

Министерство образования Ставропольского края
Государственное бюджетное профессиональное образовательное учреждение
«Буденновский политехнический колледж»

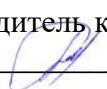
**МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ
ПО ВЫПОЛНЕНИЮ ЛАБОРАТОРНЫХ ЗАНЯТИЙ
по дисциплине
ЕН.01. ХИМИЯ**

для обучающихся
программы подготовки специалистов среднего звена
среднего профессионального образования
по специальности:

43.02.15 Поварское и кондитерское дело

РАССМОТРЕНО
на заседании кафедры
Технологии, сервиса и ИКТ

Протокол № 1 от «09» января 2025 года
Руководитель кафедры

_____. Е.М. Галушко

Учебное пособие содержит указания по выполнению лабораторных занятий по дисциплине ЕН.01 Химия. Методические указания составлены в соответствии с рабочей программой по дисциплине ЕН.01 Химия и предназначены для обучающихся по специальности 43.02.15 Поварское и кондитерское дело.

·
·

Содержание

Лабораторное занятие №1. Определение поверхностного натяжения жидкостей. Определение вязкости жидкостей	5
Лабораторное занятие №2. Определение зависимости скорости реакции от температуры и концентрации реагирующих веществ	10
Лабораторное занятие №3. Определение тепловых эффектов растворения различных веществ в воде. Определение рН среды различными методами	12
Лабораторное занятие №4. Получение коллоидных растворов.	15
Лабораторное занятие №5. Получение устойчивых эмульсий и пен, выявление роли стабилизаторов.	17
Лабораторное занятие №6. Изучение процессов набухания и студнеобразования.	21
Лабораторное занятие №7. Первая аналитическая группа катионов. Проведение частных реакций катионов второй аналитической группы. Анализ смеси катионов второй аналитической группы.	23
Лабораторное занятие №8. Проведение частных реакций катионов третьей и четвертой аналитической группы. Анализ смеси катионов третьей и четвертой аналитических групп	31
Лабораторное занятие №9. Проведение частных реакций анионов первой, второй, третьей групп. Анализ сухой соли.	40
Лабораторное занятие №10. Определение общей, титруемой, кислотности плодов и овощей.	47
Лабораторное занятие №11. Приготовление рабочего раствора перманганата калия и установление нормальной концентрации	50
Лабораторное занятие №12. Определение содержания хлорида натрия в рассоле	52

Лабораторное занятие № 1

Тема: «Определение поверхностного натяжения жидкостей. Определение вязкости жидкостей»

Цель: определить коэффициент поверхностного натяжения воды методом отрыва капель; получить практические навыки определения вязкости жидкостей и ее зависимости от температуры, концентрации, о методах определения вязкости. Определите вязкость предложенных для опытов веществ.

Оборудование: сосуд с водой, шприц, сосуд для сбора капель; вискозиметр, большой химический стакан, штатив, секундомер, термометр, резиновая трубка, дистиллированная вода, этиловый спирт, глицерин.

Выполнение работы

Теоретическая часть

По своим свойствам жидкости занимают промежуточное положение между газами и твёрдыми веществами. Вблизи критической температуры они проявляют некоторое сходство с газами. При температурах близких к температурам затвердевания жидкости, обнаруживают сходство с твёрдыми веществами.

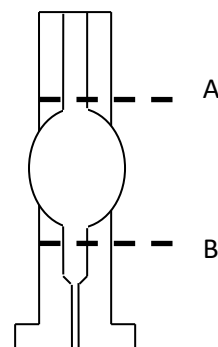
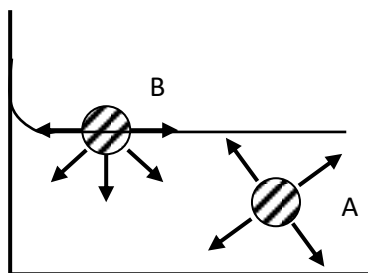
Внутри жидкости существует некоторое упорядоченное расположение частиц. В твёрдых веществах – «дальний порядок» - закономерное чередование частиц во всём объёме кристалла, у жидкостей – «ближний порядок» - чередование только по соседству с выбранной частицей, поэтому жидкости не сохраняют своей формы и обладают текучестью.

В отличие от газов молекулы в жидкостях находятся на близких расстояниях, силы сцепления значительны.

Жидкости не подчиняются законам идеальных газов. Коэффициент термического расширения их значительно меньше, чем у газов и зависит от природы жидкости. Теоретическое уравнение состояния жидкостей пока не выведено.

Уравнение Ван-дер-Ваальса непригодно, так как не учтены силы отталкивания. Каждая жидкость характеризуется рядом физических величин: плотностью, температурой замерзания, температурой кипения, критической температурой, коэффициентом поверхностного натяжения, коэффициентом внутреннего трения и др. Большое влияние на свойства жидкостей оказывает полярность их молекул. В результате взаимодействия диполей внутри жидкости могут образовываться молекулярные комплексы различной прочности – ассоциаты. С повышением температуры ассоциаты могут распадаться, а в некоторых случаях, они сохраняются даже в газообразном состоянии.

При вытекании жидкости из узкого отверстия образуются капли сферической формы. Такую форму придают каплям силы, действующие в поверхностном слое и стремящиеся обратиться в самую меньшую поверхность при данном объёме. Это – силы поверхностного натяжения. Поверхностное натяжение возникает в результате взаимного притяжения молекул жидкости.



Молекула В притягивается молекулами жидкости и молекулами пара, но силы притяжения со стороны жидкости, больше. Равнодействующая всех сил (F) направлена вниз и стремится как бы втянуть молекулу внутрь жидкости. Такому воздействию подвержены все молекулы поверхностного слоя, поэтому появляется натяжение и поверхность жидкости стремится как можно сильнее сократиться. Для того, чтобы увеличить поверхность жидкости, необходимо затратить некоторую работу против сил поверхностного натяжения. Каждая молекула, находящаяся в поверхностном слое, обладает некоторой избыточной энергией по сравнению с запасом энергии молекул глубинных слоёв. Чем больше величина поверхности жидкости, тем больше её поверхностная энергия. Величина поверхностной энергии зависит от природы жидкости и граничащей с ней среды. Поверхностная энергия жидкости на границе с данной средой количественно характеризуется величиной коэффициента поверхностного натяжения σ . Он выражается величиной работы в Дж, которую необходимо затратить при образовании 1 м^2 новой поверхности.

$$\sigma = \frac{A}{S} = \frac{Дж}{\text{м}^2} = \frac{n \cdot m}{m_2} = \frac{n}{m}$$

Поверхностное натяжение зависит от температуры. Существует температура, при которой $\sigma = 0$, то есть температура, выше которой вещество не может уже существовать в жидком состоянии – это критическая температура.

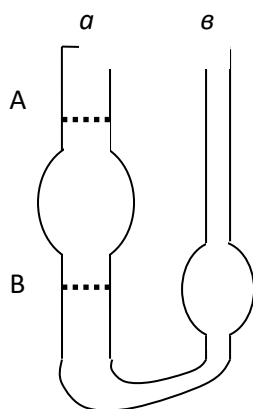
Измерение поверхностного натяжения проводится различными методами. Наиболее простым (но не точным) является метод с использованием сталагмометра – пипетки с капилляром и отшлифованной площадкой на конце.

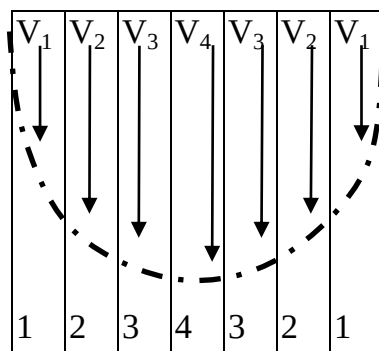
Вязкость жидкостей. Вязкостью или внутренним трением называется сопротивление, возникающее при движении одних слоев жидкости относительно других.

Вязкость жидкости зависит от температуры; при повышении температуры она уменьшается, жидкость становится более подвижной, т. е. её текучесть увеличивается. Обычно при повышении температуры на 1°C вязкость уменьшается примерно на 2%. Такие жидкости, как винный спирт, вода, диэтиловый эфир, легкотекучие, а мед, глицерин, патока, масло — вязкие. Иногда вязкость повышается настолько, что жидкость перестает быть текучей и приобретает свойства твердых тел.

Вязкость растворов в значительной мере зависит от их концентрации; чем выше концентрация, тем больше вязкость. Вязкость измеряется в пуазах. Вязкость 1 П ($0,1 \text{ НХс/м}^2$) — очень большая величина: так, вязкость воды при 20°C равна всего 0,01 П, оливкового масла 0,98 П, а глицерина 10,63 П. На практике обычно определяют *относительную вязкость*, т. е. отношение вязкости исследуемой жидкости к вязкости воды, принимая вязкость воды равной одному сантипуазу (1 сП).

Вязкостью или внутренним трением жидкости называется сопротивление, возникающее внутри жидкости при перемещении одних слоёв относительно других. Рассмотрим истечение жидкости по узкой трубке, когда все слои её движутся параллельно друг другу. Условно разделим жидкость на ряд слоёв и рассмотрим их движение.





Слой 1 смачивает стенки и является неподвижным, слой 2 – перемещающийся, испытывает сопротивление слоя 1 и между ними возникает трение. Чем ближе к оси трубки, тем скорость слоёв становится больше. Величина вязкости характеризуется коэффициентом вязкости η . Физический смысл можно вывести из формулы Ньютона:

$$F = \eta \frac{dV}{dx} * S, \text{ где}$$

F – сила трения, н, S – площадь жидкости, м^2 ,

$\frac{dV}{dx}$ – градиент (перепад) скорости м/сек.

Если принять $S = 1 \text{ м}^2$ и $dV/dx = 1 \text{ м/сек}$ на расстоянии 1 м, тогда $F = \eta$, то есть коэффициент вязкости равен силе трения возникающей между слоями жидкости.

$$\eta = \frac{F * dx}{dV * S} = \frac{\text{н} * \text{м} * \text{сек}}{\text{м} * \text{м}^2} = \frac{\text{н} * \text{сек}}{\text{м}^2}$$

Вязкость жидкости зависит от природы, ее температуры и давления. Величина обратная вязкости называется текучестью

$$f = \frac{1}{\eta}; \frac{\text{м}^2}{\text{н} * \text{сек}}$$

Вязкость определяют по времени истечения под давлением объема жидкости через капилляр. Время истечения находится при помощи вискозиметра.

$$\eta_{\text{ж}} = \eta_{\text{H}_2\text{O}} \frac{\rho_{\text{ж}} * \tau_{\text{ж}}}{\rho_{\text{H}_2\text{O}} * \tau_{\text{H}_2\text{O}}}$$

Один из методов измерения вязкости основан на определении времени истечения жидкости из капиллярной трубки вискозиметра.

Практическая часть

1. Начертите таблицу:

№ опы-та	Масса кап-пель m, кг	Число кап-пель n	Диаметр канала шприца d, м	Поверхностное натяжение σ , Н/м	Среднее значение поверхностного натяжения $\sigma_{\text{ср}}$, Н/м	Табличное значение поверхностного натяжения $\sigma_{\text{таб}}$, Н/м	Относительная погрешность δ %
1	$1 \cdot 10^{-3}$	21	$2,5 \cdot 10^{-3}$	0,066	0,069	0,072	41,67
2	$2 \cdot 10^{-3}$	40	$2,5 \cdot 10^{-3}$	0,069			
3	$3 \cdot 10^{-3}$	59	$2,5 \cdot 10^{-3}$	0,071			

$$\sigma = \frac{mg}{n\pi d}$$

Вычисляем поверхностное натяжение по формуле

$$\sigma_1 = \frac{1 \cdot 10^{-3} \text{ кг} \cdot 9,8 \text{ м/с}^2}{21 \cdot 3,14 \cdot 0,9 \cdot 2,5 \cdot 10^{-3} \text{ м}} = 0,066 \text{ Н/м}$$

$$\sigma_2 = \frac{2 \cdot 10^{-3} \text{ кг} \cdot 9,8 \text{ м/с}^2}{40 \cdot 3,14 \cdot 0,9 \cdot 2,5 \cdot 10^{-3} \text{ м}} = 0,069 \text{ Н/м}$$

$$\sigma_3 = \frac{3 \cdot 10^{-3} \text{ кг} \cdot 9,8 \text{ м/с}^2}{59 \cdot 3,14 \cdot 0,9 \cdot 2,5 \cdot 10^{-3} \text{ м}} = 0,071 \text{ Н/м}$$

Находим среднее значение поверхностного натяжения по форму-

$$\sigma = \frac{\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3}{3}$$

ле:

$$\sigma_{\text{ср}} = \frac{0,066 \text{ Н/м} + 0,069 \text{ Н/м} + 0,071 \text{ Н/м}}{3} = \frac{0,206 \text{ Н/м}}{3} = 0,069 \text{ Н/м}$$

Определяем относительную погрешность методом оценки результатов измерений.

$$\delta = \frac{|\sigma_{\text{табл}} - \sigma_{\text{ср}}|}{\sigma_{\text{табл}}} \cdot 100\%$$

$$\delta = \frac{|0,072 \text{ Н/м} - 0,069 \text{ Н/м}|}{0,072 \text{ Н/м}} \cdot 100\% = \frac{0,003 \text{ Н/м}}{0,072 \text{ Н/м}} \cdot 100\% = 0,04167 \cdot 100\% = 4,167\%$$

Данные о плотности жидкостей возьмите из таблицы (плотность воды и этилового спирта)

№	Температура, °C	Плотность, г/см ³ H ₂ O	Плотность этилового спирта г/см ³
1	10	0,9997	0,7978
2	15	0,9990	0,7936
3	20	0,9980	0,7894
4	25	0,9970	0,7852

Вязкость воды изменяется в паузах

Вязкость воды при температуре 20 °C равна 0,01П.

1. На конец узкой трубки промытого и просушенного вискозиметра наденьте кусок резиновой трубки.
2. Погрузите вискозиметр в большой химический стакан с водой определенной и постоянной температуры и укрепите его в штативе. Верхняя метка *а* узкой трубки должна находиться в воде.
3. После этого налейте через широкое колено вискозиметра дистиллированную воду до верхней метки *с*. через 10 мин, когда вода в вискозиметре примет температуру термостата, при помощи резиновой трубки засосите жидкость в узкую трубку немного выше верхней метки *а*.
4. Вынув резиновую трубку изо рта, внимательно следите за опусканием воды в узкой трубке вискозиметра. Как только уровень воды достигнет верхней метки, включите секундомер.
5. Остановите стрелку секундомера в момент, когда вода в узкой трубке вискозиметра опустится до нижней метки *в*.
6. Опыт повторите три раза и возьмите среднее значение времени истечения воды.
7. Запишите результаты опыта.

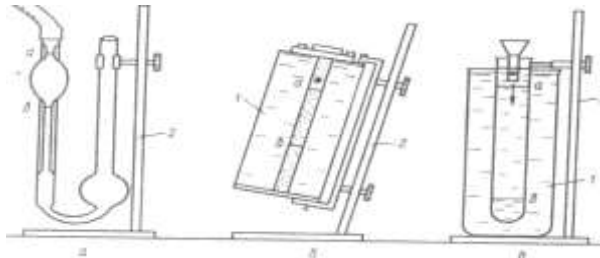


Рис. Вискозиметры:

а - капиллярный; *б* - вискозиметр Гепплера с падающим шариком; *в* - упрощенный вискозиметр с падающим шариком

8. Промойте вискозиметр исследуемой жидкостью и определите для нее время истечения при той же температуре, что и для воды.
9. На основании результатов опыта рассчитайте относительную вязкость по формуле.

$$\eta_x = \eta_{H_2O} \frac{\rho_x \tau_x}{\rho_{H_2O} \tau_{H_2O}}$$

где η_x - вязкость жидкости, η_{H_2O} - вязкость воды, и ρ_x и ρ_{H_2O} - плотности жидкости и воды, τ_x и τ_{H_2O} - время истечения воды и жидкости.

Контрольные вопросы.

1. Почему поверхностное натяжение зависит от рода жидкости?
2. Почему и как зависит поверхностное натяжение от температуры?
3. Изменится ли результат вычисления поверхностного натяжения, если опыт проводить в другом месте Земли?
4. Изменится ли результат вычисления, если диаметр каплей трубки будет меньше? Перечислите особенности жидкого состояния вещества.
5. Что такое поверхностное натяжение и какие факторы влияют на его величину?
6. На чём основан сталагмометрический метод определения поверхностного натяжения?
7. Чем определяется вязкость жидкости?

8. Сущность вискозиметрического метода определения вязкости.
9. Что такое испарение и кипение жидкости?
10. Особенности теорий строения жидкости по Френкелю, Стюарту и Берналу.

Лабораторное занятие №2

Тема: «Определение зависимости скорости реакции от температуры и концентрации реагирующих веществ»

Цель занятия: освоить практические навыки определения средней скорости гетерогенной реакции и рассмотрение факторов, влияющих на её величину.

Оборудование и реактивы: серная кислота (конц.), щавелевая кислота, перманганат калия, мерный цилиндр (на 100мл), горелка, треножник, стаканы (на 100, 400, 600 мл и 2 стакана на 800 мл), секундомер.

Выполнение работы

Теоретическая часть

Химическая кинетика – это раздел физической химии, изучающей скорость и механизм химических реакций, а также факторы, влияющие на скорость реакции. Выводы и законы кинетики широко используются в различных отраслях производства и позволяют сознательно управлять различными химическими процессами.

Различают **среднюю и истинную** скорость химической реакции.

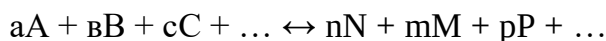
$$\bar{V} = \pm \frac{c_2 - c_1}{\tau_2 - \tau_1} \quad (\text{«-», если концентрация вещества во времени } \tau_1 \text{ уменьшается и «+», если она увеличивается}).$$

Скорость же всегда положительна.

$$V_{ист} = \pm \frac{dc}{d\tau}$$

На скорость химической реакции влияют различные факторы: концентрация реагирующих веществ, их природа, температура, природа растворителя, катализаторы.

Зависимость скорости реакции от концентрации устанавливает **закон действующих масс**: скорость химической реакции прямо пропорциональна произведению молярных концентраций реагирующих веществ, взятых в степени, равной стехиометрическому коэффициенту соответствующего вещества в уравнении реакций.



$$-\frac{dc}{d\tau} = k * c_A^a * c_B^b * c_C^c$$

k – константа скорости химической реакции. Константа скорости реакции есть такая скорость, когда концентрация реагирующих веществ равна 1 моль/л. Константа скорости зависит от природы реагирующих веществ и температуры, но не зависит от изменения концентрации реагирующих веществ.

$$\frac{k_{t+10}}{k_t} = \gamma \quad - \text{температурный коэффициент скорости реакции.}$$

Химические реакции классифицируют по молекулярности и по порядку. **Молекулярность** – это число частиц, принимающих участие в отдельном элементарном акте реакции. Известны одно-, двух- и трёхмолекулярные реакции. **Порядок** выражается суммой величин показателей степени при концентрациях реагирующих веществ в кинетическом уравнении для скорости химической реакции. Реакции могут быть первого, второго, третьего, дробного и нулевого порядка.

Для того, чтобы произошла химическая реакция, необходимо столкновение молекул реагирующих веществ. Однако, число реальных столкновений молекул оказывается гораздо большим, чем это соответствует скорости реакции. Это несоответствие объяснила **теория активации**. Согласно этой теории, реакция происходит лишь при столкновении **активных молекул**, то есть молекул, обладающих повышенным запасом энергии. Доля активных молекул может быть вычислена по формуле:

$$N_{акт} = N_0 * e^{-\frac{E_{акт}}{RT}}$$

$N_{акт}$ – количество активных молекул;

N_0 – общее число молекул;

e – основание натуральных логарифмов;

$E_{акт}$ – энергия активации, постоянная величина;

R – газовая постоянная;

T – абсолютная температура.

При увеличении температуры увеличивается доля активных молекул а, следовательно скорость реакции. Теория активации объяснила влияние температуры, концентрации реагирующих веществ и катализаторов на скорость химической реакции. С увеличением концентрации увеличивается общее число молекул и доля активных молекул, что приводит к увеличению скорости реакции. Роль катализаторов сводится к снижению величины энергии активации, вследствие чего увеличивается число активных молекул и возрастает скорость реакции.

Практическая часть

I часть.

Для проведения опыта необходимо предварительно приготовить следующие растворы:

раствор 1: 6 г перманганата калия в 1 л дистиллированной воды.

раствор 2: 63 г щавелевой кислоты в 1 л дистиллированной воды.

раствор 3: 250 мл серной кислоты (конц.) в 1 л дистиллированной воды.

II часть.

Сливанием получите следующие три смеси растворов:

1) 50 мл раствора 3 + 25 мл раствора 2;

2) 50 мл раствора 3 + 25 мл раствора 2 + 250 мл дист. воды;

3) 50 мл раствора 3 + 25 мл раствора 2 + 500 мл дист. воды.

В каждый из этих растворов прилейте при помешивании по 20 мл раствора 1, а затем, включив секундомер, наблюдайте за изменением окраски перманганата калия.

Вывод.

В каком растворе наступает наиболее быстрое обесцвечивание? Почему?

III часть.

В два стакана прилейте по 50 мл раствора 3 и по 25 мл раствора 2. Затем в каждый из стаканов прилейте по 500 мл дист. Воды и оба раствора тщательно перемешайте. Один из стаканов оставьте стоять при комнатной температуре, а второй нагрейте на несколько десятков градусов на горелке. После этого оба стакана поставьте на стол

рядом друг с другом и, прибавив в каждый из них по 200 мл раствора 1, наблюдайте за скоростью обесцвечивания перманганата калия.

Вывод.

В каком стакане раствор обесцвечивается быстрее? Почему?

Контрольные вопросы

1. Что называют скоростью химической реакции?
2. Какие факторы влияют на её величину?
3. Какова классификация реакций, принятая в химической кинетике?
4. Что такое активная молекула, энергия активации?
5. Сформулируйте закон действующих масс.
6. Сформулируйте правило Вант-Гоффа.

Лабораторное занятие №3

Тема: «Определение тепловых эффектов растворения различных веществ в воде. Определение pH среды различными методами»

Цель: экспериментально определить тепловые эффекты реакций растворения веществ. Составить термохимические уравнения, определение pH среды растворов различными методами.

Оборудование: Технические весы. Термометр. Химические стаканы. Мерные цилиндры. Конические колбы. Стекланные палочки. Медный купорос (CuSO_4). Цинковая пыль (Zn). Хлорид натрия (NaCl). Нитрат аммония (NH_4NO_3). Гидроксид натрия (NaOH). Вода дистиллированная. штатив с пробирками, разбавленные растворы хлороводородной кислоты, гидроксида натрия, карбоната натрия, хлорида алюминия; растворы фенолфталеина и метилоранжа; полоски универсальной индикаторной бумаги.

Выполнение работы

Теоретическая часть

Если взглянуть на нашу планету из космоса, то мы увидим, что большая часть поверхности Земли покрыта водой. Вода уникальное химическое вещество.

Роль воды в превращении веществ:

- реакционная среда;
- транспорт веществ;
- реагент;
- катализатор;
- фактор диссоциации

Огромное число химических реакций протекает в водной среде. По отношению к воде как растворителю все вещества условно делятся на:

- *растворимые* (в 100 г воды растворяется более 1 г вещества);
- *малорастворимые* (в 100 г воды растворяется от 0,01 до 1 г вещества);
- *практически нерастворимые* (в 100 г воды растворяется менее 0,01 г вещества)

Растворение – это сложный физико-химический процесс. **Водные растворы** – это гомогенные системы, состоящие из молекул воды, частиц растворённого вещества и продуктов их взаимодействия (гидратированные частицы).

Если для молекулярных растворов всё толь этим и заканчивается, то для растворов электролитов следует продолжение. **Электролиты** – это вещества, которые в растворах распадаются на ионы – **диссоциируют**. Электролиты диссоциируют по-

разному. Отношение числа молей вещества, распавшегося на ионы, к общему количеству растворённого вещества называют **степенью электролитической диссоциации**. По величине степени диссоциации все электролиты делятся на *сильные и слабые*. К сильным электролитам относят щёлочи, соли, HCl, HNO₃, H₂SO₄, HClO₄, HBr, HI и др. К слабым электролитам относятся многие неорганические и почти все органические кислоты. Вода, будучи причиной диссоциации, сама незначительно диссоциирует:

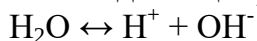
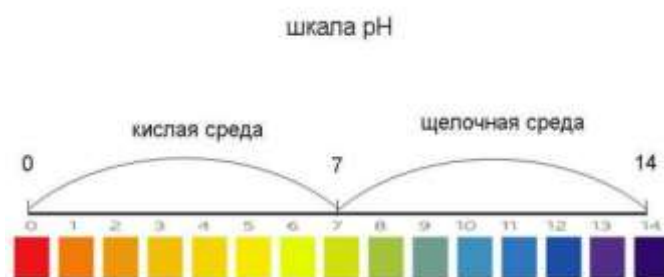


Таблица. Изменение окраски индикаторов в зависимости от среды

Название индикатора	Окраска индикатора		
	в кислой среде	в нейтральной среде	в щелочной среде
Лакмус	Красная	Фиолетовая	Синяя
Метиловый оранжевый	Красная	Оранжевая	Желтая
Фенолфталеин	Бесцветная	Бесцветная	Малиновая



Практическая часть

Опыт 1. Определение теплового эффекта реакции замещения меди из раствора ее соли инком.

1. Взвесить на технических весах 5 г медного купороса и растворить в 50 мл воды. Замерить и записать температуру полученного раствора (T_n).
2. Взвесить 1 г цинковой пыли и всыпать ее в раствор сульфата меди.
3. При помощи термометра определить максимальную температуру раствора (T_k). Количество выделившегося при реакции тепла рассчитать по формуле:

$$Q = (m_{\text{Zn}} + m_{\text{CuSO}_4} + m_{\text{H}_2\text{O}}) \cdot \Delta T \cdot C,$$

где ΔT – изменение температуры раствора ($\Delta T = T_k - T_n$), К;

C – удельная теплоемкость, $C_{\text{воды}} = 4,18$ кДж/кг·К;

m – масса веществ, кг.

4. Полученный результат пересчитать на 1 моль цинка и записать термохимическое уравнение данной реакции.

Опыт 2. Тепловые явления при растворении твердых веществ.

1. Налить в три стакана или колбы по 25 мл воды. Измерить температуру воды (T_n).
2. Взвесить на технических весах по 5 г хлорида натрия, нитрата аммония и гидроксида натрия.
3. Всыпать: в первый стакан хлорид натрия, во второй – нитрат аммония, в третий – гидроксид натрия (осторожно).

4. Навески веществ размешать в воде до полного растворения и измерить температуры полученных растворов (T_k).

5. По полученным данным рассчитать количество выделившейся или поглощенной при реакции теплоты по формуле:

$$Q = \sum m \cdot C \cdot \Delta T = (m_1 + m_2) \cdot C \cdot \Delta T,$$

где ΔT – изменение температуры раствора, К ($\Delta T = T_k - T_n$);

m_1 – масса воды, кг;

m_2 – масса кристаллического вещества, кг;

C – теплоемкость воды, $C = 4,18$ кДж/кг·К.

6. Полученный результат пересчитать на 1 моль кристаллического вещества, раствор которого готовили, и записать термохимическое уравнение данного процесса.

7. По полученным данным заполнить таблицу.

Опыт 3. Определение реакции среды с помощью растворов индикаторов.

В отдельные пробирки поместите разбавленные растворы хлороводородной кислоты, гидроксида натрия, карбоната натрия, хлорида алюминия. Испытайте реакцию среды в этих растворах сначала с помощью раствора индикатора фенолфталеина, а затем и индикатора метилоранжа. По окраске индикаторов определите **реакцию среды** в исследуемых растворах.

Чем вызвано нарушение ионного равновесия воды в растворах карбоната натрия и хлорида алюминия? Напишите уравнения реакций гидролиза этих солей в молекулярной и ионно-молекулярной формах.

Опыт 4. Определение реакции среды с помощью универсальной индикаторной бумаги.

По капле испытуемых растворов нанесите так же на отдельные полоски универсальной индикаторной бумаги и, по прилагаемой на упаковке индикаторной бумаги цветной шкале, определите **величину pH среды**.

Результаты испытаний оформите в виде таблицы:

Испытуемый раствор	Окраска индикатора		Реакция среды	Величина pH по универсальной индикаторной бумаге
	фенолфталеин	Метилоранж		
Хлороводородная кислота				
Гидроксид натрия				
Карбонат натрия				
Хлорид алюминия				

Контрольные вопросы

1. Дайте определение тепловой эффект реакции.
2. Сформулируйте основной закон термохимии – закон Гесса.
3. Что такое энтальпия и ее физический смысл?
4. Что такое энтропия и ее физический смысл?
5. Какие типы реакции среды водных растворов вы знаете?
6. Что такое индикаторы?
7. Какие индикаторы вам известны?

8. Какими способами можно определить реакцию среды водных растворов?
9. Что такое pH среды?

Лабораторное занятие №4

Тема: «Получение коллоидных растворов»

Цель: рассмотреть методики получения золей различными методами.

Оборудование: колбы на 100 мл, воронки, фильтры; 2 % и 5% растворы FeCl_3 ; CuSO_4 , HCl , NaOH ; 1% раствор $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, 1,5% раствор KMnO_4 .

Выполнение работы.

Теоретическая часть

Коллоидная химия является самостоятельной наукой, изучающей свойства высокомолекулярных соединений. Дисперсной называется такая система, в которой вещество находится в состоянии раздробления и равномерно распределено в окружающей среде. Дисперсная фаза – это совокупность мелких частиц одного вещества; дисперсионная среда – это окружающее их вещество (дым, туман, пыль).

Классификация дисперсных систем по агрегатному состоянию.

Дисперсионная среда	Дисперсная фаза		
	Газ	Жидкость	Твёрдое вещество
Газ		Туман, облако	Дым, пыль
Жидкость	Пена	Эмульсии (сливочное масло, маргарин, кремы, мази)	Суспензии (взвеси) и коллоидные растворы (золи)
Твёрдое вещество	Пемза, пеностекло	Жемчуг, вода в парафине	Окрашенные стёкла, сплавы

Важной характеристикой дисперсных систем является степень дисперсности, которая выражается величиной удельной поверхности – это отношение к общей поверхности частиц к объёму вещества. По мере дробления вещества увеличивается величина общей поверхности, а значит, увеличивается степень дисперсности.

Классификация систем по степени дисперсности.

Название системы	Размер и характер частиц	Гетерогенность и устойчивость систем
1. Грубодисперсные системы	$10^{-3} - 10^{-5}$ см грубые частицы	Гетерогенны, неустойчивы
2. Коллоидно-дисперсные системы (золи)	$10^{-5} - 10^{-7}$ см коллоидные частицы	Микрогетерогенные, довольно устойчивы
3. Молекулярно-дисперсные и ионно-дисперсные системы:	$10^{-6} - 10^{-7}$ см макромолекулы и макроионы	Гомогенны, устойчивы
а) растворы ВМС (желатины, каучуки)	10^{-8} см молекулы и ионы	Гомогенны, весьма устойчивы
б) растворы низкомолеку-		

лярных веществ		
----------------	--	--

Чем больше степень дисперсности, тем меньше размер частиц и тем больше устойчивость систем. Особенность коллоидных растворов – их микрогетерогенность (поверхности раздела обнаруживаются только с помощью ультрамикроскопа). В таких системах существенное значение приобретают поверхностные явления.

Основоположником коллоидной химии, как науки, является английский учёный Т. Грэм, который предложил все вещества разделить на две группы:

1. кристаллоиды – истинные растворы, из которых вещество можно выделить при определённых условиях в виде кристаллов;
2. коллоиды – малая скорость диффузии, образуют коллоидные растворы, студни и клеи подобные аморфные осадки.

Дальнейшее развитие науки показало ошибочность этой теории. На основе теоретических и экспериментальных исследований учёными был сделан вывод о том, что любое вещество можно перевести в коллоидное состояние, создавая соответствующие условия.

Поскольку коллоидные растворы занимают по степени дисперсности промежуточное положение между грубодисперсными и молекулярно-дисперсными системами, их можно получить двумя методами:

1. **дисперсионный метод** – дробление более грубых частиц до коллоидной степени дисперсности (механическое раздробление веществ в ступке, с помощью коллоидных мельниц, ультразвуковых колебаний, электрическое диспергирование);
2. **конденсационный метод** – укрупнение частиц до коллоидной степени дисперсности (под действием резкого охлаждения паров, замена лучшего растворителя на худший, химические реакции).

В обоих методах необходимо **стабилизаторы** – вещества создающие защитные адсорбционные слои вокруг частиц.

Процесс очистки золь называется **диализом** и осуществляется в **диализаторах**, содержащих полупроницаемые перегородки.

Практическая часть

Опыт 1. Получения золь гидроксида железа (реакция гидролиза).

В конической колбе нагрейте до кипения 95 мл дистиллированной воды. Не снимая колбы, выключите обогрев и небольшой струей влейте пипеткой в кипящую воду 5 мл 2%-ного раствора хлорида железа.

Образуется гидрозоль гидроксида железа интенсивного красно-коричневого цвета, стабилизированный хлоридом железа. Золь должен быть совершенно прозрачным в проходящем свете. Сравните цвет золь с цветом исходного раствора хлорида железа. Напишите формулу мицеллы.

Опыт 2. Получение золь диоксида марганца (реакция восстановления).

Перманганат калия восстанавливается тиосульфатом натрия до диоксида марганца:

$$8\text{KMnO}_4 + 3\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 + \text{H}_2\text{O} \rightarrow 8\text{MnO}_2 + 3\text{K}_2\text{SO}_4 + 2\text{KOH} + 3\text{Na}_2\text{SO}_4$$

В коническую колбу пипеткой внесите 5 мл 1,5%-ного раствора перманганата калия и разбавьте дистиллированной водой до 50 мл. Затем в колбу добавляйте по

каплям 1,5-2,0 мл 1%-ного раствора тиосульфата натрия. Получается вишнево-красный золь диоксида марганца.

Напишите формулу мицеллы (стабилизатор KMnO_4).

Опыт 3. Получение золя гидроксида железа методом пептизации.

В колбу налейте 20 мл 5%-ного раствора хлорида железа, 10 мл дистиллированной воды и добавляйте раствор аммиака до полного осаждения гидроксида железа. Полученную взвесь отфильтруйте (если фильтрат непрозрачный, то добавьте на фильтр несколько капель раствора аммиака). Осадок промойте дистиллированной водой до исчезновения запаха аммиака.

Затем осадок снимите лопаткой с фильтра и перенесите в стакан или колбу, добавьте 80 мл воды, взболтайте до получения однородной взвеси и разлейте по 20 мл в три пронумерованные колбы. В первую колбу прилейте 10 мл 2%-ного раствора хлорида железа, во вторую – 10 мл 0.1 М HCl . Третья служит для сравнения. Содержимое первой и второй колб нагрейте на водяной бане при 40-50°C 15-20 мин, периодически взбалтывая.

После этого содержимое всех колб отфильтровывают в отдельные пробирки, обращая внимание на цвет фильтрата:



Напишите формулу мицеллы (стабилизатор $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$).

Вывод. Назовите способы получения золь, что лежит в основе методики получения золя в данном случае.

Контрольные вопросы

1. Что такое золь (приведите примеры)?
2. Способы получения золь?
3. Что такое пептизация, пептизаторы?
4. Укажите характерные свойства коллоидных систем и их отличие от истинных растворов.
5. Опишите основные методы получения коллоидных систем (приведите конкретные примеры).

Лабораторное занятие №5

Тема: «Получение устойчивых эмульсий и пен, выявление роли стабилизаторов»

Цель: определение устойчивости различных эмульсий; выявление зависимости максимального объёма пены от концентрации пенообразователя; определение изменения пены во времени.

Оборудование: мерный цилиндр с притёртой пробкой на 50-100 см³, бензол, растительное масло, бура $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, жидкое мыло, 2%-ный раствор мыла.

Выполнение работы

Теоретическая часть

Чистые вещества в природе встречаются очень редко. **Дисперсными** называют гетерогенные системы, в которых одно вещество в виде очень мелких частиц равномерно распределено в объёме другого. Вещество, которое присутствует в дисперсной системе в меньшем количестве и распределено в объёме другого, называют

дисперсной фазой. Вещество, присутствующее в дисперсной системе в большом количестве, в объёме которого распределена дисперсная фаза, называют **дисперсионной средой**. Между дисперсионной средой и частицами дисперсной фазы существует поверхность раздела, поэтому дисперсные системы называют **гетерогенными**, т.е. неоднородными. В зависимости от сочетания дисперсионной среды и дисперсной фазы можно выделить 8 видов таких систем.

Классификация дисперсных систем по агрегатному состоянию

Дисперсионная среда	Дисперсная фаза	Примеры природных и бытовых дисперсных систем
Газ	Жидкость	Туман, попутный газ с капельками нефти, аэрозоли
	Твёрдое тело	Пыль в воздухе, дымы. Смог, пыльные и песчаные бури, твёрдые аэрозоли
Жидкость	Газ	Шипучие напитки, пены
	Жидкость	Эмульсии. Жидкие средства организма (плазма крови, лимфа, пищеварительные соки), жидкое содержимое клеток (цитоплазма)
	Твёрдое вещество	Золи, гели, пасты (кисели, студни, клеи). Речной и морской ил, взвешенные в воде строительные растворы
Твёрдое вещество	Газ	Снежный наст с пузырьками воздуха в нём, почва, текстильные ткани, кирпич и керамика, поролон, пористый шоколад, порошки
	Жидкость	Влажная почва, медицинские и косметические средства(мази, тушь, помада и т.д.)
	Твёрдое вещество	Горные породы, цветные стёкла, некоторые сплавы

По величине частиц вещества, составляющих дисперсную фазу, дисперсные системы делятся на *грубодисперсные* с размерами частиц более 100 нм и *тонкодисперсные* с размерами частиц от 100 до 1 нм.

Если же вещество раздроблено до молекул или ионов размером менее 1 нм, образуется **гомогенная** система – **раствор**. Она однородна, поверхности раздела между частицами и средой нет, а потому к дисперсным системам не относятся.

Дисперсные системы и растворы очень важны в природе и повседневной жизни.

Классификация дисперсных систем и растворов

Дисперсные системы		Растворы
Грубодисперсные системы	Эмульсии	Молекулярные
	Суспензии	
	Аэрозоли	Молекулярно-ионные
Коллоидные системы	Гели	
	Золи	Ионные

Грубодисперсные системы делятся на три группы: эмульсии, суспензии и аэрозоли.

Эмульсии – это дисперсная система с жидкой дисперсионной средой и жидкой дисперсной фазой.

Эмульсии можно разделить на две группы:

- 1) *прямые*, с каплями неполярной жидкости в полярной среде, типа «растительное масло в воде»;
- 2) *обратные*, типа «вода в растительном масле».

Однако изменение состава эмульсий или внешнее воздействие могут привести к превращению прямой эмульсии в обратную и наоборот. Примерами наиболее известных *природных эмульсий* являются молоко и нефть. Типичная *биологическая эмульсия* – это капельки жира в лимфе.

Из известных в *практической деятельности человека эмульсий* можно назвать смазочно-охлаждающие жидкости, битумные материалы, пестицидные препараты, лекарственные и косметические средства, пищевые продукты.

В химической технологии широко используют *эмульсионную полимеризацию* как основной метод получения каучуков, полистирола, поливинилацетата и др.

Суспензия – это грубодисперсная система с твёрдой дисперсной фазой и жидкой дисперсионной средой.

Обычно частицы дисперсной фазы в суспензии настолько велики, что под действием силы тяжести оседают – *седиментируют*. Суспензии, в которых этот процесс происходит очень медленно называют *взвесями*.

Практически значимыми строительными суспензиями являются побелка, различные строительные взвеси, цементные растворы, эмалевые краски, медицинские препараты (жидкие мази).

Особую группу составляют грубодисперсные системы, в которых концентрация дисперсной фазы относительно высока по сравнению с её небольшой концентрацией в суспензиях. Такие дисперсные системы называют **пастами**.

Аэрозоли – это грубодисперсные системы, в которых дисперсионной средой является газ, а дисперсной фазой могут быть капельки жидкости (облака, радуга, лак для волос, дезодорант) или частицы твёрдого вещества (пылевое облако, смерч).

Коллоидные системы занимают промежуточное положение между грубодисперсными системами и истинными растворами.

Коллоидные системы широко распространены в природе. Почва, глина, природные воды, многие минералы, в том числе и драгоценные камни, – всё это коллоидные системы.

Большое значение имеют коллоидные системы для биологии и медицины. С химической точки зрения организм – это сложнейшая совокупность многих коллоидных систем, включающих в себя и жидкие коллоиды (золи), и студни (гели).

Биологические жидкости (кровь, лимфа, спинномозговая жидкость) представляют собой коллоидные системы, в которых такие органические соединения, как белки, холестерин, гликоген и многие другие, находятся в коллоидном состоянии.

Коллоидные системы подразделяются на золи (коллоидные растворы) и гели (студни).

Большинство биологических жидкостей являются **коллоидными растворами (золями)**.

Для зольей характерно явление *коагуляция*, т.е. слипание коллоидных частиц и выпадение их в осадок. При этом коллоидный раствор превращается в суспензию

или гель. Некоторые органические коллоиды коагулируют при нагревании (яичный белок, клей) или при изменении среды.

Гели – это коллоидные системы, в которых частицы дисперсной фазы образуют пространственную структуру.

Классификация гелей

Гели				
Пищевые: сыр, хлеб, мармелад, зефир, желе, холодец	Косметические: гели для душа, после бритья, кремы, пасты	Минеральные: опал, жемчуг, сердолик, халцедон	Биологические: хрящи, сухожилия, волосы, ткани	Медицинские: мази, пасты

Со временем структура гелей нарушается – из них выделяется жидкость. Происходит **синерезис** – самопроизвольное уменьшение объёма геля, сопровождающееся отделением жидкости. Синерезис определяет сроки годности пищевых, медицинских, косметических гелей.

По внешнему виду истинные и коллоидные растворы трудно отличить друг от друга. Чтобы сделать это, используют эффект Тиндаля – образование дорожки при пропускании через коллоидный раствор луча света.

Практическая часть

Опыт 1. Приготовление эмульсий бензола и масла в воде.

1. Налейте в четыре пробирки до половины их объёма воду.
2. В первую пробирку добавьте 8-10 капель бензола, во вторую 8-10 капель растительного масла, закройте пробирки пробками, несколько раз энергично встряхните и поставьте в штатив.
3. В третью пробирку добавьте 5 капель 2%-ного раствора мыла и 8-10 капель бензола, также энергично перемешайте содержимое пробирки и поставьте её в штатив.
4. В четвёртую пробирку насыпьте 3 микрошпателя буры $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, встряхните её до полного растворения соли. Добавьте 8-10 капель масла и после сильного взбалтывания (2-3 мин) поместите в штатив.
5. В каких пробирках эмульсия быстро расслаивается? Какой вывод можно сделать об устойчивости эмульсии в остальных пробирках? Какую роль играют мыло и бура? Объясните их влияние на стабильность эмульсии.

Опыт 2. Получение пены.

1. В цилиндр ёмкостью 50-100 см³ налейте 10 мл воды и 1 мл жидкого мыла.
2. Встряхивайте эту смесь в течение 15-20 сек.
3. После прекращения встряхивания включите секундомер, одновременно отметив объём образовавшейся пены. Наблюдайте изменение объёма во времени.
4. Затем повторите этот опыт при разбавлении раствора в 2 и 4 раза. Полученные результаты запишите в таблицу 6 и постройте графики:
 - а) зависимости максимального объёма образовавшейся пены от концентрации пенообразователя;

б) изменения объёма пены во времени.

Таблица 7

Концентрация пенообразователя					
C_1		$C_2=C_1/2$		$C_3=C_1/4$	
Время, сек.	Объём пены, $V, \text{см}^3$	Время, сек.	Объём пены, $V, \text{см}^3$	Время, сек.	Объём пены, $V, \text{см}^3$

Контрольные вопросы

1. Какие системы относят к грубодисперсным системам? Что общего у них с коллоидными системами?
2. Что такое эмульсия? Какова их классификация?
3. Объясните причину неустойчивости эмульсий.
4. Нарисуйте схему расположения молекул эмульгатора на капельке дисперсной фазы в эмульсиях М/В и В/М.
5. В чем сущность явления обращения фаз эмульсии?

Лабораторное занятие №6

Тема: «Изучение процессов набухания и студнеобразования»

Цель: ознакомление с процессами набухания; исследование влияния различных факторов на студнеобразование.

Оборудование: мерные цилиндры, пробирки, термометр, водяная баня, термостат; 3%-ный и 5%-ный растворы желатины, 0,1 М растворы HCl и NaOH, 1 М растворы солей K_2SO_4 , KCl, KI, KCNS.

Выполнение работы

Теоретическая часть

ВМС и их растворы имеют важное народнохозяйственное значение и их применение непрерывно возрастает. К ВМС относятся: натуральный и искусственный шёлк, шерсть, хлопок, синтетические смолы, пластические массы, каучук, синтетические волокна и т. д. Молекулярная масса ВМС от нескольких тысяч до миллионов ат. ед. массы. Такие огромные по размеру молекулы называют **макромолекулами**. У некоторых ВМС макромолекулы способны диссоциировать на макроионы.

По некоторым признакам растворы ВМС **сходны с золями**:

- размер частиц в растворах ВМС соответствует коллоидной степени дисперсности;
- частицы раствора ВМС, как и золь, задерживаются полупроницаемыми перегородками при диализе;
- обладают сравнительно небольшой величиной скорости диффузии;
- способны под влиянием внешних факторов коагулировать.

Однако растворы ВМС **отличаются от зольей**:

- растворы ВМС это гомогенные системы;
- они способны удерживать молекулы растворителя;
- эти системы находятся в устойчивом термодинамическом равновесии;
- эффект Фарадея-Тиндаля обнаруживается не совсем чётко;
- растворы ВМС в своём поведении подобны двойным жидким системам;
- к растворам ВМС применима правило фаз.

Отсюда, растворы ВМС следует рассматривать как промежуточное звено между золями и истинными растворами.

Процесс растворения ВМС сопровождается явлением набухания. **Набухание** – самопроизвольный процесс поглощения ВМС низкомолекулярной жидкости – растворителя, приводящий к значительному увеличению массы и объёма взятого образца. При набухании ВМС молекулы растворителя проникают вглубь его. Этому способствует неплотная структура ВМС. В результате увеличивается объём и масса образца.

$$\frac{m - m_0}{m_0} - \text{степень набухания (\%)}$$

m - масса после набухания

m_0 - масса до набухания

Различают **неограниченное** и **ограниченное** набухание. При неограниченном набухании макромолекулы, достаточно отодвинутые друг от друга, начинают отрываться и переходить в раствор. Ограниченное набухание не оканчивается растворением. Набухание ВМС носит избирательный характер. На степень и скорость набухания влияют следующие факторы: температура, давление, рН среды, присутствие посторонних веществ, степень измельчения, «возраст» вещества.

Набухание играет важную роль в жизни животных и растений, а так же в ряде технологических процессов.

Практическая часть

Опыт 1. Кинетика набухания зерна.

1. Зерновые культуры (пшено, рис) насыпают в каждый мерный цилиндр одинакового диаметра ($\sim 1/3$) так, чтобы во всех цилиндрах было одинаковое количество зерна по высоте.
2. Наливают дистиллированную воду, чтобы вместе с зерном цилиндры были заполнены на $3/4$ объема.
3. Наблюдения за процессом набухания проводят в течение 40-50 мин. Полученные данные заносят в таблицу 8 по образцу:

Таблица 8

Зерно	Условный объем набухающего зерна за время, мин					
	0	10	20	30	40	50
Пшено						
Рис						

4. На основании экспериментальных данных строят график кинетики набухания.

Опыт 2. Влияние кислот и щелочей на студнеобразование.

1. В три пронумерованных пробирки вносят по 5 мл теплого 3%-ного раствора желатины.
2. Затем приливают по 1 мл – в первую пробирку дистиллированную воду, во вторую – 0,1 М раствора HCl, в третью – 0,1 М раствора NaOH.
3. Содержимое пробирок тщательно перемешивают и ставят на 10 мин в водяную баню с температурой 40-50°C.
4. После этого пробирки помещают в термостат с температурой +10°C; замечают время начала отсчета.

5. Периодически вынимая пробирки из термостата, наблюдают за образованием студня. Моментом образования студня считают время, начиная с которого раствор желатины не выливается при переворачивании пробирки.
6. Данные опыта записывают в таблицу 9 и, вычисляя время застудневания каждого раствора.

№ пробирки	Объем 3% раствора желатины, мл	Прибавляемый раствор, мл	Время образования студня, мин.	Время застудневания, мин.
1	5	H ₂ O		
2	5	HCl		
3	5	NaOH		

Опыт 3. Влияние солей на студнеобразование.

1. В шесть пронумерованных пробирок наливают по 2,5 мл теплого 5%-ного раствора желатины.
2. В каждую из них прибавляют по 2,5 мл 1 М растворов солей калия.
3. Пробирки помещают в термостат с температурой +10°C, внимательно наблюдают за растворами, стараясь не пропустить начало застудневания.
4. Данные о времени студнеобразования заносят в таблицу 10 и делают вывод о влиянии природы анионов на скорость студнеобразования.

Таблица 10

№ пробирки	Объем 5%-ного раствора желатины, мл	Прибавляемый раствор по 2,5 мл	Время образования студня, мин.	Время застудневания τ , мин
1	2,5	K ₂ SO ₄		
3	2,5	KCl		
4	2,5	KI		
5	2,5	KCNS		
6	2,5	H ₂ O		

Контрольные вопросы

1. Какие вещества относят к высокомолекулярным соединениям?
2. Что называют набуханием?
3. Что понимают под степенью набухания?
4. Какие системы называются студнями?
5. Какие факторы влияют на структурообразование?

Лабораторное занятие №7

Тема: «Первая аналитическая группа катионов. Проведение частных реакций катионов второй аналитической группы. Анализ смеси катионов второй аналитической группы»

Цель работы: Изучение реакций обнаружения катионов I аналитической группы.

Оборудование: пробирки; штатив; спиртовка; химические стаканы; стеклянные палочки; воронки; бумажные фильтры; нихромовая проволока для петли; плитка, водяная баня. Растворы: нитрата свинца (II), иодида калия, разбавленной уксусной кислоты, хлороводородной кислоты, аммиака, хромата калия, нитрата серебра, нитрата ртути (I). NaOH(10–15%-ный водный раствор); Na₂CO₃ или K₂CO₃ (тв.); NaHC₄H₄O₆(10–15%-ный водный раствор); Na₃[Co(NO₂)₆] (свежеприготовлен-

ный); реактив Несслера K_2HgJ_4 (щелочной раствор); формалин (33%-ный раствор формальдегида CH_2O).

Выполнение работы

Теоретическая часть

Общая характеристика катионов первой аналитической группы

К первой аналитической группе анионов относятся Li^+ , Na^+ , K^+ , NH_4^+ , (Mg^{2+}) и некоторые другие катионы. Все эти катионы не имеют общего группового реактива и поэтому они одновременно не могут быть осаждены каким-либо реактивом. Это отличает I группу катионов от всех остальных групп, имеющих групповые реактивы. Отличительной чертой катионов I аналитической 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. Катионы I аналитической 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 обуславливают соответствующие анионы. Все катионы I аналитической группы, кроме ионов аммония, устойчивы к действию окислителей и восстановителей.

Выводы:

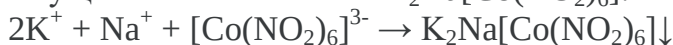
1. NH_4^+ -ионы можно открыть в присутствии всех остальных катионов I аналитической группы при помощи едкого натра или едкого кали.
2. Mg^{2+} -ионы, если они будут присутствовать в этой группе, можно открыть в присутствии всех остальных катионов I аналитической группы при помощи гидрофосфата натрия в присутствии NH_4OH .
3. Na^+ -ионы можно открыть в присутствии остальных катионов I аналитической группы при помощи ацетата уранила и, еще лучше, при помощи ацетата цинкуранила.
4. K^+ -ионы невозможно открыть в присутствии остальных катионов I аналитической группы, так как NH_4^+ -ионы реагируют аналогичным образом со всеми реактивами, образующими осадки с K^+ -ионами.
5. Открытие K^+ -ионов можно проводить реактивами $-NaHC_4H_4O_6$ и $Na_3[Co(NO_3)_6]$ в присутствии Na^+ и Mg^{2+} -ионов.
6. Так как открытию K^+ -ионов мешают NH_4^+ -ионы, то при обнаружении K^+ -ионов необходимо предварительно удалять соли аммония.
7. Для удаления солей аммония с целью открытия ионов калия, можно воспользоваться реакцией с $NaOH$ или Na_2CO_3 . 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 NH_4Cl) может быть использовано для отделения ионов магния от карбонатов катионов второй аналитической группы, которые практически не растворяются в растворах солей аммония.

1. Реакции K^+ - ионов

1. Реакция с гексанитрокобальтиатом (III) натрия

Гексанитрокобальтиат (III) натрия (кобальтинитрит натрия) $Na_3[Co(NO_2)_6]$ образует с ионами калия в нейтральной или слабокислой ($pH = 5$) среде желтый осадок преимущественного состава $K_2Na[Co(NO_2)_6]$:



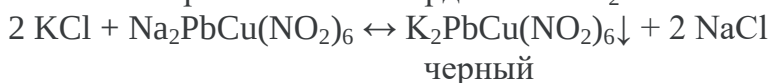
2. Обнаружение K^+ -ионов в присутствии ионов NH_4^+ .

При обнаружении ионов калия в присутствии ионов аммония последние необходимо удалить, переведя их в гексаметиленetetрамин (уротропин) действием формальдегида в щелочной среде ($pH 10$):



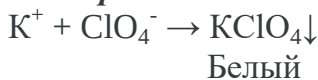
4. Микроскопическая реакция.

“Тройной нитрит”, $Na_2PbCu(NO_2)_6$, реагент ярко-зеленого цвета, образует с ионом K^+ черные кубические кристаллы. Для ускорения реакции можно добавить несколько кристалликов твердого $NaNO_2$.



Определению мешает NH_4^+ , так как он образует аналогичные черные кубические кристаллы.

6. Хлорная кислота $HClO_4$ дает белый осадок перхлората калия:



2. Реакции NH_4^+ -ионов

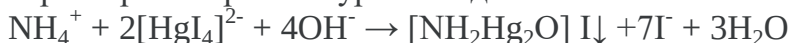
1. Реакция со щелочью

Едкие щелочи ($NaOH$, KOH) выделяют из растворов солей аммония при нагревании газообразный аммиак:



2. Реакция с реактивом Несслера.

Реактив Несслера (раствор $K_2[HgI_4]$ в KOH) в присутствии NH_4^+ -ионов образует характерный красно-бурый осадок:



К катионам второй аналитической группы относятся катионы, дающие осадки с соляной кислотой и ее солями, которые являются групповым реактивом. Этим свойством обладают катионы серебра, ртути (1), и свинца. Хлориды серебра и ртути (1) практически нерастворимы в воде, хлорид свинца плохо растворим. Поэтому при необходимости анализа смеси катионов добавлением соляной кислоты или ее солей осаждают катионы второй группы в виде хлоридов, отделяя их этой операцией от всех остальных групп катионов.

Катионы серебра, ртути (1) и свинца в водных растворах бесцветны. Степень окисления ионов серебра, ртути и свинца легко изменяется, так как они проявляют свойства окислителей.

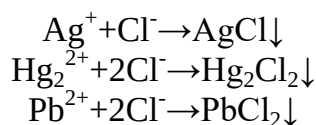
Катионы 2-ой группы образуют при воздействии сероводорода в кислой среде остатки сульфидов, при воздействии солей фосфорной и угольной кислоты – осадки фосфатов и карбонатов. Катионы серебра, ртути и свинца обладают слабоосновными свойствами, поэтому их соли с сильными кислотами в воде легко подвергаются гидролизу и имеют кислую реакцию.

При действии щелочей на растворы солей серебра и ртути (1) образуются гидроксиды, которые сразу же разлагаются на воду и оксиды серебра и ртути (1). Из рас-

творов солей свинца при действии щелочей выпадает осадок гидроксида свинца (2), обладающий амфотерными свойствами. Катионы 2-ой группы образуют растворимые в воде нитраты и ацетаты.

Соединения серебра, ртути (1) и свинца имеют широкое применение в науке и технике. Соли серебра используются в фотографии, соли ртути (1) – в ветеринарии, соли свинца – в лакокрасочной промышленности.

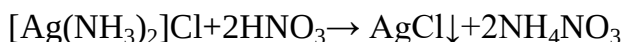
Действие группового реактива Групповым реактивом на катионы 2-ой ан. группы являются соляная кислота и ее соли. При взаимодействии солей катионов второй группы с хлоридами образуются осадки, трудно растворимые в воде и кислотах:



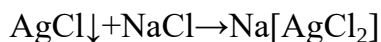
Осадок хлорида серебра чернеет на свету вследствие разложения и выделения металлического серебра. Осадок хлорида серебра растворяется в гидроксиде аммония с образованием растворимого в воде комплексного соединения – хлорида диаминсеребра (1) - $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]\text{Cl}$:



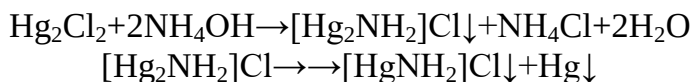
Хлорид диаминсеребра (1) легко разлагается азотной кислотой до хлорида серебра, выпадающего в осадок:



Хлорид серебра способен растворяться в избытке хлоридов с образованием комплексных соединений:



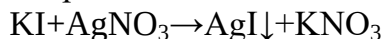
Монохлорид ртути Hg_2Cl_2 взаимодействует с раствором аммиака, образуя хлорид меркураммония $[\text{HgNH}_2]\text{Cl}$ и металлическую ртуть, вследствие чего осадок чернеет:



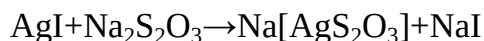
Осадок хлорида свинца (2) PbCl_2 слабо растворим в холодной и растворим в горячей воде. Это свойство используют для отделения катионов Pb^{2+} от остальных катионов 2-ой группы.

Реакции катионов серебра Ag^+

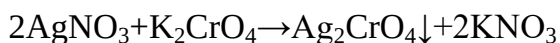
1. Реакция с солями йодистоводородной кислоты:



Образуется желтый осадок йодида серебра, нерастворимый в гидроксиде аммония, кислотах, но растворимый в тиосульфате натрия с образованием комплексного соединения $\text{Na}[\text{AgS}_2\text{O}_3]$:

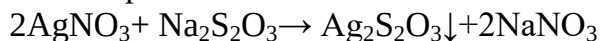


2. Реакция с солями хромовой кислоты:



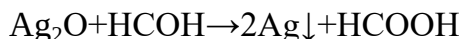
Образуется красно-кирпичный осадок хромата серебра, растворимый в азотной кислоте и гидроксиде аммония.

3. Реакция с тиосульфатом натрия:



Образуется осадок белого цвета, растворимый в избытке реактива.

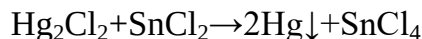
4. Реакция восстановления до металлического серебра. В присутствии восстановителей (формальдегид, Mn^{2+} , Sn^{2+}) ионы серебра легко восстанавливаются до металлического серебра:



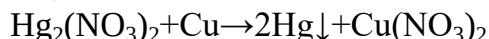
При проведении реакции с формальдегидом в пробирке на ее стенках образуется блестящий налет – реакция «серебряного зеркала»

Реакции катионов ртути Hg^{2+}

1. Реакция восстановления. Катион ртути способен восстанавливаться в присутствии восстановителей типа SnCl_2 :

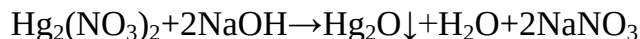


Образуется осадок черного цвета



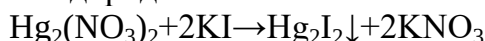
Если раствор соли ртути нанести на медную монету, то раствор через 2-3 мин. Монета покроется серым слоем амальгамы меди, который после растирания кусочком шерсти становится блестящим.

2. Реакция с едкими щелочами.

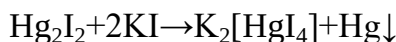


Образуется черный осадок оксида ртути (1)

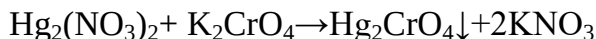
3. Реакция с солями йодистоводородной кислоты:



Образуется грязно-зеленый осадок йодида ртути (1), растворимый в избытке реактива с образованием тетрайодо (2) меркурата калия и черного осадка металлической ртути:



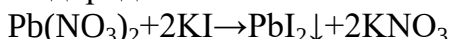
4. Реакция с хроматом калия



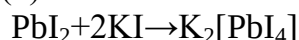
Образуется кирпично-красный осадок хромата ртути (1), растворимый в азотной кислоте.

Реакции катионов свинца Pb^{2+}

1. Реакция с солями йодистоводородной кислоты:

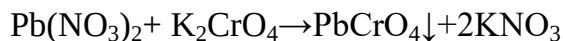


Образуется осадок дийодида свинца желтого цвета, растворимый в избытке реактива с образованием тетрайодо (2) плюмбата калия:



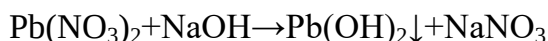
Осадок дийодида свинца растворим в горячей воде и уксусной кислоте.

2. Реакция с хроматом калия:

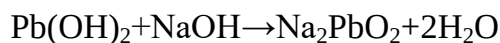


Образуется желтый осадок хромата свинца, растворимый в азотной кислоте и щелочах.

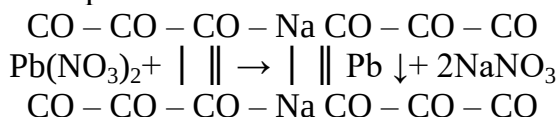
3. Реакция со щелочами:



Образуется белый осадок гидроксида свинца (2), растворимый в избытке реактива с образованием плюмбатов:

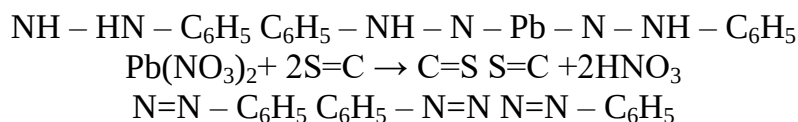


4. Реакция с родизонатом натрия:



В нейтральной среде образуется фиолетовый осадок родизонатом свинца. В кислой среде pH=3 осадок приобретает красный цвет. Проведению реакции мешают другие катионы 2-ой группы, поэтому ее следует предварительно отделив катион свинца от остальных с помощью хорошей растворимости хлорида свинца (2) в горячей воде.

5. Реакция с дитизоном. При добавлении к раствору соли свинца хлороформного раствора дитизона:



Хлороформный слой окрашивается в красный цвет вследствие образования и экстракции из воды в хлороформ дитизона свинца. Проведению реакции мешают другие катионы, поэтому целесообразно отделить катионы свинца от остальных, используя хорошую растворимость в горячей воде хлорида свинца.

Практическая часть

1. Реакции K^+ - ионов

Опыт 1. Реакция с гексанитрокобальтиатом (III) натрия

1-2 капли раствора соли калия помещают в коническую пробирку и добавляют 1-2 капли раствора кобальтинитрита натрия и, если осадок не выпадет, дают постоять 2-3 минуты. Образуется хорошо различимый осадок желтого цвета.

ВНИМАНИЕ!!! Для проведения реакции следует использовать только свежеприготовленный раствор реагента (темно-желтого цвета); розовый цвет раствора свидетельствует о том, что реагент разложился и не пригоден для анализа.

При малой концентрации ионов K^+ осадок может не образоваться. В этом случае рекомендуется реакционную смесь охладить под струей водопроводной воды и потереть внутренние стенки пробирки стеклянной палочкой. Наличие после центрифугирования на дне пробирки желтого пятна осадка указывает на присутствие ионов калия.

Ион аммония образует аналогичный желтый осадок $(\text{NH}_4)_2\text{Na}[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$, отличие его от соответствующего соединения калия заключается в том, что он разлагается при нагревании. Реакцию следует проводить при нагревании, или в присутствии NH_4^+ обнаружение ионов калия проводят по п.2. Остальные катионы первой и второй групп проведению этой реакции не мешают.

Опыт 2. Обнаружение K^+ -ионов в присутствии ионов NH_4^+ .

В коническую пробирку помещают по 2-3 капли растворов солей калия и аммония, 5-6 капель формалина (40 % раствор формальдегида) и 1 каплю фенолфталеина. Затем осторожно по каплям добавляют раствор Na_2CO_3 до появления устойчивой красной окраски индикатора, что указывает на сильно щелочную среду (pH > 10), и полученную реакционную смесь около минуты нагревают на водяной бане. Затем раствор охлаждают под водопроводной водой, подкисляют уксусной кислотой до исчезновения красной окраски (pH = 5) и к 2-3 каплям полученного раствора добавляют 2-3 капли раствора кобальтинитрита натрия. Наблюдают образование желтого осадка по реакции. Если осадок не образуется, то протирают стенки пробирки стеклянной палочкой до помутнения раствора и отделяют выделившийся осадок на центрифуге.

Опыт 3. Микрорисалоскопическая реакция.

На предметное стекло поместите 1 каплю раствора KCl, на некотором расстоянии от нее 1 каплю раствора NH₄Cl, подсушите на воздухе. К обеим каплям прибавьте по 1 капле реагента. Рассмотрев под микроскопом края каплей, убедитесь, что образовавшиеся кристаллы идентичны.

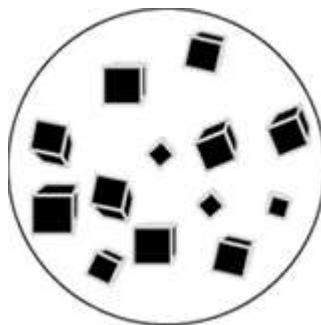
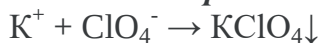


Рис. Кристаллы K₂PbCu(NO₂)₆

Условия обнаружения иона K⁺: отсутствие иона NH₄⁺.

Опыт 4. Хлорная кислота HClO₄ дает белый осадок перхлората калия:



Белый

1-2 капли раствора соли калия помещают в пробирку, добавляют 3 капли хлорной кислоты. Наблюдают образование белого осадка.

Опыт 5. Реакция окрашивания пламени.

Чистую нихромовую проволочку смочите раствором KCl и внесите в пламя горелки (не забудьте, горячая зона пламени находится в верхнем конусе). Пламя окрасится в фиолетовый цвет.

Мешает Na⁺, окрашивающий пламя в интенсивный желтый цвет, но если рассматривать окраску пламени через индиговую призму (темно-синее стекло), Na⁺ не мешает.

2. Реакции NH₄⁺-ионов

Опыт 6. Реакция со щелочью

2-3 капли раствора соли аммония вносят в пробирку, осторожно, не касаясь стенок пробирки, добавляют 3-4 капли раствора NaOH или KOH, закрывают пробирку ватным тампоном и кладут сверху полоску универсальной индикаторной бумаги, смоченную дистиллированной водой.

Пробирку с полученной реакционной смесью нагревают на водяной бане, и выделяющийся аммиак обнаруживают по посинению универсальной индикаторной бумаги. Обнаружить аммиак можно также по запаху.

Реакция чувствительна, **специфична** и позволяет детально обнаруживать ион аммония в присутствии катионов всех аналитических групп.

Опыт 7. Реакция с реактивом Несслера.

1-2 капли раствора соли аммония помещают в пробирку, добавляют 5 капель воды и 2-3 капли реактива Несслера. Наблюдают образование красно-бурого осадка.

Проведению реакции мешают катионы других аналитических групп, образующие окрашенные осадки гидроксидов. Реакция очень чувствительная, однако, менее специфична, чем реакция со щелочью.

Опыт 8. Реакции катиона свинца Pb^{2+} :

1.1. В пробирку поместить 2 капли раствора нитрата свинца (II) и добавить 2 капли хлороводородной кислоты. К раствору с осадком добавить 0,5 мл дистиллированной воды и нагреть смесь на водяной бане. Наблюдайте растворение осадка и постепенное его выпадение при охлаждении раствора.

1.2. К 2 каплям раствора нитрата свинца (II) добавить 2 капли раствора иодида калия. В полученный раствор с осадком добавить 0,5 мл воды и 3-4 капли разбавленной уксусной кислоты; нагреть смесь на кипящей водяной бане в течение 2 мин. Затем охладить содержимое пробирки под струей воды. Растворившийся осадок иодида свинца вновь выпадает в виде красивых золотистых чешуек.

1.3. К 2 каплям раствора соли свинца (II) добавить 2 капли раствора хромата калия и наблюдайте выпадение осадка.

Опыт 9. Реакции катиона серебра Ag^+ :

2.1. В пробирку поместить 2 капли раствора нитрата серебра, добавить к нему 2 капли разбавленной хлороводородной кислоты. К раствору с осадком добавить 5 капель концентрированного раствора аммиака и встряхнуть смесь до растворения осадка.

2.2. К 2 каплям раствора нитрата серебра добавить 2 капли иодида калия и наблюдайте выпадение осадка.

2.3. К 2 каплям раствора нитрата серебра добавить 2 капли раствора хромата калия и наблюдайте выпадение осадка.

Опыт 10. Реакции катиона ртути (I) Hg_2^{2+} :

3.1. К 2 каплям раствора нитрата ртути (I) добавить 2 капли разбавленной хлороводородной кислоты. Наблюдайте выпадение аморфного белого соединения. К раствору с осадком добавить 3 капли раствора аммиака. Наблюдайте почернение осадка.

3.2. К 2 каплям раствора нитрата ртути (I) добавьте 2 капли раствора иодида калия. Наблюдайте выпадение осадка болотно-зеленого цвета.

3.3. 2 капли раствора нитрата ртути (I) поместить в пробирку, нагреть на водяной бане и добавить 2 капли хромата калия. Наблюдайте выпадение осадка красноватого цвета.

Запишите наблюдения и уравнения реакции в молекулярном и ионно-молекулярном виде в таблицу.

Частные реакции катионов второй группы:

Определяемый катион	Реактив	Наблюдаемое изменение	Уравнение реакции

Контрольные вопросы

1. Какие катионы входят в состав второй аналитической группы?
2. Какой реактив является групповым на вторую аналитическую группу катионов?
3. Перечислите наиболее характерные реакции для ионов Pb^{2+} .
4. В чем растворяется осадок хлорида серебра $AgCl$? Напишите уравнение реакции.
5. Что произойдет при действии раствора аммиака на осадок Hg_2Cl_2 ?

6. Какого цвета осадки образуются при действии хромата калия на каждый из катионов второй группы?
7. Какого цвета осадки образуются при действии иодида калия на каждый из катионов второй группы?

Лабораторное занятие №8.

Тема: «Проведение частных реакций катионов третьей и четвертой аналитической группы. Анализ смеси катионов третьей и четвертой аналитических групп»

Цель: проведение частных реакций и выявление в результате наблюдаемых изменений катионов третьей аналитической группы; проведение испытания на присутствие катионов четвертой аналитической группы в анализируемом растворе.

Оборудование: пробирки, центрифужные пробирки, пипетки, водяная баня. Растворы: хлорида бария, хлорида кальция, карбоната аммония, аммиака, разбавленной серной кислоты, соляной кислоты, хромата калия, сульфида аммония, щелочи, гексацианоферрата калия (II), хлорида хрома (III), пероксида водорода, хлорида цинка, хлорида алюминия, хлорид аммония.

Выполнение работы Теоретическая часть

Общая характеристика катионов третьей группы Катионы третьей группы – осаждаются серной кислотой и ее солями, которые являются групповыми реагентами. При взаимодействии с сульфатом катионы дают нерастворимые в воде сульфаты бария и стронция и плохо растворимый сульфат кальция. Они образуют также нерастворимые в воде фосфаты, сульфиты, карбонаты. Нитраты, бромиды, хлориды, гидрокарбонаты хорошо растворимы в воде.

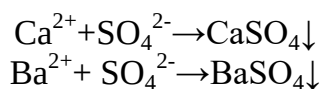
Гидроксиды кальция, бария, стронция обладают слабощелочными свойствами и в воде растворимы плохо. Катионы бесцветны, окраска их солей зависит от аниона. Соединения кальция, бария и стронция широко применяют как реактивы, минеральные краски, строительные материалы.

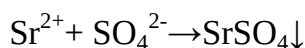
Значение в медицине и фармации катионов 3-ей аналитической группы

В медицинской и фармацевтической практике применяют соли кальция и бария. Сульфат кальция или гипс применяют для наложения повязок, при изготовлении зубных порошков. Хлорид кальция, глюконат кальция, лактат кальция используют при аллергических заболеваниях, как кровоостанавливающее средство, при пониженной свертываемости крови. Карбонат кальция или мел способен снижать повышенную кислотность желудочного сока. Он входит в состав зубных порошков и паст. Соединения кальция играют важную роль в организме, входя в состав костей, тканей, крови. Они регулируют деятельность системы свертывания крови, нервные и иммунные процессы, работу сердца.

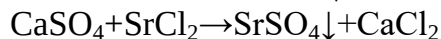
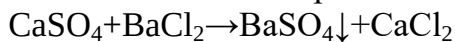
Из солей бария в медицине применяется сульфат бария как рентгеноконтрастное средство при рентгеноскопии желудка и кишечника.

Действие группового реактива. Для открытия катионов 3-ей группы применяется групповой реактив – разбавленная серная кислота и ее соли. При взаимодействии катионов 3-ей группы с сульфат-ионом в растворах образуются белые кристаллические осадки:

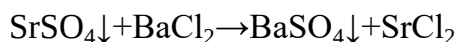




Наименьшую растворимость имеет сульфат бария. Сульфат стронция и кальция растворяются в воде лучше, особенно сульфат кальция, который выделяется в осадок из концентрированных солей кальция. Поэтому при проведении реакции осадок сульфата бария образуется практически мгновенно, сульфат стронция – после стояния, сульфат кальция – только из концентрированных растворов. Благодаря высокой растворимости в воде сульфат кальция образует насыщенный раствор, который может служить реактивом на катионы бария:

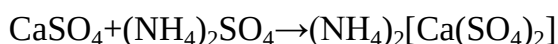


Насыщенный раствор сульфата стронция соответственно является реактивом на катионы бария:



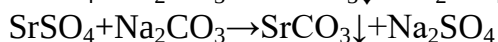
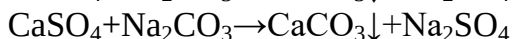
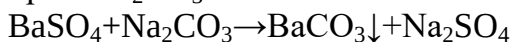
Эти особенности сульфатов катионов 3-ей группы объясняются различием из произведений растворимости ($\text{PP}_{\text{Ba}} = 1,1 \cdot 10^{-10}$; $\text{PP}_{\text{Sr}} = 2,8 \cdot 10^{-7}$; $\text{PP}_{\text{Ca}} = 6,1 \cdot 10^{-5}$). Наименьшую величину произведения растворимости имеет сульфат бария, наибольшую сульфат стронция. В осадок, прежде всего, выпадает соль, имеющая наименьшую величину произведения растворимости.

Осадки сульфатов катионов 3-ей группы нерастворимы в кислотах и щелочах, лишь сульфат кальция растворим в растворе сульфата аммония $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ с образованием комплексной соли:

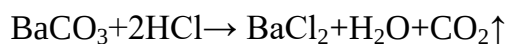


Эту реакцию иногда используют для отделения ионов кальция от остальных. В виду высокой растворимости сульфата кальция в воде его осаждение следует проводить из спирто-водных растворов (50°), растворимость CaSO_4 в них значительно снижается.

При отделении катионов 3-ей группы от других катионов с помощью сульфат-ионов образующиеся осадки нерастворимы в кислотах или щелочах. С целью улучшения их растворимости сульфаты переводят в карбонаты. Для перевода сульфатов бария, стронция и кальция в карбонаты осадок обрабатывают при нагревании многократно раствором Na_2CO_3 :



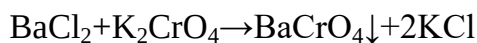
При этом образуются осадки карбонатов бария, стронция и кальция, растворимые в кислотах:



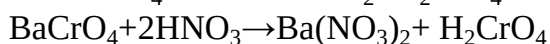
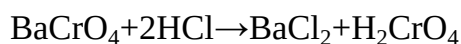
Полученный раствор затем используют для качественного открытия отдельных ионов 3-ей группы.

Реакции катионов бария Ba^{2+}

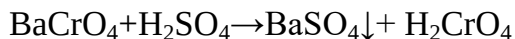
1. Реакция с солями хромовой кислоты:



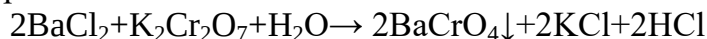
Образуется желтый кристаллический осадок хромата бария, растворимый в азотной и соляной кислотах:



В серной кислоте желтый осадок осадок хромата бария переходит в белый осадок сульфата бария:

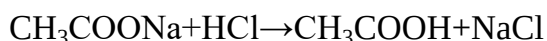


В уксусной кислоте и других слабых кислотах осадок хромата бария нерастворим. При взаимодействии солей бария с солями дихромовой кислоты также образуется осадок хромата бария:



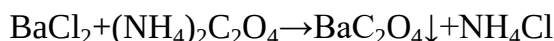
При проведении реакции выделяется соляная кислота, которая частично растворяет осадок хромата бария, поэтому при применении дихроматов осаждение хромата бария происходит не полностью.

Для полного осаждения хромата бария с помощью дихроматов используют добавку солей уксусной кислоты. Соли уксусной кислоты взаимодействует с соляной кислотой, в итоге образуется слабая уксусная кислота, в которой осадок хромата бария не растворяется:



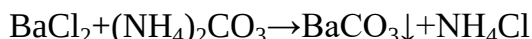
Ионы стронция и кальция осадка с дихроматами не образуют, так как образующиеся хроматы кальция и стронция растворяются полностью в выделяющейся соляной или уксусной кислоте.

2. Реакция с солями щавелевой кислоты:



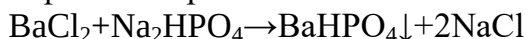
Образуется белый кристаллический осадок оксалата бария, растворимый в соляной и азотной кислотах, при нагревании – в концентрированной уксусной кислоте.

3. Реакция с карбонатами:



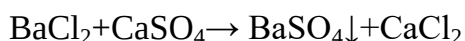
Образуется белый аморфный осадок, при нагревании переходящий в кристаллический, растворимый в соляной, азотной и уксусной кислотах.

4. Реакция с моногидрофосфатом натрия:



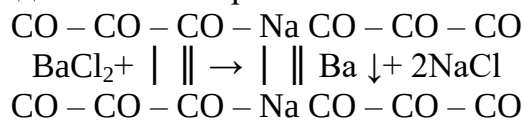
Образуется белый кристаллический осадок, растворимый в соляной, азотной и уксусной кислотах.

5. Реакция с гипсовой водой:

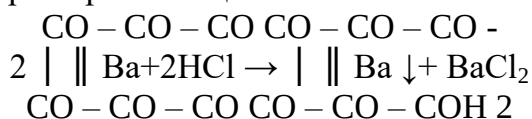


Образуется белый осадок сульфата бария.

6. Капельная реакция с родизонатом натрия:



При нанесении на фильтровальную бумажку капли нейтрального раствора соли бария и раствора родизоната натрия появляется красно-бурое окрашивание вследствие выделения осадка родизоната бария. При добавлении капли соляной кислоты красно-бурое окрашивание переходит в красное, так как родизонат бария переходит в гидрородизонат бария красного цвета.



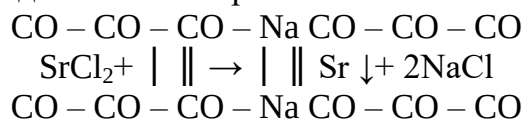
В присутствии K_2CrO_4 родизонат бария не образуется. Реакция специфична для катионов бария.

7. Реакция окрашивания пламени. При внесении в пламя газовой горелки летучих солей бария (хлорид, нитрат) – пламя окрашивается в желто-зеленый цвет.

Реакции катионов стронция Sr^{2+}

1. Дает осадки, аналогичные по свойствам катиону бария с солями щавелевой, угольной и хромовой кислот, с гидрофосфатами, щелочами, гипсовой водой. Но не дает осадка с дихроматами.

2. Капельная реакция с родизонатом натрия:



При проведении этой реакции на фильтровальной бумаге образуется красно-бурое окрашивание осадка родизоната стронция, исчезающее при добавлении капли соляной кислоты (растворение осадка). Реакция катиона стронция с родизонатом натрия происходит в присутствии K_2CrO_4 вследствие слабой растворимости осадка SrCrO_4 . Это свойство используют при открытии ионов стронция в присутствии ионов бария. На фильтровальную бумагу наносят каплю раствора K_2CrO_4 и каплю исследуемого раствора. При этом бумага окрашивается в желтый цвет вследствие образования осадков SrCrO_4 и BaCrO_4 . Затем на пятно наносят каплю раствора родизоната натрия. В присутствии ионов стронция пятно окрашивается в бурокрасный цвет, в отсутствие стронция окраска остается желтой, так как BaCrO_4 реакцию с родизонатом натрия не дает.

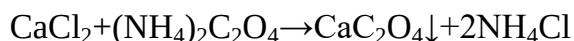
Реакция с родизонатом натрия позволяет открыть катионы бария и стронция при совместном присутствии. Если при проведении этой реакции на бумаге образовалось красно-бурое пятно, исчезающее при добавлении HCl , в растворе присутствует стронций. Если красно-бурое пятно краснеет при добавлении HCl , то в растворе присутствует барий и возможно стронций. Для подтверждения присутствия стронция проводят реакцию с родизонатом натрия в присутствии K_2CrO_4 . Окрашивание желтого пятна в красно-бурый цвет указывает на присутствие стронция.

3. Реакция окрашивания пламени. При внесении летучих солей стронция (хлорид, нитрат) в пламя газовой горелки пламя окрашивается в карминово-красный цвет.

Реакции катионов кальция Ca^{2+}

1. Катион кальция образует в растворах осадки с гидрофосфатами, карбонатами, щелочами, хроматами, аналогичные по свойствам осадкам, образуемым катионами бария и стронция. Реакции с гипсовой водой, дихроматами, хроматами ион кальция не дает. С родизонатом натрия ион кальция образует фиолетовый осадок в щелочной среде, растворимый в HCl .

2. Реакция с оксалатами:



Образуется кристаллический белый осадок оксалата кальция, который растворим в минеральных кислотах и нерастворим в уксусной кислоте (в отличие от оксалатов бария и стронция).

3. Реакция с гексациано(2) ферратом калия $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$:



В слабощелочной среде $\text{pH}=9$ образуется белый кристаллический осадок гексациано(2) феррата кальция-аммония, растворимый в минеральных кислотах, но не растворимый в уксусной кислоте. Реакцию проводят в присутствии буферной смеси $\text{NH}_4\text{Cl} + \text{NH}_4\text{OH}$ при нагревании. Проведению реакции мешает ион Ba^{2+} .

4. Реакция окрашивания пламени. Пламя газовой горелки при внесении солей кальция окрашивается в кирпично-красный цвет.

Общая характеристика катионов четвертой аналитической группы Групповым реагентом на катионы 4-ой группы являются щелочи, при взаимодействии с которыми образуются осадки гидроксидов, растворимые в избытке реактива. Осадки растворяются в избытке реактива, т.к. ионы обладают амфотерными свойствами.

Гидроксиды катионов также растворяются в кислотах, образуя соли катионов с анионами кислот.

Катионы алюминия и цинка в растворах имеют постоянную ст. окисления, остальные переменную и в зависимости от нее проявляют свойства окислителей или восстановителей.

Применение в медицине и фармации солей катионов 4-ой аналитической группы

Сульфат цинка применяют как антисептическое и вяжущее средство в виде глазных капель при конъюнктивитах, в виде растворов для смазывания и спринцеваний при заболеваниях горла, мочеполовых путей. Оксид цинка входит в состав присыпок, мазей, паст, используемых для лечения кожных заболеваний, т.к. оказывает вяжущее, подсушивающее и дезинфицирующее действие. Гидроксид алюминия находит применение внутрь при гиперацидных гастритах, язве желудка, двенадцатиперстной кишки – как антацидное средство: при отравлениях – как адсорбирующее средство; как наружное средство в присыпках, обладающее обволакивающими свойствами. Входит в состав препарата «Альмагель», применяемого при заболеваниях ЖКТ.

Силикат алюминия входит в состав белой глины, применяемой в виде присыпок, паст и мазей.

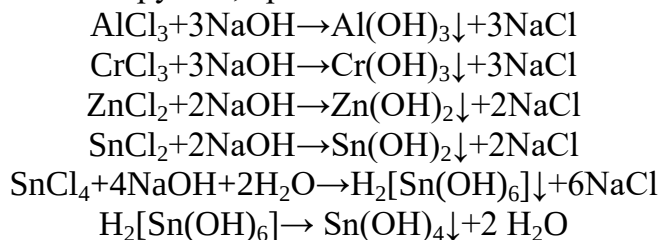
Квасцы (сульфат калия-алюминия) в растворах применяют наружно, как вяжущее антисептическое и противовоспалительное средство; в виде карандашей – как кровоостанавливающее средство и для прижиганий.

Гидроарсенит натрия, арсенит калия и оксид мышьяка (3) применяют при малокровии, истощении, неврастении как общеукрепляющее, тонизирующее средство, стимулирующее кроветворение.

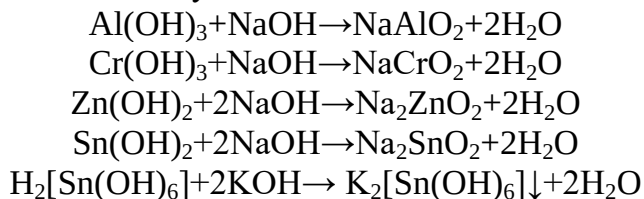
Арсенат натрия применяют в виде инъекций, арсенит калия – внутрь в каплях, оксид мышьяка (3) – внутрь в пилюлях. Оксид мышьяка (3) – используется в зубо врачебной практике как некротизирующее средство. Все препараты мышьяка – ядовиты.

Действие группового реактива

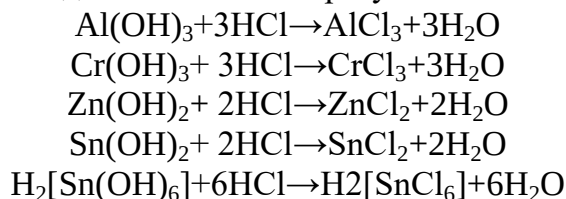
Катионы 4-ой ан. группы осаждаются из растворов едкими щелочами, осадки растворяются в избытке реактива. Едкие щелочи являются групповыми реагентами на катионы 4-ой ан. группы. При осаждении едкими щелочами образуются осадки гидроксидов катионов 4-ой группы, кроме мышьяка:



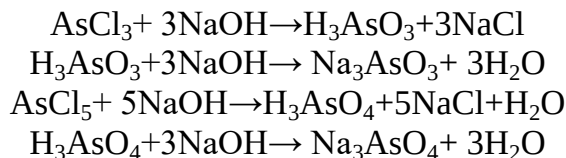
Осадки гидроксидов проявляют амфотерные свойства и растворяются в избытке щелочи, образуя соли соответствующих кислот:



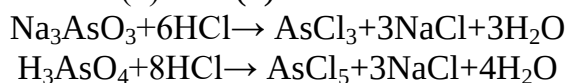
При растворении гидроксидов в кислотах образуются соли катионов 4-ой группы:



В случае осаждения Sn^{4+} при осаждении едкими щелочами и растворении осадка в избытке щелочей образуется комплексное соединение – гексагидроксо(4) станнат водорода и его соли, которое при растворении в соляной кислоте образует - гексахлоро(4) станнат водорода. Катионы As(3) и As(5) при взаимодействии со щелочами образуют растворимые в воде соли мышьяковистой и мышьяковой кислот:

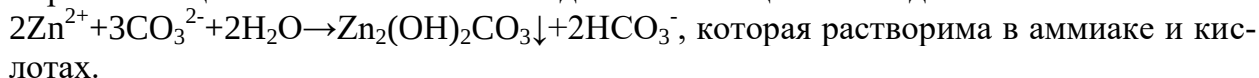


В сильноокислой среде соли мышьяковистой и мышьяковой кислот образуют соли соответствующих катионов As(3) и As(5) :

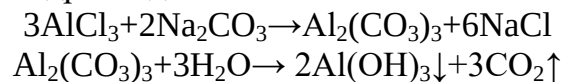


Поэтому в сильноокислых растворах легко обнаруживаются катионы As(3) и As(5)

Карбонаты щелочных металлов осаждают катион цинка в виде основной соли:

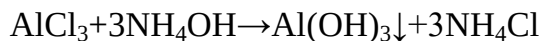


Катионы алюминия, хрома, олова (2) и (4) сопровождаются карбонатами вследствие гидролиза в виде гидроксидов:



Реакции катионов алюминия Al^{3+}

1. Реакция с гидроксидом аммония:



Образуется белый осадок, нерастворимый в избытке реактива, но растворимый в щелочах и кислотах. Из алюминатов гидроксид алюминия аммиаком не осаждается.

2. Реакция с ализарином

В аммиачной среде образуется ярко-красное комплексное соединение ализаринат алюминия «алюминиевый лак». Реакция проводится на бумаге. Катионы хрома, цинка и олова (2) мешают проведению реакции.

3. Реакция с алюминоном

Аммонийная соль ауриINTRИКАРБОНОВОЙ кислоты (алюминон) образует с катионом алюминия комплексное соединение красного цвета.

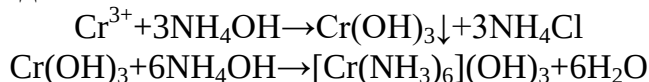
4. Реакция с нитратом кобальта:



Реакция проводится на фильтровальной бумаге, которая смачивается раствором соли алюминия, азотной кислотой, подсушивается и после смачивания разбавленным раствором нитрата кобальта сжигается. Полученный пепел окрашен в синий цвет вследствие образования алюмината кобальта – тенаровой сини. Проведению реакции мешают цинк, хром, медь(2), никель (2).

Реакции катионов хрома Cr^{3+}

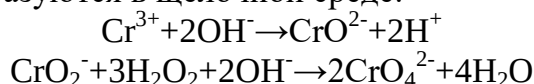
1. Реакция с гидроксидом аммония:



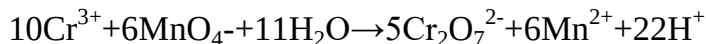
Раствор гидроксида аммония осаждает серо-зеленый осадок гидроксида хрома, который растворяется в избытке реактива с образованием комплексного соединения гидроксида гексаммина хрома.

2. Реакция с окислителями:

При действии окислителей, например, пероксида водорода, хлора, перманганата калия на катион хрома (3) образуются соли хромовой и дихромовой кислоты. Хроматы желтого цвета образуются в щелочной среде:



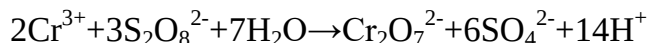
Дихроматы, имеющие оранжевый цвет, образуются при воздействии окислителей в кислой среде:



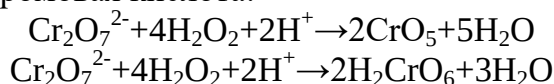
При большом избытке перманганата калия может образовываться бурый осадок диоксида оксида марганца (4):



При окислении Cr^{3+} с персульфатом аммония в кислой среде образуется дихромат ион:



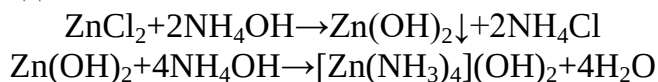
Реакция проходит хорошо в присутствии катализатора – нитрата серебра. При воздействии на образовавшийся дихромат-ион пероксидом водорода образуется пероксид хрома или надхромовая кислота:



Если к реакционной смеси добавить смесь изоамилового спирта с эфиром и взболтать, то верхний слой окрашивается в синий цвет вследствие перехода в спирто-эфирный слой пероксида хрома (надхромовой кислоты). Реакция очень чувствительна и специфична.

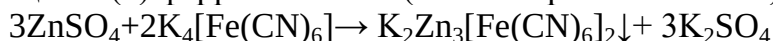
Реакции катионов цинка Zn^{2+}

1. Реакция с гидроксидом аммония:



Раствор гидроксида аммония осаждает белый осадок гидроксида цинка, который растворяется в избытке реактива с образованием комплексного соединения гидроксида тетрааминцинка.

2. Реакция с гексациано(2) ферратом калия (желтой кровяной солью):

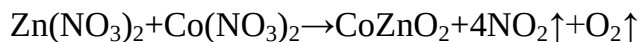


При взаимодействии солей цинка с гексациано(2) ферратом калия образуется белый осадок гексациано(2) феррата калия и цинка. Реакция позволяет отличить катион алюминия от цинка.

3. Реакция с дитизоном

При добавлении хлороформного раствора дитизона к водному раствору соли цинка образуется дитизонат цинка, окрашивающий в щелочной среде хлороформный и водный слои в красный цвет.

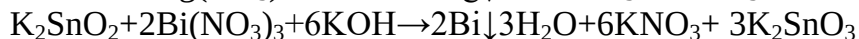
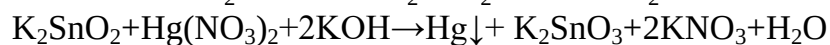
4. Реакция с нитратом кобальта:



После сжигания кусочка фильтровальной бумаги, смоченной раствором соли цинка и нитрата кобальта образуется зола, окрашенная в зеленый цвет цинкатом кобальта (зелень Ринмана).

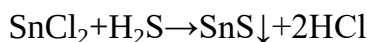
Реакции катионов олова Sn^{2+}

1. Реакции восстановления солей висмута и ртути:



В щелочной среде соли олова восстанавливают катионы висмута и ртути до металлических висмута и ртути. Образуются темные осадки.

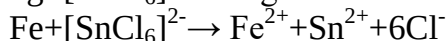
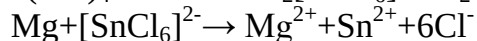
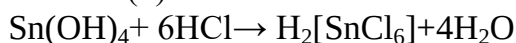
2. Реакция с сероводородной кислотой:



Образуется темно-коричневый осадок сульфида олова

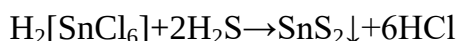
Реакции катионов олова Sn^{4+}

1. Реакция восстановления олова (4):



В кислой среде олово(4) восстанавливается металлическим магнием и металлическим железом при нагревании до олова(2). Олово (2) в реакционной смеси открывается по реакции восстановления солей висмута и ртути.

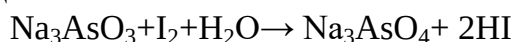
2. Реакция с сероводородной кислотой:



Образуется желтый осадок сульфида олова, растворимый в концентрированной соляной кислоте.

Реакции катионов мышьяка As^{3+} As^{5+}

1. Реакция окисления йодом:



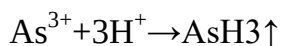
В слабощелочной среде арсенит натрия окисляется свободным йодом до арсената натрия. Другой стороны йодид-ион в кислой среде окисляется арсенат-ионами до свободного йода. Происходит обесцвечивание раствора вследствие перехода элементарного йода в йодид-ион. С



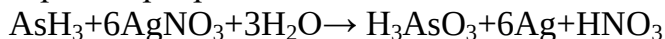
Образование свободного йода легко установить по окрашиванию раствора в присутствии крахмала в синий цвет.

2. Реакция восстановления водородом (реакция Гутцайта)

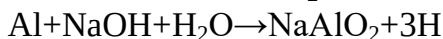
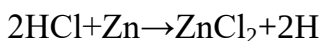
В момент выделения водород восстанавливает ионы мышьяка в асин (мышьяковистый водород):



Арсин летуч и легко определяется по почернению фильтровальной бумаги, смоченной раствором нитрата серебра:



Водород при проведении опыта получают с помощью взаимодействия кислот с цинком или щелочей с алюминием:



Анализ смеси катионов четвертой аналитической группы В растворе солей катионов 4 аналитической группы сначала открывают катионы мышьяка восстановлением его водородом. Затем обнаруживают катионы олова раствором соли трехвалентного висмута в сильнощелочной среде. После открытия катионов мышьяка и олова прибавляют немного пероксида водорода и 20% раствора щелочи до полного растворения первоначального выпавшего осадка и нагревают, добавляя небольшими порциями пероксид водорода. Для отделения алюминия и олова добавляют небольшими порциями кристаллический сульфат аммония до получения слабощелочной реакции. Выпавший осадок гидроксидов алюминия и олова центрифугируют, промывают и растворяют в соляной кислоте. В одной части полученного раствора открывают катионы алюминия реакцией с ализарином, во второй – катионы олова (4), предварительно восстанавливая до катионов олова (2) железными опилками, которые обнаруживают с раствором соли висмута (3) в присутствии гидроксида натрия. Катионы олова (4) также можно обнаружить реакцией с сероводородом.

В фильтрате после отделения катионов алюминия и олова открывают катионы мышьяка, хрома и цинка. В части раствора реакцией восстановления до арсина обнаруживают катионы мышьяка. Катионы хрома открывают в кислой среде реакцией с пероксидом водорода с последующим прибавлением эфира. Часть раствора подкисляют и открывают цинк реакцией с дитизоном и цианоферратом.

Практическая часть

1. Реакции катиона бария Ba^{2+} :

- 1.1. К 1 капле раствора соли бария добавить 1 каплю разбавленной серной кислоты.
- 1.2. Смешайте в пробирке по 5 капель растворов хлорида бария и хромата калия K_2CrO_4 . Полученный осадок разделите на 2 пробирки.
- 1.3. В первую пробирку с осадком добавьте 2-3 мл раствора HCl , а в другую – 2-3 мл раствора CH_3COOH . Осадок хромата бария растворяется только в сильных кислотах (кроме H_2SO_4), но не растворяется в уксусной кислоте.

2. Реакции катиона кальция Ca^{2+} :

- 2.1. К 3 каплям раствора соли кальция добавить 3-4 капли разбавленной серной кислоты. К помутневшему раствору прилить 8-10 капель этилового спирта. Наблюдайте выделение осадка.
 - 2.2. В пробирку поместить 2 капли раствора соли кальция, добавить 1 каплю разбавленного раствора аммиака и 2 капли раствора карбоната аммония.
- Запишите наблюдения и уравнения реакций в молекулярном и ионно-молекулярном виде в таблицу.

Частные реакции катионов третьей группы:

Определяемый катион	Реактив	Наблюдаемое изменение	Уравнение реакции
---------------------	---------	-----------------------	-------------------

--	--	--	--

3. Действие группового реактива.

1.1. К 1 мл раствора, содержащего катионы четвертой аналитической группы, добавьте маленькими порциями при помешивании 10% раствор NaOH до полного растворения выпавшего осадка. При этом образовавшиеся вначале гидроксиды $\text{Al}(\text{OH})_3$, $\text{Cr}(\text{OH})_3$, $\text{Zn}(\text{OH})_2$ растворяются с образованием соответствующих солей $\text{Na}[\text{Al}(\text{OH})_4]$, $\text{Na}_3[\text{Cr}(\text{OH})_6]$ и $\text{Na}_2[\text{Zn}(\text{OH})_4]$.

1.2. Добавьте 8-10 капель H_2O_2 и нагрейте на водяной бане до прекращения выделения газа. При этом $\text{Na}_3[\text{Cr}(\text{OH})_6]$ окисляется до Na_2CrO_4 .

4. Определение алюминия.

К полученному раствору добавьте при перемешивании сухой хлорид аммония до появления запаха аммиака и нагрейте. Образующийся белый осадок содержит $\text{Al}(\text{OH})_3$. В растворе останутся CrO_4^{2-} и $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$. Отцентрифугируйте осадок.

5. Обнаружение хрома.

Желтый цвет раствора указывает на присутствие в растворе ионов CrO_4^{2-} .

6. Обнаружение цинка.

К 3-4 каплям раствора после удаления алюминия добавьте 5-6 капель раствора $(\text{NH}_4)_2\text{S}$. Выпадение белого осадка ZnS свидетельствует о присутствии ионов цинка.

Результаты наблюдения занесите в таблицу.

Контрольная задача на катионы четвертой группы:

№п/п	Операция	Реактив	Наблюдаемое изменение	Уравнение реакции	Заключение

Контрольные вопросы

1. Какие катионы входят в состав третьей группы?
2. Какой реактив является групповым на третью аналитическую группу?
3. Какая реакция является характерной для катиона бария?
4. В чем растворяется осадок хромата бария?
5. Какая реакция является характерной для катиона кальция?
6. В какой цвет окрашивается бесцветное пламя горелки летучими солями бария? Кальция?
7. При анализе смеси катионов третьей группы в испытуемом растворе, присутствие какого иона необходимо в первую очередь проверить?
 1. Какие катионы входят в состав четвертой аналитической группы?
 2. Какой реактив является групповым на четвертую аналитическую группу?
 3. Охарактеризуйте действие группового реактива на катионы четвертой группы?
 4. Какие анионы образуются при окислении Cr^{3+} в щелочной среде?
 5. Напишите реакции, подтверждающие амфотерные свойства гидроксида хрома (III), гидроксида алюминия и гидроксида цинка.

6. В каких реакциях проявляются основные и в каких кислотные свойства $\text{Cr}(\text{OH})_3$, $\text{Al}(\text{OH})_3$, $\text{Zn}(\text{OH})_2$?

Лабораторное занятие №9

Тема: «Проведение частных реакций анионов первой, второй, третьей групп.
Анализ сухой соли»

Цель: освоить методику проведения качественного химического анализа смеси солей для установления катионного и анионного состава (систематический метод анализа).

Оборудование: пробирки, растворы: HCl , H_2SO_4 , NaOH , BaCl_2 , AgNO_3 , $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$, $\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$, реактив Несслера, K_2CrO_4 , $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, NH_3 , H_2O_2 , $(\text{NH}_4)_2\text{S}$, NH_4Cl , H_2SO_4 (конц), FeSO_4 .

Выполнение работы Теоретическая часть

Предварительные испытания

1. *Обнаружение катионов, способных окрашивать пламя.* Прокаленной чистой нихромовой проволокой вносят исследуемый раствор либо анализируемую смесь, смоченную концентрированной HCl , в бесцветное пламя горелки и наблюдают окраску пламени (табл. 2.1.).
2. *Обнаружение анионов, склонных при действии кислот к образованию летучих продуктов.* При добавлении к анализируемой смеси твердых веществ кислот в зависимости от их природы и концентрации могут выделяться CO_2 , SO_2 (2 М CH_3COOH); CO_2 , SO_2 , H_2S (2 М HCl , H_2SO_4); CO_2 , SO_2 , HCl , I_2 , NO_2 (концентрированная H_2SO_4). Если при добавлении к анализируемой смеси кислот замечено выделение газа, для его идентификации пользуются характерными реакциями обнаружения анионов.

Газы, образуемые при кислотной обработке проб, и их свойства

Анион	Газ	Свойства газа
CO_3^{2-} , HCO_3^-	CO_2	помутнение известковой воды
SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$	SO_2	запах горящей серы
NO_2^-	NO_2	бурые пары
S^{2-} , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$	H_2S	запах тухлых яиц
CH_3COO^-	CH_3COOH	запах уксуса
Br^- (с окислителем)	Br_2	красно-бурые пары
Cl^-	HCl	помутнение раствора AgNO_3 , удушливый газ
I^- (с окислителем)	I_2	фиолетовые пары
MnO_4^- , ClO_3^- , CrO_4^{2-}	O_2	вспыхивание тлеющей лучины

3. *Обнаружение окислителей.* При наличии в смеси MnO_2 , PbO_2 обработка хлороводородной кислотой будет сопровождаться выделением Cl_2 . При наличии аниона-окислителя NO_3^- исследуемый раствор, подкисленный 2 М раствором H_2SO_4 , в

присутствии 2–3 капель раствора KI и нескольких капель крахмального клейстера окрашивается в синий цвет.

4. *Обнаружение восстановителей.* Обесцвечивание разбавленного раствора KMnO_4 , добавленного к подкисленному 2 М H_2SO_4 анализируемому раствору, свидетельствует о присутствии ионов-восстановителей: SO_3^{2-} , NO_2^- , Cl^- , Br^- , I^- , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$.

5. *Обнаружение некоторых ионов.* Непосредственно из смеси можно обнаружить дробным методом следующие ионы: ион NH_4^+ по реакции выделения аммиака, ион CH_3COO^- по реакции с твердым гидросульфатом калия, ион Fe^{3+} по реакции с тиоционат-ионом.

Растворение анализируемого образца

По растворимости все неорганические вещества делят на 4 группы: а) растворимые в воде; б) растворимые в кислотах; в) растворимые в щелочах; г) нерастворимые или малорастворимые в кислотах и щелочах.

В воде растворимы почти все соединения щелочных металлов, все нитраты, перхлораты, ацетаты, хлориды (кроме PbCl_2 , AgCl , Hg_2Cl_2), сульфаты (кроме сульфатов Pb, Ba, Ca, Sr, Hg(I), Ag). Многие соединения висмута, сурьмы и олова растворяются в воде, но, вступая с ней в протолитическое взаимодействие, образуют аморфные осадки гидроксидов или основных солей. Последние переходят в раствор при действии 2 М HCl или HNO_3 .

Хлороводородная кислота растворяет большинство оксидов, все карбонаты и гидроксиды, за исключением соединений Pb(II), Ag(I) и Hg(I). Разбавленная HCl растворяет сульфиды кадмия, алюминия, хрома, железа, марганца, цинка, ванадия, церия, бериллия, титана, циркония, тория, урана. Концентрированная HCl при нагревании растворяет все сульфиды, кроме сульфидов ртути и мышьяка.

При обработке некоторых окислителей концентрированной HCl выделяется Cl_2 , а цвет окислителя часто меняется (фиолетовый перманганат обесцвечивается, так как MnO_4^- восстанавливается до Mn^{2+} ; желтая окраска хроматов или оранжевая дихроматов переходит в зеленую, так как ионы CrO_4^{2-} или $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ восстанавливаются до Cr^{3+}).

Если исследуемое вещество содержит силикаты, разлагаемые кислотами, то при его обработке горячей разбавленной HCl может выпасть осадок H_2SiO_3 .

Если неизвестное вещество растворимо в 2 М HCl, то оно не содержит Ag(I), Hg(I) и большого количества Pb(II).

Азотная кислота растворяет все оксиды, гидроксиды, сульфиды (кроме HgS) и все нерастворимые в воде соли слабых кислот, за исключением солей сурьмы и олова. При обработке исследуемого образца HNO_3 могут образоваться новые нерастворимые вещества, которые в нем первоначально отсутствовали: сера из сульфидов, PbSO_4 из PbS, $\text{H}_2[\text{Sn}(\text{OH})_6]$ и $\text{H}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$ из солей сурьмы и олова.

Щелочи растворяют оксиды, гидроксиды и другие нерастворимые в воде соединения амфотерных металлов: цинка, алюминия, свинца, хрома, мышьяка, сурьмы и олова. Иногда различные щелочи действуют неодинаково. Например, соединения сурьмы растворяются лучше в KOH, а алюминия – в NaOH.

Вещества, которые не растворяются в кислотах и в растворах щелочей, называют *нерастворимыми или малорастворимыми*. К ним относятся: а) большинство силикатов; б) многие породы, минералы; в) некоторые сульфаты: PbSO_4 , BaSO_4 , SrSO_4 и CaSO_4 ; г) ряд солей серебра: AgCl , AgBr , AgI , $\text{Ag}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, $\text{Ag}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, AgCN ; д) прокаленные и безводные соли: CrCl_3 , $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$, FeCrO_4 (хромит или хромистый железняк); е) природные и прокаленные оксиды: Al_2O_3 (корунд), Fe_2O_3 ,

Cr_2O_3 , SnO_2 ; ж) CaF_2 и другие фториды двух- и трехвалентных металлов. Их переводят в другие соединения, которые затем растворяют с применением обычных растворителей (воды, кислот, щелочей), либо используют реакции комплексообразования.

Соли свинца PbCl_2 и PbSO_4 растворяют в горячем растворе $\text{CH}_3\text{COONH}_4$. Нерастворимые соединения хрома переводят в карбонаты кипячением с раствором Na_2CO_3 . Фторид кальция и другие нерастворимые фториды разлагают обработкой тонко измельченного образца (в платиновом тигле) концентрированной H_2SO_4 при нагревании под тягой до прекращения выделения SO_3 . Остаток (CaSO_4) переводят затем в карбонат кипячением с раствором Na_2CO_3 . Нерастворимые в кислотах ферроцианиды разлагают кипячением с Na_2CO_3 или NaOH .

Если трудно подобрать такой растворитель, который полностью растворяет данный образец, или желают избежать длительной и трудоемкой процедуры сплавления, то обычно пользуются *методом отдельных вытяжек*, т.е. проводят последовательную обработку анализируемого объекта водой, 2 М CH_3COOH , 2 М HCl , концентрированной HNO_3 .

Анализируемая смесь может полностью или частично растворяться в воде. Надежными признаками частичного растворения являются появление окрашивания и изменение рН водного раствора по сравнению с чистой водой. Поэтому обращают внимание на окраску полученного раствора и определяют его рН с помощью индикаторной бумаги.

Правильное приготовление вытяжек – залог успешной работы. Поэтому внимательно наблюдают за изменениями при использовании каждого из указанных реагентов. К новому реагенту переходят только тогда, когда окончательно убедятся, что в предыдущем образец не растворяется или растворение какой-то составной части закончилось.

Каждую из вытяжек исследуют отдельно, за исключением полученных при действии 2 М и концентрированной HCl , которые объединяют.

Катионы и анионы в *водной вытяжке* обнаруживают в соответствии с общей схемой кислотно-основной классификации.

В *уксуснокислой* и объединенной *хлороводородной* вытяжках катионы обнаруживают по общей схеме. Из анионов в уксуснокислой вытяжке имеет смысл обнаруживать только карбонат- и фосфат-ионы, а в хлороводородной – сульфид-, фосфат- и хромат-ионы, если она окрашена.

Азотнокислую вытяжку используют для обнаружения катионов. Из анионов обнаруживают только сульфат-ионы, образующиеся в результате окисления сульфидов.

Общая схема анализа раствора исследуемого вещества или отдельных его вытяжек включает дробное обнаружение катионов (анионов) характерными реакциями, обнаружение отдельных групп катионов (анионов), разделение на группы по кислотно-основной схеме с помощью групповых реагентов, систематический анализ оставшихся катионов (анионов) и проверка ионов, обнаруженных ранее дробным методом.

Испытание на катионы I группы. К 3–4 каплям исследуемого раствора прибавляют 2–3 капли раствора Na_2CO_3 . Если осадок выпадает, его отделяют, а катионы I группы обнаруживают в центрифугате. Если осадок не выпадает, то в растворе могут присутствовать только катионы I группы, которые открывают в отдельной пробе исследуемого раствора.

Испытание на катионы II группы. Если при действии на испытуемый раствор Na_2CO_3 выпал осадок, то берут новую пробу этого раствора (10–12 капель) и прибавляют 2–3 капли 2 М HCl . Если осадок не выпадает, то катионы II группы отсутствуют. В случае появления осадка добавляют HCl до полного осаждения. Осадок отделяют центрифугированием, промывают водой и обнаруживают в нем катионы II группы систематическим методом.

Испытание на катионы III группы. К 2–3 каплям раствора после отделения катионов II группы прибавляют столько же 2 М H_2SO_4 и нагревают. Выпадение осадка указывает на присутствие катионов III группы. Их обнаруживают систематическим методом после перевода сульфатов в раствор.

Испытание на катионы IV группы. К 2–3 каплям исследуемого раствора (если при действии HCl и H_2SO_4 осадков не образуется) или центрифугата после отделения катионов II, III групп добавляют по каплям раствор NaOH до щелочной реакции (pH 9–10). Образование осадка свидетельствует о возможном присутствии катионов IV, V и VI групп. Полное растворение первоначально выпавшего осадка при действии на него небольшого избытка NaOH (pH 10–12) свидетельствует о присутствии только катионов IV группы. Нерастворимый в избытке NaOH осадок может состоять из гидроксидов катионов V и VI групп. Его отделяют от раствора центрифугированием, а в центрифугате открывают катионы IV группы после разрушения их гидроксокомплексов.

Испытание на катионы VI группы. Если при действии на раствор, полученный после отделения катионов IV группы, избытком 25%-ного раствора NH_4OH первоначально выпавший осадок растворяется, то это признак присутствия только катионов VI группы. Нерастворимый в избытке NH_4OH осадок может состоять из гидроксидов катионов V группы. Его отделяют от раствора центрифугированием. В центрифугате открывают катионы VI группы после разрушения аммиачных комплексов.

Испытание на катионы V группы. Если при действии избытками растворов NaOH и NH_4OH осадок не растворяется, это свидетельствует о наличии катионов V группы.

Если исследуемый раствор содержит одно растворенное вещество, то, установив группу, к которой принадлежит катион, открывают его характерными реакциями. Если исследуемое вещество состоит из нескольких компонентов, катионы которых принадлежат к одной аналитической группе, то их открывают, сочетая дробный и систематический методы анализа. Если же в исследуемом веществе обнаружено присутствие катионов нескольких групп, его анализируют систематическим методом, как смесь катионов шести групп.

Установление присутствия тех или иных катионов в исследуемом растворе значительно облегчает обнаружение анионов. Пользуясь таблицей растворимости, можно заранее предсказать наличие или отсутствие в исследуемом растворе отдельных анионов. Например, если в нейтральном водном растворе обнаружен катион бария, то этот раствор не может содержать анионы SO_4^{2-} , CO_3^{2-} , SO_3^{2-} .

После предварительных испытаний на присутствие анионов летучих кислот, окислителей и восстановителей приступают к установлению групп, к которым принадлежат анионы.

Испытание на анионы I группы. К 2–3 каплям нейтрального или слабощелочного раствора добавляют 2 капли раствора BaCl_2 . Если осадок выпадает, то присутствуют анионы I группы.

Испытание на анионы II группы. К 2–3 каплям анализируемого раствора, подкисленного 2 каплями 2 М раствора HNO_3 , добавляют каплю раствора AgNO_3 . Выпадение осадка указывает на присутствие анионов второй группы.

Испытание на анионы III группы. Так как анионы III группы не имеют группового реагента, их открывают характерными реакциями из раствора, полученного после осаждения анионов I и II групп действием Ag_2SO_4 при pH 8.

Определив группы, к которым принадлежат присутствующие в растворе анионы, приступают к их обнаружению систематическим методом.



Анализ осадка

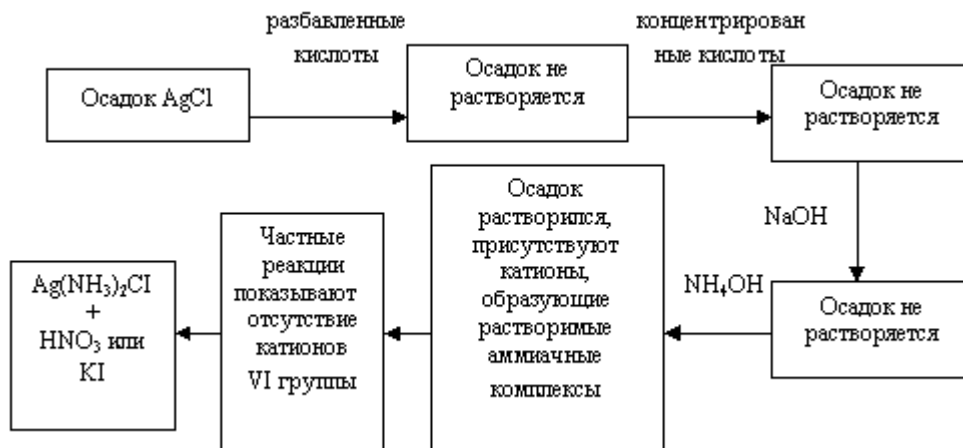


Рис. 2. Пример составления схемы анализа неизвестного вещества

Практическая часть

I. Определение группы катиона.

1. К 2-3 каплям испытуемого раствора добавить 3-4 капли HCl . Выпадение осадка указывает на то, что катион относится ко второй группе.
2. К 2-3 каплям испытуемого раствора добавить 5 капель этилового спирта и 3 капли $2 \text{ N } \text{H}_2\text{SO}_4$. Выпадение осадка указывает на присутствие катиона третьей группы.
3. К 2-3 каплям испытуемого раствора добавить 2 капли раствора NaOH . В случае образования осадка добавить еще 3-4 капли, перемешать и наблюдайте, не растворился ли осадок. Если осадок растворился, катион относится к четвертой группе.
4. Если не с одним групповым реактивом испытуемый раствор не дает осадка, то катион принадлежит к первой группе.

II. Определение катиона.

Установив группу, к которой принадлежит катион испытуемого вещества, определите, какой именно катион входит в состав соли. Присутствие того или иного катиона проверяется наиболее характерной для него реакцией (проводить систематический анализ нет необходимости, так как катион один).

Во избежание ошибки необходимо помнить о последовательности определения катионов, если определяемый катион относится к первой или третьей группам. При несоблюдении последовательности открытия легко можно один катион принять за другой (если катион относится ко второй и четвертой группам, последовательность открытия может быть любой).

III. Определение аниона.

1. В пробирку поместите 2 капли испытуемого раствора и добавьте 2 капли BaCl_2 . Выпадение осадка указывает на присутствие аниона первой группы.
2. Если BaCl_2 не дал осадка, то проводите испытание на присутствие аниона второй группы. Для этого 2 капли испытуемого раствора подкислите 2 каплями разбавленной азотной кислоты и добавьте 1-2 капли раствора AgNO_3 . Выпадение осадка указывает на присутствие аниона второй группы.
3. Если осадок не образуется ни с BaCl_2 , ни с AgNO_3 , то определяемый анион относится к третьей группе.
4. Установив, к какой группе относится анион испытуемого вещества, определите, какой именно анион входит в состав определяемой соли. Для этого проделайте

проверочные реакции на анионы данной группы. Во избежание ошибок уделите внимание растворимости осадков серебряных и бариевых солей. Результаты наблюдения занесите в таблицу.

№ п/п	Операция	Реактив	Наблюдаемое изменение	Уравнение реакции	Заключение

Контрольные вопросы

1. Какие катионы входят в состав первой, второй, третьей и четвертой аналитических групп?
2. Какие реактивы являются групповыми на первую, вторую, третью и четвертую аналитические группы катионов?
3. Прежде чем проводить в испытуемом растворе открытие ионов натрия, присутствие какого иона необходимо проверить?
4. При действии на испытуемый раствор реактива Несслера образовался красновато-бурый осадок. На присутствие какого иона это указывает?
5. Какие реакции являются характерными для катионов первой группы?
6. Какие реакции являются характерными для катионов второй группы?
7. Какая реакция является характерной для катиона бария?
8. В чем растворяется осадок хромата бария?
9. Какая реакция является характерной для катиона кальция?
10. Охарактеризуйте действие группового реактива на катионы четвертой группы?
11. Какие анионы относятся к первой, второй и третьей аналитическим группам?
12. Какой групповой реактив является для анионов первой группы?
13. У какого аниона первой группы бариевая соль не растворяется в кислотах?
14. Какой групповой реактив у второй группы анионов?
15. Как доказать, что белый осадок, полученный после прибавления AgNO_3 , является осадком AgCl ?
16. Как выявить присутствие анионов NO_3^- и NO_2^- ?

Лабораторное занятие №10

Тема: «Определение общей, титруемой, кислотности плодов и овощей»

Цель: освоить методы определения кислотности плодоовощной продукции и продуктов их переработки.

Оборудование: весы лабораторные 4 класса; водяная баня; бюретка на 50 мл; стаканчик на 50 мл; стеклянная пипетка на 20 мл; мерная колба на 200 мл; воронка, бумажный фильтр; терка, 1% спиртовой раствор фенолфталеина, 0,1 Н раствор NaOH , дистиллированная вода; индикаторная бумага; образцы плодоовощной продукции и их продукты переработки.

Выполнение работы

Теоретическая часть

Метод анализа общей кислотности основан на нейтрализации содержащихся в вытяжке органических кислот 0,1 Н раствором щелочи. Титрование ведется до перехода раствора из кислой среды в щелочную. Момент перехода среды в щелочную

визуально фиксируется по появлению розовой окраски раствора в присутствии индикатора фенолфталеина. Точность метода составляет $\pm 0,5\%$.

Метод анализа активной кислотности основан на визуальном с равнении индикаторной бумаги с нанесенной каплей исследуемой жидкости со цветной шкалой активной кислотности. Точность метода $\pm 0,5$ рН.

Задание 1. Изучить методику определения общей (титруемой) и активной (РН) кислотности.

1. 1 Определение общей (титруемой) кислотности плодоовощной продукции.

Ход анализа с приготовлением водной вытяжки: 1. Среднюю пробу массой 45-60 г измельчить на терке до кашицы и перенести в фарфоровую чашку.

В стаканчик из средней пробы отобрать 20,00 г навески, развести дистиллированной водой и без потерь перенести в мерную колбу на 200 - 250 мл, стаканчик несколько раз ополоснуть дистиллированной водой и влить в колбу.

Нагревать колбу на водяной бане в течении 15 мин при температуре 80°C.

Охладить, довести содержимое колбы дистиллированной водой до метки и перемешать.

Осадить взвешенные частицы в течении 4-5 мин, если плохо осаждаются – профильтровать в сухой стакан или колбу через 4-х слойную марлю или бумажный фильтр.

Отобрать пипеткой 20 мл вытяжки в коническую колбу для титрования и добавить 2-3 капли фенолфталеина в качестве индикатора

Титровать вытяжку, прибавляя по каплям из бюретки раствор щелочи с одновременным взбалтыванием колбы. Момент окончания титрования определить по появлению бледно-розовой окраски, не исчезающей при спокойном стоянии колбы в течение 1-2 мин.

По бюретке отсчитать (в мл) количество израсходованного на титрование 0,1 Н - раствора NaOH и рассчитать общую кислотность (в %) по формуле:

$$X_m = \frac{a \cdot T \cdot c \cdot k \cdot 100}{n \cdot e}$$

Где: X_m - титруемая кислотность, %

a - количество затраченного на титрование 0,1 раствора NaOH, мл;

T - поправка к титру 0,1 Н - раствора NaOH;

c - общий объем вытяжки, мл;

n - навеска продукта, г;

e - объем вытяжки, взятый для титрования, мл;

k - коэффициент пересчета 0,1 Н раствора NaOH на преобладающую кислоту:
для яблочной-0,0067 (семечковые и косточковые плоды);

лимонной - 0,0064 (цитрусовые плоды и ягоды);

щавелевой- 0,0063 (щавель, ревень, шпинат);

молочной-0,0090 (солено-квашенные продукты);

укусной - 0,0060 (маринады);

винной - 0,0075 (виноград).

Ход анализа жидких продуктов и полуфабрикатов. Если анализируются жидкие продукты (прозрачные соки, рассол, заливка), то в колбу для титрования отбирается пипеткой или мерным цилиндром 10... 25 мл исследуемой жидкости и 2-3 капли индикатора. В расчетную формулу не вводят величину навески (n) и общего объема вытяжки (e).

Задание 2. Произвести определение общей (титруемой) и активной (рН) кислотности.

1.2 Определение активной кислотности плодоовощной продукции.

Ход анализа: 1-2 капли сока свежевыжатого сока или исследуемого раствора (рас-сол, заливка) наносят на индикаторную бумагу и появившуюся окраску сравнивают со цветной шкалой, прилагаемой к индикатору и определяют примерную величину рН.

После выполнения экспериментальной части результаты анализов оформить в виде таблицы 1.

Таблица 1. Результаты анализа общей (титруемой) кислотности.

Вид продукта	Затрачено 0,1 Н раствора NaOH на титрование мл (а)	Общий объем вытяжки, мл (с)	Навеска продукта, г (н)	Объем вытяжки для титрования, мл (е)	Общая (титруемая) кислотность, % (Х)	рН раствора
1.						
2. и т.д.						

Задание 2. Сделать выводы о содержании кислот в той или иной продукции, сравнить с данными по таблице 2 и предоставить преподавателю выводы о выполнения определения.

Таблица 2. Данные об общей и активной кислотности

Вид продукта	Преобладающая кислота	Титруемая кислотность, %	рН сока, раствора, заливки
Яблоки	Молочная	0,4	3,4
Апельсины	Лимонная	1,4	3,9
Лимоны	Лимонная	5,6	3,1
Вишня	Лимонная	1,7	3,5
Томаты	Яблочная	0,5	4,5
Капуста белокочанная	Яблочная, лимонная	0,2	6,2
Капуста квашеная	Молочная	0,7. ..2,0	4, 5. ..3,5
Маринад кислый	Уксусная	0,61. ..0,9	4,0. ..3,5
слабокислый	Уксусная	0,3. ..0,6	5,5. ..4,0

1.3 Расчеты по подслащиванию плодово-ягодных соков.

Вкусовые качества плодово-ягодных соков зависят от химического состава сырья, из которого их вырабатывают. Некоторые виды соков содержат настолько большое количество кислот и экстрактивных веществ, что без добавления сахара и разбавления водой их трудно использовать как напитки.

При изготовлении соков с сахаром хорошие вкусовые свойства их обеспечиваются содержанием сахаров и кислот в количествах, указанных в табл. 3

Гармоничный вкус плодово-ягодных соков достигается только при определенном соотношении сахаров к органическим кислотам, определяемый через показатель «сахаро-кислотный индекс»:

$$I_k^c = \frac{C_c}{X_m}$$

Таблица 3 Рекомендуемые соотношения содержания сахаров и кислот в соках

Сок	Минимальное содержание сахаров, %	Титруемая кислотность, %	Отношение сахаров к кислоте (сахаро-кислотный индекс), I_k^c
Яблочный	10,5	0,4—0,5	20—30
Виноградный	15,0	0,6—0,8	20—29
Вишневый	18,0	0,8—1,5	20—29
Сливовый	12,0	0,5—0,8	20—25
Черносмородиновый	20,0	1,2—1,7	17—25
Земляничный	11,0	1,8—2,0	12—19
Черешневый	13,0	0,5—0,7	20—27
Клюквенный	18,0	1,3—1,5	12—14
Брусничный	18,0	1,1—1,3	14—16
Ежевичный	18,0	0,9—1,1	16—20

Для подслащивания применяют просеянный сахар-песок или профильтрованный, прокипяченный сахарный сироп.

В соке, подлежащем подслащиванию, определяют содержание сахара и титруемую кислотность и на этом основании рассчитывают количество сахара или сиропа, которые должны быть добавлены к соку.

Согласно существующей технологической инструкции по установленным рецептам к сокам добавляют определенные количества сиропа или сахара-песка.

По действующим стандартам соки с сахаром должны содержать не менее 10—14% сахара в зависимости от кислотности сока.

Задача. В яблочном соке содержание сахара составляет 7,5%, титруемая кислотность 0,5%. Определите, сколько кг сахарного сиропа 40% концентрации необходимо добавить к 1 кг сока, чтобы получить исправленный сок с сахаро-кислотным индексом 25.

Контрольные вопросы

1. Какую роль играют органические кислоты в питании человека и консервировании плодоовощной продукции ?
2. Назовите наиболее часто встречающиеся органические кислоты в тканях сочной продукции.
3. Для каких целей определяется рН раствора, рассола, заливки ?
4. Назовите сущность методов определения кислотности продукции.
5. Чем различаются показатели общей и активной кислотности ?.

Лабораторное занятие №11

Тема: «Приготовление рабочего раствора перманганата калия и установление нормальной концентрации»

Цель занятия: освоить практические навыки определения концентрации марганцовки по щавелевой кислоте.

Оборудование: щавелевая кислота, NaOH, фенолфталеин, мерная посуда.

Выполнение работы Теоретическая часть

При оксидиметрическом титровании используют реакции окисления – восстановления. Эти реакции всегда сопровождаются переходом электронов от одного элемента или иона к другому.

В окислительно- восстановительных реакциях за величину грамм – эквивалента окислителя и восстановителя принимают такое количество граммов вещества, которое соответствует одному электрону, приобретённому или потерянной одной молекулой вещества в данной реакции.

$$\mathcal{E} = \frac{M}{n}$$

n – число электронов

Для определения n необходимо знать начальное и конечное валентное состояние окислителя и восстановителя.

При титровании можно использовать **безиндикаторное титрование**. Чаще используют **индикаторы**. **Индикаторы по их действию можно разделить на две группы:**

- индикаторы, вступающие в специфическую реакцию с окислителем или восстановителем;
- индикаторы, перемена окраски которых не зависит от свойств окислителя и восстановителя, а связана с достижением титруемым раствором определённого окислительно – восстановительного потенциала. Такие индикаторы называются **окислительно – восстановительными** или **редокс – индикаторами**.

Основной недостаток окислительно – восстановительных индикаторов в том, что в зависимости от pH раствора обычно изменяется значение потенциала, при котором наблюдается переход индикатора из одной формы в другую. Кроме того, изменение окраски индикатора происходит довольно медленно, а нередко образуются промежуточные соединения.

Окислительно – восстановительные реакции имеют ряд особенностей, затрудняющих их использование в титриметрическом анализе:

- обратимость (поэтому приходится сдвигать равновесие в желаемом направлении);
- различная скорость окислительно – восстановительных реакций.

Способы увеличения скорости реакций:

- ✓ повышение температуры;
- ✓ изменение концентрации $[H^+]$ и концентрации реагирующих веществ;
- ✓ присутствие катализаторов;
- ✓ добавка постороннего вещества (индуктора).

Перманганатометрия основана на реакциях окисления восстановителей ионом перманганата. Окисление может происходить как в кислой, так и в щелочной и нейтральной среде. При окислении в кислой среде ион MnO_4^- , входящий в состав $KMnO_4$ восстанавливается до Mn^{2+} , поэтому г – экв $KMnO_4 = 158,03/5 = 31,61г$.

При окислении в щелочной или нейтральной среде ион MnO_4^- восстанавливается до MnO_2 , поэтому $\gamma - \text{экв KMnO}_4 = 158,03/3 = 52,68\text{г}$.

В кислой среде образуется бесцветный ион, в щелочной или нейтральной – бурый осадок, что затрудняет определение точки эквивалентности, поэтому в титриметрическом анализе используют титрование в кислой среде.

Перманганат калия служит не только рабочим раствором, но и индикатором. Этим методом можно определять и восстановители и окислители. Восстановители титруют раствором KMnO_4 , а окислители определяют методом обратного титрования.

Обычно готовят 0,02 – 0,05н раствор KMnO_4 . Перманганат всегда содержит примеси, он легко разлагается, поэтому его титр устанавливают через 7 – 10 дней после приготовления. Хранится приготовленный раствор в склянке из тёмного стекла.

Практическая часть

1. Приготовить 100мл 0,1н раствора щавелевой кислоты.

На аналитических весах взвесьте на часовом стекле навеску х. ч. щавелевой кислоты $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Перенесите навеску через воронку в мерную колбу и налейте в неё дистиллированную воду до метки. Колбу плотно закройте пробкой. Раствор тщательно перемешайте.

2. Приготовить 100мл 0,1н раствора KMnO_4 .

3. В конической колбе нагрейте почти до кипения 30 мл 2н раствора серной кислоты. В горячий раствор перенесите пипеткой 15мл раствора щавелевой кислоты и оттитруйте раствором марганцовки. Титровать перманганатом следует до появления в растворе исчезающей в течение минуты розовой окраски.

Титруемый раствор щавелевой кислоты должен быть горячим. Если к концу титрования раствор остынет, его вновь нагрейте, но не доводите до кипения. Если вместо розовой окраски получится коричневато-бурая, это значит, что при титровании допущена какая-то ошибка и опыт следует повторить.

Результаты опыта.

$V_{\text{кислоты}} =$

$V_{\text{KMnO}_4} =$

Расчёт

$$N_1 = \frac{N_2 \cdot V_2}{V_1}$$

$$T = \frac{3 \cdot N}{1000}$$

Контрольные вопросы

1. В чём сущность оксидиметрических методов?
2. Особенности индикаторов, применяемых в оксидиметрии.
3. Какие факторы влияют на скорость реакции окисления – восстановления?
4. В чём сущность метода перманганатометрии?
5. В какой среде проводят титрование? Почему?

Лабораторное занятие №12

Тема: «Определение содержания хлорида натрия в рассоле»

Цель : закрепить практические навыки по определению содержания хлорида натрия в рассоле.

Реактивы: хлорид натрия NaCl, х.ч., 0,04 раствор (первичный стандартный раствор); роданид аммония NH₄SCN, 0,04 раствор, титрант (вторичный стандартный раствор); нитрат серебра AgNO₃, 0,05 н раствор (вторичный стандартный раствор); азотная кислота HNO₃, 4 н. Индикатор – железоаммонийные квасцы NH₄Fe(SO₄)₂ · 12H₂O.

Выполнение работы.

1. Приготовление первичного стандартного раствора хлорида натрия NaCl, 0,04 н
Стандартный раствор готовят из химически чистого хлорида натрия NaCl, грамм-эквивалент его равен молекулярной массе, т.е. 58,44.

Для приготовления 250 мл 0,04 н раствора NaCl следует взять навеску:

$$a_{\text{теор.}} = \frac{0,04 \cdot 250 \cdot 58,44}{1000} = 0,5844 \text{ г}$$

Рассчитанное количество хлорида натрия взвешивают в бюксе сначала на технических весах, а затем точно на аналитических весах, количественно переносят в мерную колбу, растворяют в холодной дистиллированной воде, добавляют воды до метки и тщательно перемешивают. Пустой бюкс взвешивают на аналитических весах; навеска $a_{\text{практ.}}$ определяется по разнице взвешиваний.

Нормальность приготовленного раствора хлорида натрия определяется по формуле:

$$N = \frac{a_{\text{практ.}} \cdot 1000}{V_{\text{г}} \cdot \text{ЭМ}}, \text{ г-экв/л}$$

2. Установление концентрации раствора NH₄SCN

Концентрацию раствора роданида аммония NH₄SCN устанавливают по первичному стандартному раствору 0,04 н хлорида натрия, применяя метод обратного титрования.

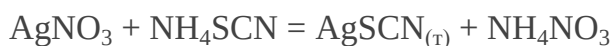
Раствор NH₄SCN наливают в бюретку и устанавливают уровень жидкости по нижнему мениску на нуле. В колбу для титрования пипеткой наливают 10 мл раствора AgNO₃, 5 мл 4 н азотной кислоты (отмеривают цилиндром) – 10-15 капель индикатора. Полученный раствор титруют раствором роданида аммония до появления бледно-розового окрашивания. Титрование повторяют 2-3 раза, для расчета берут средний результат.

Обозначим объем NH₄SCN, пошедший на титрование 10 мл AgNO₃, – V₁ мл. Далее в колбу для титрования пипеткой берут 10 мл первичного стандартного раствора NaCl, прибавляют пипеткой 10 мл раствора AgNO₃, 5 мл 4 н HNO₃, 10-15 капель индикатора и, хорошо перемешивая полученную смесь, титруют раствором NH₄SCN до появления розового окрашивания. Титрование повторяют 2-3 раза.

Обозначим объем NH₄SCN, пошедший на титрование этой смеси – V₂ мл. Этот объем соответствует тому количеству AgNO₃, которое осталось после реакции всего прибавленного AgNO₃ с хлоридом натрия. Отсюда (V₁-V₂) – объем роданида аммония, эквивалентный взятому количеству хлорида натрия. При титровании идет следующая реакция:



избыток остаток



остаток



красное окрашивание

Нормальность раствора NH_4SCN определяют из соотношения:

$$N_{\text{NaCl}} = N_{\text{AgNO}_3} = N_{\text{NH}_4\text{SCN}}$$

$$N_{\text{NH}_4\text{SCN}} = \frac{N_{\text{NaCl}} \cdot V_{\text{NaCl}}}{(V_1 - V_2)_{\text{NH}_4\text{SCN}}}$$

3. Определение содержания NaCl в растворе

Полученный в мерной колбе емкостью 100 мл раствор NaCl (задача) разбавляют дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Затем в колбу для титрования пипеткой помещают 10 мл этого раствора, прибавляют пипеткой 10 мл раствора AgNO_3 , 5 мл 4 н HNO_3 , 10-15 капель индикатора и титруют раствором NH_4SCN до появления розового окрашивания 2-3 раза. Объем раствора NH_4SCN , пошедший на титрование, обозначим V_3 .

Расчет проводят по следующим формулам:

$$N_{\text{NaCl}} = \frac{N_{\text{NH}_4\text{SCN}} \cdot (V_1 - V_3)_{\text{NH}_4\text{SCN}}}{V_{\text{NaCl}}}$$

$$Q_{\text{NaCl}} = N_{\text{NaCl}} \cdot V_{\text{к}} \cdot \text{ЭМ}, \text{ мг}$$

где ЭМ_{NaCl} – Мол.масса = 58,443;

$V_{\text{к}}$ – объем мерной колбы (100 мл).

Основная реакция: $\text{Na}_2\text{H}_2\text{V} + \text{Me}^{2+} \rightarrow \text{Na}_2\text{MeV} + 2\text{H}^+$

V^{4-} – анион этилендиаминтетрауксусной кислоты

Первичные стандартные растворы исходных веществ	I. MgSO_4 -сульфат магния, х.ч., 0,01 Н раствор II. Фиксанал MgSO_4 -сульфат магния; 0,01 Н р-р III. MgO -сульфат магния, х.ч. IV. ZnO -оксид цинка, х.ч. $\text{ЭМ} = \frac{\text{Молек.масса}}{2}$ (для всех веществ)
Вторичные стандартные растворы (титранты)	$\text{Na}_2\text{H}_2\text{V} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ -двунариевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты(комплексон III, трилон Б); 0,05Н раствор $\text{ЭМ} = \frac{\text{Молек.масса}}{2} = \frac{372,1}{2} = 186,05$
Фиксирование точки эквивалентности (ТЭ)	Применяют металлоиндикаторы (сокращенная формула H_2R) слабые органические кислоты: мурексид, эриохром черный специальный Т, кислотный хром темносиний, кселеноловый оранжевый и др. Образуют неустойчивые комплексные соединения с катионами металлов, разрушающиеся при титровании комплексом III: $\text{Mg}^{2+} + \text{H}_2\text{R} \leftrightarrow \text{MgR} + 2\text{H}^+$ синий розовый $\text{MgR} + \text{Na}_2\text{H}_2\text{V} \leftrightarrow \text{Na}_2\text{MgV} + \text{H}_2\text{R}$ розовый синий Титрование ведут в присутствии буферных растворов
Определяемые вещества	1. Определяют соли Ca^{2+} , Mg^{2+} , Al^{3+} , Fe^{3+} , Ti^{4+} и другие При титровании применяют прямое титрование $n_{\text{тит}} = \frac{\text{Молек.масса}}{2}$ Компл. III ЭМ 2. Определяют анионы. При титровании применяют

	обратное титрование
--	---------------------