ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ СРЕДНЕГО ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ «КОРОЧАНСКИЙ СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННЫЙ

ТЕХНИКУМ»

Инструкционно-технологическая карта

на выполнение лабораторной работы№1 по дисциплине: «Аналитическая химия»

Тема: Правила работы в аналитической лаборатории и техника безопасности Наименование работы: Правила работы в аналитической лаборатории и техника безопасности. Ведение лабораторного журнала. Цель работы: Изучение правил работы в аналитической лаборатории и техники безопасности.

Приобретаемые умения и навыки: Отработать навыки по оказанию первой помощи, по ведению лабораторного журнала. Норма времени: 2часа.

Место проведения: Аналитическая лаборатория.

Оснащение рабочего места:инструкционно-технологические карты,

учебники,справочники.

Литература: И.К. Цитович, Аналитическая химия, стр.24-26.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Изучить правила работы в аналитической лаборатории и технику

безопасности по прилагаемой инструкции.

1. Приступая к лабораторной работе, следует тщательно проработать относящийся к ней теоретический материал; не выполнять ни одну аналитическую реакцию, пока не станет ясна её химическая сущность.
2. На первом же лабораторном занятии надо организовать своё рабочее место, познакомиться с расположением реактивов в ящике-штативе, переписать календарный план.

3. Концентрированные кислоты и щёлочи, попадая кожу, вызывают ожоги. В этом случае следует обмыть поражённое место водой, остатки кислоты нейтрализовать раствором соды, а остатки щёлочи-уксусной кислотой.

4.Реакции, сопровождающиеся выделением ядовитых газов или паров (например, сероводорода, брома и т.п.), выполняют только под тягой; там же моют использованную посуду.

5.Не разрешается выливать в раковину растворы кислот, щелочей и солей ртути, выбрасывать осадки, фильтры, битое стекло, бумагу и т. П. Для этого служат керамические банки или эмалированные вёдра.

6.Все растворы, содержащие соли серебра, следует собирать в специальные склянки для регенерации металла.

7.Чтобы избежать отравлений, в лаборатории категорически воспрещается принимать пищу. После лабораторной работы необходимо тщательно вымыть руки.

8.Горючие, легко воспламеняющиеся и летучие вещества (спирт, бензол, сероуглерод и т.п.) нельзя держать вблизи пламени или сильно нагретых приборов.

9.Следует повседневно экономить электрическую энергию, газ и дистиллированную воду.

2. ВЕДЕНИЕ ЛАБОРАТОРНОГО ЖУРНАЛА

Все результаты лабораторных работ записывают в лабораторный журнал (во время занятия). Нельзя начинать новый опыт, пока результаты предыдущего не записаны в журнал.

Изучая характерные реакции иона, записывают в журнал названия исходного вещества и реактива, уравнение реакции и её внешний эффект,

свойства полученного осадка (цвет, структура, растворимость в кислотах и т. п.), условия выполнения реакции. Наблюдения и записи, связанные с изучением аналитических реакций, лучше делать произвольно.

Выполняя контрольные работы, то есть собственно анализы, в лабораторный журнал записывают результаты предварительных испытаний, ход систематического анализа, описание всех операций по разделению и обнаружению ионов; в конце протокола должен быть вывод с результатом анализа. Пи этом рекомендуется единая форма записи в лабораторном журнале (см. таблицу).Образец.

1. них использованные пипетки с остатками других реактивов, а загрязнённый реактив тотчас следует заменить свежим.

NH4CI ~ NH3+ HC1, (NH4)2C03 =2NH3+ C02+ H20,

NH4N03=N20|+2H20 (при сильном нагревании взрывает), NH4NO= N 2+ 2Н20.

Анализируемый раствор, содержащий катионы 1-й группы, помещают в тигель, выпаривают досуха и прокаливают сухой остаток до прекращения выделения белого «дыма». Он появляется потому, что аммиак и хлороводород, выходя из области высокой температуры, снова соединяются и образуют мельчайшие кристаллы хлорида аммония. Соли аммония и нелетучих кислот белого «дыма» при прокаливании не дают. Тигель охлаждают, растворяют часть сухого остатка в воде и делают пробу на полноту удаления иона аммония с реактивом Несслера; если полное удаление его не достигнуто, продолжают прокаливание. 2.13. РЕАКЦИИ КАТИОНОВ МАГНИЯ —Mg2+

* 1. Щелочи (КаОН и КОН) выделяют из растворов солей магния белый аморфный осадок гидроксида:

Эту реакцию используют для отделения магния от других катионов 1-й группы, у которых гидроксиды хорошо растворимы в воде. Гидроксид аммония осаждает ионы магния не полностью, а в присутствии солей аммония диссоциация гидроксида аммония подавляется и осадок гидроксида магния не выпадает.

В пробирку с 2 — 3 каплями раствора соли магния прибавляют столько же раствора гидроксида калия, обращают внимание на аморфный характер осадка.

К 2 каплям раствора соли магния в другой пробирке приливают сначала 2 капли насыщенного раствора хлорида аммония, а затем 2 капли гидроксида аммония. Убеждаются, что осадок не выпадает.

* 1. Гидрофосфат натрия в присутствии гидроксида и хлорида аммония дает с солями магния белый кристаллический осадок фосфата магния-аммония: MgCl2 +Na2HP04+ NH4OH= MgNH4P04| + 2NaCl+ H20.

нуль и, вращая кольцо компенсатора, добиваются четкой границы светотени в оптическом поле. Эта граница при 20° С должна проходить через нулевое деление шкалы. Если же этого не наблюдается, то коррекция прибора, которую выполняет только преподаватель: отвинчивает ключом винт на один оборот и, удерживая отсчетный барабан в нулевом положении, поворачивает шайбу до совпадения границы светотени с нулевым делением шкалы; после этого завинчивает винт. Рефрактометр готов к работе. Ход определения.

Получив у преподавателя в химический стакан немного водного раствора сахарозы неизвестной концентрации, приступают к анализу. Открывают призмы, насухо вытирают ватой их рабочие поверхности, помещают между ними стеклянной полочкой (или пипеткой) 1 -2 капли анализируемого раствора, вращением кольца компенсатора добиваются четкой границы светотени в оптическом поле, приводят отсчетный барабан в нулевое положение и наблюдают на шкале положение границы светотени. Если эта граница окажется между делениями шкалы, то поворотом отсчетного барабана доводят её до ближайшего нижнего деления. Записывают результат измерения, отсчитывая целые числа по шкале, а десятые доли - по отсчетному барабану.

Отсчет показаний рефрактометра при каждом определении делают несколько раз. Поэтому, смещая границу светотени попеременно вверх или вниз по шкале, повторяют отсчеты показателя преломления пять раз. После этого снова промывают и вытирают рабочие поверхности призм, наносят на них еще 1-2 капли анализируемого раствора и выполняют вторую серию измерений. Наконец, вычисляют среднее значение показателя преломления.

Процентное содержание сахарозы в растворе находят по шкале. Правильность определения процентного содержания сахарозы в растворе проверяют у преподавателя.

Закончив работу на рефрактометре, промывают рабочие поверхности призм дистиллированной водой, насухо вытирают ватой, оставляют прослойку гигроскопической ваты между камерами, прибор обязательно закрывают чехлом.

Контрольные вопросы.

* + 1. В чем сущность рефрактометрического определения?
    2. Каковы области применения рефрактометрии?
    3. Каков принцип действия рефрактометров?

Областное государственное автономное образовательное учреждение среднего профессионального образования «Корочанский сельскохозяйственный техникум»

ИНСТРУКЦИОННО - ТЕХНОЛОГИЧЕСКАЯ КАРТА

на выполнение лабораторной работы №. ' I \*fпо дисциплине: « Основы аналитической химии»

Тема: Определение (рН) вытяжки из почвы на рН-метре

Цель работы: Отработать умения и навыки по определению реакции почвПриобретаемые умения и навыки: Освоение методики постановки химического эксперимента.

Техника безопасности: Соблюдать правила работы с химическими веществами, поддерживать дисциплину и чистоту на рабочем месте, не принимать пищу в лаборатории, мыть руки после работы с химическими веществами.

Место проведения: Химическая лаборатория Норма времени: 2 часа.

Оснащение рабочего места:1) Потенциометр, химическая посуда, реактивы, Литература: Цитович И. К. Аналитическая химия, стр. 284-285

Принцип метода.

Приготовление водной (или солевой) вытяжки из почвы. В

агрохимических и почвенных лабораториях определяют как рН водной вытяжки из почвы (актуальную кислотность), так и рН вытяжки, приготовленной на 1 н. раствора хлорида калия (обменную кислотность). Но рН водной вытяжки из почвы — величина неустойчивая, меняющаяся в течение вегетационного периода. Поэтому чаще определяют рН солевой вытяжки (КС 1-вытяжки), величина которого обычно ниже, чем рН водной вытяжки из той же почвы. По величине рН солевой вытяжки из почвы судят о степени ее кислотности и необходимости известкования. Считают, что при рН 3—4 почва сильнокислая, 4—5 — кислая, 5—6 — слабокислая, 7 — нейтральная, 7—8 — слабощелочная, 8—9 — щелочная, 9— 11—сильнощелочная. Почвы с величиной рН солевой вытяжки меньше 4,5 сильно нуждаются в известковании.

Из средней пробы сырой (непросушенной) почвы берут навеску 20 г, взвешивают в фарфоровой чашке на технохимических весах. Переносят почву в колбу емкостью 100—150 мл, приливают 50 мл дистиллированной воды (или 0,1 н. раствора хлорида калия), перемешивают содержимое колбы, закрывают пробкой и оставляют на 18—24 ч (до следующего занятия). После этого осторожно, не взмучивая осадок, отбирают пипеткой в стакан 10—20 мл прозрачной, бесцветной вытяжки для определения величины рН.

Ход определения.

Сначала внутреннюю поверхность полиэтиленового сосуда тщательно промывают струей дистиллированной воды и осушают фильтровальной бумагой. Затем обмывают дистиллированной водой из промывалки стеклянный электрод, избыток воды удаляют фильтровальной бумагой.

В полиэтиленовый сосуд наливают 0,5—2 мл анализируемой водной или солевой вытяжки из почвы и надевают сосуд непосредственно на стеклянный электрод 8; когда показания прибора примут установившиеся значения, отсчитывают величину рН по шкале прибора.

Закончив работу, снимают полиэтиленовый сосуд со стеклянного электрода, промывают тот и другой дистиллированной водой; наполняют сосуд водой и надевают на стеклянный электрод во избежание его высыхания. Выключают рН-метр.

Контрольные вопросы

* + - 1. В чем сущность потенциометрического определения?
      2. Какую аппаратуру используют в потенциометрии?
      3. Каково устройство потенциометров?

ЛПЗ ПО АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ

(ДЛЯ СТУДЕНТОВ 21-Т ГРУППЫ)

* + - * 1. Правила работы в аналитической лаборатории и техника безопасности (2)
        2. Общая характеристика катионов первой группы. Реакции катионов первой группы (2)
        3. Общая характеристика и реакции катионов второй аналитической группы (2)
        4. Общая характеристика катионов третьей группы. Действие группового реагента. Реакции катионов третьей группы (2)

5-6. Анализ смеси анионов (1)-(Ш) аналитических групп (4)

7. Изучение устройства и техники взвешивания на аналитических весах (2)

8-9. Определение кристаллизационной воды в кристаллогидратах (4)

10-11. Определение содержания сухого вещества в растительном материале (4)

Приготовление стандартизированного раствора соляной кислоты. Определение карбонатной жёсткости воды (2)

Определение общей «титруемой» кислотности плодов и овощей (2)

Перманганатометрическое титрование. Приготовления стандартизованного раствора перманганата калия (2)

Йодометрическое титрование (2)

. 16. Определение общей жесткости воды (2)

Определение меди в растворе с помощью фотоэлектроколориметра (2)

Определение содержание соли и сахара в водном растворе с помощью рефрактометра (2)

Определение (рН) вытяжки из почвы на рН-метре (2)

Разделение железа (III) и меди (II) с помощью хроматографии на бумаге (2)

Хлорид аммония прибавляют, чтобы от действия гидроксида аммония не выпал осадок гидроксида магния. Поскольку фосфат магния-аммония растворим в минеральных кислотах и даже в уксусной кислоте, реакцию выполняют в нейтральной или слабощелочной среде. В пробирку с 2 — 3 каплями раствора соли магния прибавляют 2 капли раствора хлорида аммония и 4 капли реактива Na2HP04затем добавляют 2 н. гидроксида

аммоний до щелочной реакций на лакмус (или до запаха аммиака), перемешивая палочкой после каждой капли реактива. Катионы других групп мешают обнаружению магния. Эту реакцию выполняют и микрокристаллоскопически.

Хромоген черный. Этот органический краситель дает с ионами магния комплекс винно-красного цвета.

В пробирку с 4—5 каплями раствора соли магния прибавляют 1—2 капли раствора гидроксида аммония (или аммонийной буферной смеси) и 2—3 капли спиртового раствора хромогена черного. Раствор становится винно- красным, но осадок не выпадает (получающееся соединение растворимо в воде). Вместо раствора хромогена можно добавить несколько крупинок смеси красителя с хлоридом натрия (в отношении 1: 100).

Магнезон I (п-нитробензолазорезорцин), имеющий в щелочной среде красно-фиолетовую окраску, адсорбируется осаждающимся гидроксидом магния и окрашивает его в синий цвет.

К 2—3 каплям нейтрального или слабокислого раствора соли магния (на капельной пластинке) прибавляют 1—2 капли щелочного раствора магнезона. Наблюдают переход красно-фиолетовой окраски реактива в синюю или выпадение синего осадка (если появится желтая окраска, избыточную кислоту нейтрализуют 1— 2 каплями раствора гидроксида натрия).

Соли аммония мешают выполнению реакции и должны быть удалены.

5. 8-оксихинолин выделяет из аммиачных растворов солей магния зеленовато-желтый кристаллический осадок оксихинолята магния: Mg2++ 2HC9H6NO<->Mg (C9H6NO)2+ 2H+.

Этот осадок растворим как в минеральных кислотах, так и в уксусной кислоте, выпадает только из аммиачных растворов (рН 9,5—12,5). В пробирку с 2 каплями раствора соли магния прибавляют 1 каплю насыщенного раствора хлорида аммония, 2 капли концентрированного МН4ОН и затем 3 капли 5 %-ного спиртового раствора 8-оксихинолина. Перемешивают. Катионы 1-й и 2-й групп не мешают.

СИСТЕМАТИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ СМЕСИ КАТИОНОВ 1-й ГРУППЫ

Изучение реакций показало, что присутствие в растворе ионов аммония мешает обнаружению калия и натрия реакцией с K[Sb(ОН)6], но ионы аммония могут быть удалены из раствора выпариванием и прокаливанием. Обнаружению катиона натрия действием K[Sb(ОН)6] мешает также магний, но его легко осадить в виде гидроксида (действуя гидроксидом калия). Катион калия можно беспрепятственно обнаруживать в присутствии натрия и магния. Обнаружению ионов аммония и магния другие катионы 1-й группы не мешают.

Ход анализа смеси катионов 1-й группы построен с учетом этих особенностей ионов.

Обнаружение иона аммония. Катион аммония обнаруживают дробным методом, поскольку другие ионы этому не мешают.

К 2—3 каплям анализируемого раствора приливают 3—4 капли 2 н. гидроксида натрия, ставят на водяную баню, держат в парах над пробиркой влажную красную лакмусовую (или фенолфталеиновую) бумажку. В при­сутствии иона аммония лакмусовая бумага синеет, а фенолфталеиновая — розовеет.

Обнаружение иона магния. Обнаружению магния другие катионы 1-й группы не мешают, и для этого также используется дробный метод.

В пробирку берут 2—3 капли анализируемого раствора, прибавляют 2 капли раствора хлорида аммония и 4 капли гидрофосфата натрия. Далее по каплям добавляют 2 н. гидроксид аммония (при перемешивании палочкой) до щелочной реакции на лакмус (или до появления запаха аммиака), потирают палочкой стенки пробирки, дают постоять. Появление белого кристалли­ческого осадка фосфата магния-аммония указывает на присутствие катиона магния. Если положительный эффект этой реакции был нечетким, обнаруживают катион магния в отдельных порциях раствора реакциями с 8- ок-сихинолином, хромогеном черным или магнезоном.

Удаление иона аммония. 12—15 капель исходного раствора выпаривают в тигле и прокаливают до полного разложения солей аммония. Когда же выделение белого «дыма» прекратится, берут палочкой крупинку сухого остатка и растворяют на часовом стекле в капле воды. Делают пробу на полноту удаления аммония с реактивом Несслера. Если аммоний еще присутствует, продолжают прокаливать сухой остаток. Добившись полного удаления аммония, растворяют содержимое тигля в 6— 8 каплях воды, переносят раствор в коническую пробирку, центрифугируют и отбрасывают осадок гидроксохлорида магния, получившегося в результате гидролиза хлорида магния. Центрифугат используют для обнаружения катионов калия и натрия.

Обнаружение катиона калия. Обнаружению калия больше ничто не мешает. В пробирку с 1—2 каплями центрифугата приливают 2—3 капли раствора гексанитрокобальтата (III) натрия, дают постоять. Выпадение желтого осадка К2Na[Co(N02) б] говорит о присутствии катиона калия.

Удаление иона магния. Если по п. 2 был обнаружен магний, его удаляют перед обнаружением катиона натрия. Для этого ко всему центрифугату, оставшемуся после обнаружения калия, приливают 2 н. раствора гидроксида калия (но не NaOH!) до сильнощелочной реакции, нагревают на бане, центрифугируют и отбрасывают осадок гидроксида магния.

Обнаружение иона натрия.Центрифугат, содержащий избыток гидроксида калия и, возможно, еще не открытые катионы натрия, нейтрализуют и обязательно концентрируют. Иначе концентрация иона натрия будет недостаточна для его обнаружения.

Весь центрифугат помещают в микротигель, приливают 2 н. соляной кислоты до кислой реакции, выпаривают досуха, прокаливают до полного удаления избытка соляной кислоты, дают тиглю остыть, растворяют сухой остаток в 2 —3 каплях воды и при необходимости центрифугируют в конической пробирке. Прозрачный центрифугат переносят в другую пробирку и обнаруживают в нем натрий действием гексагидроксостибиата калия.

При наличии ацетата цинкуранила натрий обнаруживают, не удаляя магний 7. Проверочные реакции на катионы натрия и калия. Правильность вывода о присутствии в растворе катионов натрия и калия проверяют по окрашиванию пламени.

Федеральное государственное образовательное учреждение среднего профессионального образования «Корочанский сельскохозяйственный техникум»

ИНСТРУКЦИОННО - ТЕХНОЛОГИЧЕСКАЯ КАРТА

на выполнение лабораторной работы №• по дисциплине: «Аналитическая химия»

Тема:Катионы второй аналитической группы. Систематический анализ смеси катионов 1-й и 2-й групп (без катионов стронция). Цель работы: Отработать умения и навыки по распознаванию катионов первой и второй аналитических групп.

Приобретаемые умения и навыки: Освоение методики постановки химического эксперимента.

Техника безопасности: Соблюдать правила работы с химическими веществами, поддерживать дисциплину и чистоту на рабочем месте, не принимать пищу в лаборатории, мыть руки после работы с химическими веществами.

Место проведения: Химическая лаборатория

Норма времени: 2 часа.

Оснащение рабочего места:1) реактивы:

соли кальция, магния, бария; 2н. уксусная кислота, 2н гидроксид аммония, хлорид аммония, карбонат аммония, 2н. соляная кислота, гидрофосфат натрия, ацетат натрия, дихромат калия,оксалат аммония, лакмусовая бумага, серная кислота;

химическая посуда: пробирки,,

водяная баня,

электроплитка.

Литература: Цитович И. К. Аналитическая химия, стр.67-72.

Ход работы

1. Под руководством преподавателя студенты знакомятся с общей характеристикой и значением катионов второй аналитической группы. 2.Ознакомление студентов с реакциями катионов 2-й аналитической группы, с действием группового реагента (стр.67-70). 3. Выполнение лабораторной работы.

СИСТЕМАТИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ СМЕСИ КАТИОНОВ 2-й и 1-й ГРУПП (БЕЗ КАТИОНОВ СТРОНЦИЯ)

Карбонаты, сульфаты, оксалаты, фосфаты кальция и бария малорастворимы в воде; из хроматов хорошо растворим только хромат кальция. Эти особенности соединений катионов 2-й группы положены в основу анализа их смеси с катионами 1-й группы.

1. Предварительные испытания. Анализ начинают с предварительных испытаний, проводимых в отдельных порциях раствора. Сначала обнаруживают ион МН 4+, так как, отделяя катионы 2-й группы, мы сами введем его в раствор с карбонатом аммония. Для этого проводят реакцию со щелочью при нагревании.

Необходима также проба на присутствие катионов 2-й группы, от результата которой зависит дальнейший ход анализа. К 2—3 каплям исходного раствора прибавляют 2 н. гидроксида аммония до щелочной реакции, одну каплю раствора хлорида аммония и 2—3 капли карбоната аммония. Выпадение белого осадка указывает на присутствие катионов 2-й группы. Если они отсутствуют, исследуют раствор как смесь катионов одной 1-й группы.

1. Отделение катионов 2-й группы от катионов 1-й группы.

Катионы кальция и бария мешают обнаружению ионов 1-й группы, так как дают осадки с гидрофосфатом натрия и другими реактивами. Поэтому их отделяют от катионов 1-й группы.

Ко всему исследуемому раствору прибавляют сначала 2 н. гидроксида аммония до слабого запаха аммиака, затем 2—3 капли 2 н. раствора хлорида аммония, нагревают на бане и приливают 8—10 капель группового реагента. Содержимое пробирки перемешивают, центрифугируют, осадок отделяют; для проверки полноты осаждения прибавляют еще каплю карбоната аммония; если появится муть, приливают еще 4—5 капель карбоната аммония и повторяют пробу на полноту осаждения. Добившись полного осаждения карбонатов катионов 2-й группы, нагревают жидкость с осадком на бане, центрифугируют, переносят центрифугат в другую пробирку и промывают осадок один раз горячей водой. Осадок анализируют по п. 3. Центрифугат, содержащий катионы 1-й группы, исследуют, как описано в систематическом анализе смеси катионов 1-й группы. Следует помнить, что он содержит избыток карбоната и других солей аммония. Поэтому удаление иона аммония обязательно.

1. Растворение осадка карбонатов. К осадку, в котором могут содержаться карбонаты кальция и бария, прибавляют 8—10 капель 2 н. уксусной кислоты и нагревают; раствор должен получиться прозрачным, но если

реактивы содержали примеси сульфат-иона, то образовавшиеся сульфаты кальция и бария не растворятся в уксусной кислоте и дадут муть, которую надо отцентрифугировать и отбросить. Центрифугат анализируют по п. 4.

1. Обнаружение и отделение катиона бария. Поскольку барий мешает обнаружению кальция реакцией с оксалатом аммония, необходимо узнать, присутствует ли он в растворе.

К капле уксуснокислого центрифугата прибавляют каплю раствора ацетата натрия и действуют каплей раствора дихромата калия. В присутствии катионов бария выпадает желтый осадок хромата бария.

Обнаружив барий, удаляют его перед обнаружением катионов кальция. Ко всему центрифугату прибавляют 2—3 капли раствора ацетата натрия и приливают раствор дихромата калия до оранжево-желтого окрашивания, то есть до избытка дихромат-ионов, обеспечивающего полное осаждение катионов бария. Затем нагревают содержимое пробирки на бане, центрифугируют и отбрасывают осадок хромата бария. Центрифугат же анализируют по п. 5.

5. Обнаружение катиона кальция. Прибавляют к центрифугату 4—5 капель раствора оксалата аммония и нагревают на бане. В присутствии катионов кальция выпадает осадок оксалата кальция. Белая окраска его, замаскированная избытком дихромата калия, обнаруживается после промывания водой.

Растворяют полученный осадок в 2 н. соляной кислоте и для проверки делают микрокристаллоскопическую реакцию с серной кислотой или реакцию с мурексидом.

* 1. На пробирках с растворами (или осадками) должны быть этикетки.
  2. Все концентрированные кислоты, щёлочи и дурно пахнущие реактивы должны находиться в вытяжном шкафу.
  3. Концентрированные кислоты и щёлочи, попадая кожу, вызывают ожоги. В этом случае следует обмыть поражённое место водой, остатки кислоты нейтрализовать раствором соды, а остатки щёлочи-уксусной кислотой.
  4. Реакции, сопровождающиеся выделением ядовитых газов или паров (например, сероводорода, брома и т.п.), выполняют только под тягой; там же моют использованную посуду.
  5. Не разрешается выливать в раковину растворы кислот, щелочей и солей ртути, выбрасывать осадки, фильтры, битое стекло, бумагу и т. П. Для этого служат керамические банки или эмалированные вёдра.
  6. Все растворы, содержащие соли серебра, следует собирать в специальные склянки для регенерации металла.
  7. Чтобы избежать отравлений, в лаборатории категорически воспрещается принимать пищу. После лабораторной работы необходимо тщательно вымыть руки.
  8. Горючие, легко воспламеняющиеся и летучие вещества (спирт, бензол, сероуглерод и т.п.) нельзя держать вблизи пламени или сильно нагретых приборов.
  9. Следует повседневно экономить электрическую энергию, газ и дистиллированную воду.

2. ВЕДЕНИЕ ЛАБОРАТОРНОГО ЖУРНАЛА

Все результаты лабораторных работ записывают в лабораторный журнал (во время занятия). Нельзя начинать новый опыт, пока результаты предыдущего не записаны в журнал.

Изучая характерные реакции иона, записывают в журнал названия исходного вещества и реактива, уравнение реакции и её внешний эффект, свойства полученного осадка (цвет, структура, растворимость в кислотах и т.

Федеральное государственное образовательное учреждение среднего профессионального образования «Корочанский сельскохозяйственный техникум»

ИНСТРУКЦИОННО - ТЕХНОЛОГИЧЕСКАЯ КАРТА на выполнение лабораторной работы № 7 по дисциплине: «Аналитическая химия»

Тема: Техника взвешивания на аналитических весах. Цели работы:

* + 1. Изучить устройство весов

2.Отработать умения и навыки по взвешиванию навесок веществ. Приобретаемые умения и навыки: Освоение методики работы с весами. Техника безопасности: Соблюдать правила работы с химическими веществами, поддерживать дисциплину и чистоту на рабочем месте, не принимать пищу в лаборатории, мыть руки после работы с химическими веществами.

Место проведения: Химическая лаборатория Норма времени: 4 часа.

Оснащение рабочего места: весы, разновесы, бюксы, соли, инструкционные карты.

Литература: Цитович И. К. Аналитическая химия, стр.138-142.

Ход работы

* + - 1. Под руководством преподавателя студенты знакомятся с устройством весов и правилами взвешивания на них.

2.Самостоятельная работа студентов (взвешивание контрольных навесок солей).

ТЕХНИКА ВЗВЕШИВАНИЯ НА АНАЛИТИЧЕСКИХ ВЕСАХ.

* + - * 1. Удобно садятся на стул перед весами, осматривают их, убеждаются, что внутри шкафа чисто, на чашках нет пыли. Проверяют, имеется ли рейтер на краю движка, все ли разновески находятся в гнездах футляра.
        2. Определяют нулевую точку весов, представляющую собой то деление шкалы, от которого стрелка отклоняется в обе стороны на одинаковое число делений. При этом не ждут остановки стрелки, так как колебания ее затухают долго, а находят нулевую точку путем вычислений. При закрытых дверцах шкафа медленно опускают арретирный диск, то есть приводят коромысло в плавное качание. Первые два отклонения стрелки не принимают во внимание (они обусловлены толчком арретира), а начиная с третьего колебания, отсчитывают и записывают величины отклонений стрелки влево и вправо от нулевого деления шкалы, оценивая на глаз доли делений. Делают три отсчета вправо и два влево, находят среднее арифметическое для отклонений стрелки в каждую сторону:

Отклонения стрелки вправо Отклонения стрелки влево

6,0 5,5

7,0 6,5 6,0

Среднее 6,5

Среднее 5,7

Разность между этими величинами делят пополам: 6,5-5,7/2=0,4. Нулевая точка расположена на 0,4 деления вправо от нуля шкалы. Когда нулевая точка не совпадает с нулем шкалы на 2—3 деления, уравновешивают весы балансирными гайками. Но у хорошо отрегулированных весов нулевая точка почти совпадает с нулем шкалы и у нагруженных весов называется точкой равновесия.

3. Вычислив нулевую точку, арретируют весы и приступают к взвешиванию. Достают из эксикатора бюкс, закрывают его крышкой и, открыв левую дверцу шкафа, ставят на чашу весов; дверцу закрывают.Затем ставят разновес справа от весов, открывают другую дверцу и на правую чашку кладут пинцетом гирьку, которая заведомо тяжелее бюкса, например 20 г. Закрывают дверцу и, слегка поворачивая левой рукой арретирный диск, наблюдают за отклонениями стрелки; если разновеска действительно тяжелее бюкса и стрелка отклонится влево, весы арретируют, снимают пинцетом гирьку с чашки и переносят в гнездо футляра. Ставят на чашку следующую по порядку гирьку в 10 г, а если этого окажется мало, то (арретировав предварительно весы) добавляют гирьку в 5 г. Возможно, что и при этом бюкс окажется тяжелее; тогда прибавляют еще 2 г, а если этого будет много, то снимают 2 г и кладут гирьку в 1 г.

Если же гирьки в 1 г окажется мало (а двух граммов было много), находят десятые и сотые доли грамма при помощи миллиграммовых разновесок, которые прибавляют и снимают по порядку, начиная с 0,5 г и кончая 0,01 г. Когда при добавлении 0,01 г стрелка отклонится влево от нулевой точки, снимают с чашки разновеску в 10 мг, закрывают правую дверцу шкафа и приступают к работе с рейтером. Сначала при помощи движка ставят рейтер на деление 5 правой части шкалы, поворачивают арретирный диск вправо до отказа и наблюдают отклонения стрелки от нулевой точки: если стрелка сильнее отклонится вправо, то и рейтер перемещают вправо, в обратном случае — влево. Поместив рейтер на шкалу, убирают крючок движка. Прежде чем переместить рейтер по шкале, всякий раз арретируют весы. Добившись, чтобы стрелка отклонялась в обе стороны от нулевой точки на одинаковое число делений, подсчитывают массу бюкса по пустым гнездам в футляре и по положению рейтера на шкале; цифры на ней показывают тысячные доли грамма, а каждое маленькое деление между ними—0,0002 г. Так, если разновесок на правой чашке было 16,85 г, а отсчет с помощью рейтера составил 66, то масса бюкса равна 16,8566 г. Записывают массу бюкса в журнал.

4. Закрывают футляр разновеса, снимают крючком рейтер со шкалы, взвешенный бюкс помещают в эксикатор.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

ТЕМА: ОЗНАКОМЛЕНИЕ С УСТРОЙСТВОМ АНАЛИТИЧЕСКИХ ВЕСОВ И

ТЕХНИКОЙ ВЗВЕШИВАНИЯ НА НИХ

ЦЕЛ Ь РАБОТЫ: Отработать умения и навыки по взвешиванию навесок

различных веществ на аналитических весах

ХОД РАБОТЫ;

I. Под руководством преподавателя изучить устройство аналитических весов и разновесов.

И. Изучить правила техники обращения с аналитическими весами по прилиГаемойинструкции

При работе на аналитических весях необходимо соблюдать следующие правила.

Перед каждым взвешиванием проверяют состояние весов. Смахивают с чашек пыль мягкой кисточкой. Обращают внимание то, установлены ли весы в вертикальном положении по отвесу. Проверяют равновесие ненагруженныхвесов.

2.Нельзя проводить на аналитических весах грубые взвешивания нетребующие большой точности. Прибавлять и убавлять взвешиваемое вещество следует только вне шкафа весов.

* + - * 1. Взвешиваемое вещество ни в коем случае не следует класть непосредственно на чашу весов, так как от этого весы портятся
        2. Перед взвешиванием следует удобно сесть на ступ строго против колонки весов; во время взвешивания стол передвигатьпередвигать; весы не сдвигать с занимаемого ими места; на кротшггейн не облокачиваться.
        3. Никогда не нагружать весы сверх указанной пределы юн jгагрузки.
        4. Прежде чем посгаврггь взвешиваемый предмет на левую чашку весов, необходимо проверить, пет ли загрязнений тта его внешнейnoBq^xHocm.
        5. Нельзя ставить тта чашку весов теплые (или холодные) предметы. Взвешиваемый предает должен предварительно остыть (или нагреться) в эксикаторе дотемпера! урьт весов.
        6. Ставить втвепгиваемьтитгредмст или про на чашки весов, снимать их, а также- вообще касаться весов ' тем бы то тти было можно только после арретттрования их.
        7. Арретнрныи диск от тускать (или поднимать) медленно, плавно, осторожно.

10 При взвешивании избегать раскаштвания чашек весов.

1. Отсчеты колебания стрелки следует производить только при закрытых боковых дверцах весов; первые два колебания стрелки не учитывать.
   1. Разновески следует брать только пинцетом.
   2. Разновески должны находиться только в соответствующих гнездах футляра или на правой чашке весов.
   3. Запись результатов взвешивания следует производить по пустым гнездам в футляре, проверяя правильность записи при переноске гирек на места.
   4. Футляр с разновесом можно открывать только во время работы с гирьками.
   5. По окончании Езвегштяш-ш весы должны был, арретированы, боковые дверцы штолю закрыты, aгусарик агат с коромысла крючком, приспособлюше для перемещения гусарика слезет вдвтшуть внутрь шкафа
   6. Аккуратно и своевременно записывал\* результаты всех взвешивании в лабораторт сын журнал.
   7. liceвзвешивания по данному анализ}' должны быть выполнены на одних и тех же весах с помощью одного и того же разновеса

III. Отработать умения и навыки по взвешиванию навесок различных веществ, полученных у лаборанта

МАТЕРИАЛЫ ИОБО РУДО В АНИ Е. Аналитические весы, разновесы,

пинцеты, навески различных веществ часовые стекла

Контрольные вопросы для зачета:

* + 1. Когда аналитические весы считают достаточно чувствительными, ус1\жгтвымиpiправильными?
    2. Куда помещают взвешиваемое вещество?
    3. Почему нельзя прикасаться к неарретированным весам?

п.), условия выполнения реакции. Наблюдения и записи, связанные с изучением аналитических реакций, лучше делать произвольно.

Выполняя контрольные работы, то есть собственно анализы, в лабораторный журнал записывают результаты предварительных испытаний, ход систематического анализа, описание всех операций по разделению и обнаружению ионов; в конце протокола должен быть вывод с результатом анализа. Пи этом рекомендуется единая форма записи в лабораторном журнале (см. таблицу).Образец.

Анализ смеси катионов 2-й и 1-й аналитических групп

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| № | Анализируемое | Аналитическая | Наблюдения | Заключение | Состав | Ионы, |
| опера­ | вещество | операция |  |  | осадка | остающиеся в |
| ций |  | и  прибавляемые реактивы |  |  |  | растворе |
| 1 | Часть | Проба на | Лакмусовая | Присутствует |  |  |
|  | анализируемого | катион NH/ | бумажка | катион NH4+ | - | - |
|  | раствора | NaOHпри нагревании | посинела |  |  |  |
| 2 | То же | Проба на присутствие катионов 2-й группы:  (NH4)2C03, NH40H, NH4C1 при  нагревании | Белый осадок | Присутствуют катионы 2-й группы | - | - |
| 3 | Весь | Осаждение |  |  | Осадок | Центрифугат |
|  | анализируемыи | катионов 2-й |  |  | №1: | №1; |
|  | раствор | группы: |  | Осаждены | возможно | возможно |
|  |  | (NH4)2C03,в | То же | катионы 2-й | СаСОз | K+'Na+, Mg2+> |
|  |  | присутствииNH40H,NH4C1 |  | группы | ВаСОз | NH4+ |
|  |  | и при |  |  |  |  |
|  |  | нагревании |  |  |  |  |
|  | Тот же раствор | Проба на | Муть не | Катионы 2-й |  |  |
| 4 |  | полноту осаждения: | появилась | осаждены полностью |  |  |
| 5 | И т. д. | (NH4)2C03 |  |  |  |  |

Вывод: в растворе присутствуют катионы...

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КРИСТАЛЛИЗАЦИОННОЙ ВОДЫ В КРИСТАЛЛОГИДРАТАХ

Г1Р [ 11111И11 М Е Т ОД А. Содержание кристаллизационной воды принят определять высушиванием кристаллогидрата до постоянной массы при определенной температуре. Хлорид бария ВяСЬ \* 2Н;0 и сушат при температуре 120-125\*С. Предназначенный дня определения кристаллогидрат должен быть воздушно-сухим.

ХОД ОПРЕДЕЛ I'!11 НИ. Чистый бюкс нумеруют (простым карандашом на шлифованной части), и, положив крышку сверху на ребро, ставят в синильный шкаф с температурой 120-125 С, спустя 45-60 мин переносят бюкс (не закрывая его) тигельными щипцами в эксикатор и относят в весовую комнату. Через 15-20мин взвешивают его и записывают массу в лабораторный журнал. Сушат бюкс еще 1-2 раза по 30 мин, до постоянной массы, т.е. до тех пор, пока результаты двух последних взвешиваний будут отличаться не более чем на 0,0002.

Затем помещают в бюкс 1-Зг свежеперекристаллизованного воздушно-сухого хлорида бария, закрывают крышкой и взвешивают на аналитических весах.

Приступая к высушиванию кристаллогидрата, открывают бюкс с навеской, кладут крышку на ребро, ставят в сушильный шкаф на 1,5-2ч при температуре 120-125 С (при более высокой температуре возможно разложение соли).

Переносят бюкс в эксикатор, оставляют на 15-20мнн, около весов, закрывают бюкс и взвешивают. Повторяют высушивание (по ЗОмнн.) до постоянной массы. Все результаты вз^шиваний записывают в журнал и делают вычисления.

Пример записи в журнале и вычислений.

Взвешивание до высушивания крисгалиюпщрата

Масса бюкса после 1-го взвешивания 20,5230г.

Масса бюкса после 2-го взвешивания 20,5228г.

Постоянная масса бюкса 20,522.8г.

Масса бюкса с ВаС12 \* 2Н20 23,1150г.

Масса хлорида бария 2,5922г.

Взвешивания при высушивании кристаллогцщкп а Масса бюкса с солью после 1-го высушивания 22.7280г.

Масса бюкса с со га,гопосле 2-го высушивания 22,7276г.

Масса бюкса с солью после 3-го высушивания 22,7274г.

Постоянная масса с ВаСЬ 22.5922г.

Вычисляют количество кристаллизационной воды п навеске: 23,1150 - 22,7274 = 0,3876г. Н20

Содержание ее вьфажают в процентах:

2,5922г. образца содержат 0.3876 г. ТЬО 100 \* 0,3876

100г. /=/ Хг. Н20 Х= =14,94%

2,6922

МАТЕРИАЛЫ И ОБОРУДОВАНИЕ. Весы, разновесы, эксикатор, бюксы, кристаллогидраты, сушильный шкаф.

Контрольные вопросы для зачета:

* + - 1. Что изучает аналитическая химия?\*
      2. Каковы задачи количественного анализа?
      3. Какие методы количественного анализа вы знаете?
      4. В чем состоит сущность гравиметрии?
      5. Перечислите оперший! гравиметрического анализа?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №19 -tf

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СУХОГО ВЕЩЕСТВА Р> РАСТИТЕЛЬНОМ МАТЕРИАЛЕ

ЦЕЛЬ РАБОТЫ. Отработать умения и навыки по определению содержания сухих веществ в распгтетп^номMaTqinane.

ПРИII[ДНИ МЕТОДА. По количеству сухого вещества в плодах и овощах судят об их ценности, т.к. содержание сухого вещества обычно коррелирует с количеством соединений, полезных в пищевом отношении.

Подготовка растительного материала к анализу. Плоды и овощи быстро измельчают ножом из нержавеющей стали на деревянной или пластмассовой доске- до частиц размером около Змм ( сушеные плоды или овощи — до 1 -2мм).

Если анализируют семечковые плоды или корнеплоды, то измельчают их па терке из нержавеющей стали, а ягоды - в фарфоровой ступке или гомогенизаторе (получезиную пастообразную или шореобразную массу перед вьюутииванием перемешивают с двойным количеством чистого кварцевого песка).

^ ХОД ОПРЕДЕЛЕПНЯ, Берут два чистых и предварительно высушенных стеклянных бюкса взвешивают на шашпических весах с точностью до 1мг и записываютtixмассу в лабораторный журнал (масса гиД При анализе пастообразной массы в каждый бюкс насыпают немного кварцевого песка и помещают небольшую стеклянную папочку для перемешивания.

Затем в каждый бюкс кладут прибгапительыо по 2-Зг помельченных плодов или овощей, закрывают крышкой и взвешивают на дааштгческих весах с точностью до 1мг (масса тД

Огкрьпые бюксы с сырой навеской ставят в сушильный шкаф, высушивают первые 20-30 мин при температуре 100-105 С (для прекращения ({ферментативных процессов), затем 1-2ч при 80-90\* С и снова при 105 С.

Вынимают бюксы т г? сушильного шкафа, дают им немного остыть.закрывают крынками помещают в эксикатор на 20-30 мин и после полного охлаждения взвешивают на аналитических весах. Высушивание и взвешивание повторяют несколько раз до достижения постоянной массы бюкса с высушиваемым веществом в третьем знаке после запятой, т.е. пока ;ша последних взвешивания будут отличаться не более чем на 2мг. Записывают массу каждого бюкса с высушенным материалом (масса mV).

Если имеется возможность, то высушивать рясттггельггыи материал лучше в вакуум-суптильном шкафу при 70 С и разрежении 550-6(Юмм ртутного сто.лба

Процентное содержание сухого вещества в растительном материале вычисляют по уравнению: т3 - т,

Х- 100%

, 1Пг - lTii

Вычисление выполняют для каждого бюкса отдельно, а затем находят среднее арифметическое из двух о!гределешш. Расхождение между этими параллельными определениями не должно превышать 0,5%. Точность определения методом высушивания 1%.

Вычисляют также процентное содержание воды в растительном материале как разноси, между 100% и содержанием сухого вещества

МАТЕРИАЛЫ II ОБОГУДОВАНИЕ:аналитическибе весы, разновесы, термостат, шиппы. распггелгльдт материал

Контрольные вопросы для зачета:

* + - * 1. В чем сущность фшиметрического анализа?
        2. Назовите методы грарл метрического анализа?
        3. Назовите операции грав11метрического анализа?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА JYaIfОПРЕДЕЛЕНИЕ КАРБОНАТНОЙ ЖЕСТКОСТИ ВОДЫ

ПРИНЦИП МЕТОДА. В технохимическом контроле жесткость природных вод изучают, чтобы выяснить их пригодность для приготовления сиропов, маринадов и различных напитков.

Карбонатная жесткость зависит от содержания гидрокарбонатов, кальция и магния и устраняется кипячением.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ.В коническую колбу отмеряют пипеткой 100 мл анализируемой воды, прибавляют 2-3 капли метилового оранжевого, титруют стандартизированным раствором соляной кислоты до перехода желтой окраски в розовую. Повторив титрование 2-3 раза, берут среднее из сходящихся отсчетов.

РАСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА. Вычисляя карбонатную жесткость (Ж) в миллиграмм-эквивалентах на 1 л воды, находят нормальность раствора солей и умножают ее на 1000:

V(hci) \* N (HCI) Ж= \* 1000

V(H20)

Если на титрование 100 мл воды пошло в среднем 12,25 мл 0,1016 н. соляной кислоты, карбонатная жесткость равна:

12,25\*0,1016

Ж= \* 1000 =12,45 мг-экв/л

100

МАТЕРИАЛЫ И ОБОРУДОВАНИЕ.Пипепса на 100мл, мегаговьм оранжевый, ОДн. раствор НС1, анализируемая вода, бюретка, коническая колба на 100мл.

Контрольные вопросы для зачета:

В чем сущность метода нейтрализации?

Какие индикаторы используют в этом методе?

Какие титранты применяют в методе нейтрализации?

Что такое точка эквивалентности?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № ' /3

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕЙ (ТИТРУЕМОЙ) КПСЛОТНОСТИ ПЛОДОВ

ИЛН ОВОЩЕЙ

ПРИНЦИП МЕТОДА. 1Ъ титруемойкислотносги. имеющей вкусовое значаще, судят о качестве свежих или переработанных плодов и овогцей. Для многих солено квашеных ттрод\тсгов общая (титруемая), кислотность нормтгруетсягосупарствешгыми стандартами.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ. Из измельченной средней пробы берут в предварительно взвешенный стаканчик приблизительно 20 г анашпируемогоMaTqwanaвзвешивают на техгюхимтгческтгх весах, то есть с точностыо до 0,01 г, переносят навеску без потерь в мерную колбу емкостью 200 мл ополаскивают стаканчик несколько раз дистиллгфованной водой, сливая ее в туже ко.лбу.

Ставят колбу на водяную баню с температурой 80 С и выдерживают 15 мин (для гомогаптжровашгых продуктов - 5 мин). Дают колбе остыть, доводят содержимое ее дистилшфованной водой до метки, хорошо перемешиваю г.

пипеткой 20 мл прозрачной вытяжки (если необходимо, предварительно фильтруют ее), переносят в коническую колбу, добавляют 2-3 капли фенолфталеиш и нитруют сшггдартхюировашгым раствором пщроксттда натрия до бледно- малинового окрашивания, неисчезающезго в течение 1 мин.

РАСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА.Общую (ттггруемую) кислошосгь продукта в процентах (х) вычисляют по уравнению:

V, \* Т \* С \* К \* 100

Х=

m\* V2

где V. - объем стандартизированного (приблизительно ОД и.) раствора гидроксида натрия, пошедший на титрование (в мл); Т - поправка к титру 0,1 и. раствора гидроксида натрия; С - общий объем полученной вытяжки (в м.п); m- навеска анализируемого продукта (в г); V? - объем вытяжки, взятый на титрование (в мл);

К - коэффициент для пересчета 0,1 н. раствора гидроксида натрия на преобладающую кислоту: яблочную - 0,0064 (цитрусовые плоды и ягоды); щавелевую - 0,0063 (щавель, шпинат); молочную - 0,0090 (солено квашеные продукты); уксусную 0,0060 (маринады); винную - 0,0075 (виноград).

Анализируя жидкие ттродукты, беруг пипеткой дня титрования 10-25 мл сока или раствора (из приведенного расчетного уравнения исключают вели1лптьт навески и общего объема вытяжки)

МАТЕРИАЛЫ И ОБОРУДОВАНИЕ. Весы, разновесы, растительный материал, мерные колбы на 1 (Х)мл водяная баня, фильтры, терка воронки, бюретка

1. раствор NaOHфенолфталеин.

Контрольные вопросы для зачета:

Что такое средняя проба, как она отбирается?

Что такое навеска?

Какие кислоты содержатся в плодах и овощах?

Какие ггтлгттгл'ГТ т ~

Лабораторная работа.№ Тема-Пермангонатометрическое титрование.

1. Приготовление стандиртизированного раствора перманганата

• << калия. ■■

Сначала готовят из навески стандартный раствор щавелевой кислоты (или оксалата натрия), затем приблизительно 0,05 н. Раствор перманганата калия и, наконец, стандартизирует раствор перманганата по щавелевой кислоте (или оксалату натрия). 2. Приготовлениестандартного раствора щавелевой кислоты (или оксалата натрия). : . г

Известно, что перманганат калия взаимодействует в - сернокислой среде со щавелевой кислотой^

2KMn04+6H2C204+3H2S04=2MnS04+ 10С02+K2SO4+ 8Н2О или с оксалатом- 2КМп04+ 5Na2C204+ 8H2S04= 2MnS04+ 10С02+K2SO4+ 5Na2S04+

8H20.

В обеих реакциях оксалат- анион С2 042\_окисляется и, теряя 2 электрона, превращается в две молекулы оксида углерода (IV).

Зато перманганат-ион, наоборот, приобретая 5 электронов, восстанавливается до катиона марганца (II)-'

С2042 - 2е- = 2СО\* Мп7++ 5е- = Мп2+

5

2 . :■ у

Поэтому эквивалентная масса щавелевой кислоты Н2С2О4\* 2Н20,как стандартного вещества, равна ^ молярной массы, T: е. 126,07^ 2= 63,04 г/моль и для приготовления 100 мл 0,05 н. Раствора нужно 63,04\* 0,05\* 0,1= 0,3152 г щавелевой кислоты.

Навеску щавелевой кислоты, взятую на аналитических весах, растворяют в мерной колбе емкостью 100 мл, доводят объем раствора водой до метки, перемешивают. Вычисляют титр и нормальность стандартного раствора щавелевой кислоты.

Если навеска щавелевой кислоты оказалась 0,2988 г, то Т=0,2988 = 0,002988 г/мл,. , У 0 о ;;

и нормальность

N= Т\* 1000=0.002988\* 1000= 0.04741. Э 63,04

3. Приготовление приблизительно 0,05 н. Раствора перманганата калия.

Для реакции, протекающей в кислой среде, эквивалентная масса перманганата калия равна У5 молярной массы, то есть 158,03 5 = 31,61 г. Чтобы приготовить 0,5 л 0,05 н. Раствора, следовало бы взять навеску в 31,61 \*0,05 \* 0,5 = 0,7903 г. Но продажный

перманганат калия не совсем чист и часть его расходуется на окисление присутствующих в воде восстановителей. Поэтому отвешивают на технохимических весах 0,8 г растворяют в 500 мл воды. Для этого в стакан с навеской приливают небольшие порции горячей воды, сливают раствор с кристаллов в приготовленную склянку,ускоряют растворение перемешиваем. Растворив всю навеску, приливают оставшуюся воду, перемешивают, оставляют стоять до следующего занятия. i; .; ,

4. Стандартизация раствора перманганата калия по щавелевой ♦ кислоте.

Берут чистую бюретку с крапом, промывают раствором перманганата калия и подготавливают ее к титрованию.

■ Пипетку ополаскивают стандартным раствором щавелевой кислоты, переносят 10 мл его в коническую колбу, приливают 8- 10 мл 2 н. серной кислоты, нагревают до 70 -80° G(не допуская капания) и горячий раствор титруют перманганатом калия медленно, по каплям, при неприрывном взбалтывании жидкости! каждую каплю добавляют после того, как обесцветится предыдущая; сначала перманганат обесцвечивается медленно, но по мере образования сульфата марганца (катализатора) быстрее.

Когда избыточная капля перманганата сообщит раствору бледную малиновую окраску, не исчезающую в течение 1-2 мин, титрование прекращают. Объем раствора перманганата калия отсчитывают по верхнему краю мениска, так как нижний плохо виден.

Из 2 - 3 сходящихся отсчетов титрования берут среднее, вычисляют нормальность раствора перманганата калия. Если на титрование 10 мл 0,04741 н. Раствора щавелевой кислоты пошло, например, в среднем 9,15 мл раствора перманганата, то нормальность его ^

NKmn04= 0.04741 \* 10 = 0,05181.

9,15

Оборудованйе: весы, разновесы, бюретка, мерные колбы на 100 мл, конические колбы на 100 мл, пипетки на 10 мл. Реактивы: щавелевая кислота, 0,05 н. перманганат калия, 2 н.; серная кислота.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № fSПРИГОТОВЛЕНИЕ СТАНДАРТИЗИРОВАННОГО РАСТВОРА ЙОДА

Приготовление приблизительно 0,05н раствора тиосульфат натрия.

В реакции с йодом кящщя молекула шосульфйта теряет один электрон и восстановительная 1 эквивалентная масса Ма28:03 \* 5НО равна его молекулярной массе. Чтобы приготовить 0,1л приблизительно 0,05н раствора, требуется 248,21 \*0,05\*0,1=1,241г шосульфатанафия.

Берут навеску тиосульфата натрття около 1,2-1,Зг на технохимических весах, и переносят ее в мерную колбу емкостью 100мл. Поскольку в водных растворах тиосульфат разлагается под действием: кислорода воздуха и углекислоты, растворяют навеску в свежеттрокипячегшой и охлаждентюй дистиллированной воде. Добавляют к раствору ОДг карбоната натрия для большей устойчивости титра. Закрывают колбу пробкой, обертывают черной бумагой и оставляют раствор до следующего занятия.

Стандартизация раствора тиосульфата натрия по нерманганату калия.

В колбу для титрования приливают 10-- 15мл 10%-ного раствора иодида калия. 10- 15мл 20%-ной серной кислоты и точно (с помощью пипетки или бюретки) 10мл стшдартазтфованного раствора перманганата калия. При этом выделяется свободный йод: 101" + 2Мп04" + 16Uf= 5 I2+ 2Mn2+= 8НО

Закрывают колбу ^гасовым стеклом, защищают от прямых солнечных тучей, оставляют тга 5мин для завершения реакции. Разбавляют смесь 100мл воды и медленно, при помешивании, приливают из бюретки раствор тиосульфата натрия до перехода темно-бурой окраски жидкости в соломенно-желтую, приливают Змл крахмала и продолжают титровать раствором тиосульфата. Когда окраска жидкости станет чисто ал гей, прибавляют раствор тиосульфата особенно осторожно, взбалтывают содержимое колбы после каждой прибавленной капли, окраска крахмала должна обесцветиться от одной избыточной капли тиосульфата Повторив штрование 2-3 раза, бер\т среднее го сходящихся отсчетов. При вычисленииЗачитывают,ггто 1 эквивалент перманганата калия выделяет 1 эквивалент йода и на титрование его расходуется также 1 эквивалент тиосульфата натрия. Следовательно, количество перманганата и тиосульфата оказываются эквивалентными, хотя они непосредственно не реагируют друг с другом.

Если на 10мл 0,05181н раствора перманганата калия после выделения эквивалентного количества йода попито в среднем 10,66мл растъора тиосульфата натрия, то

10.00 \* 0,05181

Нш82оз= ~ 0,04841

10,66

Приготовление приблизительно 0,05н раствора йода.

Взаимодействуя с шосульфхном, каждая молекула йода присоединяет два электрона и эквивалентная масс йода составляетУг молярной массы, т.е.

253,82:2=126,91г/моль. Чтобы приготовить 0,1л 0,05н раствора нужно 126,91 \*0,05\*0,1=0,6346г.

Нэ технохимических весах берут навеску 0,65г. йода, переносят в мерную колбу емкостью 100мл„ приливают 10мл 20%-ного раствора иодида калия (в котором йод растворяется лучше, чем в воде), доводят объем водой до метки, перемешивают раствор.

Стандартизация раствора йода по тиосульфа ту натрия.

Вымытую бюретку ополаскивают стандаршзированным раствором тиосульфата натрия и подготавливают ее к титрованию.

Пипетку промывают раствором йода, отмеривают в коническлто колбу 10мл его и титруют стандартизировант1Ь1М раствором тиосульфата натрия, когда б\рая окраска жидкости сменится соломенно-желтой, приливают 2мл крахмала и продолжают титровать, пока появившееся алтее окрашивание не обесцветится от одной избыточной капли тиосул! фата

Повторив титрование несколько раз, берут среднее из сходящихся отсчетов, вычисляют нормальт гость раствора йода

Если титрование 10мл раствора йода пошло, нагтриугер, в среднем 9,70мл

1. 04841. раствора тиосульфата, то

9,70 \* 0,04841

NN323203 = = 0,04696

10,00

МАТЕРИАЛЫ И ОБОРУДОВАНИЕ. Весы, разновесы, бюретка колбы на 100мл, пипетки на 10мл, реактивы тиосульфат натрия, иодид калия (10%), серная кислота (20%), перманганат калия.

Контрольные, вопросы для зачета:

1. В чем сущт гость йодометрии?
2. Какие титранты используют в йодометрии?
3. Какие индикаторы применяют в йодометрии?

Федеральное государственное образовательное учреждение среднего профессионального образования «Корочанский сельскохозяйственный техникум»

ИНСТРУКЦИОННО - ТЕХНОЛОГИЧЕСКАЯ КАРТА

на выполнение лабораторной работы по дисциплине: «Аналитическая химиям

Тема:Катионы первой аналитической группы

Цель работы: Отработать умения и навыки по распознаванию катионов первой аналитической группы.

Приобретаемые умения и навыки: Освоение методики постановки химического эксперимента.

Техника безопасности: Соблюдать правила работы с химическими веществами, поддерживать дисциплину и чистоту на рабочем месте, не принимать пищу в лаборатории, мыть руки после работы с химическими веществами.

Место проведения: Химическая лаборатория Норма времени: 2 часа.

Оснащение рабочего места: реактивы, химическая посуда, водяная баня, электроплитка.

Литература: Цитович И. К. Аналитическая химия, стр.48-57.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА КАТИОНОВ 1-Й ГРУППЫ, ИХ СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННОЕ И БИОЛОГИЧЕСКОЕ ЗНАЧЕНИЕ

В 1-ю аналитическую группу входят катионы К+, Na+, NH4", Mg2+ и др. Большинство их солей хорошо растворимо в воде, группового реагента нет. В растворах катионы 1-й группы бесцветны.

Ион, аммония близок по свойствам к катиону Калий и имеет несколько аналогичных малорастворимых солей. Кроме того, соли аммония в отличие от солей калия и натрия разлагаются при нагревании и могут быть удалены прокаливанием.

Катион магния считают переходным между катионами ' 1-й и 2-й групп. Гидроксокарбонат магния (МлОНлСОз, подобно карбонатам катионов

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №IBОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МЕДИ (II) В РАСТВОРЕ

11 PHiПДИП М ЕТОДА.Йэдометрриеское титрование используют для определения меди (И) в медьсодержащихпесттцшдах; по точности оно не уступает электрохимргческому определению.

Катионы мед!'[ (II) взаимодействуют с иодид-агогонами по уравнению:

2Си?+ + 4Г = 2CuI|

или,

2CuSC>4 + 4К1 = 20Л | Л2 + 2KjS04

то есть ионы меди (II) восстанавливаются; до меди (Г) с вьщелением эквивалентного количества йода, который и титруют раствором шосупьфата натрия. Чтобы предотвратить гидролиз шли меди (II), шалгоируемый раствор подкисляют.

ХОД ОIIР Е Д ЕЛ ЁIIИ Я. В мерную колбу емкостью 100мл берут немного раствора сульфата меди, подкисляют Змл 2н серной кислоты, доводят объем водой до межи, перемешивают раствор.

СлтжрйЬают мерным щтиндром в колбу для 'штрования 10мл 20°/о-ного раствора иодида калия, переносят туда же пипеткой 10мл а: гализируемого раствора соли меди, накрывают часовым стеклом, оставляют в темном месте на Юмтпт для завершения реакции.

Затем побуревшую от вьщелившегося йода жидкость титруют из бюретки тиосульфатом натрия, пока окраска не станет отломегаго-желтой; прибавляют Змл крахмала продолжают титровать до обесцвечивания синего раствора от одной избыточной капли тиосултфата.

Повторив титрование несколько раз, берут среднее из сходящихся отсчетов, вычисляют нормальность раствора сульфата меди и массу меди в 100мл анализируемого раствора Учитывают, что окислительная эквивалентная масса CuSQi\* 5НО равна молярной массе, то ость 249,7 г/моль, а эквивалентная масса меди — 63,54 г/моль.

Если для определения брали навеску сульфата меди, то можно вычислить содержание меди в процентах

МАТЕРИАЛЫ И ОБОРУДОВАНИЕ. Мерные колбы, цилиндры, пипетки, бюретки, раствор сульфата меда, 2н. серная кислота тиосульфат натрия, 20% р-р иодид калия.

Контрольные вопросы для зачета:

* 1. В чем сущность редоксиметрии?
  2. Назовите частные методы редоксиметртпт?
  3. Какие титранты и индикаторы ^используют в йодометрии?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА Nsv. ЦОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕЙ ЖЕСТКОСТИ ИОЛЫ

ГIР И УII ЩИ М Е1 О Д А.Анштнягруемую природную воды ггодщелачивают до рН~ 10 аммонийной буферной смесью.

Природную воду титруют 0,05 н. стандартньм раствором комтшекотна III, который готовят из тощтой навески химически чистого препарата \*

2ЦО

Эквивалентная масса его в используемой реакции равна половине молярной массы

ХОД ОПРЕДЕЛ-EIШЯ. В коническую колбу переносят пипеткой 100 мл анализируемой воды, приливают 5 мл яммошшной буферной смеси и прибавляют по каплям раствор хромогена 4q3Horoдо хорошо замел гой, но тге очень яркой винно-краа-юй окраски ('или вносят на шпателе 20-30 мг сухой смеси хромогена с хлоридом натрия).

После этого титруют воду 0,05 н. стандарт\* гым раствором комгшексона III до ггерехода винно-крааной окраски в шнюю; в конце титрования раствор комплектна прибавляют по капле.

,, РАСЧЕТ РГ/ЗУЛЬТАТОВ A1IAJIИЗА. Повторив штрование 2-3 раза берут среднее из сходящихся отсчетов и вычисляют общую жесткость воды (в мг-экв Са'1" и Mg/+на 1л) по формуле:

N \* V,

ж = 1000

V

где N - нормальность раствора комплексона III; V, - объем стандартного раствора комплексона.затраченный тга титрование (в мг); V - объем воды, взятой для определения (в мл).

Бели на титрование 100 мл природной воды пошло в среднем 17,60 мл

* + 1. 05022 и. раствора комплексона III, то

0,05022 \* 17,60

Ж = ----------- 1000 = 8,84 мг-экв/л

100

МАТЕРИАЛЫ II ОБОРУДОВАНИЕ. Бюретка конические колбы на 100мл. 0.05 и комплексен III, хромоген черный, анализируемая вода.

Контрольные вопросы для за чети:

* + 1. В чем сущность комплектонометрического титрования?
    2. Какие индикаторы используют в комплексонометрии?
       1. Какие титранты используют в комилексонометрии?

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ СРЕДНЕГО ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ «КОРОЧАНСКИЙ СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННЫЙ

ТЕХНИКУМ»

Инструкционно-технологическая карта

на выполнение лабораторной работы №. по дисциплине: «Аналитическая химия»

Тема: Фотометрический анализ Наименование работы: Определение меди в растворе с помощью фотоэлектрического колориметра

Цель работы: Ознакомление с устройством и принципом работы фотоэлектроколориметра

Приобретаемые умения и навыки: Отработать навыки по определению содержания меди в растворе Норма времени: 4часа.

Место проведения: Аналитическая лаборатория. Оснащение рабочего места:инструкционно-технологические карты, фотоэлектроколориметр, реактивы, лабораторная посуда. Правила техники безопасности:

Проверка исправности фотоэлектроколориметра, мытьё рук после выполнения работы с мылом.

Литература: И.К. Цитович, Аналитическая химия, стр.24-26.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕДИ В РАСТВОРЕ С ПОМОЩЬЮ . ФОТОЭЛЕКТРИЧЕСКОГО КОЛОРИМЕТРА

Содержание меди (II) определяют в пестицидах и медных микроудобрениях.

Фотометрическое определение меди (TI) основано на получении с аммиаком комплекса [Ch(NH3)4]2+, окрашенного в интенсивно синий цвет; колориметрировать раствор можно с помощью фотоэлектрического колориметра ФЭК-М.

Приготовление растворителя для построения калибровочного графика.

10 мл разбавленного (1:3) гидроксида аммония переносят в мерную колбу емкостью 50 мл, добавляют каплю концентрированной серной кислоты

о

(плотность 1,84 г/см ) и доводят дистиллированной водой до метки. Приготовление стандартного раствора соли меди (II).

3,927 г химически чистогоChS04\*5H20переносят в мерную колбу емкостью 1000 мл, растворяют, приливают 5 мл концентрированной серной кислоты (плотность 1,84 г/см1) и доводят водой до метки; в 1 мл полученного раствора содержится 1 мг иона меди (II).

Самый простой способ определения оптической плотности растворов на фотоэлектрическом колориметре ФЭК-М (способ отсчетов на правом барабане) состоит в следующем. В правый и левый пучки света с помощью держателей 1 помещают кюветы с растворителем и индекс правого барабана 2 устанавливают на нулевом делении шкалы оптической плотности. После этого вращением фотометрических клиньев 3 и 4 устанавливают стрелку гальванометра 5 на нуль сначала грубо при положении переключателя б на цифре «1», а потом точно при положении его на цифре «2». Затем, убрав кювету с растворителем, в правый пучок света помещают кювету с окрашенным раствором; стрелка гальванометра при этом отклоняется от нулевого деления. Вращением измерительных барабанов 8 стрелку снова устанавливают на нуль шкалы. Отсчитывают величину оптической плотно­сти анализируемого раствора на правом барабане.

Построение калибровочного графика. Берут шесть мерных колб емкостью по 50 мл, отмеряют в них пипетками соответственно 25, 20, 15, 10, 5 и 3 мл стандартного раствора соли меди, в каждую из колб прибавляют по 10 мл разбавленного (1:3) гидроксида аммония и добавляют дистиллированной воды до метки.

Определять оптическую плотностьDначинают с раствора, имеющего самую низкую концентрацию меди; раствор из колбы наливают в кювету с рабочей длиной-1 см, закрывают ее крышкой и измеряют оптическую плотность раствора при красном светофильтре, обозначенном цифрой «4» на рукоятке. Определяют оптическую плотностьDвсех растворов и строят калибровочный график, откладывая по горизонтальной оси концентрации иона меди (то есть 0,5; 0,4; 0,3; 0,2; 0,1; 0,06 мг меди в 1 мл), а по

вертикальной — соответствующие им величины оптической плотности раствора.

Ход определения. Получают у преподавателя в мерную колбу емкостью 50 мл немного анализируемого раствора соли меди (содержание меди от 0,01 до 0,5 мг), прибавляют каплю концентрированной серной кислоты (плотность 1,84 г/см3), нейтрализуют разбавленным (1:3) гидроксидом аммония, приливая его по каплям до появления мути. Приливают еще 10 мл гидроксида аммония и доводят объем водой до метки, перемешивают раствор.

Наполняют раствором кювету с рабочей длиной 1 см и измеряют оптическую плотность его на правом барабане при красном светофильтре. Зная величину оптической плотности, находят по калибровочному графику концентрацию меди в миллиграммах на 1 мл раствора и, умножив ее на объем всего анализируемого раствора (50 мл), вычисляют общую массу меди (И).

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОЛИ И САХАРА В РАСТВОРЕ РЕФРАКТОМЕТРОМ

ПРИНЦИП МЕТОДА. Световые лучи при переходе из одной среды в другую преломляются. Когда угол преломления равен 90 , луч скользит по поверхности, при дальнейшем увеличении угла падания луч претерпевает полное внутреннее отражение и не выходит из той среды, в которой он распространяется. Отношение синуса угла падения к синусу угла преломления - величина постоянная и называется показателем преломления. Для воздуха он принимается равным единице. Показатель преломления зависит от длины волны падающего света, температуры среды и концентрации растворимых веществ.

Показатель преломления, связанный с концентрацией сухих веществ, в рефрактометре обычно определяется при 20 С; для стабилизации температуры призмы через прибор пропускаю воду нормальной температуры

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ.

1. Когда прибор установлен и отрегулирован ток воды, поддерживающий постоянную температуру в рефрактометре, открывают верхнюю призму и стеклянной палочкой или пипеткой наносят 1-2 капли раствора на поверхность нижней призмы, не касаясь ее. Сразу же опускают верхнюю призму и зеркалом наводят луч света
2. Большой рычаг с окуляром осторожно опускают вниз до отказа, затем постепенно поднимают окуляр кверху до тех пор, пока поле зрения не будет разделено на две части - темную и светлую. Наблюдая в окуляр, устанавливают его на фокус так, чтобы отчетливо видеть пунктирную линию, которая пересекает деления вертикальной шкалы Для получения резкой границы между светлой и темной частями поля зрения и устранения расплывчатости (светорассеяния) передвигают вверх или вше рычаг компенсатора
3. После установления четкой границы света и тени при совпадении ее с пунктиром или центром кружка переофещиваюпдахся нитей отсчитывают по шкале процент сухих веществ.
4. Окончив определение, призмы рефрактометра вытирают сухой фильтровальной бумагой, затем несколько раз мокрой фильтровальной бумагой и, наконец, между сухими призмами укладывают сухую марлю. Призмы следует предохранять от царапин и содержать в идеальной чистоте.

МАТЕРИАЛЫ И ОБОРУДОВАНИЕ. Рефрактометр, вода, фильтр, стеклянная палочка или пипетка, растворы соли и сахара различной концентрации

Контрольные вопросы для зачета:

* 1. № чем основан метод рефрактометрии?
  2. Где используют метод рефрактометрии?
  3. Как устроен рефрактометр?

Областное государственное автономное образовательное учреждение среднего профессионального образования «Корочанский сельскохозяйственный техникум»

Z

ИНСТРУКЦЙОННО - ТЕХНОЛОГИЧЕСКАЯ КАРТА

на выполнение лабораторной работы №. ( по дисциплине: « Основы аналитической химии»

Тема: Разделение железа (III) и меди(П) с помощью хроматографии на бумаге

Цель работы: Отработать умения и навыки по проведению хроматографического разделения катионов железа и меди Приобретаемые умения и навыки: Освоение методики постановки химического эксперимента.

Техника безопасности: Соблюдать правила работы с химическими веществами, поддерживать дисциплину и чистоту на рабочем месте, не принимать пишу в лаборатории, мыть руки после работы с химическими веществами.

Место проведения: Химическая лаборатория Норма времени: 2 часа.

Оснащение рабочего места :1) реактивы (соли железа и меди, соляная кислота, K4[Fe(CN)6] -10% раствор, этиловый спирт); 2) химическая посуда: пробирки, микропипетки. Литература: Цитович И. К, Аналитическая химия, стр. 285-300.

Принцип метода.

Хроматография на бумаге - разновидность метода распределительной хроматографии. Носителем для неподвижного растворителя служит при этом фильтровальная бумага, а не колонка с сорбентом. Разделение смеси веществ или ионов с помощью хроматографии на бумаге основано на различной скорости движения компонентов, которую характеризуют коэффициентом движения Rf.

Коэффициенты движения ионов вычисляют по формуле:

Rf= V/yt^h/h1,где F-скорость движения зоны иона на бумаге; VСкорость движения фронта подвижного растворителя; h- расстояние, пройденное зоной иона по бумаге; h1- расстояние, пройденное растворителем.

Под фронтом растворителя понимают видимую границу распространения растворителя по бумаге.

Коэффициенты движения каждого катиона - постоянная величина, не зависящая от концентрации анализируемого раствора, температуры, присутствия других катионов и природы аниона, с которым связан

изучаемый катион. Однако величинаRfзависит от состава и свойств используемого подвижного растворителя, а также от сорта хроматографической бумаги. Чем большеRf,тем быстрее и дальше продвигается катион по бумаге и тем лучше отделяется он от другого катиона с низким коэффициентом движения.

У катионов железа (III) и меди(П) коэффициенты движения значительно отличаются по величине. Поэтому удается четкое разделение их на бумаге. Особенно просто и удобно разделение ионов с помощью круговых хроматограмм. Хроматографическими камерами при этом служат эксикаторы. Ход определения.

Возьмите круглый обеззоленный фильтр «синяя лента» диаметром 12,5 см. Простым карандашом начертите на нем «фитиль» длиной 40мм и шириной 4 мм.

На центр фильтра нанесите микропипеткой 0,05 мл раствора, содержащего катионы Feи Си2+ (в количестве 20-50 мкг каждого). Раствор не выливайте на фильтр, а постепенно выпускайте его из пипетки, чтобы впитывание происходило за счет капиллярных сил бумаги. Образовавшееся первоначальное пятно осторожно обведите простым карандашом, т. е. фиксируйте его положение на бумаге. Дайте фильтру высохнуть и вырежьте бритвой «фитиль».

Затем закройте эксикатор (т. е. хроматографическую камеру), поставьте в него кристаллизатор и тигель с 10 мл растворителя. Положите фильтр сверху на кристаллизатор, следя при этом, чтобы «фитиль» был погружен в растворитель. В качестве растворителя используйте смесь с массовыми долями этанола 90% 5 М НС110% (по объему); кислоту добавляют к органическому растворителю, чтобы предотвратить адсорбцию ионов с бумагой.

Закройте эксикатор крышкой и оставьте на 3-4 часа для размывания первичной хроматограммы растворителем. После этого достаньте фильтр из эксикатора, отметьте карандашом границы фронта растворителя и дайте растворителю испариться.

Для проявления зон локализации ионов Fe3+HCu2+опрысните фильтр раствором с массовой долей K4[Fe(CN)6] 10% из стеклянного пульверизатора (металлический непригоден!). В результате на хроматограмме проявляется синяя кольцевая зона Fe4 [Fe(CN)6]3 и коричневая кольцевая зона Cu2[Fe(CN)6].

По ширине локализации катиона иногда удается судить о концентрации его в исследуемом растворе.

Задание, Вычислите по формулеRf= V/V^h/h[[1]](#footnote-1)коэффициенты движенияRfдля катионов Fe3+и Си2+. Началом пути обоих катионов считайте наружную границу первоначального пятна (отмеченную карандашом), а концом пути - наружные границы образовавшихся после проявления кольцевых зон ионов. Расстояние, пройденное фронтом растворителя, считайте от центра хроматограммы, т.е. от центра фильтра.

РЕЦЕНЗИЯ на методическое пособие по выполнению лабораторно - практических работ по учебной дисциплине «Анатомия и физиология животных»

составленную преподавателем ОЕАПОУ «Бирючанский техникум» Светашовой Анной Леонидовной Данное пособие составлено в соответствии с рабочей программой по

учебной дисциплине «Анатомия и физиология животных». Методическое

пособие представляет собой руководство по выполнению лабораторно -

практических работ для обучающихся по специальности 36.02.01

«Ветеринария».

Методическое пособие содержит правила техники безопасности при обследовании животных и работе с трупным материалом, общие указания по изучению закономерностей строения органов, систем органов, их функции и жизнедеятельности организма в целом. А также охватывает основные разделы анатомии и физиологии животных: строение органов и систем органов опорно-двигательной, кровеносной, пищеварительной, дыхательной, покровной, выделительной, половой, эндокринной, нервной систем; характеристики процессов жизнедеятельности; физиологические функции органов и систем органов животных; особенности процессов жизнедеятельности различных видов сельскохозяйственных животных.

В каждом описании лабораторной или практической работы значительное внимание уделено четкой формулировке программы лабораторной или практической работы, порядку ее выполнения. Кроме того, после описания лабораторно - практических работ содержатся контрольные вопросы, необходимые для подготовки к защите.

Описание каждой работы включает в себя: указание темы и цели работы, основные теоретические сведения, порядок выполнения и оформления, контрольные вопросы.

В данном пособии автор четко определяет цели и задачи организации работы обучающихся на занятиях, обосновывает используемые методы обучения. Оно написано в доступной форме, в соответствии с принципами логики и дидактики.

^. Методическое пособие предназначено для использования д. преподавателями ветеринарных дисциплин.

И-t,» 3 / w■ А /

ЩЩ °ГАТТОУ о | /

РЕЦЕНЗИЯ

на методическую разработку задания для проведения

отборочного этапа конкурса профессионального мастерства по

стандартам WorldSkills, составленную преподавателем ОГАПОУ «Бирючанский техникум» Светашовой Анной Леонидовной

Проведение конкурса профессионального мастерства - это одна из наиболее действенных и увлекательных форм внеурочной работы среди обучающихся ветеринарного отделения, в целях повышения уровня их профессиональной подготовки, развития и популязации специальности.

В ходе конкурса проверяется сформированность знаний, умений и навыков обучающихся, определяется качество профессиональной подготовки будущих специалистов и определятся степень их конкурентоспособности на рынке труда.

Подготовка будущих специалистов к эффективной трудовой деятельности - ключевая характеристика, которая включает в себя способность к быстрой адаптации на рабочем месте, владение общими и профессиональными компетенциями, а также устойчивую мотивацию к успешной профессиональной деятельности.

В процессе проведения конкурса соблюдаются следующие условия: организация рабочего места, соблюдение правил безопасности труда и личной гигиены, выполнение практической работы, которая заключается в осуществлении деятельности по проведению профилактических и диагностических мероприятий, наличие положительного отзыва.

Выбранная преподавателем тема методической разработки отличается актуальностью.

Рецензируемая методическая разработка может быть использована преподавателями спецдисциплин по подготовке обучающихся к конкурсам

компетенции «Ветеринария».

Дата проведения 25.12.2017 2-й группы, малорастворим в воде, но растворяется в избытке солей аммония и при действии карбонатом аммония в присутствии хлорида аммония не выпадает в осадок. Поэтому катион магния остается в растворе с катионами 1-й группы.

Все катионы 1-й группы играют большую роль в агрохимических процессах. Они содержатся в почвах как в подвижном (доступном для усвоения растениями), так и в связанном состоянии, в водной вытяжке из почвы присутствуют в виде растворимых хлоридов, сульфатов, нитратов, карбонатов. Высокое содержание солей натрия характерно для засоленных почв.

Катионы калия и аммония в противоположность катиону натрия необходимы для минерального питания растений. В зеленом пигменте растений — хлорофилле содержится магний. Кроме того, катионы 1-й группы входят в состав минеральных удобрений: калий вносят в почву в виде калийной селитры, сульфата и хлорида калия; катион аммония содержится в аммонийной селитре, сульфате и хлориде аммония, в аммофосе и диаммофосе; натрий входит в состав чилийской селитры, а магний в состав доломита CaC03-MgC03, применяемого как известковое и магнезиальное удобрение. Поэтому реакции катионов 1-й группы используют в агрохимических лабораториях при анализе минеральных удобрений.

Аммиак и соли аммония получаются при гниении белка, присутствие их в природных водах — признак загрязненности. 1. РЕАКЦИИ КАТИОНОВ НАТРИЯ — Na+ 1. Гексагидроксостибиат (V) калия — K[Sb(ОН)6] —выделяет из растворов солей натрия белый кристаллический осадок: NaCl+ К [Sb(ОН)6]= Na[Sb(ОН)6] + КС1

В пробирку с 2-3 каплями раствора соли натрия прибавляют равный объём реактива и протирают стеклянной палочкой внутреннюю поверхность стенок пробирки. Убедившись, что осадок кристаллический, испытывают

Департамент внутренней и кадровой политики Белгородской области Областное государственное автономное профессиональное образовательное учреждение «Корочанский сельскохозяйственный техникум»

МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ

по выполнению лабораторно-практических работ по учебной дисциплине ОП. Основы аналитической химии для обучающихся по специальности 35.02.05 Агрономия

Короча 2017

Содержание

Пояснительная записка 4

1. Лабораторно-практические работы Лабораторно-практическая работа№1.

Правила работы и техника безопасности в аналитической лаборатории Лабораторно-практическая работа№2

Общая характеристика катионов первой группы. Реакции катионов первой группы

Лабораторно-практическая работа№3

Систематический анализ катионов первой группы

Лабораторно-практическая работа№4

Общая характеристика катионов второй группы. Действие группового реагента. Реакции катионов второй группы группы

Лабораторно-практическая работа№ 5

Систематический анализ смеси катионов второй и третей группы

Лабораторно-практическая работа№ 6-7

Общая характеристика катионов третей группы. Действие группового реагента. Реакции катионов третей группы.

Лабораторно-практическая работа№ 8

Систематический анализ анализ смеси катионов 3,2 и 1 групп без хрома и фосфат ионов

Лабораторно-практическая работа№ 9-10

Анализ смеси анионов (1)и(3) аналитических групп

Лабораторно-практическая работа№11

Изучение устройства и техники взвешивания на весах

Лабораторно-практическая работа№12-13 Определение кристаллизационной воды в красталлогидратах

Лабораторно-практическая работа№ 14

Приготовление стандартизированного раствора соляной кислоты. Определение карбонатной жесткости воды

Лабораторно-практическая работа№ 15

Определение общей «титруемой» кислотности плодов и овощей.

Лабораторно-практическая работа№ 16

Перманганатометрическое титрование. Приготовление стандартизированного раствора перманганата калия

Лабораторно-практическая работа№ 17 Перманганатометрическое титрование

Лабораторно-практическая работа№ 18

Иодометрическое титрование

Лабораторно-практическая работа№ 19

Определение общей жесткости воды

Лабораторно-практическая работа№ 20-22

Определение меди в растворе с помощью фотоэлектроколориметра Лабораторно-практическая работа№ £3

Определение содержания соли и сахара в водном растворе с помощью рефрактометра

Лабораторно-практическая работа№ 24

Определение (рН) вытяжки из почвы на рН метре

3. Список рекомендуемой литературы

\

Пояснительная записка

Методические рекомендации составлены в соответствии с рабочей программой учебной дисциплины Основы аналитической химии для специальности 35.02.05 Агрономия.

В методических рекомендациях приведено описание 24 лабораторно- практических работ, охватывающих все основные разделы технохимического контроля.

Лабораторно-практические работы активизируют познавательную деятельность обучающихся, так как требуют их личного участия в проведении различного рода исследований и предназначены для углубления и закрепления обучающимися теоретических знаний расчета и анализа и приобретения практических навыков в решении различных ситуационных задач, которые могут быть использованы в будущей практической деятельности. Обучающиеся учатся работать с различной литературой, методическими и справочными пособиями. ,

Описание работы включает в себя: номер и наименование работы, указание цели работы, краткие теоретические сведения, перечень оборудования, аппаратуры и материалов, а также порядок её выполнения и контрольные вопросы.

Перед выполнением лабораторно-практической работы обучающийся должен повторить или изучить материал, относящийся к теме работы, лекционным записям, учебной литературы и соответствующим методическим инструкциям.

По каждой лабораторно-практической работе обучающийся оформляет отчет. При необходимости отчет по лабораторно-практическому занятию может быть дополнен устным ответом обучающегося, поэтому, необходимо хорошо владеть знаниями, полученными на теоретических занятиях.

Порядок составления отчета

Каждый обучающийся должен составить отчет о выполненной работе. Отчет должен быть озаглавлен. В заголовке отчета указывают номер работы, ее полное наименование и цель работы.

При составлении отчета необходимо:

* кратко описать содержание работы;
* указать используемые аппаратуру и оборудование;
* приложить вычерченные электрические таблицы соответствии с указаниями, помещенными в описании каждой практической работы в разделе «Содержание отчета».

Критерии оценки

Критериями оценки выполнения лабораторно-практических работ является соблюдение требований к выполнению работ.

|  |  |
| --- | --- |
| Оценка | Критерии |
| «Отлично» | Работа, выполнена в полном объеме, в соответствии с требованиями(90- 100%выполнения). Ответы на все вопросы полные и правильные. Материал систематизирован и излагается четко. |
| «Хорошо» | Работа, выполнена в полном объеме с небольшими погрешностями или недочетами (75-89% выполнения).Допущены в ответах отдельные неточности, исправленные с помощью преподавателя. Наблюдается некоторая несистематичность в изложении. |
| «Удовлетворительно» | Работа, выполнена с принципиальными погрешностями (50-74%. выполнения). Заметная неполнота ответа, допущенные ошибки и неточности не всегда исправляются с помощью преподавателя. Не во всех случаях объясняются изложенные факты. |
| «Неудовлетворительно» | Лабораторно-практическая работа не выполнена или выполнена с многочисленными погрешностями ( менее 50%). Изложение носит трафаретный характер, имеются значительные нарушения последовательности изложения материала. |

Если работа выполнена на оценку «неудовлетворительно», обучающемуся необходимо выполнить работу в отведенное преподавателем время.

Если лабораторно-практические работы не выполнены в полном объеме, обучающийся к промежуточной аттестации не допускается.

Областное государственное автономное образовательное учреждение среднего профессионального образования «Корочанский сельскохозяйственный техникум»

ИНСТРУКЦИОННО - ТЕХНОЛОГИЧЕСКАЯ КАРТА

на выполнение лабораторной работы №1

по дисциплине: « Основы аналитической химии»

Тема: Правила работы в аналитической лаборатории и техника безопасности Наименование работы: Правила работы в аналитической лаборатории и техника безопасности. Ведение лабораторного журнала. Цель работы: Изучение правил работы в аналитической лаборатории и техники безопасности.

Приобретаемые умения и навыки: Отработать навыки по оказанию первой помощи, по ведению лабораторного журнала. Норма времени: 2часа.

Место проведения: Аналитическая лаборатория.

Оснащение рабочего места:инструкционно-технологические карты,

учебники,справочники.

Литература: И.К. Цитович, Аналитическая химия, стр.24-26.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

1.Изучить правила работы в аналитической лаборатории и технику

безопасности по прилагаемой инструкции.

Приступая к лабораторной работе, следует тщательно проработать относящийся к ней теоретический материал; не выполнять ни одну аналитическую реакцию, пока не станет ясна её химическая сущность.

На первом же лабораторном занятии надо организовать своё рабочее место, познакомиться с расположением реактивов в ящике-штативе, переписать календарный план.

Посуда и приборы всегда должны быть чистыми. Если на реактивных склянках появился налёт аммонийных солей, их надо обтереть влажной тряпкой. Во избежание загрязнения реактивов в склянках нельзя опускать

них использованные пипетки с остатками других реактивов, а загрязнённый реактив тотчас следует заменить свежим.

* 1. На пробирках с растворами (или осадками) должны быть этикетки.
  2. Все концентрированные кислоты, щёлочи и дурно пахнущие реактивы должны находиться в вытяжном шкафу.
  3. Концентрированные кислоты и щёлочи, попадая кожу, вызывают ожоги. В этом случае следует обмыть поражённое место водой, остатки кислоты нейтрализовать раствором соды, а остатки щёлочи-уксусной кислотой.
  4. Реакции, сопровождающиеся выделением ядовитых газов или паров (например, сероводорода, брома и т.п.), выполняют только под тягой; там же моют использованную посуду.
  5. Не разрешается выливать в раковину растворы кислот, щелочей и солей ртути, выбрасывать осадки, фильтры, битое стекло, бумагу и т. П. Для этого служат керамические банки или эмалированные вёдра.
  6. Все растворы, содержащие соли серебра, следует собирать в специальные склянки для регенерации металла.
  7. Чтобы избежать отравлений, в лаборатории категорически воспрещается принимать пищу. После лабораторной работы необходимо тщательно вымыть руки.
  8. Горючие, легко воспламеняющиеся и летучие вещества (спирт, бензол, сероуглерод и т.п.) нельзя держать вблизи пламени или сильно нагретых приборов.
  9. Следует повседневно экономить электрическую энергию, газ и дистиллированную воду.

2. ВЕДЕНИЕ ЛАБОРАТОРНОГО ЖУРНАЛА

Все результаты лабораторных работ записывают в лабораторный журнал (во время занятия). Нельзя начинать новый опыт, пока результаты предыдущего не записаны в журнал.

Изучая характерные реакции иона, записывают в журнал названия исходного вещества и реактива, уравнение реакции и её внешний эффект,

свойства полученного осадка (цвет, структура, растворимость в кислотах и т. п.), условия выполнения реакции. Наблюдения и записи, связанные с изучением аналитических реакций, лучше делать произвольно.

Выполняя контрольные работы, то есть собственно анализы, в лабораторный журнал записывают результаты предварительных испытаний, ход систематического анализа, описание всех операций по разделению и обнаружению ионов; в конце протокола должен быть вывод с результатом анализа. Пи этом рекомендуется единая форма записи в лабораторном журнале (см. таблицу).Образец.

Анализ смеси катионов 2-й и 1-й аналитических групп

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| №  опера­ций | Анализируемое вещество | Аналитическая  операция  и  прибавляемые реактивы | Наблюдения | Заключение | Состав осадка | Ионы,  остающиеся в растворе |
| 1 | Часть  анализируемого раствора | Проба на катионNH/  NaOHпри нагревании | Лакмусовая  бумажка  посинела | Присутствует катион NH4+ | - | - |
| 2 | То же | Проба на присутствие катионов 2-й группы:  (NH4)2C03>nh4oh, nh4c1 при  нагревании | Белый осадок | Присутствуют катионы 2-й группы | - | - |
| 3 | Весь  анализируемый раствор | Осаждение катионов 2-й группы:  (NH4)2C03,в присутствии NH40H,NH4C1 и при  нагревании | То же | Осаждены катионы 2-й группы | Осадок №1:  возможно  СаСОз  ВаСОз | Центрифугат№1;  возможно K+'Na+, Mg2+'  nh4+ |
|  | Тот же раствор И т. д. | Проба на  полноту  осаждения:  (NH4)2co3 | Муть не появилась | Катионы 2-й  осаждены  полностью |  |  |

Вывод: в растворе присутствуют катионы...

Областное государственное автономное образовательное учреждение среднего профессионального образования «Корочанский сельскохозяйственный техникум»

ИНСТРУКЦИОННО - ТЕХНОЛОГИЧЕСКАЯ КАРТА на выполнение лабораторной работы №2-3 по дисциплине: « Основы аналитической химии»

Тема: Катионы первой аналитической группы. Систематический анализ смеси катионов 1-й группы.

Цель работы: Отработать умения и навыки по распознаванию катионов первой аналитической группы.

Приобретаемые умения и навыки: Освоение методики постановки химического эксперимента.

Техника безопасности: Соблюдать правила работы с химическими веществами, поддерживать дисциплину и чистоту на рабочем месте, не принимать пищу в лаборатории, мыть руки после работы с химическими веществами.

Место проведения: Химическая лаборатория

Норма времени: 4 часа.

Оснащение рабочего места:1) реактивы:

соли аммония, магния, натрия, калия; 2н. гидроксид натрия, 2н гидроксид аммония, гексанитрокобальтат натрия, 2н. соляная кислота, гидрофосфат натрия, гексагидроксостабиат натрия, лакмусовая бумага,

* + 1. химическая посуда: пробирки, микротигли;

водяная баня,

* + 1. электроплитка.

Литература: Цитович И. К. Аналитическая химия, стр.48-57.

Ход работы

1. Под руководством преподавателя студенты знакомятся с общей характеристикой и значением катионов первой аналитической группы. 2.Ознакомление студентов с реакциями катионов 1-й аналитической группы (стр.49-53).

3. Выполнение лабораторной работы

СИСТЕМАТИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ СМЕСИ КАТИОНОВ 1-й ГРУППЫ

Изучение реакций показало, что присутствие в растворе ионов аммония мешает обнаружению калия и натрия реакцией с K[Sb(ОН)6], но ионы аммония могут быть удалены из раствора выпариванием и прокаливанием. Обнаружению катиона натрия действием K[Sb(ОН)6] мешает также магний, но его легко осадить в виде гидроксида (действуя гидроксидом калия). Катион калия можно беспрепятственно обнаруживать в присутствии натрия и магния. Обнаружению ионов аммония и магния другие катионы 1-й группы не мешают.

Ход анализа смеси катионов 1-й группы построен с учетом этих особенностей ионов.

* + - 1. Обнаружение иона аммония. Катион аммония обнаруживают дробным методом, поскольку другие ионы этому не мешают.

К 2—3 каплям анализируемого раствора приливают 3—4 капли 2 н. гидроксида натрия, ставят на водяную баню, держат в парах над пробиркой влажную красную лакмусовую (или фенолфталеиновую) бумажку. В при­сутствии иона аммония лакмусовая бумага синеет, а фенолфталеиновая — розовеет.

* + - 1. Обнаружение иона магния. Обнаружению магния другие катионы 1 -й группы не мешают, и для этого также используется дробный метод.

В пробирку берут 2—3 капли анализируемого раствора, прибавляют 2 капли раствора хлорида аммония и 4 капли гидрофосфата натрия. Далее по каплям добавляют 2 н. гидроксид аммония (при перемешивании палочкой) до щелочной реакции на лакмус (или до появления запаха аммиака), потирают

растворимость его в холодной и горячей воде, в соляной кислоте и гидроксиде натрия.

Эту реакцию выполняют только при нейтральной среде раствора (рН ~7). В кислой среде гексагидроксостибиат (V) калия превращается в ортосурьмяную кислоту: К [Sb(ОВД + НС1 = H3Sb04+ КС1 + 2Н20,

которая разлагается с выделением аморфного осадка метасурьмяной кислоты:

H3Sb04= НБЬОз + Н20.

В щелочной среде осадок гексагидроксостибиата натрия растворяется с получением средней соли: Na[Sb(OH)6] + 2NaOH= NaSb04+ 4Н20.

-; Поэтому кислый анализируемый раствор нейтрализуют гидроксидом калия, а щелочной — слабой уксусной кислотой.

Растворимость Na[Sb(OH)6] при нагревании возрастает, и осаждение ведут нахолоду (15 — 20 °С), держа пробирку с раствором под струей воды из крана. Потиранием стеклянной палочкой предотвращают получение пересыщенного раствора и ускоряют выпадение осадка. Вывод об отсутствии иона натрия делают после того, как содержимое пробирки постоит 10 — 15 мин. Обнаружению натрия с помощью гексагидроксостибиата калия мешают катионы аммония и магния.

Все соли аммония создают в растворе кислую реакцию вследствие гидролиза:

NH4C1 + Н20 ~NH4OH+ НС1,

а кислоты разлагают гексагидроксостибиат калия с выделением метасурьмяной кислоты.

Катионы магния дают с реактивом белый кристаллический осадок

гексагидроксостибиата (V) магния:

MgCl 2+2K[Sb(ОВД =Mg [Sb(ОВД + 2КС1,

который можно принять за соль натрия.

палочкой стенки пробирки, дают постоять. Появление белого кристалли­ческого осадка фосфата магния-аммония указывает на присутствие катиона магния. Если положительный эффект этой реакции был нечетким, обнаруживают катион магния в отдельных порциях раствора реакциями с 8- оксихинолином, хромогеном черным или магнезоном.

* + - 1. Удаление иона аммония. 12—15 капель исходного раствора выпаривают в тигле и прокаливают до полного разложения солей аммония. Когда же выделение белого «дыма» прекратится, берут палочкой крупинку сухого остатка и растворяют на часовом стекле в капле воды. Делают пробу на полноту удаления аммония с реактивом Несслера. Если аммоний еще присутствует, продолжают прокаливать сухой остаток. Добившись полного удаления аммония, растворяют содержимое тигля в 6— 8 каплях воды, переносят раствор в коническую пробирку, центрифугируют и отбрасывают осадок гидроксохлорида магния, получившегося в результате гидролиза хлорида магния. Центрифугат используют для обнаружения катионов калия и натрия.
      2. Обнаружение катиона калия. Обнаружению калия больше ничто не мешает. В пробирку с 1—2 каплями центрифугата приливают 2—3 капли раствора гексанитрокобальтата (III) натрия, дают постоять. Выпадение желтого осадка К2Na[Co(N02) б] говорит о присутствии катиона калия.
      3. Удаление иона магния. Если по п. 2 был обнаружен магний, его удаляют перед обнаружением катиона натрия. Для этого ко всему центрифугату, оставшемуся после обнаружения калия, приливают 2 н. раствора гидроксида калия (но не NaOH) до сильнощелочной реакции, нагревают на бане, центрифугируют и отбрасывают осадок гидроксида магния.
      4. Обнаружение иона натрия.Центрифугат, содержащий избыток гидроксида калия и, возможно, еще не открытые катионы натрия, нейтрализуют и обязательно концентрируют. Иначе концентрация иона натрия будет недостаточна для его обнаружения.

Весь центрифугат помещают в микротигель, приливают 2 и. соляной кислоты до кислой реакции, выпаривают досуха, прокаливают до полного удаления избытка соляной кислоты, дают тиглю остыть, растворяют сухой остаток в 2—3 каплях воды и при необходимости центрифугируют в конической пробирке. Прозрачный центрифугат переносят в другую пробирку и обнаруживают в нем натрий действием гексагидроксостибиата калия. При наличии ацетата цинкуранила натрий обнаруживают, не удаляя магний.

7.Проверочные реакции на катионы натрия и калия. Правильность вывода о присутствии в растворе катионов натрия и калия проверяют по окрашиванию пламени.

Областное государственное автономное образовательное учреждение среднего профессионального образования «Корочанский сельскохозяйственный техникум»

ИНСТРУКЦИОННО - ТЕХНОЛОГИЧЕСКАЯ КАРТА

на выполнение лабораторной работы №4-5 по дисциплине: «Основы аналитической химии»

Тема: Катионы второй аналитической группы. Систематический анализ смеси катионов 1-й и 2-й групп (без катионов стронция).

Цель работы: Отработать умения и навыки по распознаванию катионов первой и второй аналитических групп.

Приобретаемые умения и навыки: Освоение методики постановки химического эксперимента.

Техника безопасности: Соблюдать правила работы с химическими веществами, поддерживать дисциплину и чистоту на рабочем месте, не принимать пищу в лаборатории, мыть руки после работы с химическими веществами.

Место проведения: Химическая лаборатория

Норма времени: 4 часа.

Оснащение рабочего места:1) реактивы:

соли кальция, магния, бария; 2н. уксусная кислота, 2н гидроксид аммония, хлорид аммония, карбонат аммония, 2н. соляная кислота, гидрофосфат натрия, ацетат натрия, дихромат калия,оксалат аммония, лакмусовая бумага, серная кислота;

* + - * 1. химическая посуда: пробирки,
        2. водяная баня,
        3. электроплитка.

Литература: Цитович И. К. Аналитическая химия, стр.67-72.

Ход работы

1. Под руководством преподавателя студенты знакомятся с общей характеристикой и значением катионов второй аналитической группы. 2.Ознакомление студентов с реакциями катионов 2-й аналитической группы, с действием группового реагента (стр.67-70). 3. Выполнение лабораторной работы.

СИСТЕМАТИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ СМЕСИ КАТИОНОВ 2-й и 1-й ГРУПП (БЕЗ КАТИОНОВ СТРОНЦИЯ)

Карбонаты, сульфаты, оксалаты, фосфаты кальция и бария малорастворимы в воде; из хроматов хорошо растворим только хромат кальция. Эти особенности соединений катионов 2-й группы положены в основу анализа их смеси с катионами 1-й группы.

Предварительные испытания. Анализ начинают с предварительных испытаний, проводимых в отдельных порциях раствора. Сначала обнаруживают ион МН 4+, так как, отделяя катионы 2-й группы, мы сами введем его в раствор с карбонатом аммония. Для этого проводят реакцию со щелочью при нагревании.

Необходима также проба на присутствие катионов 2-й группы, от результата которой зависит дальнейший ход анализа. К 2—3 каплям исходного раствора прибавляют 2 н. гидроксида аммония до щелочной реакции, одну каплю раствора хлорида аммония и 2—3 капли карбоната аммония. Выпадение белого осадка указывает на присутствие катионов 2-й группы. Если они отсутствуют, исследуют раствор как смесь катионов одной 1-й группы.

Отделение катионов 2-й группы от катионов 1-й группы.

Катионы кальция и бария мешают обнаружению ионов 1-й группы, так как дают осадки с гидрофосфатом натрия и другими реактивами. Поэтому их отделяют от катионов 1-й группы.

Ко всему исследуемому раствору прибавляют сначала 2 н. гидроксида аммония до слабого запаха аммиака, затем 2—3 капли 2 н. раствора хлорида аммония, нагревают на бане и приливают 8—10 капель группового реагента. Содержимое пробирки перемешивают, центрифугируют, осадок отделяют; для проверки полноты осаждения прибавляют еще каплю карбоната аммония; если появится муть, приливают еще 4—5 капель карбоната аммония и повторяют пробу на полноту осаждения. Добившись полного осаждения карбонатов катионов 2-й группы, нагревают жидкость с осадком на бане, центрифугируют, переносят центрифугат в другую пробирку и промывают осадок один раз горячей водой. Осадок анализируют по п. 3. Центрифугат, содержащий катионы 1-й группы, исследуют, как описано в систематическом анализе смеси катионов 1-й группы. Следует помнить, что он содержит избыток карбоната и других солей аммония. Поэтому удаление иона аммония обязательно.

Растворение осадка карбонатов. К осадку, в котором могут содержаться карбонаты кальция и бария, прибавляют 8—10 капель 2 н. уксусной кислоты и нагревают; раствор должен получиться прозрачным, но если

реактивы содержали примеси сульфат-иона, то образовавшиеся сульфаты кальция и бария не растворятся в уксусной кислоте и дадут муть, которую надо отцентрифугировать и отбросить. Центрифугат анализируют по п. 4.

Обнаружение и отделение катиона бария. Поскольку барий мешает обнаружению кальция реакцией с оксалатом аммония, необходимо узнать, присутствует ли он в растворе.

К капле уксуснокислого центрифугата прибавляют каплю раствора ацетата натрия и действуют каплей раствора дихромата калия. В присутствии катионов бария выпадает желтый осадок хромата бария.

Обнаружив барий, удаляют его перед обнаружением катионов кальция. Ко всему центрифугату прибавляют 2—3 капли раствора ацетата натрия и приливают раствор дихромата калия до оранжево-желтого окрашивания, то есть до избытка дихромат-ионов, обеспечивающего полное осаждение катионов бария. Затем нагревают содержимое пробирки на бане, центрифугируют и отбрасывают осадок хромата бария. Центрифугат же анализируют по п. 5.

5. Обнаружение катиона кальция. Прибавляют к центрифугату 4—5 капель раствора оксалата аммония и нагревают на бане. В присутствии катионов кальция выпадает осадок оксалата кальция. Белая окраска его, замаскированная избытком дихромата калия, обнаруживается после промывания водой.

Растворяют полученный осадок в 2 н. соляной кислоте и для проверки делают микрокристаллоскопическую реакцию с серной кислотой или реакцию с мурексидом.

Областное государственное автономное образовательное учреждение среднего профессионального образования «Корочанский сельскохозяйственный техникум»

ИНСТРУКЦИОННО - ТЕХНОЛОГИЧЕСКАЯ КАРТА

на выполнение лабораторной работы № 4по дисциплине: «Основы аналитической химии»

Тема: Катионы второй аналитической группы. Систематический анализ смеси катионов 1-й и 2-й групп (без катионов стронция).

Цель работы: Отработать умения и навыки по распознаванию катионов первой и второй аналитических групп.

Приобретаемые умения и навыки: Освоение методики постановки химического эксперимента.

Техника безопасности: Соблюдать правила работы с химическими веществами, поддерживать дисциплину и чистоту на рабочем месте, не принимать пищу в лаборатории, мыть руки после работы с химическими веществами.

Место проведения: Химическая лаборатория

Норма времени: 2 часа.

Оснащение рабочего места:1) реактивы:

соли кальция, магния, бария; 2н. уксусная кислота, 2н гидроксид аммония, хлорид аммония, карбонат аммония, 2н. соляная кислота, гидрофосфат натрия, ацетат натрия, дихромат калия,оксалат аммония, лакмусовая бумага, серная кислота;

химическая посуда: пробирки,

водяная баня,

электроплитка.

Литература: Цитович И. К. Аналитическая химия, стр.67-72

Ход работы

1. Под руководством преподавателя студенты знакомятся с общей характеристикой и значением катионов второй аналитической группы. 2.Ознакомление студентов с реакциями катионов 2-й аналитической группы, с действием группового реагента (стр.67-70). 3. Выполнение лабораторной работы.

СИСТЕМАТИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ СМЕСИ КАТИОНОВ 2-й и 1-й ГРУПП (БЕЗ КАТИОНОВ СТРОНЦИЯ)

Карбонаты, сульфаты, оксалаты, фосфаты кальция и бария малорастворимы в воде; из хроматов хорошо растворим только хромат кальция. Эти особенности соединений катионов 2-й группы положены в основу анализа их смеси с катионами 1-й группы.

Предварительные испытания. Анализ начинают с предварительных испытаний, проводимых в отдельных порциях раствора. Сначала обнаруживают ион МН 4+, так как, отделяя катионы 2-й группы, мы сами введем его в раствор с карбонатом аммония. Для этого проводят реакцию со щелочью при нагревании.

Необходима также проба на присутствие катионов 2-й группы, от результата которой зависит дальнейший ход анализа. К 2—3 каплям исходного раствора прибавляют 2 н. гидроксида аммония до щелочной реакции, одну каплю раствора хлорида аммония и 2—3 капли карбоната аммония. Выпадение белого осадка указывает на присутствие катионов 2-й группы. Если они отсутствуют, исследуют раствор как смесь катионов одной 1-й группы.

Отделение катионов 2-й группы от катионов 1-й группы.

Катионы кальция и бария мешают обнаружению ионов 1-й группы, так как дают осадки с гидрофосфатом натрия и другими реактивами. Поэтому их отделяют от катионов 1-й группы.

Ко всему исследуемому раствору прибавляют сначала 2 н. гидроксида аммония до слабого запаха аммиака, затем 2—3 капли 2 н. раствора хлорида аммония, нагревают на бане и приливают 8—10 капель группового реагента. Содержимое пробирки перемешивают, центрифугируют, осадок отделяют; для проверки полноты осаждения прибавляют еще каплю карбоната аммония; если появится муть, приливают еще 4—5 капель карбоната аммония и повторяют пробу на полноту осаждения. Добившись полного осаждения карбонатов катионов 2-й группы, нагревают жидкость с осадком на бане, центрифугируют, переносят центрифугат в другую пробирку и промывают осадок один раз горячей водой. Осадок анализируют по п. 3. Центрифугат, содержащий катионы 1-й группы, исследуют, как описано в систематическом анализе смеси катионов 1-й группы. Следует помнить, что он содержит избыток карбоната и других солей аммония. Поэтому удаление иона аммония обязательно.

Растворение осадка карбонатов. К осадку, в котором могут содержаться карбонаты кальция и бария, прибавляют 8—10 капель 2 н. уксусной кислоты и нагревают; раствор должен получиться прозрачным, но если

реактивы содержали примеси сульфат-иона, то образовавшиеся сульфаты кальция и бария не растворятся в уксусной кислоте и дадут муть, которую надо отцентрифугировать и отбросить. Центрифугат анализируют по п. 4.

Обнаружение и отделение катиона бария. Поскольку барий мешает обнаружению кальция реакцией с оксалатом аммония, необходимо узнать, присутствует ли он в растворе.

К капле уксуснокислого центрифугата прибавляют каплю раствора ацетата натрия и действуют каплей раствора дихромата калия. В присутствии катионов бария выпадает желтый осадок хромата бария.

Обнаружив барий, удаляют его перед обнаружением катионов кальция. Ко всему центрифугату прибавляют 2—3 капли раствора ацетата натрия и приливают раствор дихромата калия до оранжево-желтого окрашивания, то есть до избытка дихромат-ионов, обеспечивающего полное осаждение катионов бария. Затем нагревают содержимое пробирки на бане, центрифугируют и отбрасывают осадок хромата бария. Центрифугат же анализируют по п. 5.

5. Обнаружение катиона кальция. Прибавляют к центрифугату 4—5 капель раствора оксалата аммония и нагревают на бане. В присутствии катионов кальция выпадает осадок оксалата кальция. Белая окраска его, замаскированная избытком дихромата калия, обнаруживается после промывания водой.

Растворяют полученный осадок в 2 н. соляной кислоте и для проверки делают микрокристаллоскопическую реакцию с серной кислотой или реакцию с мурексидом.

Мешают обнаружению натрия и катионы 2-й аналитической группы. Следовательно, катион натрия можно обнаруживать действием гексагидроксостибиата калия только после удаления ионов аммония и магния, а также катионов 2-й группы.

2.Микрокристаллоскопическая реакция с ацетатом цинкуранила —

гп(СНзС00)2-Зи02(СНзС00)2. Из подкисленных уксусной кислотой солей натрия этот реактив осаждает зеленовато-желтые тетраэдры ацетата натрий- цинк-уранила:

NaCH3COO.Zn(CH3COO)2ЗШ2(СНзС00)2.9Н20. Каплю раствора соли натрия на сухом предметном стекле осторожно выпаривают досуха, рядом наносят каплю реактива и концом стеклянной палочки соединяют ее с сухим остатком. Рассматривают выпавшие кри­сталлы под .микроскопом. Эта реакция .очень чувствительна (открываемый минимум 0,01 мкг натрия), другие катионы 1-й и 2-й групп не мешают.

Проба на окрашивание пламени. Летучие соли натрия окрашивают бесцветное пламя горелки в интенсивно-желтый цвет. Платиновую проволочку, впаянную в стеклянную палочку, вносят в бесцветное пламя. Убедившись, что проволочка чиста и пламя остается бесцветным, погружают ее в раствор хлорида натрия (или захватывают немного сухой соли). Пламя горелки окрашивается в характерный желтый цвет.

РЕАКЦИИ КАТИОНОВ КАЛИЯ —К+

1. Гексанитрокобальтат(Ш) натрия—Na3[Co(N02)6]—

выделяет из растворов солей калия желтый кристаллический осадок двойной

соли:

2КС1 + Na3[Co(N02)6]= К3Na[Co(N02)6] + 2NaCl. В пробирку с 2 — 3 каплями раствора соли\ калия прибавляют 3 капли свежеприготовленного реактива и потирают стеклянной палочкой о стенки пробирки.

Раствор должен иметь рН не больше 7: в щелочной среде реактив разлагается с выделением темно-бурого осадка гидроксида:

Федеральное государственное образовательное учреждение среднего профессионального образования

«Корочанский сельскохозяйственный техникум»

ИНСТРУКЦИОННО - ТЕХНОЛОГИЧЕСКАЯ КАРТА

на выполнение лабораторной работы № 6-7по дисциплине: «Аналитическая химия»

Тема: Катионы третьей аналитической группы

Цель работы: Отработать умения и навыки по распознаванию катионов третьей аналитической группы.

Приобретаемые умения и навыки: Освоение методики постановки химического эксперимента.

Техника безопасности: Соблюдать правила работы с химическими веществами, поддерживать дисциплину и чистоту на рабочем месте, не принимать пищу в лаборатории, мыть руки после работы с химическими веществами.

Место проведения: Химическая лаборатория Норма времени: 2 часа.

Оснащение рабочего места: реактивы, химическая посуда, водяная баня, электроплитка.

Литература: Цитович И. К. Аналитическая химия, стр.90-97.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА КАТИОНОВ 3-й ГРУППЫ, ДЕЛЕНИЕ ИХ НА ПОДГРУППЫ

Из катионов 3-й группы наиболее важны Al3+, Fe3+, Fe2+,Mn2+,Zn2+. Сульфиды их в отличие от сульфидов катионов 1-й и 2-й групп практически нерастворимы в воде (сульфид алюминия, гидролизуясь, переходит в не­растворимый гидроксид). Но они растворяются в разбавленных кислотах, чем и отличаются от сульфидов катионов 4-й и 5- й групп. Поэтому групповым реагентом служит сульфид аммония, осаждающий железо (III), железо (II), марганец (II) и цинк в виде сульфидов, а алюминий- —в виде гидроксида. Сероводород непригоден для этого, так как дает настолько мало сульфид-ионов, что произведения растворимости сульфидов катионов 3-й группы (за исключением сульфида цинка) не достигаются.

Использовать в качестве групповых реагентов сульфиды натрия или калия нельзя, так как в раствор будут введены ионы натрия или калия. Разделение катионов 3-й группы на подгруппы основано на различном отношении их к действию гидроксида аммония в присутствии хлорида аммония, подавляющего диссоциацию основания. При этом превышенными оказываются только произведения растворимости гидроксидов алюминия и железа (III), которые и выпадают в осадок, а другие катионы 3-й группы остаются в растворе. В 1-ю подгруппу входят А13+ и Fe1осаждаемые гидроксидом аммония в присутствии солей аммония; во 2-ю подгруппу —

Fe,Мп + и Zn, которые не осаждаются таким способом.

Помимо сульфидов, у катионов 3-й группы нерастворимы в воде фосфаты и

карбонаты.

Катионы 3-й группы имеют агрохимическое значение. Так, кислые подзолистые почвы с рН ниже 5 содержат много алюминия в подвижном состоянии. В результате гидролиза солей, образованных алюминием и силь­ными кислотами, повышается концентрация ионов водорода в почвенном растворе, и многие культуры плохо развиваются на таких почвах. Органические соединения железа содержатся в тканях всех растений и животных. Железо входит в состав гемоглобина крови, участвует в связывании молекулярного кислорода и в доставке его клеткам. Недостаток его в почве вызывает у растений хлороз. Марганец и цинк — микроэлементы. Обнаружение и количественное определение катионов 3-й группы связано с анализом почв, микроудобрений, растительного и животного материала.

4.7. ДЕЙСТВИЕ ГРУППОВОГО РЕАГЕНТА

Сульфид аммония осаждает Fe2 +,Fe3+, Мп2+ и Zn2+в виде сульфидов, а А13 + — в виде гидроксида при соблюдении определенных условий. Поскольку сульфиды и гидроксиды катионов 3-й группы растворимы в сильных кислотах, свободные кислоты в анализируемом растворе предварительно нейтрализуют гидроксидом аммония. Но степень гидролиза сульфида аммония велика (99,9 %): (NH4)2s+ H2O~NH4HS+ NH4OH

Добавление к раствору гидроксида аммония необходимо также для подавления гидролиза группового реагента.

Сульфиды некоторых катионов 3-й группы переходят в коллоидное состояние, и для предупреждения этого осаждение ведут в присутствии электролита-коагулятора—хлорида аммония, из горячего раствора. Хлорид аммония нужен еще и для того, чтобы после введения гидроксида аммония не выпал осадок гидроксида магния.

Таким образом, катионы 3-й группы осаждают сульфидом аммония в присутствии аммонийной буферной смеси (рН~9), а катионы 1-й и 2-й групп остаются при этом в растворе.

Берут для осаждения только свежеприготовленные реактивы, так как сульфид и гидроксид аммония, поглощая оксид углерода (IV) из воздуха, частично превращаются в карбонат аммония, а в присутствии его (как и в присутствии сульфата аммония) с 3-й группой будут осаждаться и катионы 2- й группы.

В пробирки с 2 каплями растворов солей катионов 3-й группы прибавьте по 2 капли раствора сульфида аммония».

2Fe3++ 3S24\*= Fe2S3 ,

Fe2++S2"= FeS|

Mn2++ S2" = MnS

Zn2++ S2" = ZnS|

Осадки сульфидов железа черного цвета, сульфида марганца — телесного, а сульфида цинка — белого цвета. Они растворяются в разбавленных сильных кислотах с выделением сероводорода. Но при растворении сульфида железа (III) в соляной кислоте ион Fe3+частично восстанавливается до Fe2+и выпадает свободная сера: Fe2S3+ 4НС1 =2FeCl2+ S|+ 2H2S|.

Прибавляют сульфид аммония к раствору соли алюминия. В растворе сульфида аммония присутствуют как сульфид-ионы, так и ионы ОН", но произведение растворимости гидроксида достигается раньше, чем сульфида,

и в осадок выпадает гидроксид алюминия белого цвета.

3(NH4)2S+ 6H20^6NH4OH + 3H2S|

A12(S04)3 + 6NH4OH ^2Al(OH)3+ 3(NH4)2S04

A12(S04)3+ 3(NH4)2S +6Н20^2А1(ОН)з|+ 3(NH4)2S04+ 3H2S

Гидроксид алюминия, как и сульфиды катионов 3-й группы, растворяется в

разбавленных сильных кислотах.

4.8. РЕАКЦИИ КАТИОНОВ АЛЮМИНИЯ —

1. Щелочи (NaOHили КОН) выделяют из растворов солей алюминия белый аморфный осадок гидроксида:

А1С13 + 3NaOH= А1(ОН)|+ 3 NaCl.

В пробирку с 4 — 5 каплями раствора соли алюминия прибавляют каплю 2 н.

раствора гидроксида натрия, делят осадок на две части и, чтобы убедиться в

амфотерности гидроксида алюминия, прибавляют к одной части осадка

соляную кислоту, а к другой — избыток щелочи:

А1(ОН)3 + ЗНС1 =AICI3+ ЗН20;

А1(ОН)3+NaOH =NaA102+ 2Н20.

В обоих случаях получаются растворимые продукты.

1. Гидроксид аммония осаждает алюминий в виде А1(ОН)3, нерастворимого в солях аммония из-за малой величины ПР.Действуя смесью гидроксида и хлорида аммония, обнаруживают алюминий в присутствии цинка, гидроксид которого при этом в осадок не выпадает Если же в растворе присутствует алюминат-ион, то предварительно переводят его в катион, действуя кислотой :NaA102+ 4НСН3СОО = А1(СН3СОО)3 + NaCH3COO+2Н20.

Эту реакцию часто используют для обнаружения алюминия.

1. Получение лака с алюминоном. К 1 — 2 каплям раствора соли алюминия, подкисленного уксусной кислотой, прибавляют 1 — 2 капли 0,01%-ного раствора алюминона, нагревают на бане, приливают гидроксид аммония до появления запаха аммиака и затем 2 — 3 капли раствора карбоната аммония. Наблюдают за выпадением красных хлопьев алюминиевого лака алюминона.

4.Морин С15Н10О7. К 1—2 каплям раствора соли алюминия приливают 2 — 3 капли уксусной кислоты, приблизительно 1 мл воды и действуют 1 каплей раствора морина. Наблюдают зеленую флуоресценцию раствора, указывающую на присутствие катиона алюминия в виде (C^HgCb^Al. 4.9. РЕАКЦИИ КАТИОНОВ ЖЕЛЕЗА (III) — Fe3+

* 1. Гексацианоферрат (II) калия — K4[Fe(CM)6] осаждает ионFe3Bвиде

темно-синей берлинской лазури:

4 Fe3++ 3[Fe(CN)6]4" =Fe4[Fe(CN)6]3|

Чтобы предотвратить гидролиз реактива, протекающий по уравнению: К4[Fe(CN)6]3+ 4H20<->H4[Fe(CN)6] + 4КОН,

реакцию выполняют в кислой среде. Кроме того, в щелочной среде

берлинская лазурь разлагается:

Fe4[Fe(CN)6]3+ 12NaOH = 4Fe(OH)3j + 3Na4[Fe(CN)6].

В пробирку с 1 — 2 каплями раствора соли железа (III) прибавляют столько

же соляной кислоты и 2 — 3 капли гексацианоферрата (II) калия.

* 1. Роданиды аммония или калия дают с железом (III) роданидный комплекс [Fe(SCN)] . кроваво-красного цвета:

Fe3++ SCN"—>[Fe(SCN)]2+

С избытком реактива получается ряд других (окрашенных в тот же цвет) комплексных ионов:

[Fe(SCN)]2+—>[Fe(SCN)2]+ ->[Fe(SCN)3]0->[Fe(SCN)4]"-> [Fe(CN)6]3" Реакцию выполняют в пробирке или капельным методом на фильтровальной бумаге.

* 1. Восстановление железа (III) до железа (II). Катион железа (III) ведет себя как слабый окислитель и взаимодействует лишь с наиболее активными восстановителями (сероводородом, иодидом калия и др.):

2К1 + 2FeCl3= Ь + 2FeCl2+ 2КС1.

Федеральное государственное образовательное учреждение среднего профессионального образования

«Корочанский сельскохозяйственный техникум»

Инструкционно - технологическая карта

на выполнение лабораторной работы № 8

по дисциплине: «Аналитическая химия»

Тема: Катионы первой, второй и третьей группы аналитической

группы.

Наименование работы: СИСТЕМАТИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ СМЕСИ КАТИОНОВ 3-й, 2-й и 1-й ГРУПП (БЕЗ ХРОМА И ФОСФАТ-ИОНОВ)

Цель работы: Ознакомить студентов с систематическим анализом катионов первой- третьей.

Приобретаемые умение и навыки: Освоить методику постановки химического эксперимента при изучении свойств катионов 120-145.

Норма времени: 2 часа.

Место проведения: Лаборатория аналитической химии.

Оснащение рабочего места: Водяная баня, штативы с пробирками, реактивы, спиртовки, лабораторная посуда..

Литература: И.К. Цитович «Аналитическая химия», стр. 118-128.

1. МЕТОД С ПРИМЕНЕНИЕМ ПЕРЕКИСИ (ПЕРОКСИДА) ВОДОРОДА

Приводимый ниже метод основан на действии избытком щелочи в присутствии перекиси водорода. В результате этого катионы алюминия и цинка переходят в анионы А1 02 и Z11O2",которые остаются в растворе. Остальные же катионы осаждаются в виде гидроксидов железа (III) и марганца (IV).

Систематический анализ смеси катионов 3—1-й групп начинают с предварительных испытаний.

1. Предварительные испытания, а) обнаружение катиона аммония

выполняют дробным методом. Это необходимо потому, что при осаждении

катионов 3-й группы ион аммония вводится в раствор с сульфидом аммония. Обнаруживают его в отдельной порции раствора действием щелочи при нагревании (или реактивом Несслера).

л I \_!\_

б) Обнаружение катионов Feи Feвозможно только до отделения катионов 3-й группы и растворения осадка в азотной кислоте, так как после этого все железо будет окислено до Ре1+-ионов. Поэтому в отдельных

о

порциях раствора, подкисленного соляной кислотой, обнаруживают Fe+ действием K3[Fe(CN)6] и Fe3+ действием К4[Fe(CN)6].Hoесли вместо синих осадков появится только бледно-голубое окрашивание раствора, то это указывает лишь на присутствие примесей железа (II) и железа (III) в реактивах.

в) Обнаружение катиона цинка также выполняют дробным методом: в ходе дальнейшего анализа большая часть его теряется из-за соосаждения. Берут в пробирку 8—10 капель анализируемого раствора, приливают столько гидроксида аммония, чтобы раствор оставался еще слабокислым, добавляют избыток порошкообразного карбоната кальция и перемешивают (на холоду). Когда выделение углекислого газа прекратится, центрифугируют и отбрасывают осадок гидроксида железа (III). Приливают к центрифугату равный объем воды и 10 капель формиатного буферного раствора или 1/4 объема 0,05 н. соляной кислоты. Затем нагревают смесь и медленно пропускают через нее пузырьки сероводорода; появление белого осадка, растворяющегося в 2 н. соляной кислоте, указывает на присутствие цинка.

* + 1. Отделение катионов 3-й группы от ионов 2-й и 1-й групп. Известно, что катионы 3-й группы дают осадки с реактивами а ионы 2-й и 1-й групп [Ca2HP04, (NH4)2C03, (NH4)2C204], то есть мешают их обнаружению. Поэтому катионы 3-й группы отделяют от катионов первых двух групп.

В коническую пробирку берут 20—25 капель анализируемого раствора, приливают 6—8 капель раствора хлорида аммония и добавляют по одной капле 2 н. гидроксида аммония до появления не исчезающей при пере­мешивании мути (или до слабощелочной реакции). Затем, нагрев раствор почти до кипения, приливают при перемешивании 12—15 капель группового реагента, то есть сульфида аммония, и еще 3—5 мин держат на бане для лучшей коагуляции частиц осадка. Осадок центрифугируют и, добавив еще каплю раствора сульфида аммония, проверяют полноту осаждения; если она не достигнута, прибавляют еще 5—6 капель группового реагента. Когда осаждение будет полным, центрифугируют осадок и переносят центрифугат в другую пробирку. Для удаления хлорид-ионов, мешающих в дальнейшем обнаружению марганца, осадок 2—3 раза промывают горячей водой с нитратом аммония (электролит-коагулятор). Центрифугат, содержащий катионы 2—1-й групп и избыток солей аммония, анализируют по п. 3, а осадок -по п. 4.

* + 1. Подготовка центрифугата к обнаружению катионов 2-й и 1-й групп.

Поскольку избыток сульфида аммония окисляется кислородом воздуха до сульфата, осаждающего катионы 2-й группы, сразу после отделения центрифугата разрушают сульфид аммония действием кислоты.

Поместив весь центрифугат в тигель, подкисляют его уксусной кислотой, упаривают смесь до половины объема, центрифугируют и отделяют выпавшую в осадок серу, центрифугат же выпаривают досуха и прокаливают для удаления большей части солей аммония (в них за-метно растворимы карбонаты катионов 2-й группы). К полученному сухому остатку прибавляют 10—12 капель 2 и. соляной кислоты и анализируют как смесь катионов 2—1- й групп.

* + 1. Растворение осадка, содержащего катионы 3-й группы. По окраске осадка предварительно устанавливают возможности присутствия отдельных катионов 3-й группы. Приливают к нему 4-6 капель азотной кислоты (плотностью 1,2 г/см3), 1—2 капли раствора нитрита калия (для ускорения реакции) и ставят на баню. Добавляют еще 2—3 капли азотной кислоты для полного растворения осадка и окисления железа (II) в железо (III), центрифугируют и отбрасывают выпавшую серу, разбавляют центрифугат

5—6 каплями воды и анализируют его по п. 5 и 6.

* + 1. Обнаружение катиона марганца (II). К капле полученного азотнокислого центрифугата прибавляют каплю раствора нитрата серебра. Появление мути хлорида серебра указывает на присутствие хлорид-ионов, которые мешают окислению Мп2+ до MnOlи должны быть удалены. Для этого добавляют в пробирку еще каплю раствора нитрата серебра, центрифугируют и отбрасывают осадок. В центрифугате обнаруживают марганец (II) реакцией с оксидом свинца (IV), как описано на стр. 95.
    2. Отделение алюминия и цинка от железа (III) и марганца(П). Ко всему азотнокислому центрифугату, полученному по п. 4, приливают 25 %-ного раствора гидроксида натрия до щелочной реакции и еще 5—8 капель избытка. Ставят пробирку на горячую баню, приливают 4—5 капель 3 %-ной перекиси водорода и нагревают 2—3 мин. Сначала с гидроксидом натрия все катионы дают осадки гидроксидов, но затем амфотерные гидроксиды растворяются в избытке щелочи с получением цинкат- и алюминат-ионов, а Мп(ОН)2 окисляется перекисью водорода до МпО(ОН)2.

Далее осадок, в котором могут быть гидроксиды Fe(OH)3и МпО(ОН)2, центрифугируют и отбрасывают, так как железо и марганец обнаружены ранее. Центрифугат анализируют по п. 7.

* + 1. Обнаружение алюминия и цинка. Щелочной центрифугат подкисляют 13 н. уксусной кислотой, чтобы перевести А102", Zn02"в катионы, делят его на две порции и обнаруживают в них алюминий и цинк.

а) Обнаружение алюминия: К одной порции уксуснокислого раствора приливают 2—3 капли .насыщенного раствора хлорида аммония, чтобы предупредить осаждение гидроксида цинка, растворимого в солях аммония. Затем добавляют гидроксида аммония до слабощелочной реакции (рН~9) и нагревают на бане 2—3 мин для удаления избытка NH4OH, в котором гидроксид алюминия растворяется. В присутствии алюминия выпадает белый хлопьевидный осадок А1(ОН)3.

Осадок можно отцентрифугировать, промыть, растворить в 2—3 каплях 2 н. уксусной кислоты и сделать проверочную реакцию на алюминий с алюминоном или морином.

б ^Обнаружение цинка. Ион цинка уже обнаруживался в предварительных испытаниях, но полезно сделать проверочную реакцию. Для этого нагревают на бане другую часть уксуснокислого раствора и пропускают через нее пузырьки сероводорода; в присутствии цинка выпадает белый осадок его сульфида,- растворимый в соляной кислоте (в отличие от серы).

2. АММИАЧНЫЙ МЕТОД АНАЛИЗА

Этот метод разделения основан на действии гидроксида аммония в

присутствии солей аммония и позволяет осаждать Fe3+ и А13+ в виде

2+ 2+

гидроксидов, тогда как ионы Мп~ и [Mn(NH3)6] остаются в растворе. Предварительные испытания, отделение катионов 3-й группы от катионов 2- й и 1-й групп, подготовку центрифугата к обнаружению катионов 2-й и 1-й групп, растворение осадка, содержащего катионы 3-й группы, обнаружение катионов марганца (II) (1—5) выполняют так же, как и по методу с применением перекиси водорода (4.13.1).

* + - 1. Отделение алюминия и железа (III) от марганца (II) и цинка. К

азотнокисломуцентрифугату, полученному по п. 4, прибавляют 8—10 капель

насыщенного раствора хлорида аммония, нагревают на бане и прибавляют

концентрированный (13 н.) гидроксид аммония сначала до щелочной

реакции, а затем еще 5 капель. Гидроксиды алюминия и железа (III)

2 2+ выпадают в осадок, а ионы Мп + и [Mn(NH3)6]остаются в растворе.

Отделяют осадок центрифугированием и промывают водой, добавив к ней

немного хлорида аммония. Осадок анализируют по п. 7, центрифугат — по п.

9.

* + - 1. Отделение железа (III) от алюминия. К осадку, полученному по п.6, прибавляют 5—6 капель 6 н. раствора гидроксида натрия, медленно при нагревании и перемешивании приливают 5—6 капель 3%-ной перекиси во­дорода. Осадок гидроксида железа (III) отделяют центрифугированием и отбрасывают. Центрифугат, в котором может содержаться алюминат-ион, исследуют по п. 8.

8,Обнаружение катионов алюминия. К 3—5 каплям щелочного центрифугата, полученного по п.7, прибавляют 2н. серной кислоты (до рН~4), чтобы перевести ион АЮ2 в катион А13+. Затем приливают гидроксида аммония до слабощелочной реакции (рН~9) и нагревают на бане. В присутствии алюминия выпадает аморфный осадок А1(ОН)3. 9.Проверочная реакция на катион цинка.К аммиачному центрифугату, полученному по п. 6, прибавляют соляной кислоты до слабокислой реакции, взбалтывают на холоду с порошком карбоната кальция и делают про­верочную реакцию на цинк, как по методу с применением перекиси водорода (4. 13. 1., п. 1, в).

вправо и два влево, находят среднее арифметическое для отклонений стрелки в каждую сторону:

Отклонения стрелки вправо

7,0

6,5

Отклонения стрелки влево 6,0 5,5

Среднее 6,5

Среднее 5,7

Разность между этими величинами делят пополам: 6,5-5,7/2=0,4. Нулевая точка расположена на 0,4 деления вправо от нуля шкалы. Когда нулевая точка не совпадает с нулем шкалы на 2—3 деления, уравновешивают весы балансирными гайками. Но у хорошо отрегулированных весов нулевая точка почти совпадает с нулем шкалы и у нагруженных весов называется точкой равновесия.

3. Вычислив нулевую точку, арретируют весы и приступают к взвешиванию. Достают из эксикатора бюкс, закрывают его крышкой и, открыв левую дверцу шкафа, ставят на чашу весов; дверцу закрывают. Затем ставят разновес справа от весов, открывают другую дверцу и на правую чашку кладут пинцетом гирьку, которая заведомо тяжелее бюкса, например 20 г. Закрывают дверцу и, слегка поворачивая левой рукой арретирный диск, наблюдают за отклонениями стрелки; если разновеска действительно тяжелее бюкса и стрелка отклонится влево, весы арретируют, снимают пинцетом гирьку с чашки и переносят в гнездо футляра.Ставят на чашку, следующую по порядку гирьку в 10 г, а если этого окажется мало, то (арретировав предварительно весы) добавляют гирьку в 5 г. Возможно, что и при этом бюкс окажется тяжелее; тогда прибавляют еще 2 г, а если этого будет много, то снимают 2 г и кладут гирьку в 1 г.

Если же гирьки в 1 г окажется мало (а двух граммов было много), находят десятые и сотые доли грамма при помощи миллиграммовых разновесок, которые прибавляют и снимают по порядку, начиная с 0,5 г и кончая 0,01 г. Когда при добавлении 0,01 г стрелка отклонится влево от нулевой точки, снимают с чашки разновеску в 10 мг, закрывают правую дверцу шкафа и приступают к работе с рейтером. Сначала при помощи движка ставят рейтер на деление 5 правой части шкалы, поворачивают арретирный диск вправо до отказа и наблюдают отклонения стрелки от нулевой точки: если стрелка сильнее отклонится вправо, то и рейтер перемещают вправо, в обратном случае — влево. Поместив рейтер на шкалу, убирают крючок движка. Прежде чем переместить рейтер по шкале, всякий раз арретируют весы. Добившись, чтобы стрелка отклонялась в обе стороны от нулевой точки на одинаковое число делений, подсчитывают массу бюкса по пустым гнездам в футляре и по положению рейтера на шкале; цифры на ней показывают тысячные доли грамма, а каждое маленькое деление между ними—0,0002 г. Так, если разновесок на правой чашке было 16,85 г, а отсчет с помощью рейтера составил 66, то масса бюкса равна 16,8566 г. Записывают массу бюкса в журнал.4. Закрывают футляр разновеса, снимают крючком рейтер со шкалы, взвешенный бюкс помещают в эксикатор.

Na3[Co(No2)6]+ 3NaOH = Co(OH)3+ 6NaN02

в сильнокислой среде образуется нестойкая комплексная кислота, но в уксусной кислоте ни реактив, ни осадок не разрушаются. Соли аммония мешают выполнению реакции, так как тоже дают желтый кристаллический осадок:

2NH4C1 + Na3[Co(N02)6] = (NH4)2Na [Co(NO)6] + 2NaCl. Катион магния обнаружению калия не мешает.

Следовательно, определять катионы калия действием гексанитрокобальтата (III) натрия можно в нейтральном или уксуснокислом растворе, в котором могут содержаться катионы магния, но не должно быть солей аммония. Последние удаляют прокаливанием.

2. Гидротартрат натрия —NaHC4H4Oe— выделяет из нейтральных растворов солей калия белый мелкокристаллический осадок гидротартрата калия:

КС1 + NaHC4H406= КНС4Н406 + NaCl.

В пробирку с 4—5 каплями раствора соли калия прибавляют столько же реактива, потирают палочкой о стенки пробирки и охлаждают под краном. Эту реакцию проводят в нейтральной среде; в присутствии щелочи получается растворимая средняя соль: КНС4Н406 + КОН = К2С4Н406 + Н20,

а в кислой среде осадок не выпадает, так как получается растворимая винная кислота:

КНС4Н406 + НС1 = Н2С4Н40В + КС1. В уксусной кислоте осадок не растворяется.

Соли аммония мешают обнаружению калия, так как ион аммония тоже дает с реактивом малорастворимый осадок: NH4C1 + NaHC4H406= NH4HC4H406+ NaCl.

Перед обнаружением катиона калия ион аммония, а также катионы других групп должны быть удалены.

Областное государственное автономное образовательное учреждение среднего профессионального образования «Корочанский сельскохозяйственный техникум»

ИНСТРУКЦИОННО - ТЕХНОЛОГИЧЕСКАЯ КАРТА

на выполнение лабораторной работы №12-13

по дисциплине: « Основы аналитической химии»

Тема: Определение содержания кристаллизационной воды в кристаллогидратах.

Цель работы: освоить методику проведения гравиметрического анализаПриобретаемые умения и навыки: Отработать умения и навыки по взвешиванию навесок веществ, высушиванию их и расчёту результатов анализа.

Техника безопасности: Соблюдать правила работы с химическими веществами, поддерживать дисциплину и чистоту на рабочем месте, не принимать пищу в лаборатории, мыть руки после работы с химическими веществами.

Место проведения: Химическая лаборатория Норма времени: 4 часа.

Оснащение рабочего места: весы, разновесы, бюксы, соли кристаллогидраты, инструкционные карты. Литература: Цитович И. К. Аналитическая химия, стр. 138-142. Саенко О. Е. Аналитическая химия, стр. 179-181.

Ход работы

Принцип метода. Содержание кристаллизационной воды принято определять высушиванием кристаллогидрата до постоянной массы при определенной температуре. Хлорид бария ВаС12-2Н20 сушат при 120- 125°С. Предназначенный для определения кристаллогидрат должен быть воздушно- сухим.

Ход определения. Чистый бюкс нумеруют (простым карандашом на шлифованной части) и, положив крышку сверху на ребро, ставят в сушильный шкаф с температурой 120—125°С. Спустя 45—60 мин переносят бюкс (не закрывая его) тигельными щипцами в эксикатор и относят в весовую комнату. Через 15—20 мин взвешивают его и записывают массу в лабораторный журнал. Сушат бюкс еще 1—2 раза по 30 мин до постоянной массы, то есть до тех пор, пока результаты двух последних взвешиваний будут отличаться не более чем на 0,0002 г.

Затем помещают в бюкс 1—3 г свежеперекристаллизованного воздушно- сухого хлорида бария, закрывают крышкой и взвешивают на аналитических весах.

Приступая к высушиванию кристаллогидрата, открывают бюкс с навеской, кладут крышку на ребро, ставят в сушильный шкаф на 1,5—2 ч при температуре 120—125 H2SO4 (при более высокой температуре возможно разложение соли).

Переносят бюкс в эксикатор, оставляют на 15— 20 мин около весов, закрывают бюкс и взвешивают. Повторяют высушивание (по 30 мин) до постоянной массы. Все результаты взвешиваний записывают в журнал и делают вычисления.

Вычисляют абсолютную и относительную ошибки определения.

Оформление работы

Пример записи результатов в рабочий журнал (примерный расчет):

Дата...

Работа №

Тема: Определение содержания кристаллизационной воды кристаллогидратах.

1. Взятие навески хлорида бария ВаС12\*2Н20.

Масса бюкса с ВаС12\*2Н20, г 17,5831

Масса пустого бюкса с крышкой, г 16,8223

Масса навески ВаС12\*2Н20, г 0,7608 2. Высушивание навески хлорида бария. Масса бюкса с хлоридом бария после высушивания, г.

1. е взвешивание 17,4896
2. е взвешивание 17,4712
3. е взвешивание 17,4712
   1. Вычисление массы кристаллизационной воды:

17,5831 - 17,4712 = 0,1119г.

* 1. Содержание (%) кристаллизационной воды вычисляют по формуле:

W= (а — Ь)\* 100/а W= (17, 5831 - 17, 4712)\* 100/17, 5831=14, 71% Ошибка определения.

Масса воды, входящая в формулу кристаллогидрата, является величиной теоретической и вычисляется из пропорции: В 244, 3 г ВаС12\*2Н20 содержится 36 г Н20; В 100 г ВаС12\*2Н20 содержится л: г Н20; Х= 36\* 100/244,3=14,75%

Разность между полученной и теоретической величинами является абсолютной ошибкой определения: 14,71-14,75 = - 0,04. Относительная ошибка:

(- 0,04)\* 100/14,75=-0,2% Контрольные вопросы для зачёта

* + 1. В чем состоит сущность гравиметрии?
    2. Назовите методы гравиметрии?
    3. Назовите операции метода осаждения.
    4. Что называют средней пробой?
    5. Что называют навеской?

Областное государственное автономное образовательное учреждение среднего профессионального образования «Корочанский сельскохозяйственный техникум»

ИНСТРУКЦИОННО - ТЕХНОЛОГИЧЕСКАЯ КАРТА на выполнение лабораторной работы №14 по дисциплине: «Основы аналитической химии»

Тема: Метод нейтрализации. Приготовление и стандартизация хлороводородной кислоты. Определение карбонатной жесткости воды

Цель работы: освоить методику проведения кислотно-основного титрования

Приобретаемые умения и навыки: Отработать умения и навыки по приготовлению стандартных и стандартизированных растворов, по проведению титрования, установлению точки эквивалентности и расчёту результатов анализа.

Техника безопасности: Соблюдать правила работы с химическими веществами, поддерживать дисциплину и чистоту на рабочем месте, не принимать пищу в лаборатории, мыть руки после работы с химическими веществами.

Место проведения: Химическая лаборатория Норма времени: 2 часа.

Оснащение рабочего места: весы, разновесы, бюретки, пипетки, мерные колбы, реактивы: соляная кислота, тетраборат или карбонат натрия инструкционные карты.

Литература: Цитович И. К. Аналитическая химия, стр. 191-194. Саенко О. Е. Аналитическая химия, стр.212-214.

Ход работы

Принцип метода. Эта лабораторная работа складывается из нескольких операций. Сначала из навески готовят стандартный раствор тетрабората (или карбоната) натрия. Затем получают приблизительно 0,1 н. раствор соляной кислоты. Наконец, стандартизируют соляную кислоту по тетраборату (или карбонату) натрия.

Ход определения.

1. Приготовление 100 мл стандартного раствора тетрабората натрия (или карбоната натрия).

Тетраборат натрия наиболее удобен для стандартизации соляной кислоты, водные растворы его вследствие гидролиза имеют щелочную реакцию:

Na2B407+7H20^2Na0H+4H3B03,

Их можно титровать кислотами:2ЫаОН+2НС1=2№С1+2Н20.

При этом равновесие гидролиза смещается вправо, новые количества щелочи поступают в раствор, пока соль полностью не прореагирует. Кроме того из суммарного уравнения

Na2B407+2HCl=2NaCl+4H3B03

Видно, что в результате реакции накапливается ортоборная кислота, рН раствора в точке эквивалентности будет меньше 7 и титровать следует с метиловым оранжевым (или метиловым красным).

Моль Na2B407\*10H20 в этой реакции взаимодействует с двумя молями ионов водорода и молярная масса эквивалента его равна 381,4:2=190,7, а для приготовления 100мл 0,1 н. раствора требуется 190,7\*0,1 \*0,1=1,907 г тетрабората натрия.

В маленькой пробирке или на часовом стекле берут навеску свежеперекристаллизованной соли около 2 г с точностью до 0,0002 г, переносят через воронку в мерную колбу 100 мл и, обмывая воронку, приливают немного горячей воды; убирают воронку. Растворив тетраборат натрия, охлаждают колбу водой из-под крана, доводят объем дистиллированной водой до метки с помощью пипетки, по каплям, держа глаз на уровне метки. Раствор перемешивают, закрывают колбу пробкой. Вычисляют титр делением навески на объем раствора; например:

Т=1,8764/100=0,08176 г/мл.

Тогда нормальность раствора:

N=T\* 100/Э=0,01876\* 1000/190,7=0,0983 7.

Все величины титра и нормальности раствора должны иметь четыре значащих цифры (не считая нули после запятой).

1. Приготовление рабочего раствора 0,1 н. хлороводородной кислоты.

Приготовить титрованный раствор хлороводородной кислоты, исходя из концентрированной кислоты, невозможно. Поэтому готовят приблизительно ОД н. раствор и устанавливают титр его.

Эквивалентная масса соляной кислоты равна 36,46 г/моль. В 250 мл ОД н. раствора должно содержаться 36,46\*0,1\*0,25=0,912 г НС1.

Определяют плотность имеющейся концентрированной кислоты, опустив в нее ареометр. Если она, например, оказалась равной 1,179 г/смЗ, то из таблицы «Плотность водных растворов важнейших кислот, щелочей и аммиака» видно, что кислота содержит 36% НС1.

Вычисляют, в каком количестве этой кислоты содержится нужное число граммов НС1.

36 г НС1 содержится в 100 г кислоты, 0,912 г НС1» » х » », Х=0,912\*100/36=2,53 г. Пересчитывают массу кислоты на объем: V=m/ q=2, 53/1,179=2, 1 мл.

Отмеривают этот объем концентрированной кислоты маленьким цилиндром, разбавляют дистиллированной водой до 250 мл и перемешивают полученный раствор.

1. Стандартизация (установка нормальности) раствора соляной кислоты по тетраборату натрия.

Подготавливают бюретку к работе. Для этого вымытую бюретку дважды ополаскивают небольшими порциями раствора соляной кислоты, чтобы удалить остатки воды. С помощью воронки наполняют бюретку раствором так, чтобы мениск его был несколько выше нулевого деления; заполняют оттянутую трубку, вытеснив из неё пузырьки воздуха; убирают воронку (с нее может капать раствор). Выпустив лишнюю кислоту, устанавливают нижний край мениска на нулевом делении.

Вымытую пипетку емкостью 10 мл ополаскивают раствором тетрабората натрия и отмеривают 10 мл его в коническую колбу для титрования, приливают 1 каплю метилового оранжевого.

В другой конической колбе приготовляют «свидетель»: к 20 мл дистиллированной воды прибавляют 1 каплю метилового оранжевого и 1-2 капли соляной кислоты; раствор приобретает слабую, но заметную розовую окраску.

После этого на основание штатива кладут лист белой бумаги, подставляют колбу с раствором тетрабората натрия под бюретку и приступают к титрованию. Добиваются, чтобы желтая окраска метилового оранжевого переходила в бледно-розовую от одной избыточной капли кислоты. Повторяют титрование несколько раз до сходящихся результатов, когда отсчеты будут отличаться не более чем наОД мл; из 2-3 отсчетов берут среднее арифметическое и вычисляют нормальность раствора соляной кислоты, пользуясь законом эквивалентов: NiVi=N2V2,

где NjV] - нормальность и объем стандартного раствора;

N2V2 - нормальность и объем исследуемого раствора.

Стандартизированный раствор соляной кислоты необходим для последующих определений.

Оформление работы

Пример записи результатов в рабочий журнал (примерный расчет):

Дата...

Работа №

Тема: Метод нейтрализации. Приготовление и стандартизация хлороводородной кислоты. Определение карбонатной жесткости воды

1.1. Приготовление 100 мл стандартного раствора тетрабората натрия (или карбоната натрия).

Масса навески тетрабората натрия, необходимая для приготовления 100 мл 0,1 н раствора составляет

Титр тетрабората натрия рассчитывают по формуле: Т= т/ V, Нормальность раствора рассчитывают по формуле: N=T\*100/3.

* 1. Приготовление рабочего раствора ОД н. хлороводородной кислоты.
     1. Определяют плотность соляной кислоты и устанавливают по ней % концентрацию

Б) Вычисляют, в каком количестве этой кислоты содержится нужное число граммов НС1.

* + 1. Пересчитывают массу кислоты на объем по формуле: V=m/ q
  1. Стандартизация (установка нормальности) раствора соляной кислоты по тетраборату натрия.

Ni (Na2B407) =0, 1

* 2 (HC1) - объем, пошедший на первое титрование
* 2 (НС1) - объем, пошедший на второе титрование V2(HC1) ср.

Нормальность раствора соляной кислоты определяют по формуле: N,V,=N2V2,

где NiV) - нормальность и объем стандартного раствора; N2V2 - нормальность и объем исследуемого раствора. Определение карбонатной жесткости воды

В коническую колбу отмерьте пипеткой 100,0 мл анализируемой воды. Прибавьте 2-3 капли метилового оранжевого и титруйте раствором НС1 до перехода желтой окраски индикатора в бледно - розовую. Повторите титрование 2-3 раза и из сходящихся отсчетов возьмите среднее. Удобно выполнять титрование со «свидетелем»

Чтобы вычислить карбонатную жесткость (по ГОСТу) в ммоль на 1 л воды, находят нормальную концентрацию раствора солей и умножают ее на 1000:

Ж=У(НС1)\*с(НС1)\* 1000/ V(H20).

Допустим на титрование 100,0 мл воды пошло в среднем 12,25 мл о,1016 н. раствора кислоты. Тогда

Ж=(12,25\*0,1016/100)\* 1000=12,45. Контрольные вопросы для зачёта

* 1. В чем сущность метода нейтрализации? Какая химическая реакция лежит в основе этого метода?
  2. Какие индикаторы применяют в методе нейтрализации?
  3. Какие растворы называют стандартными (приготовленными)?
  4. Какие растворы называют стандартизированными (установленными)?
  5. Как рассчитывают титр и нормальность раствора?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №15

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕЙ (ТИТРУЕМОЙ) КИСЛОТНОСТИ ПЛОДОВ

ИЛИ ОВОЩЕЙ

ПРИНЦИП МЕТОДА. По титруемой кислотности, имеющей вкусовое значение, судят о качестве свежих или переработанных плодов и овощей. Для многих солено квашеных продуктов общая (титруемая), кислотность нормируется государственными стандартами.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ. Из измельченной средней пробы берут в предварительно взвешенный стаканчик приблизительно 20 г анализируемого материала, взвешивают на технохимических весах, то есть с точностью до 0,01 г, переносят навеску без потерь в мерную колбу емкостью 200 мл, ополаскивают стаканчик несколько раз дистиллированной водой, сливая ее в туже колбу.

Ставят колбу на водяную баню с температурой 80 С и выдерживают 15 мин (для гомогенизированных продуктов - 5 мин). Дают колбе остыть, доводят содержимое ее дистиллированной водой до метки, хорошо перемешивают.

Берут пипеткой 20 мл прозрачной вытяжки (если необходимо, предварительно фильтруют ее), переносят в коническую колбу, добавляют 2-3 капли фенолфталеина и титруют стандартизированным раствором гидроксида натрия до бледно- малинового окрашивания, неисчезающего в течение 1 мин.

РАСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА. Общую (титруемую) кислотность продукта в процентах (х) вычисляют по уравнению:

V\*Т\*С\*К\* 100

Х=

m\* V2

где Vi- объем стандартизированного (приблизительно ОД н.) раствора гидроксида натрия., пошедший на титрование (в мл); Т - поправка к титру ОД н. раствора гидроксида натрия; С - общий объем полученной вытяжки (в мл); m- навеска анализируемого продукта (в г); V2 - объем вытяжки, взятый на титрование (в мл);

К - коэффициент для пересчета ОД н. раствора гидроксида натрия на преобладающую кислоту: яблочную - 0,0064 (цитрусовые плоды и ягоды); щавелевую - 0,0063 (щавель, шпинат); молочную - 0,0090 (солено квашеные продукты); уксусную - 0,0060 (маринады); винную - 0,0075 (виноград).

Анализируя жидкие продукты, берут пипеткой для титрования 10-25 мл сока или раствора (из приведенного расчетного уравнения исключают величины навески и общего объема вытяжки).

МАТЕРИАЛЫ И ОБОРУДОВАНИЕ.Весы, разновесы, растительный материал, мерные колбы на 100мл, водяная баня, фильтры, терка, воронки, бюретка,

* + 1. 1. раствор NaOH, фенолфталеин.

Контрольные вопросы для зачета:

* + 1. Что такое средняя проба, как она отбирается?
    2. Что такое навеска?
    3. Какиекистюты содержатся в плодах и овощах?
    4. Какие кислоты называют пищевыми"?

Лабораторная работа. №  16-17

Тема Пермангонатометрическое титрование.

1.Приготовление стандиртизированного раствора перманганата калия.

Сначала готовят из навески стандартный раствор щавелевой кислоты (или оксалата натрия), затем приблизительно 0,05 н. Раствор перманганата калия и, наконец, стандартизирует раствор перманганата по щавелевой кислоте (или оксалату натрия). 2. Приготовление стандартного раствора щавелевой кислоты (или оксалата натрия).

Известно, что перманганат калия взаимодействует в сернокислой среде со щавелевой кислотой-

2KMnO4+ 5H2C2O4+3H2SO4 = 2MnSO4+10СО2+K2SO4+8Н2Оили

с оксалатом-: 2KMn04+ 5Na2C2O4+ 8H2S04= 2MnS04+10СО2+ K2SO4+ 5Na2S04+8H2O.

В обеих реакциях оксалат- анион Сг2O4 -окисляется и, теряя 2 электрона, превращается в две молекулы оксида углерода (IV).

Зато перманганат-ион, наоборот, приобретая 5 электронов, восстанавливается до катиона марганца (II)•'

С2042 - 2е- = 2СО2\* Мп7++ 5е- = Мп2+

5

2 . Поэтому эквивалентная масса щавелевой кислоты Н2С2О4\* 2НгО,как стандартного вещества, равна ^ молярной массы, T; е. 126,07^2= 63,04 г/моль и для приготовления 100 мл 0,05 н. Раствора нужно 63,04\* 0,05\* 0,1= 0,3152 г щавелевой кислоты.

Навеску щавелевой кислоты, взятую на аналитических весах, растворяют в мерной колбе емкостью 100 мл, доводят объем раствора водой до метки, перемешивают. Вычисляют титр и нормальность стандартного раствора щавелевой кислоты.

. Если навеска щавелевой кислоты оказалась 0,2988 г, то

Т=0,2988 = 0,002988 г/мл,

:> т..

и нормальность

N= Т\* 1000=0,002988\* 1000= 0,04741. Э 63,04

3. Приготовление приблизительно 0,05 н. Раствора перманганата калия.

Для реакции, протекающей в кислой среде, эквивалентная масса перманганата калия равнаУь молярной массы, то есть 158,03 • 5 = 31,61 г. Чтобы приготовить 0,5 л 0,05 н. Раствора, следовало бы взять навеску в 31,61 \*0,05 \* 0,5 = 0,7903 г. Но продажный

перманганат калия не совсем чист и часть его расходуется на окисление присутствующих в воде восстановителей. Поэтому отвешивают на технохимических весах 0,8 г растворяют в 500 мл воды. Для этого в стакан с навеской приливают небольшие порции горячей воды, сливают раствор с кристаллов в приготовленную склянку,ускоряют растворение перемешиваем. Растворив всю навеску, приливают оставшуюся воду, перемешивают, оставляют стоять до следующего занятия?

4. Стандартизация раствора перманганата калия по щавелевой кислоте.

Берут чистую бюретку с краном, промывают раствором перманганата калия и подготавливают ее к титрованию.

Пипетку ополаскивают стандартным раствором щавелевой кислоты, переносят 10 мл его в коническую колбу, приливают 8- 10 мл 2 н. серной кислоты, нагревают до 70 -80° С (не допуская капания) и горячий раствор титруют перманганатом калия медленно, по каплям, при неприрывном взбалтывании жидкости; каждую каплю добавляют после того, как обесцветится предыдущая; сначала перманганат обесцвечивается медленно, но по мере образования сульфата марганца (катализатора) быстрее.

Когда избыточная капля перманганата сообщит раствору бледную малиновую окраску, не исчезающую в течение 1-2 мин, титрование прекращают. Объем раствора перманганата калия отсчитывают по верхнему краю мениска, так как нижний плохо виден.

Из 2 - 3 сходящихся отсчетов титрования берут среднее, вычисляют нормальность раствора перманганата калия. Если на титрование 10 мл 0,04741 н. Раствора щавелевой кислоты пошло, например, в среднем 9,15 мл раствора перманганата, то нормальность его t.4> '

NKmn04= 0.04741 \* 10 = 0,05181.

9,15

Оборудование1 весы, разновесы, бюретка, мерные колбы на 100 мл, конические колбы на 100 мл, пипетки на 10 мл. Реактивы: щавелевая кислота, 0,05 н. перманганат калия, 2 н. серная кислота.

3. Проба на окрашивание пламени. Все летучие соли калия окрашивают бесцветное пламя горелки в фиолетовый цвет.

2.12. РЕАКЦИИ КАТИОНОВ АММОНИЯ —NH4+

1. Щелочи (NaOH, КОН) выделяют из солей аммония при нагревании газообразный аммиак:

nh4++oh-=nh3+h2o

В пробирку с 2—3 каплями раствора соли аммония прибавляют 3—4 капли раствора щелочи и ставят на водяную баню. Выделяющийся аммиак обнаруживают с помощью влажной лакмусовой (или фенолфталеиновой) бумаги, которую держат в парах над пробиркой, не касаясь внутренней поверхности ее стенок. Аммиак взаимодействует с водой:

nh3+h20~ nh4oh

и получившееся основание окрашивает лакмусовую бумагу в синий цвет, а фенолфталеиновую — в малиновый.

1. Реактив Несслера (смесь K2[Hgl4] и КОН) выделяет из растворов солей аммония красно-бурый осадок иодида оксодимеркураммония:

NH4C1 + 2K2[Hgl4] + 4КОН =[ Hg20NH2]J+7KI+KCl+3H20 К капле разбавленного раствора соли аммония на часовом (или предметном) стекле прибавляют 2—3 капли (то есть избыток) реактива Несслера. В присутствии следов аммиака или иона МНЛ осадок не выпадает, но раствор окрашивается в желтый или оранжевый цвет.

Эта реакция очень чувствительна и показывает присутствие даже случайных примесей иона аммония. Поэтому ее используют для проверки полноты удаления аммонийных солей.

3. Термическое разложение солей аммония. Поскольку ион аммония мешает обнаружению калия и натрия действием K[Sb(ОН)6], его удаляют, пользуясь свойством аммонийных солей разлагаться и улетучиваться при высоких температурах:

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 14

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЖЕЛЕЗА (II) В РАСТВОРЕ СОЛИ

МОРА

ПРИНЦИП МЕТОДА. Определение железа (II) - одно из важнейших применений перманганатометрического титрования. Соли железа (II) используют в сельском хозяйстве.

При титровании раствора соли Мора (NH4)2Fe(S04)2перманганатом калия в кислой среде происходит реакция:

2КМп04 + 10(NH4)2Fe(S04)2+ 8H2S04= 2Mn04+ 5Fe2(S04)3+ K2S04+ 10(NH4)2S04 + 8H20.

Эквивалентная масса соли Мора равна здесь ее молярной массе, а эквивалентная масса железа (II) - 55,85 г/моль.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ. В мерную колбу емкостью 100мл наливают немного раствора соли Мора, доводят объем его до метки и перемешивают. Ополоснув этим раствором пипетку, переносят 10мл его в коническую колбу, подкисляют 8-10мл 2н. серной кислоты и на холоду (при нагревании Fe2+ окисляется кислородом воздуха до Fe?") титруют стандартизированным раствором перманганата калия до бледно-малиновой окраски, не исчезающей в течение 1-2мин. Из сходящихся отсчетов титрования берут среднее и вычисляют массу железа в анализируемом растворе.

Пусть на титрование 10мл раствора соли Мора пошло в среднем 12,5мл 0,05181н. раствора перманганата калия. Тогда нормальность раствора соли Мора

0,05181 \* 12,5

N= = 0,06476

10

Произведение величин нормальности и эквивалентной массы железа (55,85 г/'моль) дает содержание его в 1л раствора. Но анализировались лишь 100мл раствора. Следовательно, масса железа (II) в них будет равна

* 1. 06476.55,85\*0,1 = 0,1615г.

МАТЕРИАЛЫ И ОБОРУДОВАНИЕ. Соль Мора, мерные колбы на 100мл, конические колбы, пипетки, бюретки, дистиллированная вода, 2и серная кислота, 0,05и. пермаигаиат калия.

Контрольные вопросы для зачета:

* 1. В чем сущность метода редоксиметрии?
  2. Назовите частные методы редоксиметрии?
  3. Что является титраитом в методе перманганатометрии?
  4. Что является индикатором метода перманганатометрии?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 18

ПРИГОТОВЛЕНИЕ СТАНДАРТИЗИРОВАННОГО РАСТВОРА ЙОДА

Приготовление приблизительно 0,05н раствора тиосульфата натрия.

В реакции с йодом каждая молекула таосульфата теряет один электрон и восстановительная эквивалентная масса NajSiQ? \* 5Н?0 равна его молекулярной массе. Чтобы приготовить 0,1л приблизительно 0,05н раствора, требуется 248,21\*0,05\*0,1=1,241г тиосульфата натрия.

Берут навеску тиосульфата натрия околю 1,2-1,Зг на технохимических весах, и переносят ее в мерную колбу емкостью 100мл: Поскольку в водных растворах шосульфат разлагается под действием кислорода воздуха и }тлекислоты, растворяют навеску в свежепрокипяченной и охлажденной дистиллированной воде. Добавляют к раствору ОДг карбоната натрия для большей устойчивости титра. Закрывают колбу пробкой, обертывают черной бумагой и оставляют раствор до следующего занятия.

Стандартизация раствора тиосульфата натрия по перманганату калия.

В колбу для титрования припивают 10-15мл 10%-ного раствора иодида калия, 10-15мл 20%-ной серной кислоты и точно (с помощью пипетки или бюретки ) 10мл стандартизированного раствора перманганата калия. При этом выделяется свободный Йод- 10 I + 2MnO4+ 16Н+ = 5I2 + 2Мп2+ + 8H2О

Закрывают колбу часовым стеклом, защищают от прямых солнечных тучей, оставляют на 5мин для завершения реакции. Разбавляют смесь 100мл воды и медленно, при помешивании, приливают из бюретки раствор тиосульфата натрия до перехода темно-бурой окраски жидкости в соломенно-желтую, приливают Змл крахмала и продолжают титровать раствором тиосульфата Когда окраска жидкости станет чисто синей, прибавляют раствор таосульфата особенно осторожно, взбалтывают содержимое колэы после каждой прибавленной капли, окраска крахмала должна обесцветиться от одной избыточной капли таосульфата. Повторив титрование 2-3 раза, берзт среднее из сходящихся отсчетов. При вычислении учитывают, что 1 эквивалент перманганата калия выделяет 1 эквивалент йода и на титрование его расходуется также 1 эквивалент тиосульфата натрия. Следовательно, количество перманганата и таосульфата оказываются эквивалентными, хотя они непосредственно не реашрзтот друг с другом.

Если на 10мл 0,05181н раствора перманганата калия после выделения эквивалентного количества йода пошло в среднем 10,66мл раствора таосульфата натрия, то

10,00\*0,05181

NaS203= =0,04841

10,66

Приготовление приблизительно 0,05H раствора иода.

Взаимодействуя с тиосульфатом, каждая молекула йода присоединяет два электрона и эквивалентная масс йода составляет 1/2молярной массы, т.е.

253,82:2=126,91г/моль. Чтобы приготовить 0,1л 0,05н раствора нужно 126,91\*0,05\*0,1=0,6346г.

№ технохимических весах берут навеску 0,65г. йода, переносят в мерную колбу емкостью 100мл, приливают 10мл 20%-ного раствора иодида калия (в котором йод растворяется лучше, чем в воде), доводят объем водой до метки, перемешивают раствор.

Стандартизация раствора йода по тиосульфату натрия.

Вымытую бюретку ополаскивают стандартизированным раствором тиосульфата натрия и подготавливают ее к титрованию.

Пипетку промывают раствором йода, отмеривают в коническую колбу 10шт его и титруют стандартизированным раствором тиосульфата натрия, когда бурая окраска жидкости сменится соломенно-желтой, приливают 2мл крахмала и продолжают титровать, пока появившееся синее окрашивание не обесцветится от одной избыточной капли тиосульфата.

Повторив титрование несколько раз, берут среднее из сходящихся отсчетов, вычисляют нормальность раствора йода.

Если титрование 10мл раствора йода пошло, например, в среднем 9,70мл

* + 1. 04841. раствора тиосульфата, то

9,70 \* 0,04841

NNa2S2O3 = =0,04696

10,00

МАТЕРИАЛЫ И ОБОРУДОВАНИЕ, Весы разновесы, бюретка, колбы на 100мл, пипетки на 10мл, реактивы: тиосульфат натрия, иодид калия (10%), серная кислота (20%), перманганат калия.

Контрольные вопросы для зачета:

* + 1. В чем сущность йодометрии?
    2. Какие титранты используют в йодомегриИ?
    3. Какие индикаторы применяют в йодометрии?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 18

ПРИГОТОВЛЕНИЕ СТАНДАРТИЗИРОВАННОГО РАСТВОРА ЙОДА

Приготовление приблизительно 0,05н раствора тиосульфата натрия.

В реакции с йодом каждая молекула тиосульфата теряет один электрон и восстановительная • эквивалентная масса NaSjQi\* 5НО равна его молекулярной массе-. Чтобы приготовить 0,1л гфиблгаительно 0,05н раствора, требуется 248,21 \*0,05\*0,1=1,241г тиосульфата натрия.

Берут навеску таосульфата натрия около 1,2т-1,3г F-raтегдаохимическихвесах, и переносят ее в мерную колбу емкостью 1 ООмл. ГЬокольку в водных растворах тиосульфат разлагается под действием кислорода воздуха и )тлекислоты, растворяют навеску в свокепрокгтяченной и охлажденной джштпжгрованной воде. Добавляют к раствор)'- 0,1 г карбоната натрия для большей устойчивости татра.Закрывают колб)' пробкой, обертывают чджой бумагой и оставляют раствор до следующего занятая.

Стандартизация раствора тиосульфата натрия по пермаиганату калия.

В колбу для титрования приливают 10- 15мл 10%-ного раствора иодида калия, 10- 15мл 20%-ной серной кислоты и точно (с помощью .пипетки или бюретки) 10мл стагщартт-пхтроваггного раствора перманганата калия. При этом выделяется свободный йод: 10 Г + 2МпСУ + 16НГ = 5 12 + 2Мп2+ = 8НгО

Закрывают колбу часовым стеклом, зандтщают от прямых солнечных лучей, оставляют на 5мин для завершения реакции. Разбавляют смесь 100мл воды и медленно, при помешивании, приливают из бюретки: раствор тиосульфата натрия до гюрехода темно-бурой окраски жидкости в соломегшо-жешую, приливают Змл крахмала и продолжают титровать раствором тиосульфата. Когда окраска жидкости станет чисто синей, прибавляют раствор таосульфата особенно осторожно, взбалтывают содержимое колбы после каждой прибавленной китом, окраска крахмаля должна обесцветиться от одной избыточной капли шосупьфата. Повторив титрование 2-3 раза, берут среднее го сходящихся отсчетов. При вычислении ушттывают, >гто 1 эквивалент ттсрмянганата калия выделяет 1 эквивалент йода и на титрование его расходуется также 1 эквивалент тиосульфата натрия. Следовательно, количествоnqwraHranaraи тиосульфата оказываются эквивалентными, хотя они непосредственно не реагируют друг с другом.

Если на 10мл 0,05181 н раствора перманганат калия после выделения эквивалентного количества йода пошло в среднем 10,66м.л раствора тиосульфата натрия, то

10,00 \* 0,05181

= =0,04841

10,66

\*

Приготовление приблизительно 0,05и раствора йода.

Взаимодействуя с таосуш фатом, каждая молекула йода присоединяет два электрона и эквивалентная масс йода составляетУг молярной массы, т.е.

253,82:2=126,91г/моль. Чтобы приготовить 0,1л 0,05 и раствора нужно 126,91 \*0,05'"0,1=0,6346г.

№ технохимических весях берут навеску 0,65г. йода, переносят в мерную колбу емкостью 100мл, приливают 10мл 20%-ного раствора иодида калия (в котором йод растворяется лучше, чем в воде), доводят объем водой до метки, перемешивают раствор.

Стандартизация раствора иода по тиосульфату натрия.

Вымытую бюретку ополаскивают стандартттзтгровашп.тм раствором тиосульфата натрия и подготавливают ее к титрованию.

Пипетку промывают раствором йода, отм^зивают в коническую колбу 10мл его и титруют сяшвдартизированным раствором шосухп^фата натрия, когда бурая окраска жидкости сменится соломенно-желтой, приливают 2мл крахмала и продолжают титровать, пока появившееся синее окрашивание не обесцветится от одной избыточной капли тиосульфата

Повторив титрование несколько раз, берут ц->еднее из сходящихся отсчетов, вычисляют нормальность раствора йода.

Если ттггрование 10мл раствора йода пошло, например, в среднем 9,70мл

* + - 1. 04841. раствора таосульфата, то

9,70 \* 0,04841

NN323203= =0,04696

10,00

МАТЕРИАЛЫ Н ОБОРУДОВАНИЕ. Весы, разновесы, бюретка, колбы на 100мл. гашетки на 10мл, реактивы тиосульфат натрия, иодид калия (10%), серная кислота (20%), перманганат калия.

Контрольные вопросы для зачета:

* + - 1. В чем сущность йодометрии?
      2. Какие штранты используют в йодометрии?
      3. Какие индикаторы применяют в йодометрии?

Областное государственное автономное образовательное учреждение среднего профессионального образования «Корочанский сельскохозяйственный техникум»

ИНСТРУКЦИОННО - ТЕХНОЛОГИЧЕСКАЯ КАРТА на выполнение лабораторной работы №19 по дисциплине: «Основы аналитической химии»

Тема: Метод комплексонометрического титрования. Приготовление и стандартизация раствора трилона Б. Определение общей жесткости воды.

Цель работы: освоить методику проведения комплексонометрического титрования.

Приобретаемые умения и навыки: Отработать умения и навыки по приготовлению стандартного раствора комплексона III, аммиачного буферного раствора и индикатора, по проведению титрования, установлению точки эквивалентности и расчёту результатов анализа.

Техника безопасности: Соблюдать правила работы с химическими веществами, поддерживать дисциплину и чистоту на рабочем месте, не принимать пищу в лаборатории, мыть руки после работы с химическими веществами.

Место проведения: Химическая лаборатория

Норма времени: 2 часа.

Оснащение рабочего места: весы, разновесы, бюретки, пипетки, мерные колбы, реактивы: комплексон III, хлорид аммония, гидроксид аммония, хлорид натрия (или калия), сульфат магния, индикатор хромоген черный , инструкционные карты.

Литература: Цитович И. К. Аналитическая химия, стр.226-227. Саенко О. Е. Аналитическая химия, стр.252 -255.

Ход работы

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕЙ ЖЕСТКОСТИ ВОДЫ

Принцип метода. Анализируемую природную воду подщелачивают до рН~10 аммонийной буферной смесью, которую приготовляют в мерной колбе емкостью 1000 мл: смешивают 100 мл 20%-ного раствора хлорида

аммония со 100 мл 20%-ного раствора гидроксида аммония и доводят объем водой до метки.

Природную воду титруют 0,05 н. стандартным раствором комплексона III, который готовят из точной навески химически чистого препарата Na2CioHi408N2-2H20. Эквивалентная масса его в используемой реакции равна половине молярной массы (иногда нормальность раствора устанавливают по 0,05 н. раствору сульфата магния, приготовленному из фиксанала).

Ход определения.

В коническую колбу переносят пипеткой 100 мл анализируемой воды, приливают 5 мл аммонийной буферной смеси и прибавляют по каплям раствор хромогена черного до хорошо заметной, но не очень яркой винно- красной окраски (или вносят на шпателе 20—30 мг сухой смеси хромогена с хлоридом натрия).

После этого титруют воду 0,05 н. стандартным раствором комплексона III до перехода винно-красной окраски в синюю; в конце титрования раствор комплексона прибавляют по капле.

Повторив титрование 2—3 раза, берут среднее из сходящихся отсчетов и вычисляют общую жесткость воды (в мг-эквСа и Mg2+ на 1 л) по формуле: Ж= N\* У,\*1000/ V,

где N — нормальность раствора комплексона III; V] — объем стандартного раствора комплексона, затраченный на титрование (в мл); V— объем воды, взятой для определения (в мл).

Если на титрование 100 мл природной воды пошло в среднем 17,60 мл 0,05022 н. раствора комплексона III, то Ж=0,05022\*17,6\*1000/100=8,84 мг-экв/л

Контрольные вопросы для зачета:

1 .На чем основан метод комплексонометрии?

* + - * 1. Какое соединение в комплексонометрии обозначают через ЭДТА?
        2. Что такое металлоиндикаторы? На чем основано их применение?
        3. Что такое общая жесткость воды? В каких единицах она измеряется?
        4. В чем сущность комплексонометрического определения общей жесткости воды?

Областное государственное автономное образовательное учреждение среднего профессионального образования «Корочанский сельскохозяйственный техникум»

ИНСТРУКЦИОННО - ТЕХНОЛОГИЧЕСКАЯ КАРТА на выполнение лабораторной работы № 20-22 по дисциплине: « Основы аналитической химии»

Тема: Определение содержания меди в растворе методом стандартных серий

Цель работы: Отработать умения и навыки по определению содержания меди в растворе методом стандартных серий.

Приобретаемые умения и навыки: Освоение методики постановки химического эксперимента.

Техника безопасности: Соблюдать правила работы с химическими веществами, поддерживать дисциплину и чистоту на рабочем месте, не принимать пищу в лаборатории, мыть руки после работы с химическими веществами.

Место проведения: Химическая лаборатория Норма времени: 2 часа.

Оснащение рабочего места:1) реактивы (сульфат меди, гмдроксид аммония, серная кислота);

2) химическая посуда: пробирки, колбы, пипетки Литература: Цитович И. К. Аналитическая химия, стр.229-234

Принцип метода. Колориметрическое определение меди основано но том, что при взаимодействии с избытком аммиака ион Си2+ переходит в комплексный ион аммиаката меди [Cu(NH3)4]+2, окрашенный в сине- фиолетовый цвет. Интенсивность окраски анализируемого раствора сравнивают с интенсивностью окраски серии эталонных растворов с известным содержанием меди, приготовленных в колориметрических пробирках одинакового диаметра при одинаковых объёмах растворов.

Ход работы

1. Приготовление стандартного раствора сульфата меди. Навеску 19,6410 г х. 4.CuS04\*5H20 количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 л и растворяют сначала в 200-250 мл дистиллированной воды. Для предотвращения гидролиза соли раствор подкисляют приблизительно 3 мл Н2S04(конц.) и перемешивают. Затем

доводят объём раствора до метки дистиллированной водой и ещё раз перемешивают. Полученный раствор будет содержать 5 мг/мл меди. 3. Приготовление серии эталонных растворов (колориметрическая шкала).

В шесть пронумерованных мерных колб вместимостью 100 мл из бюретки или при помощи градуированной пипетки вводят 1,2, 3, 3, 4, 5 и 6мл стандартного раствора соли меди, что будет соответствовать 5, 10, 15, 20 и 30 мг меди. В каждую колбу мерным цилиндром добавляют по 5 мл раствора Н2SO4 (1:4) и осторожно, по каплям и при интенсивном перемешивании по 30 мл раствора NH4OH(1:1). Растворы окрашиваются в сине-фиолетовый цвет и сильно разогреваются, их охлаждают до комнатной температуры под струей водопроводной воды и доводят объемы растворов дистиллированной водой до метки.

В шесть пронумерованных колориметрических пробирок, находящихся в штативе, вводят по 10 мл (или по 20 мл) приготовленных растворов, чтобы получилась колориметрическая шкала из шести растворов с известной концентрацией меди, отличающихся интенсивностью окраски. 3. Анализ контрольного раствора.

Получив контрольный раствор в мерной колбе вместимостью 100 мл, добавляют в него 5 мл раствора серной кислоты (1:4), перемешивают и по каплям вводят 30 мл раствора NH4OH(1:1). Колбу с раствором охлаждают до комнатной температуры и доводят объем получившегося сине-фиолетового раствора до метки дистиллированной водой. Хорошо перемешав раствор, 10 мл его переносят в колориметрическую пробирку и сравнивают интенсивность окраски исследуемого раствора с интенсивностью окраски эталонных растворов. Содержание меди в контрольном растворе будет таким же, как в эталонном растворе, имеющем ту же интенсивность окраски. Если интенсивность окраски исследуемого раствора является промежуточной между окрасками двух соседних эталонных растворов, то концентрация определяется как средняя величина между концентрациями эталонных растворов.

Пример. Интенсивность окраски исследуемого раствора лежит между окраской раствора 3 и 4. зная, что раствор 3 содержит 15 мг, а раствор 4-2о мг меди в 100 мл раствора её соли, вычисляем содержание меди в контрольном растворе: (15+20)/2=17,5 мг/100мл меди.

Контрольные вопросы. 1 .На чем основана колориметрия?

Каковы преимущества колориметрии?

Что такое стандартные растворы в колориметрии?

Областное государственное автономное образовательное учреждение среднего профессионального образования «Корочанский сельскохозяйственный техникум»

ИНСТРУКЦИОННО - ТЕХНОЛОГИЧЕСКАЯ КАРТА

на выполнение лабораторной работы № 2 3 по дисциплине:

« Основы аналитической химии»

Тема: Определение содержания сахарозы в водном растворе на рефрактометре

Цель работы: Отработать умения и навыки по проведению рефрактометрического определения содержания сахарозы в исследуемом растворе

Приобретаемые умения и навыки: Освоение методики постановки химического эксперимента.

Техника безопасности: Соблюдать правила работы с химическими веществами, поддерживать дисциплину и чистоту на рабочем месте, не принимать пищу в лаборатории, мыть руки после работы с химическими веществами.

Место проведения: Химическая лаборатория

Норма времени: 2 часа.

Оснащение рабочего места:1) Рефрактометр

2) химическая посуда: пробирки, микропипетки.

Литература: Цитович И. К. Аналитическая химия, стр. 285-300.

Подготовка рефрактометра к работе. К штуцерам камер рефрактометра присоединяют резиновые шланги от термостата, отрегулированного на подачу воды с температурой 20° С, и пропускают воду 20-30 мин, чтобы призмы приняли эту температуру.

С помощью зажима устанавливают рефрактометр так, чтобы плоскость измерительной призмы находилась в горизонтальном положении. Открывают камеру с призмами, промывают их этиловым спиртом и дистиллированной водой, а затем насухо протирают ватой (или марлей) полированную плоскость измерительной призмы и матовую поверхность осветительной призмы.

Проверяют правильность установки нулевой точки шкалы, пользуясь в качестве котировочной жидкости дистиллированной водой (п =1,3330). Для этого на середину полированной плоскости измерительной призмы наносят стеклянной палочкой с оплавленным концом 1 -2 капли дистиллированной воды, закрывают призмы и, меняя положение рефрактометра или источника света (лампы накаливания 75-100 Вт на расстоянии 50-70 см), добиваются хорошей освещенности поля в окуляре.

1. : Рецензент^: JfU-——? (Z&. ^^ I///P

   ОГ/iWy, ^yf, [↑](#footnote-ref-1)