5

2. Рассчитываем массу соляной кислоты

m = Сн · Мэ · V /1000

m = 0,1251 ∙ 36,5 ∙ 21,72/1000 = 0,099г

2. По уравнению реакции рассчитываем массу гидроксида натрия

НСI + NaОН → NaСI + Н2О

М(НСI) = 35,5 + 1=36,5 г/моль

М(NaОН) = 23 + 16+ 1=40 г/моль

0,099 г НСI - х г NaОН

36,5 г/ моль - 40 г/ моль

х =0,099 ∙40 /36,5 = 0,108 г

**Практическая часть:**

**Вариант 1:**

**Задача 1:** Определить титр и нормальность раствора, в 300 мл которого содержится 0,690г K2CO3.

**Задача 2:** На титрование 10 мл раствора НСI израсходовано 15 мл 0,120 н раствора NaOH. Определите нормальность раствора НСI.

**Задача 3:** Какой объем 0,03н раствора КОН потребуется для титрования 15,00 мл 0,01н раствора HNO3.

**Задача 4:** На титрование 0,2208г К2CО3 израсходовано 34,24 мл раствора НСI. Вычислить нормальную концентрацию НСI и титр соляной кислоты по карбонату калия.

**Задача 5:** На титрование раствора КOH израсходовано 16,64 мл 0,1335н раствора НСI. Вычислить массу КOH в растворе.

**Вариант 2:**

**Задача 1:** Определить титр и нормальность раствора, 250 мл которого содержит 0,355г Na2SO4.

**Задача 2:** На титрование 0,1794г К2CО3 израсходовано 26,12 мл раствора НСI. Вычислить нормальную концентрацию НСI и титр соляной кислоты по карбонату калия.

**Задача 3:** На титрование раствора НСI израсходовано 23,12 мл 0,086 н раствора NaOH. Вычислить массу НСI в растворе.

**Задания для самостоятельного решения:**

1. Какую навеску буры Na2B4О7·10H2O следует взять для приготовления 150,00 мл 0,25 н. раствора?

2. Сколько граммов NaOH содержалось в растворе, если на его титрование израсходовано 24,5 мл 0,05 н раствора НСI?

3. Какой объем раствора азотной кислоты потребуется для нейтрализации КOH массой 0,28г, если Т(НNО3) = 0,001260 г/мл.

**Практическое занятие № 13.**

**Решить задачи по теме «Вычисление результатов кислотно-основного титрования»**

**Цель:**научится проводить расчеты в объемном анализе.

Согласно **закону эквивалентов, на титрование 1 эквивалента любого вещества будет израсходован 1 эквивалент другого вещества.**Из этого вытекает правило: объемы двух растворов разных веществ (например, кислоты и щелочи) реагируют между собой в количествах, обратно пропорциональных их нормальным концентрациям. Поэтому объем раствора можно вычислить из следующих соотношений:

Vк / Vщ = Сн щ / Сн к или Vк · Сн к = Vщ · Сн щ

**Задача 1**: Какой объем 0,05н НСI потребуется для титрования 20,00мл 0,1н раствора КОН?

Дано:

Решение:

Сн НСI = 0,05 н

V КОН = 20,00 мл

Сн КОН = 0,1н

V НСI = ?

На основании формулы

Vк · Сн к = Vщ · Сн щ

V НСI · Сн НСI = V КОН · Сн КОН, отсюда

V НСI = V КОН · Сн КОН / Сн НСI =

20 ∙ 0,1/0,05 = 40,00 мл

Ответ: VНСI = 40,00 мл

**Практическая часть**

**Задача 1:** На титрование 10 мл 0,1234н раствора NaOH израсходовали 11,25 мл H2SO4. Определите нормальность раствора H2SO4.

**Задача2:** Какой объем 0,02н раствора HNO3 потребуется для титрования 10,00 мл 0,015н раствора NaOH.

**Задача 3:** На титрование 10 мл 0,1234н раствора NaOH израсходовали 11,25 мл H2SO4. Определите нормальность раствора H2SO4.

**Задача 4:** Какой объем 0,02н раствора HNO3 потребуется для титрования 10,00 мл 0,015н раствора NaOH

**Практическое занятие № 14.**

**Решить задачи по теме «Вычисление результатов пермангонатометрии и йодометрии»**

**Цель: Образовательная:**

* повторить основные понятия об окислении и восстановлении, о типичных окислителях и типичных восстановителях, сущности окислительно-восстановительных реакций.
* выработать умения по составлению уравнений химических реакций методом электронного баланса;

**Воспитательная:**

* показать разнообразие и значение ОВР в природе и повседневной жизни;
* воспитывать грамотное и безопасное применение химических веществ в быту;
* прививать интерес к науке через решение проблемных задач, проведение небольших научных исследований;
* содействовать желанию получения дополнительных знаний, воспитывать творческий подход к решению поставленных проблем.

**Развивающая:**

* содействовать развитию коммуникативности личности, умения работать в группе и самостоятельно;

**Задача 1.** Какие соединения и простые вещества могут проявлять только окислительные свойства? Выберите такие вещества из предложенного перечня: NH3, CO, SO2, K2MnO4,Сl2, HNO2. Составьте уравнение электронного баланса, расставьте коэффициенты в уравнении реакции:

HNO3 + H2S = H2SO4 + NO + H2O**.**

**Решение.**

Простые вещества, атомы которых не могут отдать электрон, а могут только присоединить его в реакциях являются только [окислителями](http://zadachi-po-khimii.ru/obshaya-himiya/kachestvennaya-xarakteristika-okislitelno-vosstanovitelnyx-reakcij.html). Из простых веществ только окислителем может быть фтор F2, атомы которого имеют наивысшую**электроотрицательность**. В сложных соединениях – если атом, входящий в состав этого соединения (и меняющий степень окисления) находится в своей наивысшей степени окисления, то данное соединение будет обладать только **окислительными свойствами**.

Из предложенного списка соединений, нет веществ, которые обладали бы только окислительными свойствами, т.к. все они находятся в промежуточной степени окисления.

Наиболее сильный окислитель из них – Cl2, но в реакциях с более электроотрицательными атомами будет проявлять восстановительные свойства.

N-3H3, C+2O, S+4O2, K2Mn+6O4,Сl02, HN+3O2

HNO3 + H2S = H2SO4 + NO + H2O.

Составим **электронные уравнения**:

N+5 +3e— = N+2         | 8        окислитель

S-2 — 8e— = S+6         | 3        восстановитель

**Сложим два уравнения**

8N+5 +3S-2 — = 8N+2 + 3S+6

Подставим коэффициенты в **молекулярное уравнение**:

8HNO3 +3H2S = 3H2SO4 + 8NO + 4H2O.

**Задача 3.** Определите степени окисления всех компонентов, входящих в состав следующих соединений: HСl, Cl2, HClO2, HClO3 , Cl2O7 . Какие из веществ являются только окислителями, только восстановителями, и окислителями и восстановителями? Расставьте коэффициенты в уравнении реакции:

КСlO3 → КС1 + КСlO4.

Укажите окислитель и восстановитель.

**Решение.**

**Хлор** может проявлять степени окисления **от -1 до +7**.

Соединения, содержащие хлор в его **высшей степени окисления**, могут быть только**окислителями**, т.е. могут только принимать электроны.

Соединения, содержащие хлор в его **низшей степени окисления**, могут быть только **восстановителями**, т.е. могут только отдавать электроны.

Соединения, содержащие хлор в его **промежуточной степени окисления**, могут быть как **восстановителями,**так и**окислителями**, т.е. могут отдавать, так и принимать электроны.

H+1Сl-1, Cl02, H+1Cl+3O2-2 , H+1Cl+5O3-2 , Cl2+7O7-2

Таким образом, в данном ряду

Только окислитель — **Cl2O7**

Только восстановитель –**HСl**

Могут быть как окислителем, так и восстановителем — **Cl2, HClO2, HClO3**

**КСlO3 → КС1 + КСlO4.**

Составим **электронные уравнения**

Cl+5+6e— = Cl—| 2 | 1   окислитель

Cl+5-2e— = Cl+7            | 6 | 3   восстановитель

**Расставим коэффициенты**

4Cl+5 = Cl—+ 3Cl+7

4КСlO3 → КС1 + 3КСlO4.

**Задачи для самостоятельного решения**

1. FeS + HNO3 https://konspekta.net/lektsiiorgimg/baza11/1966771002215.files/image354.gif Fe(NO3)3 + NO + H2SO4+ H2O

2. KJ + (NH4)2Cr2O7 + H2SO4 https://konspekta.net/lektsiiorgimg/baza11/1966771002215.files/image354.gif J2 + Cr2(SO4)3 + (NH4)2SO4 + K2SO4 + H2O

3. PH3 + KMnO4 + H2SO4 https://konspekta.net/lektsiiorgimg/baza11/1966771002215.files/image354.gif H3PO4 + MnSO4 + K2SO4 + H2O

4. MnO2 + KC1O3 + KOH https://konspekta.net/lektsiiorgimg/baza11/1966771002215.files/image354.gif K2MnO4 + KC1 + H2O

5. C3H5(OH)3 + K2Cr2O7 + H2SO4 https://konspekta.net/lektsiiorgimg/baza11/1966771002215.files/image354.gif CO2 + Cr2(SO4)3 + K2SO4 + H2O

6. CoCl2 + K2S2O8 + KOH https://konspekta.net/lektsiiorgimg/baza11/1966771002215.files/image354.gif Co2O3 + K2SO4 + KC1 + H2O

7. C2H2 + KMnO, + H2SO4 https://konspekta.net/lektsiiorgimg/baza11/1966771002215.files/image354.gif CO2 + K2SO4 + MnSO4 + H2O

8. K2MnO4 + Na2SO3 + H2O https://konspekta.net/lektsiiorgimg/baza11/1966771002215.files/image354.gif MnO2 + Na2SO4 + KOH

9. NO3 + Р + H2O https://konspekta.net/lektsiiorgimg/baza11/1966771002215.files/image354.gif H3PO4 +NO

10. BaFeO4 + KJ + HC1 https://konspekta.net/lektsiiorgimg/baza11/1966771002215.files/image354.gif FeCl2 + BaCl2 + J2 + KC1 + H2O

11. CrO3 + H2O2 + H2SO4 https://konspekta.net/lektsiiorgimg/baza11/1966771002215.files/image354.gif Cr2(SO4)3 + H2O + O2

**Практическое занятие № 15.**

**Решить задачи по теме «Вычисление результатов осадительного титрования»**

**Цель:**научится проводить расчеты в объемном анализе.

При рассмотрении отдельных методов осадительного титрования рекомендуется отметить достоинства и недостатки каждого из них. Следует знать важнейшие титранты осадительного титрования (AgNO3, Hg2(NO3)2), знать, как готовят их растворы, определяют точную концентрацию, какие ионы можно определить с каждым из них. Знать индикаторы и уметь объяснить принцип их действия в различных случаях титрования. Уметь писать уравнения реакций, знать условия их выполнения.

Расчет кривых титрования в методах осаждения проводится, исходя из константы соответствующего гетерогенного равновесия Кs (ПР). Эта тема способствует формированию у обучающихся общих компетенции ОК 2, ОК 3 и овладению профессиональными компетенциями ПК 2.1, ПК 2.2, ПК 2.3.

**Пример 1.** Вычислить pBr и pAg при титровании 100 мл 0,1 н. раствора KBr 0,1 н. раствором AgNO3, если добавлено а) 99 мл, б) 100 мл, в) 110 мл титранта. ПРAgBr = 7,7∙10-13.

**Решение.**

Титрование основано на реакции: KBr + AgNO3 = AgBr + KNO3

или в ионном виде: Br- + Ag+ = AgBr.

В растворе над осадком в любой момент титрования имеются ионы Ag+ и Br-. Раствор над осадком является насыщенным, поэтому, зная ПР образующейся соли AgBr и концентрацию реагирующих веществ, можно вычислить изменения концентраций ионов Ag+ и Br- в различные моменты титрования.

а) в данной точке в избытке остается 1 мл 0,1 н. раствора KBr, т.е. 0,1∙1 ммоль-экв. Общий объем раствора равен 100+99=199 мл. Концентрация Br- составит ммоль/мл или моль/л, т.к. концентрация Br- из AgBr пренебрегается.

Концентрацию Ag+ вычисляется из ПРAgBr как

Тогда pAg = 8,8.

б) В точке эквивалентности ПРAgBr = [Ag+]∙[Br-] = 7,7∙10-13. Отсюда:

= pBr = 6,1.

в) В присутствии избытка AgNO3 концентрацию Br--ионов находим из ПРAgBr как

Принцип решения задач в методах осадительного титрования аналогичен другим методам титриметрического анализа. Наиболее рациональный способ расчета результатов анализа состоит в нахождении количества вещества эквивалентов веществ с последующим пересчетом на содержание веществ в граммах или в процентах.

**Пример 2.**

0,5020 г анализируемого вещества, содержащего бром, растворили в воде и прибавили 50,00 мл 0,1101 М раствора AgNO3. Избыток AgNO3 оттитровали 10,40 мл раствора NH4CNS концентрации 0,1158 моль/л. Рассчитать процентное содержание брома в анализируемом веществе.

**Решение.**

В задаче использован метод аргентометрии (Фольгарда), обратное титрование. Закон эквивалентов записывается как

n(AgNO3) = n(Br) + n(NH4CNS)

n(Br) = n(AgNO3) - n(AgNO3)

моль(Br) = n(Br)∙MBr= 0,004301∙79,92,

**Задачи для самостоятельного решения**

1. Навеску химически чистого нитрата серебра массой 0,1866 г оттитровали 18,66 мл раствора тиоцианата калия. Вычислите молярную концентрацию титранта и титр по Аg+.

Ответ: 0,05886 моль/л; 6,350∙10-3 г/мл

2. Навеску химически чистого хлорида калия массой 0,5055 г растворили в мерной колбе вместимостью 100,0 мл. На титрование 20,00 мл полученного раствора затратили 16,55 мл раствора нитрата серебра. Вычислите молярную концентрацию титранта и титр по Сl–.

Ответ: 0,08194 моль/л; 2,905∙10-3 г/мл

3. На титрование 15,00 мл раствора нитрата серебра с титриметрическим  фактором  пересчета  по NаСl,  равным 2,905∙10-3 г/мл, затрачено 22,45 мл раствора тиоцианата [аммония](http://www.pandia.ru/text/category/ammonij/). Вычислите молярную концентрацию титранта.  Ответ: 0,03321 моль/л

2. Расчеты по результатам осадительного титрования

Аргентометрию применяют для анализа солей галогеноводородных кислот, а также солей серебра. Галогениды  анализируют прямым титрованием. Ионы серебра анализируют обратным титрованием.

Тиоцианатометрию применяют для анализа Ag+, галогенидов и тиоцианатов. Ионы серебра анализируют прямым титрованием. Галогениды и тиоцианаты анализируют обратным титрованием. Сначала количественно осаждают галогенид-ион добавлением избытка AgNO3, затем избыток катионов серебра титруют тиоцианатом аммония.

**Примеры решения типовых задач**

Пример 1. Навеску пробы, содержащей хлорид и нитрат калия, массой 2,4976 г растворили в мерной колбе вместимостью 200,0 мл. К 15,00 мл полученного раствора добавили 25,00 мл раствора нитрата серебра с титром 0,01925 г/мл. После отделения осадка фильтрат был оттитрован 14,54 мл раствора тиоцианата калия, С(КSСN) = 0,1000 моль/л. Вычислите массовую долю  хлорид-ионов в пробе.

Дано:  m\* = 2,4976 г

       Vк = 200,0 мл

V пип = 15,00 мл

V(AgNO3) = 25,00 мл

T(AgNO3) = 0,01925 г/мл

V(КSСN)  = 14,54 мл

С(КSСN)  = 0,1000 моль/л

Найти:  щ(Cl–)

Решение. С нитратом серебра реагирует только хлорид калия, следовательно, уравнения реакций титрования имеют вид:

КCl + AgNO3 → АgСl + КNО3

Cl– + Ag+ → AgCl

  Х  Т1

AgNO3  + КSСN → АgSСN + КNО3

Ag+  +  SСN–→ AgSСN

  Т1  Т2

fэкв.( Cl–) = fэкв.(КCl) = fэкв.(AgNO3) = fэкв.(КSСN) = 1

Используется обратное титрование, метод пипетирования, поэтому формула для расчета массы хлорид-ионов в пробе:

https://pandia.ru/text/80/596/images/img3_193.jpg

Для первого титранта, AgNO3, известен титр, рассчитаем С(AgNO3):

https://pandia.ru/text/80/596/images/img4_158.jpg

Рассчитываем массу  и массовую долю хлорид-ионов в пробе:

https://pandia.ru/text/80/596/images/img5_134.jpg0,6516 г

https://pandia.ru/text/80/596/images/img6_128.jpg

Ответ: 26,09%

Задачи для самостоятельного решения

1. Навеску препарата бромида натрия массой 0,1003 г оттитровали по методу Мора. Вычислить массовую долю NaВr в препарате, если на титрование израсходовано 19.24 мл раствора нитрата серебра, С(АgNО3) = 0,05025 моль/л.         Ответ: 99,18%

2. На титрование 10,00 мл раствора хлорида натрия по методу Мора затрачено 15,48 мл раствора нитрата серебра, Т(AgNO3) = 0,01702 моль/л. Вычислите титр хлорида натрия.         Ответ: 9,064∙10-3 г/мл

3. 15,00 мл раствора хлорида калия перенесли в мерную колбу на 200,0 мл и довели раствор до метки водой. На титрование 20,00 мл полученного раствора по методу Мора пошло 19,58 мл раствора нитрата серебра, t(АgNО3/NaСl) = 5,878∙10-3 г/мл. Вычислите титр хлорида калия в анализируемом растворе.

Ответ:0,09788 г/мл

4. Навеску препарата, содержащего иодид калия, массой 3,650 г растворили в воде и оттитровали нитратом серебра по методу Фаянса. Вычислите массовую долю иодида калия в препарате, если на титрование израсходовано 22,15 мл титранта, C(AgNO3) = 0,1000 моль/л (F0,1 = 0,9949).         Ответ: 0,1002

5. Навеску препарата, содержащего нитрат серебра, массой 10,40 г растворили в воде и оттитровали тиоцианатом калия. Вычислите массовую долю нитрата серебра в препарате, если на титрование затрачено 12,24 мл титранта с концентрацией 0,1000 моль/л.                                                 Ответ: 0,01999

6. Навеску образца, содержащего бромид калия и индифферентные примеси, массой 0,4566 г растворили в мерной колбе вместимостью 100,0 мл. К 15,00 мл полученного раствора добавили 20,00 мл раствора нитрата серебра, С(АgNО3) = 0,05036 моль/л. Не вступившие в реакцию ионы серебра были оттитрованы 10,98 мл раствора тиоцианата аммония с концентрацией 0,05046 моль/л. Вычислите массовую долю бромида калия в образце.  Ответ: 0,7874

       7. Определите массовую долю серебра в сплаве, если после растворения навески сплава массой 0,3000 г в [азотной](http://www.pandia.ru/text/category/azot/) кислоте на титрование полученного раствора израсходовано 23,80 мл раствора КSCN, C(КSCN) = 0,1000 моль/л.  Ответ: 85,58%

**Практическое занятие № 16.**

**Решить задачи по теме «Вычисление результатов комплексонометрических определений»**

**Цель:**научится проводить расчеты в объемном анализе.

Методы комплексообразования используют, прежде всего, для определения ионов металлов-комплексообразователей. Необходимо знать важнейшие комплексоны, правильно писать их формулы, уравнения реакций с ионами металлов различной степени окисления. Одним из методов, основанных на реакции комплексообразования, является метод меркуриметрического титрования. Необходимо знать, как готовят рабочий раствор, его стандартизацию, индикаторы, примеры определения ионов. Эта тема способствует формированию у обучающихся общих компетенции ОК 2, ОК 3 и овладению профессиональными компетенциями ПК 2.1, ПК 2.2, ПК 2.3.

Важнейшим методом определения содержания ионов металлов является метод комплексонометрии. Наиболее часто используется комплексон III - трилон Б. Следует знать его структурную формулу, уметь писать реакции комплексообразования с трилоном Б и структуру его комплексов с различными ионами.

С различной прочностью комплексов связаны условия титрования. Поэтому важно обратить внимание на роль кислотности среды при образовании комплексов и, следовательно, на роль буферных растворов при проведении титрования.

Необходимо помнить важнейшие индикаторы, используемые в методе комплексонометрии, понимать механизм действия металл-индикаторов.

Для количественных определений в данном методе используются как обычные методы - прямого титрования и по остатку, так и особый метод - заместительное титрование с применением комплексоната магния.

Следует знать примеры определения ряда ионов: кальция, магния, алюминия, кобальта, меди, кальция и магния при совместном присутствии. Так как при комплексообразовании выделяется два иона Н+, фактор эквивалентности трилона Б принимают равным 1/2. Поэтому и любой ион металла, определяемый комплексонометрически, имеет фактор эквивалентности равный 1/2. При решении задач в методе комплексонометрического титрования иногда целесообразнее расчет вести через моли, помня, что всегда 1 молекула трилона Б реагирует с одним ионом металла, независимо от его степени окисления.

Задача 1. Определить молярную концентрацию, титр T(ЭДТА) и [титр по определяемому веществу](https://www.chem-astu.ru/chair/study/anchem/r_2_3_2.htm#UslTitr) T(ЭДТА/CaO) [рабочего раствора ЭДТА](https://www.chem-astu.ru/chair/study/anchem/r_3_2.htm) ([трилона Б](https://www.chem-astu.ru/chair/study/anchem/r_3.htm)), если на титрование навески металлического цинка массой 0,0131 г после ее растворения в соляной кислоте затратили 18,46 мл рабочего раствора.

Решение.

В соответствии с основным принципом титриметрии

n(ЭДТА) = n(Zn) ,

https://www.chem-astu.ru/chair/study/anchem/r_3_7.files/image001.gif .

Если обозначить молярную концентрацию раствора трилона Б как C(ЭДТА), то количество вещества (моль) [титранта](https://www.chem-astu.ru/chair/study/anchem/r_2.htm) выразится как

https://www.chem-astu.ru/chair/study/anchem/r_3_7.files/image002.gif .

Приравнивая эти выражения и проведя несложные преобразования, получим, что молярная концентрация раствора ЭДТА равна

https://www.chem-astu.ru/chair/study/anchem/r_3_7.files/image003.gif.

Подставляя числовые значения, получаем

https://www.chem-astu.ru/chair/study/anchem/r_3_7.files/image004.gif.

Титр раствора ЭДТА равен

https://www.chem-astu.ru/chair/study/anchem/r_3_7.files/image005.gif,

где M(Na2H2Y×2H2O)=372,24 г/моль – молярная масса [трилона Б](https://www.chem-astu.ru/chair/study/anchem/r_3.htm).

Подставляя числовые значения, получаем

https://www.chem-astu.ru/chair/study/anchem/r_3_7.files/image006.gif.

Рассчитаем [условный титр](https://www.chem-astu.ru/chair/study/anchem/r_2_3_2.htm#UslTitr) раствора трилона Б по CaO

https://www.chem-astu.ru/chair/study/anchem/r_3_7.files/image007.gif ,

https://www.chem-astu.ru/chair/study/anchem/r_3_7.files/image008.gif.

Ответ: 0,01085 моль/л; 0,004038 г/мл; 0,0006085 г/мл.

Задача 2. Вычислить массовую долю (%) CaCO3 и MgCO3 в известняке, если после растворения 1,000 г его получили 100,0 мл раствора, на титрование 20,00 мл которого для определения суммы Ca и Mg израсходовали 19,25 мл 0,05140 М [ЭДТА](https://www.chem-astu.ru/chair/study/anchem/r_3.htm), а на титрование Ca с [мурексидом](https://www.chem-astu.ru/chair/study/anchem/r_3_3.htm) в отдельной пробе затратили 6,25 мл того же раствора ЭДТА.

Решение.

Если через ω(CaCO3) обозначить массовую долю (%) CaCO3, то по результатам титрования пробы на содержание кальция с мурексидом можно записать

https://www.chem-astu.ru/chair/study/anchem/r_3_7.files/image009.gif .

Подставляя числовые значения, получаем

https://www.chem-astu.ru/chair/study/anchem/r_3_7.files/image010.gif

Объем [стандартного раствора](https://www.chem-astu.ru/chair/study/anchem/r_2.htm) ЭДТА, затраченный на титрование Mg, найдем как V1–V2 = 19,25 – 6,25 = 13,00 мл, тогда

https://www.chem-astu.ru/chair/study/anchem/r_3_7.files/image011.gif,

https://www.chem-astu.ru/chair/study/anchem/r_3_7.files/image012.gif.

Ответ: 16,08%; 28,17%.

Задача 3. К 20,00 мл раствора, содержащего алюминий, добавили 50,00 мл 0,01018 М [ЭДТА](https://www.chem-astu.ru/chair/study/anchem/r_3.htm) при pH 5 и раствор прокипятили для образования комплекса AlY-. Избыток ЭДТА оттитровали 16,75 мл 0,020 М CuSO4 (K=1,004). В качестве индикатора использовали 1-(2-пиридилазо)-нафтол-2 ([ПАН](https://www.chem-astu.ru/chair/study/anchem/move.php?term=swo8gje3ghvgFFdstWDCbgCHI)). Вычислить концентрацию ионов алюминия в растворе (г/л).

Решение.

При [обратном титровании](https://www.chem-astu.ru/chair/study/anchem/r_2_2.htm) получаем

n(Al3+) = n(ЭДТА) – n(CuSO4).

Выразим количество вещества (моль) Al3+, ЭДТА и CuSO4 с учетом данных, приведенных в условии задачи, а концентрацию ионов Al3+ обозначим через x (г/л)

https://www.chem-astu.ru/chair/study/anchem/r_3_7.files/image013.gif

Отсюда

https://www.chem-astu.ru/chair/study/anchem/r_3_7.files/image014.gif

После подстановки числовых значений получаем

https://www.chem-astu.ru/chair/study/anchem/r_3_7.files/image015.gif

Ответ: 0,2329 г/л.

Задача 4. На титрование 20,00 мл раствора Hg(NO3)2 после добавления избытка Na2MgY ([комплексоната магния](https://www.chem-astu.ru/chair/study/anchem/r_3_4.htm)) и протекания реакции замещения

MgY2- + Hg2+ → HgY2- + Mg2+

затрачено 19,85 мл 0,05 М [ЭДТА](https://www.chem-astu.ru/chair/study/anchem/r_3.htm) (K=1,055). Вычислить концентрацию (г/л) раствора Hg(NO3)2.

Решение.

При титровании по методу замещения

n(Hg2+) = n(Mg2+) = n(ЭДТА).

Выразим количество вещества ЭДТА (моль) с учетом условия задачи

https://www.chem-astu.ru/chair/study/anchem/r_3_7.files/image016.gif

Тогда массу определяемого вещества можно представить формулой

https://www.chem-astu.ru/chair/study/anchem/r_3_7.files/image017.gif

Концентрацию исходного раствора Hg(NO3)2 можно выразить в виде

https://www.chem-astu.ru/chair/study/anchem/r_3_7.files/image018.gif

После подстановки числовых значений получаем:

https://www.chem-astu.ru/chair/study/anchem/r_3_7.files/image019.gif

Ответ: 16,99 г/л.

**Практическое занятие № 17.**

**Произвести расчета хроматограмм различными методами.**

**Цель:** Научиться рассчитывать хроматограммы различными методами.

**Задача 1.** Определить массовую долю (%) компонентов газовой смеси по следующим данным:

Компонент:      Пропан        Бутан        Пентан        Циклогексан

*S*, мм2                  175               203             182                     35

*k*                          0,68              0,68            0,69                   0,85

**Решение:** Расчеты проводим по**методу внутренней нормализации**, согласно которому:

ω*i* = *Si* .*ki* /  *Si* . *ki*. 100% ,

где ω*i* – массовая доля *i*-го компонента в смеси, %; *Si* – площадь пика *i-*гокомпонента; *ki* – поправочный коэффициент, определяемый чувствительностью детектора к *i*-му компоненту.

            Найдем приведенную суммарную площадь пиков:

 *Si* . *ki* = 175 . 0,68 + 203 . 0,68 + 182.0,69 + 35 . 0,85 = 412,4.

Отсюда массовая доля (%) пропана равна

ω(пропана) = (175 . 0,68 / 412,4 ) . 100% = 28,6%.

**Ответ:** Массовая доля  пропана 28,6%.

            Аналогично находим массовые доли ω (%) остальных компонентов смеси: ω(бутана) = 33,46%, ω(пентана) = 30,46%, ω(циклогексана) = 7,22%.

            При выполнении анализа по **методу внутреннего стандарта**расчет проводят по формуле

ω*i* = ( *Si* .*ki* ) / ( *S*ст. *k*ст ) . *R* . 100%,

где *S*ст – площадь пика вещества, введенного в качестве внутреннего стандарта; *k*ст – его поправочный коэффициент; *R* – отношение массы внутреннего стандарта к массе анализируемой пробы.

**Задача 2.** Реакционную массу после нитрования толуола проанализировали методом газожидкостной хроматографии с применением этилбензола в качестве внутреннего стандарта. Определить процент непрореагировавшего толуола по следующим экспериментальным данным:

Взято толуола, г                                         12,7500

Внесено этилбензола, г                              1,2530

*S*толуола, мм2                                                   307

*k*толуола                                                           1,01

*S*этилбензола, мм2                                              352

*k*этилбензола                                                      1,02

**Решение:** Расчет проводят по методу внутреннего стандарта, используя формулу:

ω*i* = ( *Si* .*ki* ) / ( *S*ст. *k*ст ) . *R* . 100%,

Подставляем данные задачи в эту формулу:

ω*i* = (307 . 1,01) / (352. 1,02 ) . (1,2530 / 12,75 ) . 100 = 8,49%

**Ответ:** 8,49%.

**Задача 3:** Для хроматографического определения никеля на бумаге, пропитанной раствором диметилглиоксима, приготовили три стандартных раствора. Для этого навеску 0,2480 NiCl2 . 6Н2О растворили в мерной колбе на 50 мл. Затем из этой колбы взяли 5,0; 10,0 и 20,0 мл и разбавили в колбах на 50 мл. Исследуемый раствор также разбавили в мерной колбе на 50 мл.

Постройте калибровочный график в координатах *h* – *C*Ni и определите содержание никеля (мг)  в исследуемом растворе, если высота пиков стандартных растворов равнa *h*1 = 25,5; *h*2 =37,5; *h*3 = 61,3, а высота пика исследуемого раствора равна *h*x = 49,0 мм.

**Решение:** Находим массу никеля в навеске NiCl2.6Н2О, учитывая, что *М*(NiCl2.6Н2О) и М(Ni) – молярные массы NiCl2.6Н2О и Niсоответственно равны 238 г/моль  и 59 г/моль. Тогда масса никеля в исследуемой навеске NiCl2.6Н2О составит:

*m*Ni = (59 . 0,248) / 238 = 0,0615 г

0,0615г – 50 мл содержание никеля в первой колбе 0,00615 г/50мл

*Х* г - 5 мл

0,0615г – 50 мл содержание никеля во второй колбе 0,0123 г/50мл

*Х*г - 10 мл

0,0615 - 50 мл содержание никеля в третьей колбе 0,0246 г/50 мл

*Х*г - 20 мл

            На основании проведенных расчетов строим график в координатах: *h*, мм – содержание никеля (*С*, г/50 мл). На график наносим высоту пика исследуемого раствора *h*=49 мм и находим содержание никеля в исследуемом растворе *С* = 18,45 мг/50мл.

**Ответ: 18,45 мг.**

**Лабораторная работа № 23.**

**Фотометрическое определение железа в питьевой воде**

**Цель работы**: Провести фотометрическое определение содержания железа (ІІ), (ІІІ) в пробах воды. Приобрести навыки построения калибровочных графиков на железо (ІІ), (ІІІ) при различных длин волн.

Фотометрические методы анализа благодаря низкому пределу обнаружения используются для определения низких значений концентраций примесей в природных, питьевых, сточных водах. Например, в питьевой воде фотометрическим методом определяют содержание алюминия, никеля, свинца, железа, марганца, меди, цинка, нитритов, нормируемых по их влиянию на токсикологические и органолептические свойства воды.

В соответствии с ГОСТ 2874-82 содержание железа Fe+2;+3 в питьевой воде не должна превышать 0,3 мг/л. 1.

**Сущность метода** В основе метода лежит реакция комплексообразования между ионами железа и 5-моносульфосалициловой кислотой с образованием Fe(SSal)n, где n=1,2 или 3. Состав комплексов зависит от рН раствора. При рН=1,8-2,5 с ионами Fe3+ образуется комплексный катион [Fe(SSal)]+ , окрашенный в красно-фиолетовый цвет, максимум светопоглащения 510 нм. Сульфосалициловая кислота образует в аммиачном растворе окрашенные в желтый цвет комплексные соединения как с ионами Fe2+ , так и с ионами Fe3+. Максимум светопоглащения комплексов в интервале рН=8-11,5 лежит в области 400-430 нм. При рН=8-11,5 образуются трисульфосалицилаты [Fe(SSal)3] 3+. При рН>12 сульфосалицилаты железа разлагаются с образованием осадка основных солей и гидроксидов.

Сульфосалицилатный метод можно применять для определения железа в присутствии многих анионов, таких как фосфаты, хлориды, фториды, которые мешают определению железа роданидным методом.

Катионы, образующие комплексные соединения с сульфосалициловой кислотой (Al3+, Cu2+, Pb2+), затрудняют определение железа. Присутствие в растворе окислителей и восстановителей нежелательно.

Предел обнаружения железа 0,1 мг/л. 2.

**Экспериментальная часть**

**Реактивы и приборы** - Сульфосалициловая кислота, ч.д.а., 20% раствор; - Аммиак, ч.д.а., 10% раствор; - Соляная кислота, ч.д.а., раствор 3:2; 6 - Железо-аммонийные квасцы, х.ч., основной стандартный раствор содержит 0,1 мг железа в 1 мл (приготовление основного стандартного раствора соли железа (ІІІ): навеску 0,864 г железо-аммонийных квасцов растворяют в воде, предварительно подкисленной 5 мл серной кислоты (1,84 г/см3 ) и доводят объем раствора до 1 л. Концентрация железа (ІІІ) 0,1 мг/мл.

Рабочий стандартный раствор готовят в день проведения анализа разбавлением основного раствора в 10 раз);

- Хлорид аммония, ч.д.а, 2М раствор;

- Фотоколориметр (КФК-2; КФК-3);

кварцевые кюветы на 3 и 5 см;

- Мерные колбы на 100 мл;

- Мерные пипетки на 5, 10, 25 мл.

**2.1. Определение суммарного содержания ионов железа (ІІ) и железа (ІІІ)** Построение калибровочного графика.

В мерные колбы на 100 мл вводят 1, 2, 4, 6, 8, 10 мл рабочего стандартного раствора соли железа, доводят рН раствора до 6-8, добавляя 10% раствор аммиака (контроль рН по универсальной индикаторной бумаге). Затем приливают 2 мл 2М раствора хлорида аммония, 2 мл 20% раствора сульфосалициловой кислоты, 2 мл 10% раствора аммиака. После добавления каждого реактива содержимое колб перемешивают, затем доводят объем раствора до метки дистиллированной водой, перемешивают и через 15 мин фотометрируют при λ=400-430 нм в кюветах с толщиной оптического слоя 5 см по отношению к дистиллированной воде, обработанной как стандартные растворы.

Калибровочный график строят в координатах: оптическая плотность (D) – содержание железа (C); мг/л.

Выполнение анализа

Из тщательно перемешанной пробы анализируемой воды отбирают 10-25 мл (содержание железа не более 1мг/л). Если содержание железа выше, пробу необходимо разбавить. Отобранный аликвотный объем переносят в мерную колбу на 100мл. Далее добавляют реактивы и проводят измерения как описано при построении калибровочного графика.

По калибровочному графику находят содержание железа, соответствующее измеренной оптической плотности раствора.

Содержание железа (общего) в исследуемом растворе рассчитывают по формуле:

С(Feобщ) = Сгр.⋅Vкол./Vпр. , мг/л (1)

где С(Feобщ) – содержание железа (общего) в анализируемом растворе, мг/л; Сгр. – содержание железа, найденное по калибровочному графику, мг/л; Vпр. – объем раствора, взятый на фотометрирование, мл; Vкол. – объем мерной колбы при разбавлении.

**2.2. Определение содержания ионов железа (ІІІ**)

Построение калибровочного графика

В мерные колбы на 100 мл вводят 1, 2, 4, 6, 8, 10 мл рабочего стандартного раствора железа (ІІІ), добавляют по каплям 10% раствор аммиака до рН=6 (контроль по универсальной индикаторной бумаге).

Затем вводят 0,2 мл раствора соляной кислоты, 5 мл 20% раствора сульфосалициловой кислоты, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой, перемешивают содержимое колбы и через 10 мин. измеряют оптическую плотность раствора при λ = 510 нм в кювете с толщиной слоя 3 см. По полученным данным строят калибровочный график зависимости оптической плотности растворов от содержания ионов железа (ІІІ).

Выполнение анализа

Аликвотный объем анализируемой воды 25-50 мл помещают в мерную колбу на 100 мл (при содержании железа не более 1 мг/л). Если концентрация железа выше, пробу необходимо разбавить так, чтобы значение содержания железа укладывалось в калибровочный график. К объему раствора в мерной колбе добавляют, если необходимо, раствор аммиака или соляной кислоты до рН=6 (контроль по универсальной индикаторной бумаге). Добавляют 0,2 мл раствора соляной кислоты, 5 мл 20% раствора сульфосалициловой кислоты, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают и измеряют оптическую плотность.

По калибровочному графику находят содержание железа (ІІІ) в фотометрируемом объеме. Содержание железа (ІІІ) в пробе рассчитывают по формуле (1).

Контрольные вопросы и задания

1. Обоснуйте влияние рН-среды на образование комплекса ионов железа (ІІ), (ІІІ) с сульфосалициловой кислотой. Как зависит максимум поглощения от состава комплекса?

2. Способы построения калибровочного графика. Какая зависимость должна прослеживаться при построении калибровочного графика?

3. Что называется «холостым» пробоем в фотометрическом анализе? Что необходимо сделать, если содержание железа в пробе воды более 1 мг/л, и наоборот, содержание железа менее 0,1 мг/л? Ответ обоснуйте.

4. Как влияет разбавление или концентрирование пробы воды, взятой на анализ, для проведения расчетов по экспериментальным данным?

5. Какое влияние на организм человека могут оказывать ионы железа в питьевой воде, если содержание превышает 0,3 мг/л? 8

**Лабораторная работа № 24.**

**Потенциометрическое определение содержания кислоты и щелочи.**

Весы лабораторные по [ГОСТ 24104](http://docs.cntd.ru/document/1200027328) высокого класса точности (II) с ценой деления (дискретностью отсчета) не более 0,1 мг и наибольшим пределом взвешивания 220 г.  
Государственный (межгосударственный) стандартный образец (ГСО) состава водного раствора гидрокарбонат-ионов с относительной погрешностью аттестованного значения при доверительной вероятности 0,95 не более ±1%.  
рН-метр, иономер или автоматический титратор любого типа (далее - рН-метр) с совместимой системой электродов (стеклянный измерительный электрод и насыщенный хлорсеребряный электрод сравнения по [ГОСТ 17792](http://docs.cntd.ru/document/1200024056)), обеспечивающий измерения рН в диапазоне от 3 до 10 единиц рН с допускаемой погрешностью ±0,05 единиц рН.  
Бюретки по [ГОСТ 29251](http://docs.cntd.ru/document/1200024091) 2-го класса точности вместимостью 10 см с ценой деления 0,02 см или 0,05 см.  
Пипетки градуированные по [ГОСТ 29227](http://docs.cntd.ru/document/1200024087) 2-го класса точности или пипетки с одной меткой 2-го класса точности по [ГОСТ 29169](http://docs.cntd.ru/document/1200024085).  
Цилиндры мерные по [ГОСТ 1770](http://docs.cntd.ru/document/1200003853).  
Колбы мерные по [ГОСТ 1770](http://docs.cntd.ru/document/1200003853) 2-го класса точности.  
Колбы конические или плоскодонные по [ГОСТ 25336](http://docs.cntd.ru/document/1200024082).  
Стаканы химические термостойкие по [ГОСТ 25336](http://docs.cntd.ru/document/1200024082).

Кислота соляная по [ГОСТ 3118](http://docs.cntd.ru/document/1200017281), плотностью 1,16 г/см, х.ч.  
  
Кислота соляная стандарт-титр с молярной концентрацией ГОСТ 31957-2012 Вода. Методы определения щелочности и массовой концентрации карбонатов и гидрокарбонатов0,1 моль/дм.

Натрия гидроокись по [ГОСТ 4328](http://docs.cntd.ru/document/1200017363), х.ч.

**Подготовка прибора к анализу**  
Подготовку рН-метра, измерительного стеклянного и вспомогательного электродов к работе осуществляют в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации рН-метра и паспортами на электроды.  
Градуировку рН-метра проводят по образцовым буферным растворам в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации рН-метра и инструкцией по применению буферных растворов.  
Проверку рН-метра и электродов осуществляют в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации рН-метра или в случае отсутствия указаний в руководстве (инструкции) - при проведении каждой серии анализов по любым двум буферным растворам. Если отклонение измеренной величины рН от заданной превышает 0,05 ед. рН, то градуировку рН-метра проводят заново.

**Определение свободной** **щелочности**  
В стакан вместимостью 100 см вносят 50,0 см анализируемой пробы воды помещают его на магнитную мешалку, опускают в стакан магнитный мешатель и электроды рН-метра. Включают мешалку и перемешивают со скоростью, при которой водоворот едва заметен. Измеряют исходное значение рН анализируемой пробы воды и, если рН равен или менее 8,3, то свободную щелочность воды принимают равной нулю. Если же исходное значение рН воды более 8,3, то приступают к титрованию.  
Опускают наконечник бюретки как можно ближе к поверхности раствора и титруют при постоянном перемешивании раствором соляной кислоты молярной концентрацией 0,05 моль/дм до достижения значения рН 8,30±0,05 ед. рН. Регистрируют объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование ().  
Если на титрование анализируемой пробы воды израсходовано более 10 см раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,05 моль/дм, то для титрования берут меньший объем анализируемой пробы (), доводят до 50 см дистиллированной водой и повторяют титрование.  
Если на титрование израсходовано менее 2,0 см соляной кислоты молярной концентрации 0,05 моль/дм, то титрование повторяют, используя раствор соляной кислоты молярной концентрации 0,02 моль/дм, при необходимости увеличивая объем анализируемой пробы воды до 100 см3  
При установлении объема анализируемой пробы воды для титрования и концентрации раствора соляной кислоты рекомендуется руководствоваться таблицей 1.

V13 3

V2

V1

Таблица 1

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
|  |  |  |  |  |
| Наименование показателя | Значение щелочности, ммоль/дм | | | |
|  | От 0,1 до 1,0 включ. | Св. 1,0 до 5,0 включ. | Св. 5,0 до 10 включ. | Св. 10 |
| Объем анализируемой пробы воды, см | 100 | 100 | 50 | Менее 50 см, доведенный до 50 см |
| Молярная концентрация раствора соляной кислоты, моль/дм | 0,02 | 0,05 | 0,05 | 0,05 |

**Определение общей щелочности**  
  
После определения свободной щелочности продолжают титрование анализируемой пробы воды тем же раствором соляной кислоты, использованным при титровании пробы . Пробу титруют до достижения значения рН (4,50±0,05) ед. рН. При этом в конце титрования соляную кислоту добавляют медленно с выдержкой не менее 30 с после прибавления порции раствора соляной кислоты до установления равновесия. Регистрируют объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование ().  
Примечание - Если значение рН анализируемой пробы воды:  
- превышает 8,3 (что свидетельствует о присутствии в пробе анализируемой воды гидроксидов, карбонатов и возможном присутствии гидрокарбонатов), то титрование проводят медленно, добавляя раствор соляной кислоты по каплям до достижения значения рН (8,30±0,05) ед. рН;  
- не превышает 8,3 (что свидетельствует об отсутствии в анализируемой пробе воды гидроксидов и карбонатов), то титрование проводят быстро до достижения значения рН ~5 ед. рН, замедляя скорость прибавления раствора соляной кислоты при приближении к конечной точке титрования (4,50±0,05 ед. рН).

V3

 Проводят не менее двух титрований, при этом расхождение между значениями общих объемов соляной кислоты, израсходованных на титрование, не должно превышать 0,05 см. Если расхождение превышает указанное значение, то титрование повторяют до получения допустимого расхождения результатов.

**Обработка результатов** **измерений**

 Свободную щелочность Ap, ммоль/дм, рассчитывают по формуле

ГОСТ 31957-2012 Вода. Методы определения щелочности и массовой концентрации карбонатов и гидрокарбонатов, (3)

где ГОСТ 31957-2012 Вода. Методы определения щелочности и массовой концентрации карбонатов и гидрокарбонатов - точная молярная концентрация раствора соляной кислоты, моль/дм;  
V1 - объем анализируемой пробы воды, взятый для титрования , см3;   
V2 - объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование до рН 8,3,см3.

Общую щелочность , ммоль/дм, при определении по способу 1 рассчитывают по формуле

At

ГОСТ 31957-2012 Вода. Методы определения щелочности и массовой концентрации карбонатов и гидрокарбонатов,

где ГОСТ 31957-2012 Вода. Методы определения щелочности и массовой концентрации карбонатов и гидрокарбонатов - точная молярная концентрация раствора соляной кислоты, моль/дм3;  
V1 - объем анализируемой пробы воды, взятый для титрования по 5.3.1, см;  
 - объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование до рН 4,5 см.

V3

3

Информационные источники

1. Ищенко, А.А. Аналитическая химия: учебник для учащ. сред. уч. завед. / А.А. Ищенко. – М.:ACADEMA, 2013. – 320c.

2. Келина, Н.Ю. Аналитическая химия в таблицах и схемах / Н.Ю. Келина, Н.В. Безручко. – Ростов н/Д: Феникс, 2008. – 374с.: ил. – (Среднее профессиональное образование).

3. Саенко, О.Е. Аналитическая химия: учебник для учащ. сред.уч. завед. / О.Е.Саенко. – Ростов-на-Дону.: Феникс, 2009. – 374с.

Дополнительная литература

1. Барсукова, З.А. Аналитическая химия: учебник / З.А. Барсукова. – М.: Высшая школа, 1990. – 319 с.

2. Лурье, Ю.Ю. Справочник по аналитической химии / Ю.Ю. Лурье. – М.: Химия, 1979. – 480с.

3. Основы аналитической химии: практическое руководство / под ред. Ю.А. Золотова. – М.: Высшая школа, 2005. – 464 с.

4. Пономарёв, В.Д. Аналитическая химия: учебник для учащ. мед. училищ / В. Д. Пономарёв. – М.: Высшая школа, 1982. – 303 с.

5. Практикум по аналитической химии / под ред В.Д. Пономарева, Л.И. Ивановой. – М.: Высшая школа, 1983. – 272 с.

6. Программа по аналитической химии с курсом инструментальных методов анализа для студентов фармацевтических вузов (факультетов) /сост.: Ю.Я. Харитонов, Л.И. Иванова. – М.: ГОУ ВУНМЦ МЗ РФ, 2006. – 27 с.

7. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика). Общие теоретические основы. Качественный анализ: учебник для вузов / Ю.Я.Харитонов. – М.: Высшая школа, 2007. – 615 с.

**Приложение 1**

**Схема оформления лабораторных работ**

Таблица 1

**Схема оформления лабораторных работ по разделу «Качественный анализ»**

Дата Лабораторная работа №

Тема: «…………………………………………….»

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Название опыта | Уравнение реакции | Наблюдаемый  эффект | Выводы |
|  |  |  |  |

Таблица 2

**Схема оформления лабораторных работ по разделу «Количественный анализ»**

Дата Лабораторная работа №

Тема: «…………………………………………….»

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Название задания | Метод количественного анализа, титрованный раствор, индикатор, точка эквивалентности, уравнение реакции, особые условия | Расчеты | Выводы |
|  |  |  |  |