

Депобразования и науки Югры
бюджетное учреждение профессионального образования
Ханты-Мансийского автономного округа – Югры
«Мегионский политехнический колледж»
(БУ «Мегионский политехнический колледж»)



АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

КАЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ

(часть 1)

Методические указания

Мегион, 2024

РАССМОТРЕНО
на заседании ЦМК технических дисциплин
БУ «Мегионский политехнический колледж»
Протокол № 8 от «05» мая 2024 г.

Автор-разработчик:
Кульниязова Г.З., преподаватель

Методические указания разработаны для оказания помощи обучающимся в выполнении лабораторно-практических работ по дисциплине «Аналитическая химия».

ВВЕДЕНИЕ

Лабораторный практикум предназначен для ознакомления с химическими методами качественного анализа. Каждая из представленных работ содержит необходимые элементы: цель работы, задание, общие указания, оборудование и реактивы, ход выполнение работы, обработка результатов анализа, протокол анализа.

Основной целью лабораторно-практических занятий является закрепление теоретических знаний и приобретение практических навыков по изученным разделам рабочей программы.

Тема 1.1. Теоретические основы качественного анализа (25 часов)

Практическая работа (2 часа)

Правила работы и правила техники безопасности в лаборатории аналитической химии

Цель: закрепить правила работы и правила техники безопасности в лаборатории аналитической химии

Задание:

Изучить правила и подготовиться к индивидуальному опросу

Любая экспериментальная наука, в том числе и химия, предъявляет к себе определенные правила и требования. Безопасная работа в химической лаборатории является основой успешного эксперимента - необходимо строго соблюдать правила организации работы и техники безопасности. Допуск в лабораторию к занятиям студентов разрешается только после знакомства с инструкцией по технике безопасности и проведения вводного инструктажа инженером лаборатории.

При работе в лаборатории необходимо строго соблюдать **следующие правила:**

- ✓ Использование индивидуальных средств защиты, таких как халат, перчатки, очки различных типов, в особых случаях респираторы или противогазы. При работе с едкими и ядовитыми веществами дополнительно применяют фартуки, щитки, маски и прорезиненные нарукавники.
- ✓ Перед началом работы необходимо осмотреть и привести в порядок свое рабочее место, освободить его от ненужных предметов, проверить исправность работы оборудования.
- ✓ Запрещается эксплуатация неисправных лабораторных и нагревательных приборов.
- ✓ Для нагревания необходимо использовать тонкостенную химическую посуду с отметкой, характеризующей термостойкость стекла.
- ✓ Все тары с реактивами должны иметь этикетки с указанием названия, квалификации и срока годности. Отработанные реактивы необходимо сливать в отдельные склянки для последующей переработки или передачи в организации, занимающиеся утилизацией химических веществ. *Сливать концентрированные кислоты, щелочи, ядовитые и горючие вещества в канализацию запрещается!*
- ✓ Работа с едкими и ядовитыми веществами, а также с органическими растворителями проводится только в вытяжном шкафу. При работе в вытяжном шкафу створки шкафа следует поднимать на такую высоту, чтобы в шкафу находились только руки, а наблюдение за ходом процесса вести через стекла шкафа.
- ✓ Работы, при которых возможно повышение давления, перегрев стеклянного прибора или его поломка с разбрзгиванием горячих или едких продуктов, также выполняются в вытяжных шкафах. Работающий должен надеть защитные очки (маску), перчатки и фартук.

- ✓ Запрещается набирать реактивы в пипетки ртом, для этой цели следует использовать резиновую грушу или другие устройства.
- ✓ При определении запаха химических веществ, следует нюхать осторожно, направляя к себе пары или газы движением руки.
- ✓ При нагревании жидкости в пробирке держать ее следует отверстием в сторону от себя и других людей.
- ✓ При упаривании растворов следует тщательно перемешивать их, так как нижний и верхний слои растворов имеют различную плотность, вследствие чего может произойти выбрасывание жидкости. Во избежание ожогов, поражений от брызг и выбросов нельзя наклоняться над посудой, в которой кипит какая-либо жидкость.
- ✓ Работа с концентрированными кислотами и щелочами проводится только в вытяжном шкафу и с использованием защитных средств (перчаток, очков). В местах хранения кислот недопустимо нахождение легковоспламеняющихся веществ.
- ✓ Для приготовления растворов серной, азотной и других кислот их необходимо приливать в воду тонкой струей при непрерывном помешивании. Для этого используют термостойкую посуду, так как процесс растворения сопровождается сильным разогреванием.
Приливать воду в кислоты запрещается!
- ✓ В случае разлива кислоты или щелочи - работу прекратить. Надеть средство защиты дыхательных органов. Место разлива засыпать песком. После впитывания песок убрать, а затем место, где была разлита *кислота*, засыпать *известью или содой*, где была разлита *щелочь - слабым раствором уксусной кислоты*. После этого место замыть водой и вытереть насухо.
- ✓ Запрещается проводить работы с легковоспламеняющимися жидкостями вблизи нагревательных приборов и открытого огня.
- ✓ Все сухие реактивы необходимо брать фарфоровыми ложками, шпателями. При взвешивании твердых веществ всегда необходимо использовать промежуточную тару. Просыпавшийся на стол реактив нельзя всыпать обратно в ту же банку, где он хранится.
- ✓ Работы со щелочными металлами следует проводить в вытяжном шкафу на чистом и сухом месте, применяя минимальные их количества и пользуясь защитными очками и резиновыми перчатками. Во избежание воспламенения щелочных металлов, нельзя допускать соприкосновения их с водой.
- ✓ По окончании работы необходимо привести в порядок рабочее место. Тщательно вымыть руки.

Первая помощь при несчастных случаях в лаборатории.

О несчастном случае пострадавший или очевидец обязан немедленно поставить в известность инженера лаборатории, который должен организовать первую помощь пострадавшему и вызвать врача. При работе в химической лаборатории наиболее вероятны следующие виды повреждений:

- отравления,
- ранения,
- ожоги,
- поражение электрическим током.

Вещества, вызывающие отравления и средства первой помощи при различных отравлениях представлены в Таблице 1

Таблица 1. Первая помощь при отравлениях

Отравляющие вещества	Первая помощь
Аммиака раствор	Промывать желудок слабым раствором лимонной кислоты.
Бензол	При отравлении через пищевод вызвать рвоту. Дать активированный уголь.
Йод	Дать крахмальный клейстер, 2-% раствор соды.
Медь и ее соли	Промывание желудка раствором KMnO_4 (1 г на 1 дм^3 воды), внутрь 1 %-ный раствор этой же соли по столовой ложке в течение 5 минут, солевое слабительное. Избегать жирного и кислого.
Минеральные кислоты $(\text{HCl}, \text{HNO}_3, \text{H}_2\text{SO}_4,$ H_3PO_4 и др.)	При отравлении через пищевод полоскать рот водой и 5 %-ным раствором двууглекислого натрия. Дать молоко и взвесь оксида магния (10 г оксида магния в 150 см^3 воды) или известковую воду и растительное масло.
Ртути соединения	Дать смесь состава: 1 г фосфорноватокислого натрия, 5 см^3 3 %-ной перекиси водорода и 10 см^3 воды, считая, что указанные количества берутся на каждые 0,1 г хлорной ртути, попавшей в желудок.
Спирты, этиловый эфир, снотворное, хлороформ и другие наркотические вещества	Дать 0,03 г фенамина или 0,1 г коразола, или 30 капель кордиамина, или 0,5 г бромистой камфоры. После этого дать крепкий чай или кофе. При необходимости делать искусственное дыхание и давать вдыхать кислород.
Цинка соединения	Обеспечить пострадавшему кислород. Промыть желудок водой, дать активированный уголь.
Щавелевая кислота	Вызвать рвоту. Дать известковую воду, кастровое масло.
Азотной кислоты пары (оксиды азота)	Абсолютный покой. Вдыхать кислород. Дать 2 г норсульфазола.

Аммиак, ацетон	Чистый воздух, покой. При потере сознания – искусственное дыхание.
Бензола пары	Свежий воздух, избегать охлаждения. Вдыхание кислорода.
Брома пары	Вдыхание 3 – 5 %-ной газовоздушной смеси, содержащей аммиак, промывание глаз, рта и носа раствором двууглекислого натрия (питьевая сода). Покой, вдыхание кислорода.
Йода пары	Вдыхать кислород, промыть желудок водой.
Оксиды углерода, ацетилен	Свежий воздух. Не допускать охлаждения тела. Если дыхание слабое или прерывистое, дать кислород. Если дыхание остановилось, делать искусственное дыхание в сочетании с кислородом.
Ртути пары	Свежий воздух, промыть желудок водой.
Серной кислоты пары	Свежий воздух. Ингаляция содовым раствором. Теплое молоко с содой

Отравляющие вещества	Первая помощь
Соляной кислоты пары	Свежий воздух. Ингаляция кислородом, полоскание горла 2% р-ром соды.
Фенола пары	Чистый воздух, покой.
Хлор	Покой даже при умеренном отравлении, вдыхание кислорода. Промывание кожи и желудка раствором соды.

Таблица 2. Первая помощь при ожогах.

Ожоги	Первая помощь
ТЕРМИЧЕСКИЕ	
Первой степени(краснота)	Обожженное место присыпать двууглекислым натрием, крахмалом или тальком. Наложить вату, смоченную этиловым спиртом. Повторять смачивание.
Второй степени(пузыри)	Обработать 3 - 5 %-ным раствором марганцовокислого калия, соды или 5 %-ным раствором танина. Смачивание этиловым спиртом.
3. Третьей степени (разрушение тканей)	Покрыть рану стерильной повязкой, срочно вызвать врача.
<i>Холодный ожог</i>	При попадании сжиженных газов на кожу, в глаза необходимо промыть пораженное место обильной струей воды. Если образовались пузыри, следует осторожно наложить стерильную повязку и немедленно вызвать врача.
ХИМИЧЕСКИЕ	
1. Кислотами, хлороформом	Промыть ожог большим количеством воды, затем 5 %-ным раствором бикарбоната натрия или 2 %-ным раствором соды.
2. Щелочами	Промыть обильно водой, затем 2 %-ным раствором уксусной кислоты.
3. Бромом	Быстро смыть несколькими порциями этилового спирта.
4. Ожоги глаз	Промыть глаза большим количеством проточной воды.

Практическая работа (2 часа) **Лабораторная посуда общего назначения**

Цель: ознакомиться с лабораторной посудой и ее классификацией.

Рассмотреть посуду общего назначения, ознакомиться с правилами использования посуды.

Ход работы **Теоретическая часть**

Пробирки – сосуды, узкой цилиндрической формы с закругленным дном (рис. 1).

Кроме простых пробирок бывают градуированные и центрифужные конические пробирки. Пробирки используются для проведения аналитических и микрохимических работ. Хранят пробирки в специальных штативах. Для перемешивания содержимого пробирки ее следует

держать большим и указательным пальцами левой руки за горло и поддерживать средним пальцем, а указательным пальцем правой руки слегка ударять по нижней части пробирки. Нельзя закрывать пробирку пальцем и встряхивать; при этом можно испортить частоту реактивов и получить ожог и пр. Если пробирка наполнена больше чем на половину, то содержимое перемешивают стеклянной палочкой. При нагревании пробирки в пламени горелки необходимо держать пробирку специальным держателем открытым концом от себя и соседей по столу. Сначала прогревают всю пробирку, затем держат дно пробирки в пламени. Когда начнут появляться пузырьки, пробирку следует отставить и продолжать нагревание горячим воздухом, т.е. держа пробирку над пламенем.

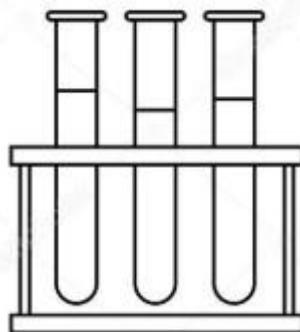
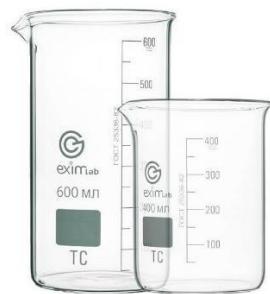


Рисунок 1 - Пробирки в штативе

Стаканы химические – тонкостенные цилиндры разной емкости, изготавливаются из термо- и химически стойкого стекла (рис. 2). Стаканы бывают без носика или с носиком для удобного сливания жидкости. На стакан может быть нанесена приблизительная шкала объема, которая служит только для ориентировки. Лабораторные стаканы используются для приготовления растворов сложного состава, когда необходимо при перемешивании растворять несколько твердых веществ, для фильтрования и пр. Химические стаканы применяют как вспомогательную посуду (для промывания пипеток, бюretок и т.д.).



Нагревать химические стаканы на открытом огне газовой горелки нельзя, они могут треснуть или лопнуть. Следует обязательно под стакан подкладывать asbestosированную сетку или применять для нагрева бани, электрические плитки с керамическим верхом.

Рисунок 2 - Стаканы химические

Воронки применяют для пересыпания сухих или переливания жидких веществ. Обычно воронки имеют ровную внутреннюю поверхность стенки, но для ускоренного фильтрования иногда применяют воронки с ребристой поверхностью внутренней стенки.

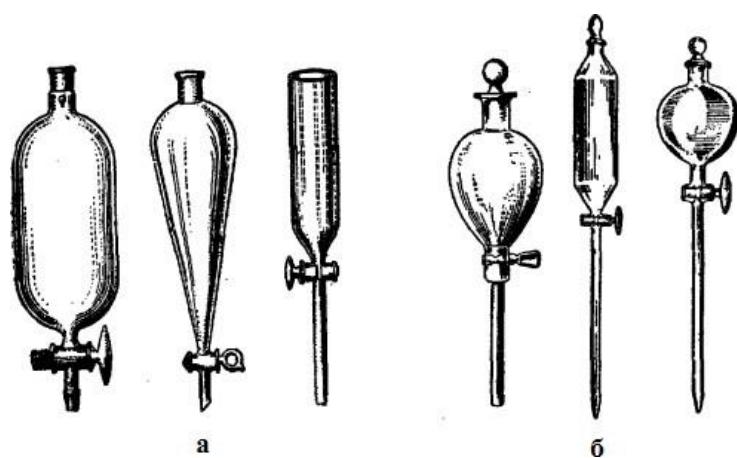
Верхний диаметр воронок может быть от 35 до 300 мм. Воронки для фильтрования, так называемые *аналитические воронки* (рис. 3), имеют угол 60° и срезанный длинный конец. При переливании жидкости в колбу не нужно наполнять воронку до краев. Если воронка плотно прилегает к горлу сосуда, в который переливают жидкость, то переливание затрудняется, чтобы избежать этого воронку временно приподнимать.



Рисунок 3 - Аналитическая воронка

Капельные воронки. Представляют собой сосуды цилиндрической формы с уширением, на конце имеется удлиненный носик с краном (рис. 4а). Капельные воронки используют для постепенного равномерного добавления жидкости в реакционную колбу.

Делительные воронки. Имеют цилиндрическую или грушевидную форму, вверхней части отводной трубы имеется кран (рис. 4б). Делительные воронки предназначены для разделения несмешивающихся жидкостей. При работе с капельной или делительной воронками шлиф стеклянного крана нужно смазать тонким слоем вазелина или специальной смазки. Важно, чтобы кран открывался легко и без усилий, иначе при открывании его можно



сломать.

Рисунок 4 - а – делительные воронки, б – капельные воронки

Конические колбы (Эрленмейера). Конические колбы широко используются в аналитических работах (титрование). Они бывают различной формы с носиком и безносика, узкогорлые и широкогорлые под резиновые или притертые стеклянные пробки (рис. 5). Конические колбы с притертой пробкой называют «колбами для определения иодного числа» и используются при титрованиях по методу иодометрии. Как и стаканы, колбы следует нагревать только через асбестированную сетку или на бане.

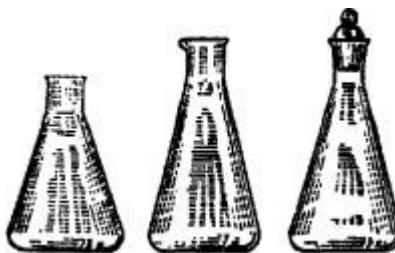


Рисунок 5 - Конические колбы.

Кристаллизаторы. Представляют собой тонкостенные стеклянные сосуды с плоским дном. Бывают различных диаметров и емкости. Кристаллизаторы применяют для при перекристаллизации веществ, иногда в них проводят выпаривание, охлаждают растворы. Нагревать кристаллизаторы можно только на водяной бане.

Часовое стекло – вспомогательная лабораторная посуда выпукло-вогнутой формы. Применяется в процессах выпаривания, растирания, микроанализа и взвешивания жидких или сыпучих химических реагентов. В зависимости от сферы применения часовое стекло может быть диаметром от 3,5 до 22 см. Также часовое стекло можно применять в качестве прозрачной крышки для колб, чашки Петри, мензурок, использовать как микроскопное стекло.

Чашка Петри. Имеет форму невысокого плоского цилиндра, закрывается крышкой подобной же формы, но несколько большего диаметра. Чашка Петри имеет широкое применение, например, ее можно использовать для испарения жидкости, высушивания осадков, хранения образцов различных препаратов и микроорганизмов.

Практическая часть:

Составить таблицу:

Наименование посуды	рисунок	назначение	Правила использования

Практическая работа (2 часа)

Мерная посуда

Цель: ознакомиться с лабораторной мерной посудой и ее классификацией.

Рассмотреть мерную лабораторную посуду, ознакомиться с правилами использования посуды.

Ход работы

Теоретическая часть

Пробирки – сосуды, узкой цилиндрической формы с закругленным

Мерные колбы. Мерные колбы используют для разбавления раствора до точно известного объема. Стандартная мерная колба изображена на рисунке 16. Мерные колбы всегда отградуированы на заполнение, т.е. при определенной температуре объем жидкости в колбе, точно равен номинальному, если нижний край мениска жидкости касается метки на горлышке колбы. Температурный коэффициент расширения стекла слишком мал, поэтому можно считать, что небольшие колебания комнатной температуры не влияют на значения объема.

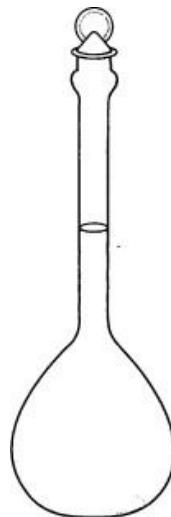


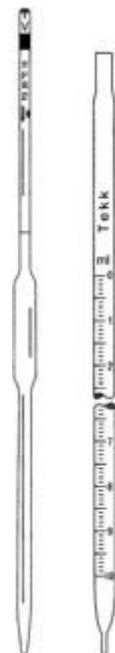
Рисунок 16 - Мерная колба

Для приготовления раствора в мерную колбу сначала помещают небольшое количество растворителя (реактивы не следует помещать в сухие колбы). Раствор в мерной колбе готовится поэтапно. Сначала в колбу вносят реагент, который необходимо растворить, а затем добавляют растворитель в количестве не более двух третей объема колбы. Все частицы реагента необходимо смыть на дно колбы. После этого реагент полностью растворяют, и лишь затем добавляют остальную часть растворителя, доводя нижний край мениска до метки колбы. Если после этого на горлышке выше метки остаются капельки воды, их следует удалить фильтровальной бумагой. Необходимо протереть досуха шлифы колбы и притертой пробки. Затем раствор в колбе с плотно закрытой пробкой многократно перемешивают (удерживая указательным пальцем пробку, переворачивают колбу вверх дном не менее шести раз). Мерную колбу можно держать только за горлышко, придерживая большим и средним пальцами. Недопустимо держать

колбу за широкое основание, т.к. это вызывает нагревание колбы с жидкостью, что приводит к изменению объема мерной колбы.

Если реагент является твердым веществом, то его переносят в колбу с помощью воронки. Следует использовать только сухую воронку, причем высыпать сразу всю навеску не стоит. Лучше высыпать понемногу, слегка встряхивая воронку легкими ударами пальцев. При быстром высыпании всей навески есть вероятность, что вещество застрянет в трубке воронки и перенести в колбу его будет труднее. Воронку можно обмывать только после того, как вся навеска перейдет в колбу.

Пипетки. Пипетки служат для отбора и переноса точного объема жидкости (например, аликовты). Пипетки градуируются на вытекание определенного объема жидкости при заданной температуре (небольшие изменения температуры не влияют на объем пипеток). При калибровке пипеток учитывают, что некоторая часть жидкости остается внутри в виде тонкой пленки на стенках, причем толщина этой пленки зависит от скорости вытекания жидкости. Рекомендуемая скорость вытекания жидкости – скорость



свободного вытекания жидкости под действием силы тяжести.

Рисунок 17 - Мерная и градуированная пипетки

Пипетки делятся на несколько типов:

тип 1 – пипетки на слив от верхней нулевой отметки до любой отметки. Нижняя отметка на пипетке соответствует номинальной вместимости. Такие пипетки называются пипетками на неполный слив. Пипетки данного типа могут быть 1 и 2 класса точности;

тип 2 – пипетки на слив жидкости от любой отметки до сливного кончика. Верхняя отметка соответствует значению вместимости. Это пипетки на полный слив. Пипетки данного типа могут быть 1 и 2 класса точности;

Тип 3 – пипетки на слив жидкости от верхней нулевой отметки до сливного кончика. Нижняя часть сливного кончика соответствует номинальному объему. Пипетки данного типа могут быть только 2-го класса точности.

Пипетки могут быть мерными (пипетки Мора) и градуированными (рис. 17). Мерные пипетки используют для отбора более точного объема жидкости. Они представляют собой цилиндрические трубы с характерным утолщением посередине. Мерные пипетки предназначены для отбора строго определенного объема жидкости, который цифрой указан на одной из стенок расширения. Градуированные пипетки на своей поверхности имеют значения объема с определенным шагом. Они не настолько точны, как мерные, зато ими можно отбирать любой объем жидкости в пределах емкости пипетки. В таком случае жидкость набирают в пипетку до нужной метки, а затем выливают ее, как обычно.

Для каждого реагента используют отдельную пипетку. Пред началом отбора жидкости пипетку необходимо ополоснуть исследуемым раствором. Пипетку при отборе жидкости следует держать в строго вертикальном положении. Для наполнения пипетки ее конец опускают в жидкость и втягивают последнюю при помощи груши (рекомендуется держать пипетку в правой руке, а грушу в левой). Жидкость набирают так, чтобы она поднялась выше метки на 2 – 3 сантиметра, а затем быстро закрывают указательным пальцем правой руки, при этом придерживая пипетку средним и большим пальцами. Можно слегка увлажнить указательный палец, т.к. влажный палец более плотно закрывает пипетку. Затем слегка ослабляя нажим пальца, доводят жидкость в пипетки до метки, при этом держа метку пипетки на уровне глаз (нижний край жидкости должен оказаться на одном уровне с меткой). Если на конце пипетки висит капля, то ее следует удалить, а кончик пипетки протереть фильтровальной бумагой. Сливать жидкость из пипетки следует по стенке сосуда, держа пипетку в строго вертикальном положении. После вытекания жидкости пипетку еще держат в течение 5 – 10 секунд, прислоненной к стенке сосуда, затем убирают пипетку, не обращая внимания на оставшуюся в ней жидкость.

Важно, чтобы раствор стекал по стенке конической колбы и не разбрзгивался, т.к. при этом часть выливаемого раствора может попасть на стенку колбы и при последующем титровании не вступит в реакцию с титрантом.

Каждую пипетку сразу после работы необходимо промыть чистой водой и этанолом для высушивания. Спускать промывную жидкость надо всегда через носик. Промывка позволяет избежать некоторых необъяснимых отклонений в опытах.

Хранить вымытые пипетки следует носиками вверх в высоких цилиндрах или специальных штативах, дно которых покрыто фильтровальной бумагой. Остатки чистой

воды или спирта, вытекающих из пипеток, всасываются бумагой, поэтому пипетки быстрее высыхают. Верхнюю часть носиков закрывают колпаком из полипропилена, полиэтилена или из фильтровальной бумаги. Иногда одевают на носик пипетки маленькую пробирку.

Бюretки. Бюretки применяют для точного дозирования переменных объемов раствора. Преимущественно их используют в титровании. Бюretки представляют собой стеклянные цилиндрические трубки с краном или вытянутым нижним концом (рис. 18). На поверхности бюretки нанесены деления, обычно бюretки бывают объемом 25 см³ или 50 см³. Как и для пипеток, для бюretок толщина пленки жидкости на стенках влияет на точность дозировки. Если скорость истечения жидкости будет не постоянна, то может возникнуть существенная погрешность. Рекомендуется добавлять жидкость по каплям с достаточно низкой скоростью, 15 – 20 см³ в минуту, а вблизи точки титрования и вовсе по несколько капель в минуту.

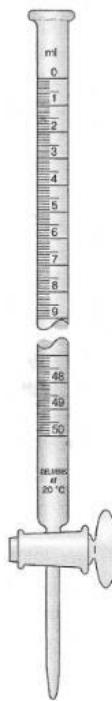


Рисунок 18 - Бюretка

Перед началом работы бюretку дважды ополаскивают раствором титранта; при этом раствор отбрасывают, сливая его частично через кран и частично крутящими движениями через верхний конец бюretки. Бюretку устанавливают на лабораторных штативах в лапках или специальных держателях в строго вертикальном положении на титровальных столах с подсвечиваемым экраном. Перед заполнением бюretки ее необходимо промыть титрантом. Бюretку заполняют жидкостью через воронку, заполняют бюretку ниже крана и в случае образования пузырьков в носике обязательно их удаляют резким открытием крана или с помощью резиновой груши. Перед доведением

мениска жидкости до метки необходимо удалить воронку. При отсчете по бюретки мениска глаза наблюдателя должны находиться точно в одной плоскости с жидкостью. Каждое титрование следует начинать только после заполнения бюретки до нуля.

Для установления начального уровня жидкости следует медленно спустить раствор до нулевой отметки. Затем необходимо подождать и убедиться, что вся жидкость стекла со стенок. Для удобства считывания показаний следует поместить экран или осветитель за бюреткой на уровне мениска. Осветитель мениска состоит из белого (сверху) и черного (снизу) полей. Их границу необходимо расположить точно на уровне мениска (рис. 19).

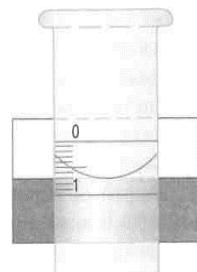


Рисунок 19 - Нахождение мениска

Перед началом титрования титруемый раствор помещают в коническую колбу. Колбу ставят на поверхность белого цвета, а бюретку располагают над горлышком колбы в строго вертикальном положении. Раствор перемешивают, вращая колбу правой рукой, а краном управляют левой рукой. При обхвате крана, показанном на рисунке (рис. 20), создается некоторое давление и предотвращается подтекание раствора.

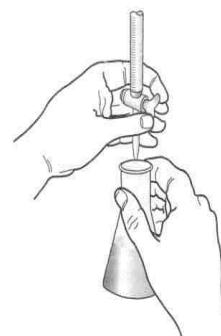
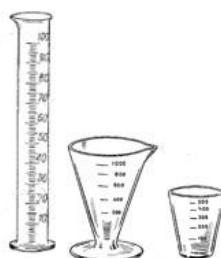


Рисунок 20 - Положение рук во время титрования

После работы бюретку промывают дистиллированной водой и помещают в штатив, перевернув открытым концом вверх. У бюреток с краном нужно вынуть кран, обернуть фильтровальной бумагой и снова вставить в бюретку.

Цилиндры и мензурки. Мерные цилиндры и мензурки – толстостенные сосуды с делениями на наружной стенке, указывающими объем в миллилитрах (рис. 21). Цилиндры бывают различной емкости: от 5 – 10 см³ и больше. Их используют для измерения относительно больших объемов жидкости и точность измерения в таком случае не велика. Кроме цилиндров для той же цели применяют мензурки. Это стеклянные сосуды

конической формы, на стенке которых имеются деления. Мензурки удобно использовать



при отстаивании мутных жидкостей, когда осадок собирается в нижней части сосуда.

Рисунок 21 - Цилиндр и мензурки

Практическая часть:

Составить таблицу:

Наименование посуды	рисунок	назначение	Правила использования

Практическая работа (2 часа) Взвешивание

Цель: изучить и закрепить правила работы с весами

Теоретическая часть

Взвешиванием называют сравнение массы данного вещества с массой гирь, масса которых известна и выражена в определенных единицах (мг, г, кг). Весы являются важнейшим прибором в химической лаборатории, поскольку практически ни одна работа не обходится без определения массы реагентов и продуктов реакции.

Электронные весы имеют высокую точность измерений, но при этом оничувствительны к изменениям окружающей среды и условий эксплуатации. Основнымчувствительным элементом прибора является тензометрический датчик. Такие датчики меняют электрическое сопротивление при деформации. Их характеристики влияют на такой показатель электронных весов как дискретность. Дискретностью называют допустимую погрешность измерений. Таким образом, электронные весы можно классифицировать на основании этого показателя. Надо сказать, что общая классификация весов утверждена в ГОСТ Р 53228-2008. Но существует такие виды лабораторных весов как:

- аналитические;
- прецизионные;
- микровесы.

Сразу следует усвоить, что четких границ между этими видами нет, но понимание того, для чего предназначен каждый тип прибора кроется в названии.

Аналитические весы имеют различный диапазон между максимальной и минимальной нагрузкой, могут обладать разной допустимой погрешностью. Основное назначение и отличие таких весов – анализ проводимых измерений.

Прецизионные весы. Этот термин относится ко всем приборам с высокой точностью взвешивания. Название возникло от французского *précision* – «точность». Таким образом практически все лабораторные весы можно охарактеризовать термином «прецизионные».

Микровесы обладают очень высокой чувствительностью. Если обратить внимание на название, то такие весы должны измерять ничтожно малые величины («микро»). При выборе таких весов следует обратить внимание на минимально допустимый порог измерений.

Таким образом, лабораторные весы не имеют четкого разграничения по классам. Но в этом есть положительный момент, потому что большинство хороших лабораторных электронных весов обладает свойствами различных видов.

Одна из классификаций в зависимости от точности, с которой проводится взвешивание, весы разделяют на следующие группы:

- для грубого взвешивания (точность до 1 г);
- для точного взвешивания (точность от 1 до 10 мг);
- аналитические (точность от 0,1 мг до 10^{-9} мг). а) обычные (точность до 0,1—0,2 мг);
б) полумикрохимические (точность до 0,01—0,02 мг); в) микрохимические (точность до 0,001 мг);
г) ультрамикрохимические (точность до 10^{-6} — 10^{-9} мг);
- специальные (пробирные, торзионные и пр.).

При выполнении лабораторных работ применяются весы с точностью взвешивания 0,1—0,01 г. Такой точности достаточно для проведения большинства опытов.

Выбор места установки весов

Точность и воспроизводимость результатов взвешивания напрямую зависят от места установки весов. Для выбора наилучших условий работы весов соблюдайте следующие рекомендации:

Весовой стол должен быть

- Устойчивым (лабораторный стол, каменная плита, специализированный весовой стол). Весовой стол не должен прогибаться и качаться при работе, должен в минимальной степени передавать вибрации.
- Немагнитным (не используйте стальные плиты).
- Защищенным от электростатических зарядов (не должно быть пластика или стекла).

- Закреплен на полу или прикреплен к стене. Весовой стол должен стоять или на полу или крепиться к стене, но неодновременно к стене и к полу (в этом случае стол будет передавать вибрации и от стены и от пола).

- Отдельно выделен для весов. Место установки и весовой стенд не должны прогибаться и должны быть достаточно устойчивыми, чтобы показания весов не изменялись, когда кто-то прислонится к столу.

Рабочее помещение

- Малый уровень вибраций
- Защита от сквозняков

Устанавливайте стол для взвешивания в углу комнаты. В этих областях здания уровень вибраций наименьший. В идеале помещение для весов должно располагаться в комнате с раздвижными дверями, что позволит снизить влияние от движения дверей.

Температура

- По возможности поддерживайте в помещении постоянную температуру.
- Не производите взвешивание вблизи радиаторов или окон.

Атмосферная влажность

- Относительная влажность воздуха (%) должна находиться в пределах от 45 до 60%. Не следует проводить взвешивание, если относительная влажность выходит за пределы диапазона от 20 до 80%.

Освещение

- По возможности, размещайте весы у стены без окна. Прямой солнечный свет (тепловое излучение) влияет на результаты взвешивания.
- Не размещайте весы вблизи осветительных приборов во избежание воздействия теплового излучения. В первую очередь это касается ламп накаливания. Используйте лампы дневного света.

Воздух

- Не устанавливайте весы на пути прохождения воздушных потоков кондиционеров воздуха или устройств, оборудованных вентиляторами, например компьютеры или большое лабораторное оборудование.
- Весы должны устанавливаться на достаточном расстоянии от радиаторов отопления. Наряду с тепловым излучением возле них часто возникают сильные воздушные потоки.
- Не устанавливайте весы рядом с дверью.
- Избегайте установку весов вблизи мест, где часто ходят сотрудники. Они могут создавать нежелательные воздушные потоки в месте взвешивания.

Работа с весами

Микро-, полумикро-, аналитические и прецизионные весы — это измерительные приборы высокой точности. Для получения надежных результатов взвешивания соблюдайте следующие рекомендации.

Включение

- Никогда не отключайте весы от источника питания и держите их всегда включенными. Это позволит обеспечить весам необходимое тепловое равновесие.



- Отключение весов выполняется нажатием клавиши на дисплее (на некоторых устаревших моделях — клавиши "Тара"). В этом случае весы переходят в ждущий режим. Электронные компоненты при этом находятся под напряжением, и периода прогрева не требуется (рис. 23).

Рисунок 23 –

Клавиша отключения

весов

При первом включении весов их рекомендуется прогреть. Время прогрева зависит от модели весов:

- до 12 часов для микровесов.
- около 6 часов для полумикровесов и аналитических весов.
- приблизительно 3 часа для прецизионных весов.

Помимо этих рекомендаций, всегда выдерживайте минимальное время, указанное в руководстве пользователя.

Установка по уровню



Рисунок 24 –

Изображение уровня весов

- Периодически проверяйте уровень весов. Убедитесь в том, что пузырек располагается в центре индикатора уровня. Для выравнивания весов используйте регулируемые опоры. После корректировки уровня необходимо выполнить калибровку весов. Описание процедуры можно найти в руководстве по эксплуатации весов (рис. 24).

Настройка весов (калибровка)

Регулярно выполняйте настройку весов, особенно

- при первом использовании весов.
- при установке весов в новом месте.
- после настройки уровня весов.
- после значительных изменений температуры, влажности или давления воздуха.

Считывание показаний

- Перед каждым взвешиванием убедитесь в том, что весы показывают точно ноль.

При необходимости выполните тарирование, чтобы избежать ошибок.

- Считывайте результат только после того, как маленький кружок в верхнем левом углу исчезнет. Результат взвешивания можно считывать, когда гаснет индикатор нестабильности.

Чашка весов

- Всегда размещайте образец строго в центре весовой чаши. Это позволит избежать ошибок угловой нагрузки.
- При работе с микротягами и полумикротягами после относительно длительного перерыва (>30 мин), необходимо сначала кратковременно нагрузить чашу весов.

Сосуд/контейнер для взвешивания

- Подбирайте сосуды минимальных размеров.
- Избегайте использования весовых емкостей из пластика, если атмосферная влажность падает ниже уровня 30–40%. В этих условиях они могут накапливать электростатический заряд. Материалы-диэлектрики, например, стекло и пластик, склонны к накоплению электростатического заряда. Это может существенно искажить результат взвешивания.
- Температура весовой емкости и взвешиваемого образца должна совпадать с температурой окружающей среды. Разность температур может привести к возникновению воздушных потоков, искажающих результат взвешивания. После извлечения весовой емкости из сушильной печи или посудомоечной машины дайте ей остывть в течение некоторого времени перед установкой на весы.
- По возможности старайтесь не прикасаться руками к весовой емкости, размещая ее в весовой камере. Это может изменить температуру и влажность воздуха в камере, что окажет неблагоприятное воздействие на процесс измерений.
- При взвешивании на аналитических весах взвешиваемое вещество обязательно должно находиться в какой-либо таре; часовом стекле, стакане, тигле, бюкссе, чашке Петри, чашке Коха. Масса тары должна быть предварительно определена на аналитических весах (т. е. с точностью до четвертого десятичного знака).

- Все летучие вещества, в особенности такие, пары которых действуют на металлы (кислоты, йод и др.), а также все жидкости взвешивают на аналитических весах только в закрытой посуде; бюксах, колбах с притертными пробками и т. д.

Уход за весами

- Содержите весовую камеру и чашу весов в чистоте.
- Для взвешивания используйте только чистые емкости.
- Для чистки весов можно применять обычное средство для мойки окон.
- Не используйте ткань, загрязненную сивушными маслами.
- Страйтесь не сметать частицы загрязнений в отверстия.
- Перед началом чистки отсоедините все съемные компоненты, такие как стекла, чаша для взвешивания, поддон.

Практическая часть

Сдайте зачет преподавателю по билетам:

Билет 1

1. Средства измерений (СИ)
2. Аналитические весы
3. Настройка (калибровка) весов

Билет 2

1. Взвешивание
2. Микровесы
3. Требования к освещению

Билет 3

1. Перечислите виды весов
2. Микровесы
3. Требования к температуре

Билет 4

1. Взвешивание
2. Классификация весов по точности измерения
3. Требования к рабочему помещению

Билет 5

1. Средства измерений (СИ)
2. Порядок калибровки
3. Уход за весами

Билет 6

1. Включение весов
2. Требования к чашке весов
3. Требования к освещению

Билет 7

1. Считывание показаний
2. Сосуды (контейнеры для взвешивания)
3. Уход за весами

Практическая работа (2 часа) Фильтрование и декантация

Цель: практиковать навыки фильтрования и декантации

Ход работы

Теоретическая часть

Для работы с неагрессивными веществами в лабораторной практике чаще всего применяются практичные и недорогие бумажные фильтры.



Рисунок 49 – Вид бумажного фильтра

Бумажные фильтры изготавливаются из специальной фильтровальной бумаги, которую от обычной бумаги отличает высокая волокнистость, отсутствие связующих добавок и повышенная чистота. Ключевыми характеристиками фильтровальной бумаги являются такие взаимосвязанные показатели, как ее удельный вес, размер пор и скорость фильтрации. Традиционно виды фильтров маркируются с помощью цветной ленты, наклеиваемой на упаковку. Чаще всего в лабораторной практике

используются беззольные красная (рыхлая), белая (средняя) и синяя (плотная) ленты, а также черная лента, принадлежащая к зольным фильтрам. Разнообразие фильтров не ограничивается перечисленными разновидностями и включает, например, такой вид, как желтая лента — фильтр из обезжиренной бумаги, предназначенный для анализа жиро содержащих образцов.

Еще одна важнейшая характеристика фильтровальной бумаги — это ее зольность, по уровню которой различают бумагу для качественного и количественного анализа. Зольностью называется процентное содержание негорючего остатка, сохраняющегося после сжигания и прокаливания бумаги. В отличие от бумаги для качественного анализа, бумага для количественного анализа дополнительно обрабатывается различными кислотами (чаще всего соляной или плавиковой) для удаления минеральных примесей. Благодаря этой обработке, зольность такой бумаги не превышает тысячных долей процента, и при проведении исследований гравиметрическим методом этой величиной можно пренебречь.

Типы бумажных фильтров:

- складчатые фильтры принято использовать для очистного фильтрования, целевым продуктом при котором является полностью свободный от осадка фильтрат (рис 50а);
- плоские фильтры удобны для продуктового фильтрования, главной целью которого служит получение чистого осадка, так как с них легче удалить твердую фракцию (рис. 50б).

Фильтровальную бумагу часто продают в пачках по 100 штук, уже нарезанную кругами различного диаметра (5,5; 7; 9; 11; 12,5 и 15 см), соответственно размеру воронок.

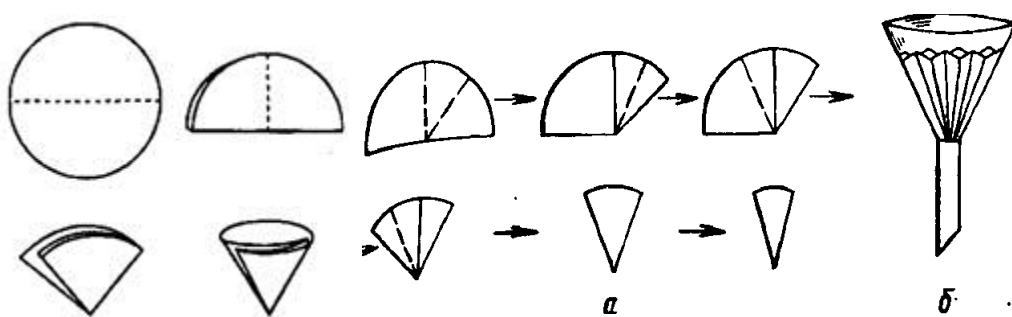


Рисунок 50 – Способы складывания бумажных фильтров: а – складчатого, б – плоского

Практическая часть

Задание выдает преподаватель.

Практическая работа (2 часа) Перекристаллизация

Цель: развитие практических навыков перекристаллизации веществ, провести очистку твердых солей от примесей методом перекристаллизации

Объекты перекристаллизации – дихромат калия, хлорид аммония, тиосульфат натрия пентагидрат, бура (тетраборат натрия декагидрат), кристаллическая сода (карбонат натрия декагидрат); хлорид натрия, нитрат натрия, сульфат меди (II) пентагидрат (медный купорос); гидрокарбонат натрия (в соответствии с заданием преподавателя)

Перекристаллизация дихромата калия, хлорида аммония, тиосульфата натрия, буры, кристаллической соды

Основными этапами очистки являются:

- приготовление насыщенного при температуре 60 °C раствора;
- быстрое фильтрование раствора, его охлаждение;
- отделение образовавшихся кристаллов от маточного раствора;
- промывание;
- сушка.

Для проведения перекристаллизации по этой схеме, пользуясь справочными данными о характере зависимости растворимости от температуры, рассчитайте, какое количество дихромата калия необходимо взять, чтобы получить насыщенный при 60 °C раствор, исходя из объема воды 30 мл.

Взвесьте на технохимических весах рассчитанное количество растертого в ступке дихромата калия. Высыпьте навеску соли в химический стакан, отмерьте цилиндром 30 мл воды и перелейте в стакан с дихроматом калия. Стакан с содержимым поставьте на асBESTовую сетку и нагрейте на электрической плитке почти до кипения, помешивая раствор стеклянной палочкой. Почему раствор нагревают почти до кипения и лишь тогда фильтруют?

Для отделения нерастворимых примесей профильтруйте горячий раствор сквозь складчатый фильтр в другой стакан, пользуясь воронкой для горячего фильтрования. При этом не допускайте охлаждения раствора и выделения кристаллов на фильтре. Если они, тем не менее, выделяются, переведите их в раствор, действуя небольшими порциями горячей воды. Позже эту воду необходимо испарить, так как иначе снизится выход чистого вещества. При отсутствии воронки для горячего фильтрования используйте обычную, заранее подогретую воронку и фильтруйте раствор малыми порциями, не допуская его кристаллизации на воронке. После фильтрования охладите фильтрат до комнатной температуры, а затем в бане со льдом до 0 °C. Почему меняется интенсивность окраски раствора?

Проведите фильтрование выпавших кристаллов соли при пониженном давлении (каким образом?); промойте вещество малыми порциями ледяной (охлажденной до 0 °C) воды. Что содержится в маточном растворе?

Иследуйте маточный раствор на наличие в нем примеси сульфата калия. Для этого к 2 – 3 мл маточного раствора, разбавленного 5 – 10 мл дистиллированной воды, прибавьте 1 – 2 капли

концентрированной хлористоводородной кислоты и раствора хлорида бария. Аналогичным образом определите, присутствует ли примесь сульфата калия в выделенном твердом дихромате калия. Сравните полученные результаты.

Перенесите дихромат калия в предварительно взвешенную фарфоровую чашку или чашку Петри и поставьте ее на 30 – 40 мин. в сушильный шкаф (100 – 105 °C). После охлаждения взвесьте на технохимических весах. [Нитрат калия сушат также при температуре 100 – 105 °C; хлорид аммония и буру – при комнатной температуре, причем буру – в течение 2 – 3 дней, тиосульфат натрия и соду – отжимая между листами фильтровальной бумаги].

Определите выход перекристаллизованного вещества в процентах по отношению к исходной навеске. Каких потерь нельзя избежать при перекристаллизации?

Практическая работа (5 часов)

Перегонка. Возгонка

Цель работы: ознакомиться с методом очистки и выделения органических соединений – перегонкой и возгонкой

Задания:

- 1) выделить водно-ацетоновую фракцию;
- 2) определить температуру кипения чистого ацетона;
- 3) оформить отчет о работе;
- 4) выполнить индивидуальное задание

Теоретическая часть

Перегонка – процесс отделения жидких веществ от нелетучих примесей или разделения летучих веществ с различной температурой кипения. Это достигается нагреванием жидкости до кипения и последующей конденсацией ее паров в холодильнике. Существуют три способа перегонки жидкости: а) при нормальном давлении (простая и фракционная перегонка); б) при пониженном давлении (перегонка в вакууме); в) с водяным паром.

Практическая часть

Помещают в пробирку 1-3 мл вещества и кипятильный камешек и вставляют термометр на корковой пробке с вырезом против его шкалы; термометр устанавливают так, чтобы его резервуар был выше уровня жидкости на 4-5 см и не касался стенок пробирки. Укрепив пробирку слегка наклонно в лапке штатива (рис. 8), осторожно нагревают самую нижнюю часть ее дна очень маленьким пламенем горелки, постепенно доводя жидкость до равномерного кипения. Удобно под пробирку подвести на кольце штатива asbestosированную сетку с небольшим отверстием (меньшим, чем диаметр пробирки) так, чтобы дно пробирки опиралось на края отверстия. Пары кипящей жидкости охлаждаются и конденсируются на термометре и на стенках пробирки. Нагревание регулируют так, чтобы видимое кольцо конденсата поднялось немного выше верха резервуара термометра и капли жидкости стекали с

конца термометра непрерывно, но не быстрее, чем 1 капля в 2-3 с. Когда это достигнуто, столбик ртути в термометре перестает подниматься.

Записав показание термометра, прекращают нагревание, дают ртутному столбику термометра снизиться на 10 - 20°C и повторяют опыт для проверки полученной температуры кипения исследуемого вещества. Поправку к показаниям термометра следует вводить и в данном случае; обычно она не превышает 1-2°C.

Температуру кипения вещества можно определять путем его перегонки.

Возгонка йода

Возгонка - фазовый переход первого рода; испарение кристаллических тел, минуя жидкую fazу.

При обычных условиях йод – твердое вещество с молекулярной кристаллической решеткой. Когда молекулы улетучиваются с поверхности твердого вещества - это называется возгонкой. И при испарении, и при возгонке получаются пары. Фиолетовый дым - это пары йода, на наших глазах при легком нагревании происходит возгонка йода: переход из твердого состояния в газообразное, минуя жидкое. Пары йода поднимаются и оседают на более холодных стенках пробирки в верхней ее части. Здесь снова образуется твердый йод. Твердый йод становится жидким при 113°C, жидкий йод закипает при 184 °C.

Задание: По указанию преподавателя к 6 массовым частям технического I₂ добавить 2 ч CaO и 1 ч KI, смесь растиреть в ступке. На дно стакана помещают технический иод, подлежащий отчистке. Стакан накрывают круглодонной колбой, заполненной холодной водой, ставят на песочную баню и включают нагрев.

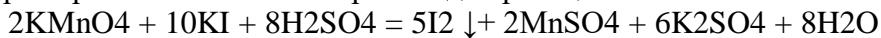
Практическая работа (2 часа) **Титрование**

Цель работы: ознакомиться с методом титрования

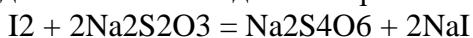
Опыт 1. Приготовление рабочего раствора тиосульфата натрия и определение его концентрации по титрованному раствору перманганата калия.

Выполнение работы.

В коническую колбу влить последовательно 20-25 мл. 2 н. серной кислоты, 15-20 мл. 10%-го раствора йода калия и точно отмеренный объем (отмерять пипеткой) титрованного раствора перманганата калия. Происходит реакция:



Накрыв колбу стеклом, смесь выдерживают 3-5 мин, поместив колбу в темное место. Затем добавить 100 мл дистиллированной воды и титровать тиосульфатом натрия:



Сначала титруют без крахмала до получения бледно-желтой окраски раствора. Затем, прилив 2-3 мл раствора крахмала и продолжать титровать до полного исчезновения окраски. Тиосульфат натрия следует приливать осторожно, перемешивая содержимое колбы после каждой прибавленной капли. Титрование повторить не менее трех раз. Из реакции видно, что перманганат калия непосредственно с тиосульфатом натрия не взаимодействует, но число затраченных грамм-эквивалентов тиосульфата равно числу грамм-эквивалентов йода, а последнее – числу грамм-эквивалентов перманганата калия. Поэтому, зная концентрацию перманганата калия и тиосульфата натрия, можно, пользуясь основным соотношением

объемного анализа, рассчитать концентрацию тиосульфата натрия по формуле: $V \text{ KMnO}_4 \cdot N \text{ KMnO}_4 = V \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot N \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

$$N \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = V \text{ KMnO}_4 \cdot N \text{ KMnO}_4 / V \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$$

Затем рассчитываем титр раствора тиосульфата натрия:

$$T \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = \bar{E} \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot N \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 1000$$

Опыт 2. Приготовление рабочего раствора йода и определение его нормальности и титра по титрованному раствору тиосульфата натрия.

Для приготовления раствора йода по точной навеске его необходимо очищать возгонкой. Но можно приготовить титрованный раствор и из йода без предварительной очистки. Готовится раствор приблизительно нужной концентрации, а затем определяют его нормальность по раствору тиосульфата натрия. Для приготовления 0,02 н. раствора йода отвешивают около 2,7 г. кристаллического йода (грамм-эквивалент йода равен 126,91 г; $126,91 \cdot 0,02 = 2,54$ г.) и растворяют его в концентрированном растворе йодистого калия (йод плохо растворим в воде). Растворение йода проводят в мерной литровой колбе, а затем разбавляют дистиллированной водой до метки.

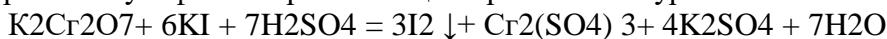
Выполнение работы. В коническую колбу влить определенный объем 10мл (отмеренный пипеткой) приготовленного раствора йода. Разбавить приблизительно таким же объемом дистиллированной воды. Титровать рабочим раствором тиосульфата натрия до появления светло-желтого окрашивания. Добавить 2 мл раствора крахмала и продолжать титрование до полного обесцвечивания раствора. Нормальность раствора йода определить по уравнению:

$$NI = N \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot V \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 / VI$$

$$TI = \bar{E} I \cdot N \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 1000$$

Опыт 3. Определение нормальности и титра по дихромату калия.

Дихромат калия не изменяется при хранении. Применение его основано на том, что он легко выделяет иод из йодистого калия. Выделившийся йод оттитровывают рабочим раствором тиосульфата натрия. Реакция протекает по уравнению:



$$M 1/6 \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 = 249,22/6 = 49,03 \text{ г}, \bar{E} \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 = 49,03.$$

Выполнение работы. Для приготовления раствора необходимо взвесить на часовом стекле навеску 0,2452г $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$. Взятую навеску перенести в мерную колбу емкостью 100 мл, после чего с помощью промывалки ополоснуть часовое стекло дистиллированной водой. После растворения довести объем раствора водой до метки. В бюретку налить раствор тиосульфата натрия. В колбу для титрования (200мл) внести 10 мл $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, 15 мл KI и 10 мл H_2SO_4 . Поставить колбу на 5 мин в темное место. Затем в колбу для титрования долить 100 мл воды, для снижения концентрации H^- -ионов. И титруют раствором тиосульфата до бледно-желтой окраски раствора. Прибавить 2 мл раствора крахмала и продолжать титрование до исчезновения синей окраски раствора. Нормальность раствора йода определить по уравнению:

$$N \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = N \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \cdot V \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 / V \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$$

$$T \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = \bar{E} \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \cdot N \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 / 1000$$

Контрольные вопросы.

1. В иодометрии титрантом является стандартный раствор:

a. I_2 б. KI в. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ г. KIO_3

2. Иодометрическое титрование сильных кислот проводят способом:

- а. прямого титрования б. обратного титрования в. титрования заместителя
г. реверсивного титрования

Практическая работа (6 часов)

Определение плотности жидкости.

Определение температуры плавления.

Определение температуры кипения.

Цель: развитие практических навыков определения плотности жидкости, температуры плавления и кипения.

Определение плотности жидкостей ареометрами.

Ареометр – стеклянная трубка, нижняя часть которой имеет на конце стеклянный шарик, заполненный дробью или специальной массой. В верхней узкой части ареометра имеется шкала с делениями. Чем меньше плотность жидкости, тем глубже погружается в нее ареометр. Каждый ареометр работает в определенном интервале плотности – от величины, указанной на верхнем делении шкалы, до величины, указанной на нижнем делении.

Для измерения плотностей жидких тел в большом диапазоне нужно иметь набор ареометров.

Получить у лаборанта жидкость (индивидуальное вещество или раствор) для определения плотности, ареометр и цилиндр. Диаметр цилиндра должен быть достаточно большим относительно размеров ареометра – для того, чтобы между ареометром и стенками цилиндра был значительный зазор.

Налить исследуемую жидкость в цилиндр. Высота столба этой жидкости должна быть в 1,5 – 2 раза больше длины ареометра. Погрузить осторожно ареометр в жидкость, не выпуская из руки. Руку можно опустить только тогда, когда станет очевидным, что ареометр плавает. Если ареометр резко выталкивается из жидкой среды, вынуть его и заменить более тяжелым. Если, наоборот, ареометр резко идет вниз, его следует заменить на более легкий из набора ареометров.

Отсчет проводить по делениям шкалы прибора. Деление, против которого установился верхний край мениска жидкости, характеризует величину плотности.

После работы ареометр обмыть водой, если работали с водными растворами, или органическим растворителем, если объектом измерения плотности были жидкости, не растворимые в воде. Ареометр вытирают и убирают в специальный футляр или ящик.

Определение температуры плавления

Температура плавления и температура кипения вещества служат признаком чистоты или загрязненности вещества. Чистое индивидуальное вещество имеет постоянную температуру плавления и температуру кипения. Примеси посторонних веществ изменяют эти физические характеристики веществ.

Получить у лаборанта исследуемое вещество и прибор с необходимыми принадлежностями. Исследуемое вещество должно быть тонко размельчено. Взять капилляр с внутренним диаметром 0,5 – 0,8 мм и длиной в пределах 70 – 90 мм. Один из концов капилляра должен быть запаян, другой – открыт.

Открытый конец капилляра погрузить в измельченное вещество. Перевернув капилляр и постукивая по нему, добиться, чтобы порошок сместился в нижнюю часть капилляра. Повторяя эту операцию, внесите столько порошка, чтобы высота столбика вещества была не менее 4 – 5 мм. Капилляр нужно прикрепить к термометру так, чтобы

нижний его конец и резервуар термометра были на одном уровне. Если вещество имеет температуру плавления, не превышающую 150 $^{\circ}\text{C}$, для прикрепления капилляра к термометру можно пользоваться резиновым кольцом, а при более высокой температуре плавления – тонкой металлической проволокой.

Осторожно нагреть колбу пламенем горелки, подставив под прибор кольцо с асбестовой сеткой. Следить за повышением температуры по термометру. Точность измерения 0,1 $^{\circ}\text{C}$. Определить температуру плавления исследуемого вещества. Сделать вывод об его чистоте, сравнив полученный результат с литературными данными.

Определение температуры кипения

Прибором для определения температуры кипения служит колба Вюрца с широким горлом, которое закрывается пробкой со вставленным в нее термометром. Емкость колбы не должна быть менее 50 мл. Жидкость, температуру кипения которой нужно определить, берут в объеме, равном $\frac{1}{4}$ объема колбы.

Получить у лаборанта прибор и исследуемую жидкость. Налить эту жидкость в колбу, заранее закрепленную в штативе, опустить на дно несколько стеклянных капилляров или кусочков неглазурованной керамики для равномерного кипения жидкости и закрыть колбу пробкой с термометром. Термометр закрепляют таким образом, чтобы ртутный шарик был расположен на 0,5 см ниже отводной трубки колбы (Если нужно определить температуру кипения раствора – опустить термометр так, чтобы шарик термометра находился в жидкости). Образующиеся пары будут уходить из колбы через согнутую трубку, которую можно соединить с холодильником.

Если температура кипения жидкости не выше 90 $^{\circ}\text{C}$, то нагревать ее лучше всего на водяной бане. Если температура кипения лежит выше 90 $^{\circ}\text{C}$, то нагревать можно при помощи газовой горелки или электрической воронкообразной печи (колбонагревателя). После того как вода в колбе закипит и столбик ртути термометра остановится на определенном делении, записать показания термометра в журнале.

Объяснить возможные причины отклонения полученных результатов от истинных.

Тема 1.2. Обнаружение индивидуальных ионов и анализ смесей ионов (25 ч.)

Лабораторно-практическое занятие

Лабораторная работа (5 часов)

Изучение характерных реакций катионов I аналитической группы

Изучение характерных реакций катионов II аналитической группы

Цели: Изучение общих характеристик катионов первой аналитической группы согласно кислотно-основной классификации, их частных реакций, знакомство со свойствами катионов второй аналитической группы и их специфическими реакциями.

Оборудование: штатив с пробирками, пробиродержатель, индикаторная

бумага, фильтровальная бумага, дистиллированная вода, раздаточный материал, таблицы.

Реактивы: реагент Несслера, хлорид аммония, гексаниитрокобальтат (III) натрия, хлорид калия, хлорид натрия, дигидроантимонат калия, нитрат серебра, иодид калия, бромид калия, нитрат свинца, дихромат калия.

Используемая литература: Аналитическая химия: учебник для средних специальных учебных заведений / О.Е.Саенко. - Изд.3-е доп. и перераб. - Ростов н/Д: Феникс, 2019.- 287с. - стр. 99-107

Ход занятия:

1. Инструктаж по технике безопасности
2. Краткое изложение учебного материала.
3. Самостоятельная работа студентов

Определение катиона аммония NH_4^+ реагентом Несслера (смесь комплексной соли $K_2[HgI_4]$ + KOH)

Дополните уравнение реакции в молекулярной и ионной форме:



Проведите эксперимент: к 1 капле исследуемого раствора добавить 1-2 капли реагента Несслера. Что при этом происходит?

Опишите, какие еще способы обнаружения катиона аммония Вы знаете?

Удаление катионов аммония из пробы (Опишите, почему это необходимо делать?)

15-20 капель исследуемого раствора помещают в фарфоровую чашку и выпаривают досуха, а затем прокаливают до прекращения выделения «белого дыма». Какое уравнение химической реакции отражает этот процесс, напишите.

Охлаждают содержимое чашки и растворяют его в 8-10 каплях дистиллированной воды. После чего проверяют на полноту осаждения реагента Несслера.

Определение катиона калия K^+ (реакция с гексаниитрокобальтатом (III) натрия $Na_3[Co(NO_2)_6]$)

Дополните уравнение реакции $KCl + Na_3[Co(NO_2)_6] \rightarrow$

Проведите эксперимент: в пробирку поместить 2-3 капли исследуемого раствора и столько же раствора $Na_3[Co(NO_2)_6]$. Что наблюдаете?

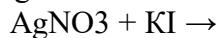
Определение катиона натрия Na^+ дигидроантимонатом калия KH_2SbO_4

Дополните уравнение реакции в молекулярной и ионной форме: $NaCl + KH_2SbO_4 \rightarrow$

Перечислите условия протекания данной реакции. Проведите эксперимент: к 5-6 каплям исследуемого раствора прибавить такой же объем раствора дигидроантимоната калия и потереть стенки пробирки стеклянной палочкой. Что наблюдаете?

Определение катиона Ag^+ бромидом или йодидом калия (KBr или KI)

Допишите уравнения реакций: $AgNO_3 + KBr \rightarrow$



Проведите эксперимент: в две пробирки поместить по 2-3 капли раствора соли серебра, затем в одну пробирку добавить эквивалентное количество бромида калия,

а в другую - иодида калия.
Опишите, что наблюдаете.

Определение катиона свинца Pb²⁺ хроматом калия K₂CrO₄ или дихроматом калия K₂Cr₂O₇

Дополните уравнение реакции: Pb(NO₃)₂ + K₂CrO₄ →

Проведите эксперимент: в пробирку слить равные объемы реагентов.
Что наблюдаете?

Как еще можно доказать, что в исследуемом растворе именно катион свинца?

*Определение катиона ртути Hg²⁺ хроматом калия
K₂CrO₄*

Дополните уравнение реакции Hg₂(NO₃)₂ + K₂CrO₄ →

Напишите это уравнение в ионном виде.

Опишите эксперимент.

Что должны наблюдать?

Какие тонкости существуют для данного определения?

4. Решение тестовых заданий (см. Приложение 7).

5. Сообщение домашнего задания: [1]стр.107, Самостоятельная (внеаудиторная) работа №4

Лабораторная работа (8 часов)

Изучение характерных реакций катионов III аналитической группы.

Изучение характерных реакций катионов IV аналитической группы.

Анализ смеси катионов I-III групп.

Тема: Катионы III и IV аналитической группы. Анализ смеси катионов первой-третьей аналитической группы.

Цели: Изучение общих характеристик катионов третьей аналитической группы согласно кислотно-основной классификации, их частных реакций, знакомство со свойствами катионов четвертой аналитической группы и их специфическими реакциями.

Оборудование: штатив с пробирками, пробиркодержатель, спиртовка, спички, водяная баня, дистиллированная вода, реагенты согласно методике проведения анализа, раздаточный материал, таблицы.

Используемая литература: Аналитическая химия: учебник для средних специальных учебных заведений/ О.Е.Саенко. - Изд.3-е доп. и пререраб. - Ростов н/Д: Феникс, 2019.- 287с стр. 108-122

Ход занятия:

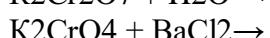
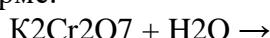
1. Инструктаж по технике безопасности
2. Краткое изложение учебного материала.
3. Самостоятельная работа студентов

Перечислите особенности взаимодействия катионов III аналитической группы с групповым реагентом. Закончите реакции:



Определение катиона аммония Ba²⁺ дихроматом

калия Дополните уравнение реакции в молекулярной и ионной форме:



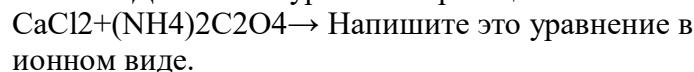
Для чего необходимо добавлять ацетат натрия?

Проведите эксперимент: в пробирку 3 капли раствора соли бария, добавить 3 капли раствора дихромата калия и 5 капель раствора ацетата натрия, нагреть на водяной бане. Что при этом происходит?

Опишите, какие еще способы обнаружения катиона бария Вы знаете?

Определение катиона кальция Ca^{2+} оксалатом

аммония Дополните уравнение реакции



Проведите эксперимент: налить 3 капли раствора соли кальция и добавить каплю раствора уксусной кислоты, затем прилить 3 капли раствора оксалата аммония и 1-2 капли раствора амиака. Что наблюдаете? Перечислите, какие еще методы определения катиона кальция Вы знаете.

Определение катиона натрия Sr^{2+}

Дополните уравнение реакции:



2) Перечислите условия протекания данной реакции.



Перечислите условия протекания данной реакции.

По приведенным ниже данным определите:

1) *Какие соединения бария и кальция наименее растворимы?*

2) *Из каких соединений наиболее полно удастся осадить данные катионы?*

3) *Приведите последовательность изменения чувствительности реакций осаждения катионов бария и кальция.*

$$PR(BaSO_4) = 1,1 \cdot 10^{-10}$$

$$PR(CaSO_4) = 2,5 \cdot 10^{-5}$$

$$PR(BaCrO_4) = 1,2 \cdot 10^{-10}$$

$$PR(CaCrO_4) = 2,3 \cdot 10^{-2}$$

$$PR(BaCO_3) = 4 \cdot 10^{-9}$$

$$PR(CaCO_3) = 3,8 \cdot 10^{-9}$$

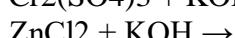
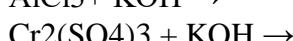
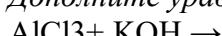
$$PR(BaC_2O_4) = 1,1 \cdot 10^{-7}$$

$$PR(CaC_2O_4) =$$

$$2,3 \cdot 10^{-9}$$

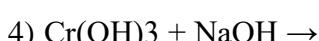
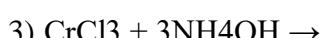
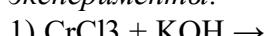
Опишите действие группового реагента на катионы четвертой аналитической группы.

Дополните уравнения реакций:



Перечислите способы определения катиона алюминия.

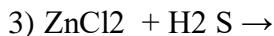
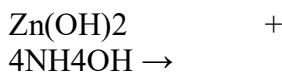
Дополните уравнения реакций, позволяющих определить катион хрома и кратко опишите эксперименты:



Перечислите способы определения катиона цинка.

Закончите уравнение реакции и опишите эффект, который должны наблюдать при проведении эксперимента:





4. Решение тестовых заданий (см. Приложение 7).

5. Сообщение домашнего задания: [1]стр. 108-122, Самостоятельная (внеаудиторная) работа №5

Лабораторная работа (8 часов)

Изучение характерных реакций катионов V аналитической группы.

Изучение характерных реакций катионов VI аналитической группы.

Анализ смеси катионов V-VI аналитических групп.

Тема: Качественные реакции на катионы V и VI групп. Анализ смеси катионов V-VI аналитической группы.

Цели: Изучение общих характеристик катионов пятой аналитической группы согласно кислотно-основной классификации, их частных реакций, знакомство со свойствами катионов шестой аналитической группы и их специфическими реакциями, проработка алгоритма анализа смеси катионов V аналитической группы.

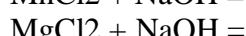
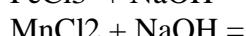
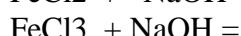
Оборудование: штатив с пробирками, пробиркодержатель, спиртовка, спички, дистиллированная вода, раздаточный материал, таблицы.

Реактивы: хлорид железа (II), хлорид железа (III), хлорид марганца, хлорид магния, гидроксид калия, раствор серной кислоты, азотной кислоты, роданид аммония. Используемая литература: Аналитическая химия: учебник для средних специальных учебных заведений/ О.Е.Саенко. - Изд.3-е доп. и перераб. - Ростов н/Д: Феникс, 2013.- 287с. стр. 122-134

Ход занятия:

1. Инструктаж по технике безопасности (см. Приложение 1)
2. Краткое изложение учебного материала.
3. Самостоятельная работа студентов
(порядок оформления работы см. в Приложении 2)

Действие группового реагента на катионы пятой аналитической группы: в четырехпробирки поместить по 5 капель раствора соответствующей соли катионов Fe^{2+} ; Fe^{3+} ; Mg^{2+} ; Mn^{2+} . Добавить по 5 капель гидроксида калия KOH , перемешать стеклянной палочкой. Опишите наблюдаемый эффект и дополните уравнения реакции:



Реакции катиона Fe^{2+}

Перечислить все изученные частные реакции на катион Fe^{2+} .

Провести эксперимент: *Окисление катиона железа Fe^{2+} до Fe^{3+} .*

Необходимо взять 3-4 капли раствора соли железа (II) и прибавить 3 капли 2н. раствора серной кислоты и 2-3 капли 32% раствора азотной кислоты, смесь нагреть. Что наблюдается при нагревании?

Реакции катиона Fe^{3+}

Открытие катиона железа роданидом аммония NH_4SCN . Налить в пробирку 2-3 капли раствора соли Fe^{3+} , прибавить 4 капли воды и две капли насыщенного раствора роданида аммония. Опишите наблюдаемый эффект и уравнение реакции.

Закончить уравнение реакции:



Какие еще частные реакции на катион Mn^{2+} Вы знаете?

Заполните таблицу:

Катион VI группы	Реагент	Уравнение реакции	Наблюдаемый эффект
Cu^{2+}	Иодид калия	$2\text{Cu}^{2+} + 4 \text{I}^- \rightarrow 2\text{CuI}\downarrow + \text{I}_2$	Сусpenзия бурого цвета
Cd^{2+}			
Hg^{2+}			
Co^{2+}			
Ni^{2+}			

Лабораторная работа (4 часа)

Анализ анионов I-III аналитических групп.

Тема: Анализ смеси анионов I –Шаналитических групп.

Цели: Закрепление знаний, полученных при изучении общих характеристик анионов, составление алгоритма открытия анионов в анализируемой пробе.

Оборудование: раздаточный материал, таблицы.

Используемая литература: Аналитическая химия: учебник для средних специальных учебных заведений/ О.Е.Саенко. - Изд.3-е доп. и пререраб. - Ростов н/Д: Феникс, 2013.- 287с.
- стр. 140-154

Ход занятия:

1. Инструктаж по технике безопасности
 2. Краткое изложение учебного материала.
 3. Самостоятельная работа студентов
- 1) Используя теоретический материал, приведенный выше составить блок-схему исследования раствора на присутствие анионов. По возможности проиллюстрировать уравнениями реакций (можно в ионной форме) и указать наблюдаемый эффект.

2) Составьте схему хода анализа смеси ионов:

I вариант: Cl^- , CO_3^{2-} , NO_2^- ;

II вариант: SO_4^{2-} , Br^- , CH_3COO^-

III вариант: SiO_3^{2-} , I^- , NO_3^-

Приложение 1

1. Категорически запрещается работать одному в лаборатории, так как в экстренном случае будет некому оказать пострадавшему первую помощь и ликвидировать последствия неудавшегося эксперимента. Работать следует только в отведенное время под контролем преподавателя или других сотрудников.

2. Необходимо соблюдать тишину, чистоту и порядок. Поспешность и неряшливость в работе часто приводят к несчастным случаям. Нельзя отвлекать от работы и отвлекать своих товарищей. Запрещается держать на лабораторном столе посторонние предметы (сумки, учебники и т.д.).

3. Категорически запрещается принимать и хранить пищу, пить водку и курить.

4. Каждый должен знать, где находятся средства индивидуальной защиты, аптечка, средства для тушения пожара. Кроме очков, в лаборатории должны быть защитные маски, респираторы и противогазы. Во всех лабораториях в легко доступных местах находятся средства для пожаротушения (ящики с песком и совком, огнетушители, противопожарные одеяла), а также аптечки, которые снабжены всеми медикаментами, необходимыми для оказания первой медицинской помощи (растворы борной кислоты, гидрокарбоната натрия, перманганата калия, танина, нашатырного спирта, а также вата, бинт, иодная настойка, активированный уголь, мазь от ожогов, склянка для промывания глаз).

5. В лаборатории необходимо находиться в застегнутом хлопчатобумажном халате. Это обеспечивает некоторую индивидуальную защиту и позволяет избежать загрязнения одежды.

6. Приступить к работе можно после усвоения всей техники ее выполнения. Если вы испытываете какие-либо сомнения в методике проведения эксперимента или в технике безопасности, прежде чем продолжить работу, проконсультируйтесь с преподавателем.

7. Нельзя проводить опыты в загрязненной посуде. Посуду следует мыть сразу после окончания эксперимента.

8. Категорически запрещается пробовать химические вещества на вкус. Нюхать вещества следует осторожно, не поднося сосуд близко к лицу, а лишь направляя к себе пары или газы легким движением руки, при этом не следует делать полный вдох. Жидкие органические вещества и их растворы запрещается набирать в пипетки ртом, для этого необходимо использовать резиновые груши и другие приспособления.

9. В процессе работы необходимо следить, чтобы вещества не попадали на кожу, так как многие из них вызывают раздражение и ожоги кожи и слизистых оболочек.

10. Все банки, в которых хранятся вещества, должны быть снабжены этикетками с соответствующими названиями.

11. Запрещается нагревать, смешивать и взбалтывать реактивы вблизи лица. При нагревании нельзя держать пробирку или колбу отверстием к себе или в направлении работающего товарища.

12. Необходимо пользоваться защитными очками в следующих случаях:

а) при работе с едкими веществами (с концентрированными растворами кислот и щелочей, при дроблении твердой щелочи и т.д.);

б) при перегонке жидкостей при пониженном давлении и работе с вакум-приборами;

в) при работе со щелочными металлами;

г) при определении температуры плавления вещества в приборе с концентрированной серной кислотой;

д) при работе с ампулами и изготовлении стеклянных капилляров.

13. Запрещено выливать в раковину остатки кислот и щелочей, огнеопасных и взрывоопасных, а также сильно пахнущих веществ. Для слива этих веществ в вытяжном шкафу должны находиться специальные сосуды с плотно притертymi крышками и соответствующими этикетками («СЛИВ КИСЛОТ», «СЛИВ ЩЕЛОЧЕЙ», «СЛИВ ОРГАНИКИ»).

14. Не разрешается бросать в раковину стекла от разбитой посуды, бумагу и вату.

15. После завершения работы необходимо отключить газ, воду, вытяжные шкафы и электроэнергию.

Схема оформления лабораторно-практического занятия по разделу «Качественный анализ»

Дата:

Лабораторно-практическое занятие № 1

Тема: «.....»

Таблица 1

№ п/п	Уравнение реакции	Наблюдаемый эффект	Выводы

Таблица растворимости кислот, солей, оснований

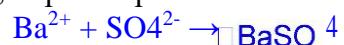
ионы	Br^-	CH_3COO^-	CN^-	CO_3^{2-}	Cl^-	F^-	I^-	NO_3^-	OH^-	PO_4^{3-}	S^{2-}	SO_4^{2-}	
Ag^+	н	м		н	н	н	р	н	р	—	н	н	м
Al^{3+}	р	+	?	—	р	м	р	р	н	н	н	+	р
Ba^{2+}	р	р	р	н	р	м	р	р	р	н	р	н	
Ca^{2+}	р	р	р	н	р	н	р	р	м	н	м	м	
Cd^{2+}	р	р	м	+	р	р	р	р	н	н	н	р	
Co^{2+}	р	р	н	+	р	р	р	р	н	н	н	р	
Cr^{3+}	р	+	н	—	р	м	н	р	н	н	+	р	
Cu^{2+}	р	р	н	+	р	р	—	р	н	н	н	р	
Fe^{2+}	р	р	н	+	р	м	р	р	н	н	н	р	
Fe^{3+}	р	—	—	—	р	н	—	р	н	н	—	р	
Hg^{2+}	м	р	р	—	р	+	н	+	—	н	н	+	
Hg^{2+}	н	м	—	н	н	м	н	+	—	н	—	н	
K^+	р	р	р	р	р	р	р	р	р	р	р	р	
Li^+	р	р	р	р	р	н	р	р	р	м	р	р	
Mg^{2+}	р	р	р	м	р	н	р	р	н	н	н	р	
Mn^{2+}	р	р	н	+	р	р	р	р	н	н	н	р	
NH_4^+	р	р	р	р	р	р	р	р	р	—	+	р	
Na^+	р	р	р	р	р	р	р	р	р	р	р	р	
Ni^{2+}	р	р	н	+	р	р	р	р	н	н	н	р	
Pb^{2+}	м	р	н	+	м	м	м	р	н	н	н	н	
Sn^{2+}	+	+	—	—	+	р	м	+	н	н	н	р	
Sr^{2+}	р	р	р	н	р	н	р	р	м	н	р	н	
Zn^{2+}	р	р	н	+	р	м	р	р	н	н	н	р	

Обозначения: р - хорошо растворимый, м - малорастворимый, н - практически нерастворимый, + - полностью реагирует с водой или не осаждается из водного раствора, — не существует, ? - данные о растворимости отсутствуют.

КАТИОНЫ

Катионы	Реактив, уравнение реакции, признаки присутствия данного катиона, открываемый минимум (чувствительность реакции)
Калий K^+	<p>В нейтральной или уксуснокислой среде:</p> <p>1) Кобальтитинитрат натрия $Na_3[Co(NO_2)_6]$ образует желтый кристаллический осадок: $2K^+ + Na^+ + [Co(NO_2)_6]^{3-} \rightarrow K_2Na[Co(NO_2)_6]$ Микрокристаллоскопическая реакция с $Na_2Pb[Cu(NO_2)_6]$ – образуются черные кристаллы кубической формы (открываемый минимум - $0,15 \mu g K^+$; предельное разбавление $1:7,5 \cdot 10^4$).</p> <p>2) Окрашивает пламя в фиолетовый цвет.</p>
Натрий Na^+	<p>1) Микрокристаллоскопическая реакция с цинкуранилацетатом $Zn(UO_2)_3(C_2H_3O_2)_8$ – образуется зеленовато-желтый кристаллический осадок, имеющий форму тетраэдров или октаэдров; открываемый минимум - $12,5 \mu g Na^+$; предельное разбавление $1:5 \cdot 10^3$</p> $Na^+ + Zn(UO_2)_3(C_2H_3O_2)_8 + CH_3COO^- + 9H_2O \rightarrow NaZn(UO_2)_3(C_2H_3O_2)_9 \cdot 9H_2O$ <p>2) Окрашивание пламени – желтое</p>
Аммоний NH_4^+	<p>1) При действии щелочей при нагревании выделяется аммиак, который обнаруживают по характерному запаху, по посинению влажной лакмусовой бумаги или по почернению фильтровальной бумаги, смоченной раствором соли ртути (I). Чувствительность реакции - $0,05 \mu g$; предельное разбавление $1:10^6$.</p> $NH_4Cl + NaOH \rightarrow NaCl + NH_3 + H_2O$ $(NH_4^+ + OH^- \rightarrow NH_3 + H_2O)$ <p>2) Реактив Несслера $K_2[HgI_4]$ в щелочной среде образует оранжево-коричневый осадок; чувствительность реакции - $0,25 \mu g$ иона аммония; предельное разбавление $1:2 \cdot 10^7$</p>
Магний Mg^{2+}	<p>1) Магнезон–I (или Магнезон–II) в отсутствие NH_4^+ дают синее окрашивание; открываемый минимум - $0,9 \mu g$ (или $0,2 \mu g$ соответственно).</p> <p>2) Оксихинолин (при $pH = 10 - 12$) дает зеленовато-желтый кристаллический осадок (чувствительность реакции - $0,1 \mu g$ иона магния)</p> <p>3) Карбонаты щелочных металлов дают белый осадок карбоната магния, легко растворимый в кислотах:</p> $Mg^{2+} + CO_3^{2-} \rightarrow MgCO_3$
Кальций Ca^{2+}	<p>1) Окрашивает пламя в кирпично-красный цвет.</p> <p>2) Щавелевокислый аммоний (оксалат аммония) в уксуснокислом растворе образует белый кристаллический осадок (в отсутствие Ba^{2+} и Sr^{2+}); чувствительность – $1 \mu g Ca^{2+}$</p> $CaCl_2 + (NH_4)_2C_2O_4 \rightarrow 2NH_4Cl + CaC_2O_4$ $(Ca^{2+} + C_2O_4^{2-} \rightarrow CaC_2O_4)$ <p>3) Микрокристаллоскопическая реакция с H_2SO_4: характерная форма кристаллов в виде длинных игл или пластинок (чувствительность - $0,1 \mu g Ca^{2+}$)</p>
Барий Ba^{2+}	<p>1) В уксуснокислой среде хромат калия K_2CrO_4 или $K_2Cr_2O_7$ и CH_3COONa дают ярко-желтый осадок хромата бария.</p>

2) Серная кислота и ее соли образуют белый кристаллический осадок сульфата бария, нерастворимого в кислотах и щелочах:



(Открываемый минимум - 0,4 мг; предельное разбавление 1:1,25·10⁵).
Гипсовая вода (насыщенный раствор CaSO_4) с Ba^{2+} на холоде

Катионы	Реактив, уравнение реакции, признаки присутствия данного катиона, открываемый минимум (чувствительность реакции)
	вызывает медленное образование осадка (тогда как для ее взаимодействия с ионами Sr^{2+} требуется нагревание). 3) Окрашивает пламя в желто-зеленый цвет.
Алюминий Al^{3+}	1) Гидроксиды щелочных металлов образуют белый студенистый осадок Al(OH)_3 , растворимый в кислотах с образованием соли соответствующей кислоты; он также растворим в растворах щелочей с образованием комплексных ионов $[\text{Al(OH)}_4]^-$: $\text{Al}^{3+} + 3\text{OH}^- \rightarrow \text{Al(OH)}_3$ $\text{Al(OH)}_3 + \text{OH}^- \rightarrow [\text{Al(OH)}_4]^-$ (Гидроксид алюминия проявляет амфотерные свойства) В отличие от гидроксида цинка, Al(OH)_3 не растворяется в NH_4OH . 2) Прокаливание гидроксида алюминия с солью кобальта дает синее окрашивание (“тенарову синь” - $\text{Co}(\text{AlO}_2)_2$). 3) Оксихинолин дает желтый осадок; Ализарин красный S , Хинализарин или Алюминон - красные осадки.
Хром Cr^{3+}	1) Окислители (например, перманганат калия, пероксид водорода, бромная вода) превращают зеленые или фиолетовые соединения хрома (III) в соединения хрома (VI)- хроматы CrO_4^{2-} (желтого цвета) в щелочной среде или дихроматы $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ (оранжевого цвета) в кислой среде. 2) Гидроксиды щелочных металлов образуют серо-голубой осадок Cr(OH)_3 , проявляющий амфотерные свойства-растворяется в растворах кислот и в избытке щелочей и NH_4OH .
Железо Fe^{3+}	1) Гексацианоферрат (II) калия $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ (желтая кровяная соль) образует темно-синий осадок берлинской лазури; чувствительность реакции 0,05 мг Fe^{3+} , предельное разбавление 1:10 ⁶ : $4\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] + 4\text{Fe}^{3+} \rightarrow 12\text{K}^+ + 4\text{KFe}^{\text{III}}[\text{Fe}^{\text{II}}(\text{CN})_6] \quad (\text{a})$ 2) Гидроксиды щелочных металлов и NH_4OH образуют гидроксид железа (III) красно-бурового цвета, растворимый в кислотах и нерастворимый в избытке щелочей (отличие от гидроксидов алюминия и хрома). Открываемый минимум - 10 мг железа; предельное разбавление 1:1,6·10 ⁵ . $\text{Fe}^{3+} + 3\text{OH}^- \rightarrow \text{Fe(OH)}_3$ 3) Роданид калия или аммония вызывает кроваво-красное окрашивание раствора $\text{FeCl}_3 + 3\text{NH}_4\text{SCN} \rightarrow 3\text{NH}_4\text{Cl} + \text{Fe}(\text{SCN})_3$ Открываемый минимум - 0,25 мг, предельное разбавление – 1:2·10 ⁵
Железо Fe^{2+}	1) Гексацианоферрат (III) калия $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ (красная кровяная соль) образует темно-синий осадок турнбулевой сини; чувствительность реакции 0,1 мг железа, предельное разбавление 1:5·10 ⁷ $3\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6] + 3\text{Fe}^{2+} \rightarrow 3\text{KFe}^{\text{II}}[\text{Fe}^{\text{III}}(\text{CN})_6] + 6\text{K}^+ \quad (\text{б})$ Недавно было установлено, что берлинская лазурь и турнбулева синь – это одно и то же вещество, т.к. комплексы, образующиеся в реакциях (а) и (б) находятся между собой в равновесии: $\text{KFe}^{\text{III}}[\text{Fe}^{\text{II}}(\text{CN})_6] \rightleftharpoons \text{KFe}^{\text{II}}[\text{Fe}^{\text{III}}(\text{CN})_6]$ (В разделе “Железо и его соединения” упомянутые выше реакции (а) и (б) приведены в традиционной старой записи).
Цинк Zn^{2+}	1) Гидроксиды щелочных металлов образуют белый амфотерный осадок Zn(OH)_2 , который растворим в NH_4OH с образованием комплексных соединений: $\text{Zn}^{2+} + 2\text{OH}^- \rightarrow \text{Zn(OH)}_2$ $\text{Zn}^{2+} + 4\text{NH}_3 \rightarrow [\text{Zn}(\text{NH}_3)_4](\text{OH})_2$ При прокаливании гидроксида цинка с соединениями кобальта

	образуется окрашенная в зеленый цвет масса - “ринманова зелень”, представляющая собой цинкат кобальта <chem>CoZnO2</chem> .
	2) <chem>H2S</chem> при pH = 2,2дает белый осадок <chem>ZnS</chem>
Никель <chem>Ni2+</chem>	1) Гидроксид натрия образует бледно-зеленый студенистый осадок <chem>Ni(OH)2</chem> ;открываемый минимум-300 мг никеля,пределное

Катионы	Реактив, уравнение реакции, признаки присутствия данного катиона, открываемый минимум (чувствительность реакции)
	<p>разбавление $1:3 \cdot 10^5$. Осадок растворим в кислотах и в NH_4OH и нерастворим в избытке щелочи.</p> <p>2) Сероводород не осаждает NiS из сильнокислых растворов; черный осадок сульфида никеля образуется только при $\text{pH} 4 - 5$.</p> <p>3) Диметилглиоксим (реактив Чугаева) образует красно-фиолетовый осадок; открываемый минимум - $0,5 \mu\text{g}$ никеля, предельное разбавление $1:1 \cdot 10^6$.</p>
Серебро Ag^+	<p>1) Соляная кислота дает белый творожистый осадок, растворимый в аммиаке, при подкислении HNO_3 аммиачного раствора снова выпадает белый осадок; чувствительность реакции - $0,01 \mu\text{g Ag}^+$, предельное разбавление $1:10^5$.</p> $\text{Ag}^+ + \text{Cl}^- \rightarrow \text{AgCl}$ $\text{AgCl} + 2\text{NH}_4\text{OH} \rightarrow [\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+ + \text{Cl}^- + 2\text{H}_2\text{O}$ $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+ + \text{Cl}^- + \square \xrightarrow{2\text{H}^+} \text{AgCl} + 2\text{NH}_4^+$ <p>2) Сероводород осаждает черный сульфид серебра; открываемый минимум - $1 \mu\text{g}$ серебра, предельное разбавление $1:5 \cdot 10^6$.</p>
Медь Cu^{2+}	<p>1) Растворы солей Cu^{2+} окрашены в голубой цвет; Cu^{2+} окрашивает пламя в зеленый цвет.</p> <p>2) Сероводород образует черный осадок сульфида меди CuS; открываемый минимум - $1 \mu\text{g}$ меди, предельное разбавление $1:5 \cdot 10^6$. Осадок нерастворим в соляной и серной кислотах, но растворяется в горячей конц. HNO_3.</p> <p>3) Гидроксиды щелочных металлов осаждают голубой осадок $\text{Cu}(\text{OH})_2$, который при нагревании дегидратируется и превращается в черный осадок оксида меди CuO:</p> $\text{Cu}^{2+} + 2\text{OH}^- \xrightarrow{\square} \text{Cu}(\text{OH})_2 \quad \text{Cu}(\text{OH})_2 \rightarrow \text{CuO} + \text{H}_2\text{O}$ <p>Открываемый минимум - $80 \mu\text{g}$ меди, предельное разбавление $1:5 \cdot 10^4$. Гидроксид меди растворяется в концентрированных растворах аммиака, образуя аммиакат меди интенсивно синего цвета (реактив Швейцера; растворяет целлюлозу):</p> $\text{Cu}(\text{OH})_2 + 4\text{NH}_3 \rightleftharpoons [\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+} + 2\text{OH}^-$

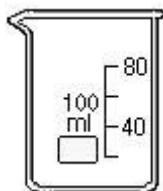
АНИОНЫ

Анион	Реактив, уравнение реакции, признаки присутствия данного аниона, открываемый минимум (чувствительность реакции)
F^-	1) AgNO_3 не образует осадка, т.к. фторид серебра растворим в воде (в отличие от других галогенидов серебра). 2) Хлорид кальция дает белый осадок фторида кальция.
Cl^-	1) В азотнокислой среде AgNO_3 дает белый осадок, растворимый в NH_4OH . Открываемый минимум - 1 $\mu\text{g Cl}^-$, предельное разбавление 1:10 ⁵ .
Br^-	1) В азотнокислой среде AgNO_3 образует светло-желтый осадок. Чувствительность реакции - 20 $\mu\text{g Br}^-$, предельное разбавление 1:2·10 ⁵ . 2) Хлорная вода окисляет бромид-анион до свободного брома, который окрашивает органический растворитель в соломенно-желтый цвет. Фуксин, обесцвеченный гидросульфитом, окрашивается свободным бромом в синий цвет. Чувствительность реакции 50 $\mu\text{g Br}^-$. $2\text{Br}^- + \text{Cl}_2 \rightarrow 2\text{Cl}^- + \text{Br}_2$
I^-	1) Нитрат серебра образует темно-желтый осадок AgI , нерастворимый в растворах HNO_3 , и NH_4OH (в отличие от хлоридов и бромидов серебра, растворимых в аммиаке). 2) Хлорная вода окисляет йодид-анион до йода: $2\text{I}^- + \text{Cl}_2 \rightarrow \text{I}_2 + 2\text{Cl}^-$ 3) Открываемый минимум - 40 $\mu\text{g I}^-$; предельное разбавление 1:2,5·10 ⁴ . Выделившийся йод можно открыть с помощью крахмала, который окрашивается йодом в синий цвет, или взбалтывая раствор с органическим растворителем, который приобретает красновато-фиолетовую окраску. При прибавлении избытка хлорной воды окраска исчезает, т.к. свободный йод окисляется до бесцветной йодноватой кислоты: $\begin{array}{ccc} \text{I}_2 + 5\text{Cl}_2 + 6\text{H}_2\text{O} & & \\ \rightarrow & & 3 + 10\text{H}^+ + 10\text{Cl}^- \end{array}$ <p>Другие окислители (перманганат калия, дихромат калия и др.) в кислом растворе также окисляют йодид-анион до йода:</p> $\begin{array}{l} \text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} + 2\text{I}^- + 14\text{H}^+ \rightarrow 2\text{Cr}^{3+} + 3\text{I}_2 + 7\text{H}_2\text{O} \\ 2\text{MnO}_4^- + 10\text{I}^- + 16\text{H}^+ \rightarrow 2\text{Mn}^{2+} + 5\text{I}_2 + 8\text{H}_2\text{O} \end{array}$
S^{2-}	1) Хлористоводородная и др. кислоты при взаимодействии с сульфидами выделяют сероводород, который имеет запах тухлых яиц: $\text{S}^{2-} + 2\text{H}^+ \rightarrow \text{H}_2\text{S}$ 2) Сульфид-анион с катионами многих тяжелых металлов образует разноцветные осадки: ZnS (белый), CdS (желтый), CuS , PbS , NiS (черный), HgS (красный) и др. 3) Нитропруссид натрия в щелочном растворе дает красно-фиолетовое окрашивание.
SO_3^{2-}	1) Йодная вода или раствор перманганата калия обесцвечивается. 2) Разбавленные минеральные кислоты выделяют сернистый газ SO_2 , который обесцвечивает раствор KMnO_4 или йода.
SO_4^{2-}	1) Хлорид бария дает белый осадок, нерастворимый в HNO_3 : $\text{Ba}^{2+} + \text{SO}_4^{2-} \rightarrow \text{BaSO}_4$
CO_3^{2-}	1) Минеральные кислоты разлагают карбонаты (и гидрокарбонаты) с образованием углекислого газа CO_2 , который с известковой водой образует белый осадок: $\text{CO}_3^{2-} + 2\text{H}^+ \rightarrow \text{H}_2\text{O} + \text{CO}_2 \quad \text{Ca}(\text{OH})_2 + \text{CO}_2 \rightarrow \text{CaCO}_3$

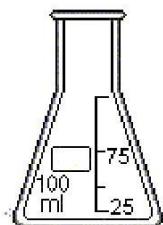
SiO_3^{2-}	1) Минеральные кислоты выделяют гель кремниевой кислоты
CH_3COO^-	1) При растирании в ступке уксуснокислой соли с гидросульфатом калия появляется характерный запах уксусной кислоты (сильная кислота вытесняет из соли слабую):

Анион	Реактив, уравнение реакции, признаки присутствия данного аниона, открываемый минимум (чувствительность реакции)
	$\text{CH}_3\text{COOK} + \text{KHSO}_4 \rightarrow \text{CH}_3\text{COOH} + \text{K}_2\text{SO}_4$ <p>2) Хлорид железа (III) дает на холоде интенсивно-красное окрашивание (вследствие гидролиза до основной соли), при нагревании бурый осадок (образуется конечный продукт гидролиза - гидроксид железа (III)).</p> <p>3) Этиловый спирт (в присутствии конц. H_2SO_4) образует сложной эфир, имеющий специфический фруктовый запах.</p>

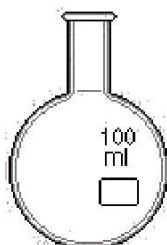
Мерная посуда



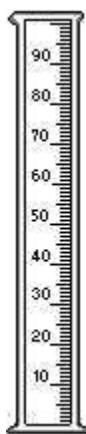
Стакан с носиком служит для хранения жидких и твердых веществ, а также для проведения простейших химических операций (растворение, нагревание)



Колба коническая используется для проведения различных химических операций, например титрования



Колба круглодонная служит для проведения разнообразных химических операций при нагревании.



Цилиндр используют для измерения объема жидкостей.



Воронка конусообразная служит для переливания жидкостей и фильтрования.



Стеклянная палочка предназначена для размешивания веществ в химической посуде. Для предохранения посуды от случайного растрескивания при размешивании веществ на конец стеклянной палочки надевают кусочек резиновой трубки.



Ложка фарфоровая (1), шпатель (2) служат для взятия твердых и сыпучих веществ. Ложка-дозатор (3) предназначена для взятия определенной порции вещества.



Чашка фарфоровая применяется для выпаривания жидкостей.



Ступка с пестиком служат для размельчения и растирания твердых веществ.



Штатив для пробирок, служит для размещения в нем пробирок.



Зажим пробирочный служит для закрепления пробирки, если вещество в пробирке требуется нагреть в пламени.



Склянка с пипеткой служит для хранения растворов реагентов при работе с малыми количествами веществ.



Мерная колба, предназначена для приготовления растворов точной концентрации, а также растворов разбавления.



Пипетки с делениями на слив от любой отметки до сливного кончика. Применяются для точного отмеривания определенных объемов жидкости.



Спиртовка предназначена для нагревания жидкостей.

Критерии выставления оценок за лабораторно-практические занятия

Оценка	Критерии
«5»	<input type="checkbox"/> Практическая работа осуществлена согласно правилам техники безопасности при работе с химическими веществами и оборудованием и плану занятия; <input type="checkbox"/> Самостоятельно собрано и подготовлено оборудование для проведения практического занятия; <input type="checkbox"/> Все опыты проведены согласно методическим рекомендациям в полном объеме; <input type="checkbox"/> Научно грамотно, логично описаны наблюдения и сформулированы выводы из опыта. <input type="checkbox"/> В представленном отчете правильно и аккуратно выполнил все записи, таблицы, рисунки, уравнения химических реакций, вычисления и сделаны выводы
«4»	если студент выполнил все критерии к оценке «5», но при этом: <input type="checkbox"/> не было обеспечено точности измерений; <input type="checkbox"/> или допущены небольшие неточности в проведении эксперимента; <input type="checkbox"/> или допущена одна негрубая ошибка; <input type="checkbox"/> или представленные выводы неполные, существенно не искажающие суть практической работы;
«3»	<input type="checkbox"/> Практическая работа осуществлена согласно правилам техники безопасности при работе с химическими веществами, оборудованием и плану занятия; <input type="checkbox"/> Студент испытывает затруднения в подготовке оборудования для проведения практического занятия; <input type="checkbox"/> Опыты проведены согласно методическим рекомендациям не менее, чем наполовину; <input type="checkbox"/> Допущены ошибки при описании опыта и наблюдений, выводы по ключевым задачам работы сформулированы верно; <input type="checkbox"/> В представленном отчете допущены ошибки в химических уравнениях или вычислениях, допущена небрежность в оформлении графиков, таблиц и схем.
«2»	<input type="checkbox"/> Практическая работа не выполнена (студент не смог начать или не выполнил работу, не подготовил нужное оборудование), грубо нарушает технику безопасности при работе в химической лаборатории; <input type="checkbox"/> Объем выполненной части работы не позволяет сделать правильных выводов; <input type="checkbox"/> Допущены более трех принципиальных ошибок в ходе практической работы, вычислениях, неправильно написаны уравнения химических реакций или они полностью отсутствуют. <input type="checkbox"/> Допускает нарушения правил техники безопасности при работе с химическими веществами и оборудованием по плану занятий, которые студент не в состоянии исправить по рекомендации преподавателя.

Информационное обеспечение обучения (перечень рекомендуемых учебных изданий, Интернет-ресурсов, дополнительной литературы):

Основные источники:

1. Саенко О.Е. Аналитическая химия: учебник для средних специальных учебных заведений / О.Е.Саенко. – Изд. 3-е, доп. и перераб. – Ростов н/Д: Феникс, 2019.-287 с.: ил.
2. Хаханина Т.И. Аналитическая химия: учебное пособие / Т.И.Хаханина, Н.Г.Никитина. – 3-е изд., перераб. и доп. – М.: Издательство Юрайт; Профессиональное образование, 2020.-278 с.: ил.

Дополнительные источники

1. А.А. Ищенко. «Аналитическая химия». М.: Академия, 2019.-320 с.: ил.
2. Михалева М.В., Мартыненко Б.В. Практикум по качественному химическому полумикроанализу. – М.: Дрофа, 2019.-109 с.: ил.
3. Аналитическая химия: учебник для студентов средних профессиональных учебных заведений / [Ю.М.Глубоков, В.А.Головачева, Ю.А.Ефимова и др.]; под ред. А.А.Ищенко. – 7-е изд., стер. – М.: Издательский центр «Академия», 2020.320 с.: ил.
- 4.Харитонов Ю.Я., Григорьева В.Ю. Аналитическая химия. Практикум. Качественный химический анализ. М.: Издательская группа ГЭОТАР Медиа, 2019.-216 с.: ил. Интернет-сайты:
 1. www.prepodu.net
 2. www.for-styidents.ru
 3. www.chem-astu.ru
 4. dic.academic.ru
 5. www.edu.ru