

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
АМУРСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
Инженерно-физический факультет

В.И. Митрофанова

АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

Методические указания для лабораторных работ (часть 1)
для студентов направления подготовки
18.03.01 «Химическая технология»



Благовещенск

2021

ББК 24.4 я 73

М60

Рекомендовано

учебно-методическим советом университета

Рецензенты:

Лескова С.А., кандидат химических наук, доцент кафедры химии и химической технологии Амурского государственного университета;

Пакурина А.П., доктор химических наук, профессор Дальневосточного государственного аграрного университета

Составитель: Митрофанова В.И.

Аналитическая химия. Методические указания для лабораторных работ (часть 1). / Благовещенск: Амурский гос. ун-т, 2021. – 50 с.

Данное методическое руководство предназначено для подготовки к лабораторным работам по дисциплине «Аналитическая химия и физико-химические методы анализа» для студентов направления подготовки 18.03.01 «Химическая технология».

Пособие содержит тематический перечень лабораторных работ и методические рекомендации к их выполнению для двух разделов дисциплины: «Методы определения чистоты вещества» и «Качественный анализ». Кроме того, методические рекомендации содержат задания для выполнения экспериментальной части лабораторных работ, указаны понятия и термины для предварительной теоретической подготовки к лабораторным работам. Также перечислены знания, умения и навыки, приобретаемые студентами в результате выполнения лабораторных работ.

Представляемые рекомендации для подготовки и выполнения лабораторных работ направлены на закрепление тех знаний, которые были получены на аудиторных занятиях, а также развитие у студентов навыков проведения лабораторного эксперимента, в том числе навыков исследовательской работы.

© Амурский государственный университет, 2021

© Митрофанова В. И., составитель

СОДЕРЖАНИЕ

Введение.....	4
Примерная тематика лабораторных и практических занятий.....	7
Методические рекомендации для подготовки к выполнению лабораторных работ.....	8
Примерный перечень вопросов для допуска/защиты лабораторных работ.....	12
Основные безопасные правила работы в аналитической лаборатории и внутренний распорядок.....	16
Выполнение лабораторных работ.....	21
Рекомендуемые литературные источники.....	49

ВВЕДЕНИЕ

«Аналитическая химия и физико-химические методы анализа» (АХиФХМА) – это базовая дисциплина при подготовке бакалавров-технологов направления подготовки 18.03.01 «Химическая технология», знание которой позволит более полноценно осваивать и другие дисциплины химико-технологического содержания.

Методические указания составлены в соответствии с Федеральным государственным стандартом и учебным планом АмГУ для направления подготовки 18.03.01 и определяют немалый объем аудиторного времени на лабораторный практикум. А так как программа дисциплины АХиФХМА включает довольно обширный материал для изучения, поэтому предлагаемые методические указания разработаны для двух разделов – «Очистка вещества. Определение степени чистоты вещества» и «Качественный анализ». Разделы – «Количественный анализ - гравиметрический и титриметрический» и – «Физико-химические методы анализа (инструментальные)» будут представлены в последующих учебно-методических пособиях.

Целью освоения химического лабораторного практикума является выработка и развитие у будущих специалистов

В результате освоения аналитического лабораторного практикума решаются следующие задачи:

- формирование обобщенных приемов исследовательской деятельности;
- развитие навыков обращения с различными веществами, приборами и оборудованием при выполнении лабораторного эксперимента;
- формирование умений использовать полученные знания по аналитической химии и физико-химическим методам анализа в прикладной области своей деятельности.

. В процессе освоения данной дисциплины студент формирует и демонстрирует следующие *обще*профессиональные (ОПК) и профессиональные компетенции (ПК):

➤ -

спо-

собностью и готовностью использовать основные законы естественно-научных дисциплин в профессиональной деятельности (ОПК-1);

➤ способностью проводить анализ сырья, материалов и готовой продукции, осуществлять оценку результатов анализа (ПК-10);

➤ способностью планировать и проводить физические и химические эксперименты, проводить обработку их результатов и оценивать погрешности, выдвигать гипотезы и устанавливать границы их применения, применять методы математического анализа и моделирования, теоретического и экспериментального исследования (ПК-16).

В результате освоения дисциплины Аналитическая химия и физико-химические методы анализа студент должен демонстрировать следующие результаты образования, определяемые стандартом специальности:

Знать: природу и сущность явлений, процессов в различных химических системах, лежащих в основе химических и физико-химических методов анализа; специфичность аналитического сигнала и особенности его измерения в различных методах анализа; основы определения чистоты вещества, химических методов качественного и количественного анализа (титриметрии и гравиметрии) - специфические реакции, действия групповых реагентов по кислотно-основной классификации, стадии гравиметрического определения; основные этапы качественного и количественного анализа; методы разделения и концентрирования веществ; основные положения учета погрешностей на всех стадиях выполнения анализа и расчета результатов анализа с учетом метрологических характеристик; методы метрологической обработки результатов анализа; основные положения, лежащие в основе выбора метода анализа и схемы анализа.

Уметь: выполнять качественный и количественный анализ химическими и физико-химическими методами на основе измерения величины аналитического сигнала; проводить качественный и количественный анализ органического или неорганического соединения с использованием химических и физико-хими-

ческих методов анализа; выполнять анализ некоторых промышленных и природных объектов на основе самостоятельного выбора схемы анализа и методики его проведения; выбирать метод анализа для заданной аналитической задачи и провести статистическую обработку результатов аналитических определений; оформлять результаты анализа с учетом метрологических характеристик; планировать и проводить химический и физико-химический эксперимент.

Владеть: навыками приготовления растворов заданной концентрации различными способами (по точной навеске, из стандарт-титра, разбавлением); навыками гравиметрического и титриметрического анализа; методами работы на различных аналитических установках и приборах; навыками измерения аналитического сигнала; методами проведения химического анализа и метрологической оценки его результатов; методиками расчета результатов анализа; способами интерпретации результатов исследования.

ПРИМЕРНАЯ ТЕМАТИКА ЛАБОРАТОРНЫХ И ПРАКТИЧЕСКИХ ЗАНЯТИЙ

Примерная тематика лабораторных работ (2 семестр)

№ п/п	Тема занятия	Форма отчетности и контроля*	Кол-во акад. час.
1	2		3
Второй семестр			
1	Правила техники безопасности при проведении лабораторных исследований в аналитических лабораториях. Противопожарная безопасность. Техника пробоотбора и пробоподготовки.	Сб	2
2	Приготовление растворов заданных концентраций.	ОЛР	2
3	Определение относительной плотности вещества с помощью ареометра и пикнометра. Терминологический диктант (ТД).	ОЛР, ТД	2
4	Определение вязкости капиллярным вискозиметром. Терминологический диктант (ТД).	ОЛР, ТД	2
5	Определение температуры кипения и температуры плавления вещества. Терминологический диктант (ТД).	ОЛР, ТД	2
6	<i>Качественные реакции катионов.</i> Аналитические реакции катионов I и II, III аналитических групп и аммония.	ОЛР	4
7	<i>Анализ смеси катионов</i> первой и второй аналитических групп (контрольная лабораторная аналитическая задача).	КЛАЗ	4
8	<i>Качественный анализ анионов.</i> Аналитические реакции I и II, III аналитических групп.	ОЛР	2
9	<i>Качественный дробно-систематический анализ.</i> Анализ смеси анионов I, II аналитических групп (контрольная лабораторная аналитическая задача).	КЛАЗ	4
10	<i>Гравиметрический анализ.</i> Определение бария в хлориде бария. Терминологический диктант (ТД).	ОЛР ТД	6
11	<i>Гравиметрический анализ.</i> Определение содержания железа (III) в растворе его соли.	ОЛР Т	4
	Итого		34

*Сокращения: Т – тест, ОЛР – отчет по лабораторной работе, КЛАЗ – контрольная лабораторная аналитическая задача, ИДЗ – индивидуальное домашнее задание, ТД – терминологический диктант, Сб – собеседование, Пр.р. – проверочная работа, К – конспект, Вс – выступление на семинаре, Д – доклад, П – презентация.

МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ ДЛЯ ПОДГОТОВКИ К ВЫПОЛНЕНИЮ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

Лабораторный практикум по аналитической химии и физико-химическим методам анализа, как правило, обязательная форма аудиторной работы при освоении дисциплин химического цикла и таким образом его выполнение позволяет реализовать различные образовательные цели. Во-первых, студенты получают навыки экспериментальной и научно-исследовательской работы, умения обращаться с оборудованием, приборами и реактивами. Во-вторых, предлагаемый теоретический материал к каждому занятию, позволит углубить, систематизировать и получить новые знания по основным разделам аналитической химии, в том числе применяя эти знания на практике. В-третьих, лабораторный практикум развивает умения правильно проводить наблюдения за физико-химическими экспериментами и фиксацией аналитических сигналов, закрепляет полученные теоретические знания. Реальное выполнение эксперимента в химико-аналитических лабораториях является важнейшей формой и самостоятельной работы студентов, в результате которой они получают наглядное представление о реакционной способности элементов и их соединений, исследуют и идентифицируют открываемые вещества, овладевают умениями объяснять протекающие процессы и делать корректные выводы.

Примерный тематический перечень лабораторных работ охватывает основные разделы курса аналитической химии, изучаемые во втором семестре. Совмещение лабораторных и практических занятий позволит получить хорошую теоретическую подготовку по конкретным темам, научиться визуально определять открываемые вещества, устанавливать степень чистоты вещества, практически рассчитывать количество вещества, идентифицировать соединения и прогнозировать их поведение в тех или иных химических процессах, а также позволит приобрести навыки составления плана постановки будущего эксперимента.

Лабораторные работы проводятся в соответствии с учебно-методическими указаниями с использованием практикумов для выполнения лабораторных работ, указанных в литературных источниках. Инструктаж по технике безопасности при работе в химической лаборатории проводится на первом лабораторном занятии и оформляется в журнале по ТБ. На этом же занятии студенты знакомятся с правилами выполнения и защиты лабораторных работ, оформлением отчетов. В частности, студентам заранее выдается выписка из рабочей программы с тематикой лабораторных занятий, согласно которой они должны подготовиться к выполнению лабораторной работы, изучив соответствующий теоретический материал и методику проведения лабораторной работы по литературным источникам, включая лекционный материал. Студент должен иметь рабочую тетрадь для лабораторных работ, в оформлении которой обязательно записывается тема, цель работы, оборудование и реактивы, названия опытов, этапы проведения, химические реакции, наблюдения, интерпретация результатов, выводы, а также, где это необходимо приводятся расчеты, составляются таблицы и графики.

При подготовке к выполнению лабораторной работы необходимо изучить основной и дополнительный материал по теме данной работы. Тщательно разобраться в описании работы, изучить реактивы и разобраться в оборудовании, с которым придется работать, уяснить технику проведения экспериментальной части и требования техники безопасности при работе с реактивами и оборудованием. Оформить требуемую часть лабораторной работы, если необходимы предварительные расчеты данных, выполнить их. Ответить на все вопросы, записанные в лабораторном практикуме. Студент должен уяснить, что кроме навыков работы с реактивами и оборудованием, эта подготовка помогает ему формировать свойства личности, необходимые исследователю: аккуратность, методичность, точность, внимательность и пунктуальность в работе.

Лабораторная работа – это, по сути, учебное научное исследование, выполнение которого в свою очередь позволит одновременно овладевать и первичными научно-исследовательскими навыками, применяя их в дальнейшем при

подготовке курсовых и других видов практических работ. Перечень тем лабораторных работ обусловлен требованиями подготовки бакалавров данного направления подготовки и программой курса, а также наличием приборного обеспечения, оборудования и реактивов, необходимых для их проведения.

Теоретический материал поможет студентам освоить и закрепить основополагающие законы явлений, определяющих появление аналитического сигнала в том или ином процессе и способы его регистрации, а также методические принципы проведения химического и физико-химического анализа.

Отчет по выполненной лабораторной работе как было отмечено выше оформляется в отдельной тетради (так называемый лабораторный журнал) и должен содержать следующие части:

- номер и тему лабораторной работы;
- цель работы;
- перечень реактивов и оборудования;
- ход работы в зависимости от темы может включать описание по этапам

выполнения с указанием условий проведения и результатов наблюдений, написания если необходимо химических реакций или их схем, либо табличный вариант оформления (например, работы по качественному анализу);

- графический материал оформляется на миллиметровой бумаге или на компьютере в программе XL и помещается строго к той части работы, где на него есть ссылка, это касается и таблиц с полученными количественными результатами;

- корректный вывод по работе с интерпретацией результатов.

Для допуска к защите лабораторной работы студент должен оформленную работу с отчетом сдать на проверку преподавателю. Если за отчет студент получает положительный отзыв и оценку, то работа считается зачтенной. Если работа оценена на неудовлетворительно, студент обязан переоформить или при небольших замечаниях исправить работу и сдать повторно на проверку.

Защита лабораторных работ проводится либо во внеаудиторное время, либо на последнем занятии и может быть, как устной, так и письменной (в виде теста или задания).

Студенты, пропустившие лабораторную работу обязаны ее отработать и сдать отчет.

Студенты не выполнившие учебный план по лабораторному практикуму к зачету (с оценкой) не допускаются.

ПРИМЕРНЫЙ ПЕРЕЧЕНЬ ВОПРОСОВ ДЛЯ ДОПУСКА/ЗАЩИТЫ К ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ

Подготовка к допуску для выполнения лабораторной работы и далее к ее защите предусматривает работу с контрольными вопросами. Студент должен повторить лекционный материал, прочитать дополнительно рекомендованные преподавателем литературные источники, интернет-источники и составить ответ на предлагаемые контрольные вопросы.

Тема: Определение чистоты вещества по его относительной плотности.

1. Что такое плотность вещества?
2. Что называют относительной плотностью?
3. Перечислите виды плотности для сыпучих и пористых материалов.
4. Что такое рентгеновская плотность?
5. Как зависит плотность от температуры и давления?
6. В каких единицах измеряют плотность?
7. При какой температуре измеряют плотность?
8. Как изменяется плотность однородных веществ?
9. Как можно измерять относительную плотность?
10. Что называется денсиметрией?

Тема: Определение чистоты вещества по его вязкости.

1. Что такое вязкость?
2. Чем характеризуют вязкость?
3. Какую жидкость называют ньютоновской, какую неньютоновской?
4. Что называют динамической вязкостью?
5. Что называют кинематической вязкостью?
6. Что такое текучесть?
7. В каких единицах измеряют вязкость?
8. Как зависит вязкость от природы вещества?
9. Как влияют температура и давление на вязкость вещества?
10. От чего зависит вязкость растворов и расплавов полимеров?
11. Что такое характеристическая вязкость?

12. Как в лабораторных условиях измерить вязкость? Какие требования предъявляются к таким измерениям?

Тема: Определение чистоты вещества по температуре плавления.

1. Что называют плавлением?
2. Что такое температура плавления?
3. Какое плавление называется конгруэнтным? Инконгруэнтным?
4. Что называется теплотой плавления?
5. На что расходуется теплота плавления?
6. Как зависит температура плавления от давления?
7. Охарактеризуйте температуры плавления чистых кристаллических веществ?
8. Как плавятся вещества в зависимости от типа кристаллической решетки?
9. Как плавятся неорганические и органические вещества?
10. Как плавятся кристаллические полимеры?
11. Что такое возгонка (сублимация)?

Тема: Определение чистоты вещества по температуре кипения.

1. Что называют кипением?
2. Что такое температура кипения?
3. Когда закипает любая жидкость?
4. Какие виды кипения различают?
5. Что называется испарением?
6. Чем отличается процесс испарения от кипения?
7. Что называют насыщенным паром?
8. Что называется давлением насыщенного пара?
9. Как зависит температура кипения от давления?
10. От чего зависит давление насыщенного пара?
11. От чего зависит температура кипения растворов?
12. Почему температура кипения жидкости является константой?

Тема: Реакции обнаружения катионов второй аналитической группы (группа хлороводородной кислоты).

1. Способы выполнения химического анализа.
2. Как классифицируются аналитические реакции?
3. Основные характеристики дробного и систематического анализа.
4. Какие существуют типы классификаций ионов, на каких признаках они основаны?
5. Какие технические операции применяются в химическом анализе?
6. Каким реактивом можно открыть K^+ .
7. Почему нельзя открывать K^+ реактивом $Na_3[Co(NO_3)_6]$ в щелочном или сильноокислом растворе? Составьте уравнения реакций едкой щелочи с $Na_3[Co(NO_3)_6]$?
8. Почему перед открытием K^+ необходимо удалить катионы аммония?
9. Укажите характерные реакции обнаружения Na^+ .
10. Почему открывать Na^+ реактивом KH_2SbO_4 можно только в нейтральной или слабощелочной среде?
11. Указать характерные реакции на ион аммония NH_4^+ .

Тема: Реакции обнаружения катионов второй аналитической группы (группа хлороводородной кислоты).

1. Общая характеристика катионов второй аналитической группы.
2. Чем различаются химико-аналитические свойства катионов подгруппы серебра от свойств катионов других аналитических групп?
3. Частные реакции ионов серебра и свинца?
4. Напишите уравнения реакции взаимодействия NH_4OH и $NaOH$ с катионами подгруппы серебра.
5. Напишите уравнения реакции растворения $PbSO_4$ в едкой щелочи.
6. Опишите ход систематического анализа открытия катионов второй аналитической группы.

Тема: Реакции обнаружения катионов третьей аналитической группы

(группа серной кислоты).

1. Общая характеристика катионов III аналитической группы.
2. Частные реакции на катионы кальция, стронция и бария.
3. Почему карбонаты, образованные катионами III группы, в процессе анализа растворяют в уксусной кислоте, а не в соляной?
1. Почему карбонат бария $BaCO_3$ растворяется и в соляной, и в уксусной кислотах, а $BaSO_4$ в этих кислотах не растворяется?
2. Почему при взаимодействии растворов с равной концентрацией ионов бария Ba^{2+} с серной кислотой выпадает большой осадок, а с насыщенным раствором сульфата кальция $CaSO_4$ – небольшой.
3. Ход систематического анализа открытия катионов третьей группы в смеси катионов Ca^{2+} , Ba^{2+} , Sr^{2+} .

Тема: Реакции обнаружения анионов.

1. Назовите характерные реакции для анионов I аналитической группы.
2. Назовите характерные реакции для анионов II аналитической группы.
3. Назовите характерные реакции для анионов III аналитической группы.
4. Какие анионы являются окислителями, а какие восстановителями?
5. Как обнаружить в анализируемом растворе восстановитель?
6. Как обнаружить в анализируемом растворе окислитель?
7. Как открыть ионы Cl^- в отсутствии ионов Br^- I^- и в их присутствии?
8. Укажите какие из перечисленных ионов: Cl^- , SO_4^{2-} , NO_3^- , Br^- , CO_3^{2-} , S^{2-} , PO_4^{3-} – относятся к I аналитической группе анионов.

ОСНОВНЫЕ БЕЗОПАСНЫЕ ПРАВИЛА РАБОТЫ В АНАЛИТИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ И ВНУТРЕННИЙ РАСПОРЯДОК

«1. В учебной лаборатории студенту предоставляется определенное место для занятий и все необходимое для работы: оборудование и реактивы, расположенные в соответствии с правилами техники безопасности.

2. В лабораторию студент должен являться в белом опрятном халате, хирургической шапочке, резиновых перчатках, в чистой обуви.

3. Приносить в лабораторию продукты питания и посторонние вещи личного пользования воспрещается.

4. После вводного объяснения преподавателя по лабораторной работе староста группы обязан назначить дежурных студентов.

5. Все лабораторные работы должны производиться в строгой последовательности, указанной преподавателем, при соблюдении правил техники безопасности и обращения с реактивами и предметами лабораторного оборудования. Студенты должны выполнять указания преподавателя и дежурного лаборанта по ходу занятия. Беспорядок и неаккуратность при выполнении аналитических операций часто приводит к необходимости повторения выполнения работы.

6. При работе в лаборатории студент должен соблюдать полную тишину, частоту и порядок.

7. В лаборатории категорически воспрещается: курить, принимать пищу, пробовать на вкус исследуемые вещества.

8. Строго воспрещается выносить из лаборатории различные вещества и предметы лабораторного оборудования.

9. После выполнения лабораторных работ студент обязан отчитаться перед преподавателем о результатах исследований и привести в полный порядок свое рабочее место:

а) тщательно вымыть и прополоскать дистиллированной водой посуду своего комплекта;

б) протереть склянки реактивного набора и привести в порядок свое рабочее место;

в) привести в порядок и выключить использованную аппаратуру;

г) проверить выключение нагревательных приборов, воды.

10. Сдать свое рабочее место дежурному лаборанту и доложить преподавателю об окончании работы.

11. Дежурные студенты обязаны строго следить за наличием всех необходимых принадлежностей для проведения лабораторных работ, при их недостатке обращаться за пополнением к дежурному лаборанту. После окончания работы дежурные студенты должны прибрать и вычистить все принадлежности и рабочие места общего пользования.

1.1 Работа с кислотами и щелочами

1. Работать с концентрированными кислотами и щелочами необходимо осторожно. Следить затем, чтобы они не попадали на кожу или одежду, так как при этом могут вызвать ожоги тела и порча одежды.

2. При работе с большими количествами концентрированных растворов кислот и щелочей необходимо:

а) надеть резиновые перчатки, фартук и защитные очки;

б) баллоны с указанными жидкостями необходимо поместить на подставку, а затем медленно наклонять и переливать эти растворы через воронки в хорошо вымытые и высушенные склянки;

в) категорически запрещается втягивать ртом через пипетки концентрированные растворы кислот и щелочей;

г) щелочи, которые находятся в твердом состоянии, необходимо набирать из склянок с помощью пинцетов или шпателя. При измельчении твердых щелочей глаза следует защищать специальными очками.

3. Готовя разбавленные растворы концентрированной серной кислоты необходимо помнить, что при разбавлении ее выделяется большое количество тепла, поэтому от прибавления воды к кислоте она может разбрызгиваться и падать на тело и одежду.

Необходимо осторожно и медленно приливать кислоту к воде, а не наоборот.

1.2 Работа с ядовитыми и вредными веществами

1. При работе в химической лаборатории всегда нужно помнить, что большинство применяемых в лаборатории веществ в той или иной степени ядовиты. Поэтому даже практикуемый в лаборатории метод предварительного определения вещества по запаху следует проводить с большой осторожностью.

2. Опыты, сопровождающиеся выделением ядовитых газов и паров должны выполняться только в вытяжном шкафу с хорошей тягой.

3. При работе с особо опасными веществами в лаборатории должно находиться не менее двух сотрудников.

4. В лаборатории должно быть изолированное помещение или сейф для хранения дневной потребности ядовитых сильнодействующих веществ.

5. Все работы по расфасовке ядовитых и вредных веществ необходимо выполнять в резиновых перчатках и в защитных очках, а при необходимости в противогазе.

6. Для отмеривания вредных и ядовитых веществ следует пользоваться пипетками со специальным приспособлением.

7. В химической лаборатории запрещается прием пищи и хранение продуктов.

8. После работы в лаборатории с вредными и ядовитыми веществами необходимо хорошо вымыть руки.

1.3 Первая помощь при несчастных случаях

Несчастные случаи (ожоги, поражения, отравления) в лабораториях могут быть в результате несоблюдения техники безопасности или в результате неаккуратной работы.

Оказание первой помощи пострадавшему состоит в следующем:

1. При попадании кислот на кожу это место вначале необходимо аккуратно промыть водой, а затем раствором бикарбоната натрия. При попадании на кожу концентрированной серной кислоты перед промыванием водой поврежденного

участка тела необходимо осторожно вытереть этот участок сухим ватным тампоном или сухой тряпочкой.

2. При попадании концентрированных растворов едких щелочей на кожу поврежденное место необходимо промыть последовательно водой и разведенной уксусной или лимонной кислотой.

3. При попадании на кожу фенола, брома или других раздражающих веществ необходимо поврежденное место промыть органическим растворителем (спирт, бензин, эфир и т.д.).

4. При отравлениях хлором, бромом, оксидами азота пострадавшему необходимо дать вдыхать пары раствора аммиака, а также дать выпить молока.

5. При термических ожогах тела следует немедленно промыть обожженное место 10%-ным раствором перманганата калия.

6. При порезах рану следует обработать спиртовым раствором йода и перевязать.

7. После оказания первой помощи потерпевшему его необходимо немедленно направить в больницу.

1.4 Меры противопожарной безопасности при работе в лаборатории.

1. При работе особенно осторожно следует обращаться с огнеопасными веществами (эфир, бензин, спирт, сероуглерод, ацетон и др.):

а) при работе с огнеопасными веществами запрещается зажигать спички, газовые горелки, спиртовки; запрещается включать нагревательные приборы;

б) все работы с огнеопасными веществами в лаборатории проводятся под тягой при выключенных нагревательных приборах;

в) все отработанные жидкости, содержащие огнеопасные вещества, должны сливаться в специальные для этих целей предназначенные сосуды.

2. Опасными являются работы со свободным натрием, калием, фосфором. Работы с этими веществами должны вестись в точном соответствии с инструкцией, данной преподавателем.

3. Все работы, связанные с выделением водорода, хлора, брома или другого газа, пара или пыли производятся в вытяжном шкафу.

4. В случае воспламенения горючих жидкостей или других веществ немедленно погасите газовую горелку, выключите нагревательные приборы и тягу и, не трогайте сосуды с огнеопасными веществами, примите меры к тушению пламени:

а) горящие, не смешивающиеся с водой жидкости, прикройте асбестовым покрывалом и затем, если нужно, засыпьте песком. Спирт, ацетон, диметилформамид и другие смешивающиеся с водой вещества гасите водой;

б) фосфор гасите песком или водой;

в) натрий, калий – сухим песком, но не водой и не огнетушителем;

г) во всех случаях (за исключением воспламенения калия и натрия) воспользуйтесь огнетушителем;

д) если на вас загорится одежда – не бегите, а гасите пламя обертыванием пальто, войлоком, одеялом, если можно, гасите водой. Огнетушитель для этой цели применять нельзя». [12]

ВЫПОЛНЕНИЕ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

1. Очистка вещества. Определение степени чистоты вещества

Химические вещества, используемые в лабораторных работах, должны быть определенной чистоты, так как индивидуальные свойства вещества полностью проявляются лишь тогда, когда не имеют примесей как природных, так и появляющихся в процессе их получения. Степень чистоты вещества определяют исходя из его состава и его свойств. Существуют разные методы определения чистоты вещества.

Наличие примесей можно определить с помощью метода качественного анализа. Для этого используют различные качественные реакции, переводя примеси в соединения с определенным внешним признаком.

Также одним из действенных методов определения чистоты вещества является количественный анализ, проводимый различными способами:

1. Определение процентного содержания отдельных элементов в веществе. Если получены отклонения от величин, вычисленных по формуле, то это указывает на количество примесей.

2. К определенной массе исходного вещества добавляют какой-либо реагент и затем находят массу продукта реакции или массу затраченного реагента. Полученные результаты сравнивают с вычисленными по уравнению реакции, затем определяют степень чистоты исходного продукта.

3. Определение количественного содержания примесей с помощью специальных проб. Предварительное заключение о характере примесей делают исходя из природы и способа получения исходного вещества. Чем меньше количество примесей, тем точнее экспериментальный результат по отношению к теоретически рассчитанному.

Необходимо учитывать, что каждый из способов анализа обладает определенной чувствительностью, поэтому принято сравнивать полученные результаты с содержанием примесей меньше определенной величины (т.е. отрицательный результат не всегда является 100 % гарантией отсутствия примесей).

Методы очистки вещества.

Наиболее применяемыми методами очистки вещества являются:

- для твердых веществ перекристаллизация и возгонка (сублимация);
- для жидких веществ фильтрование, декантация и перегонка (дистилляция);
- для газов или паров поглощение примесей различными веществами.

Как было сказано выше, чистота любого вещества количественно оценивается по его физико-химическим свойствам, которые, в случае отсутствия примесей, имеют постоянные значения и поэтому такие величины называются **физико-химическими константами**. Важнейшими из них являются – температура плавления, температура кипения, плотность, вязкость. Температура плавления при наличии примесей в исследуемом веществе, как правило, понижается, а температура кипения повышается и соответственно эти значения отличаются от постоянных значений чистых веществ. Плотность и вязкость взаимозависимые величины также будут отличаться при наличии примесей от своих постоянных значений для чистых веществ. Таким образом, установление степени чистоты вещества по физико-химическим константам являются очень важными.

Лабораторно-практическая работа № 1

Техника безопасности. Методы и приемы работы с химическими веществами, с физико-химическими приборами

Цель работы: изучить правила поведения и техники безопасности при работе в аналитической лаборатории и лаборатории физико-химических методов анализа; теоретические основы методов и приемов выполнения химического эксперимента.

Задание: получить сведения о требованиях безопасности при работе с химическими веществами, химической посудой и оборудованием; о правилах поведения в лаборатории и содержании рабочего места; о приемах безопасной работы при нагревании, получении жидких и газообразных веществ, при работе с различным приборным обеспечением лабораторных работ.

Теоретические сведения, необходимые для выполнения работы:

- общие правила поведения и работы в аналитической лаборатории и лабо-

рактории по физико-химическим методам анализа;

- основы техники безопасности при работе с химическими реактивами;
- общие сведения о химической посуде и оборудовании, приборном обеспечении.

В результате выполнения лабораторной работы студент должен:

Знать:

- правила поведения, содержания рабочего места и работы в аналитической лаборатории и лаборатории физико-химических методов анализа;
- особенности работы с различными химическими веществами;
- правила техники безопасности в аналитической лаборатории и лаборатории физико-химических методов анализа;
- методы получения газообразных и жидких веществ, правила работы с химической посудой, оборудованием, нагревательными приборами.

Уметь:

- собирать установки для титриметрических, хроматографических и др. методов анализа;
- проводить нагревание на спиртовке, плитке, водяной и песочной бане;
- проводить озоление исследуемых аналитических проб на спиртовках и электроплитах;
- проводить прокаливание в муфельных печах;
- пользоваться химической посудой и оборудованием.

Вопросы к защите лабораторной работы:

- назвать правила безопасной работы со щелочными металлами, концентрированными кислотами и щелочами;
- назвать общие правила поведения в лаборатории и содержания рабочего места;
- перечислить действия при попадании на кожу концентрированных кислот, концентрированных щелочей, при возникновении возгорания;
- назвать правила нагревания на спиртовке, плитке, водяной и песочной бане;

- назвать правила озоления и прокаливания образцов;
- назвать правила работы с приборами, работающими от сети.

Лабораторная работа № 2

Приготовление растворов заданной концентрации.

Цель работы: повторить и закрепить методику расчетов и приготовления растворов заданной концентрации.

Задание: подготовить расчеты по индивидуальным заданиям для приготовления растворов заданных концентраций; закрепить умения и навыки в приготовлении растворов заданных концентраций.

Теоретические сведения, необходимые для выполнения работы:

- определения разного типа концентраций;
- основные формулы для расчета различных концентраций и их размерности;
- методики приготовления растворов заданных концентраций.

В результате выполнения лабораторной работы студент должен:

Знать:

- основные формулы для расчета концентраций;
- мерную посуду и оборудование;
- теоретические основы взвешивания на технохимических и аналитических весах;
- методики приготовления концентраций.

Уметь:

- рассчитывать все виды изученных концентраций растворов;
- пользоваться мерной посудой и оборудованием;
- взвешивать на технохимических и аналитических весах;
- готовить растворы заданных концентраций по изученным методикам.

Владеть:

- методиками расчета различных видов концентраций растворов;
- приемом взвешивать химические вещества на аналитических весах;
- методами приготовления растворов заданных концентраций.

Вопросы к защите лабораторной работы:

1. Какие существуют способы выражения концентраций растворов?
2. Как можно определить концентрацию раствора по его плотности?
3. Каково устройство и особенности использования ареометра?
4. В чем особенности приготовления растворов процентной концентрации?
5. В чем особенности приготовления растворов молярной и эквивалентной концентраций?

Лабораторная работа № 3

Определение относительной плотности жидких веществ с помощью ареометра и пикнометра

Цель работы: изучить методы определения чистоты вещества с помощью ареометра и пикнометра, применить технику измерений на практике.

Задание: научиться измерять плотность вещества ареометром и с помощью пикнометра, рассчитывать «водное число» и относительную плотность жидкостей, устанавливать степень чистоты исследуемых веществ.

Теоретические сведения, необходимые для выполнения работы:

- понятие относительной плотности, единицы измерения плотности, виды плотности;
- методы определения плотности;
- зависимость плотности от различных факторов.

В результате выполненной лабораторной работы студент должен:

Знать:

- методы определения физических констант различных веществ;
- технику определения плотности ареометром и пикнометром;
- виды плотности и влияние различных факторов на значение плотности;
- условия, при которых проводится практическое определение плотности.

Уметь:

- проводить измерения относительной плотности ареометром и пикнометром;

- рассчитывать «водное число» и применять его для расчета плотности;
- учитывать погрешности при анализе.

Владеть:

- техникой проведения измерения относительной плотности ареометром и пикнометром;
- приемами расчета относительной плотности.

Вопросы к защите лабораторной работы:

1. Что такое плотность вещества?
2. Что называют относительной плотностью?
3. Перечислите виды плотности для сыпучих и пористых материалов.
4. Что такое рентгеновская плотность?
5. Как зависит плотность от температуры и давления?
6. В каких единицах измеряют плотность?
7. При какой температуре измеряют плотность?
8. Как изменяется плотность однородных веществ?
9. Как можно измерять относительную плотность?
10. Что называется денсиметрией?
11. Какой метод измерения относительной плотности является наиболее точным? Какой наиболее быстрым

Лабораторная работа № 4

Определение вязкости капиллярным вискозиметром

Цель работы: изучить методы определения чистоты вещества с помощью капиллярного вискозиметра и применить методику измерений на практике.

Задание: научиться определять вязкость жидкости капиллярным вискозиметром, рассчитывать вязкость по формуле с учетом относительной плотности стандартной и исследуемой жидкости, устанавливать степень чистоты исследуемых веществ.

Теоретические сведения, необходимые для выполнения работы:

- понятие вязкости, единицы измерения;
- виды течений жидкости и их характеристика;

- методы определения динамической и кинематической вязкости;
- текучесть, влияние различных факторов на вязкость;
- взаимосвязь между текучестью и вязкостью.

В результате выполненной лабораторной работы студент должен:

Знать:

- определение вязкости как внутреннего трения;
- определение динамической и кинематической вязкости и математические формулы их выражающие;
- методы определения динамической и кинематической вязкости;
- единицы измерения динамической и кинематической вязкости;
- приборное обеспечение для определения вязкости;
- методики проведения измерений вязкости;
- расчеты относительной вязкости по полученным параметрам при измерении.

Уметь:

- собирать установку для определения относительной вязкости;
- проводить экспериментальные измерения необходимых параметров с помощью капиллярного вискозиметра;
- правильно оценить полученные данные и рассчитать относительную вязкость исследуемых веществ;
- сделать корректный вывод о полученных результатах и оценить степень чистоты определяемых веществ.

Владеть:

- приемами для сбора установок для проведения измерений вязкости;
- навыками проведения измерений, необходимых для расчета вязкости.

Вопросы к защите лабораторной работы:

1. Что такое вязкость?
2. Чем характеризуют вязкость?
3. Что называют динамической вязкостью?
5. Что называют кинематической вязкостью?

6. Что такое текучесть?
7. В каких единицах измеряют вязкость?
8. Как зависит вязкость от природы вещества?
9. Как влияют температура и давление на вязкость вещества?
10. Что такое характеристическая вязкость?
11. Как в лабораторных условиях измерить вязкость? Какие требования предъявляются к таким измерениям?

Лабораторная работа № 5

Определение чистоты вещества по температуре плавления

Цель работы: изучить методы определения чистоты вещества с помощью установки для определения температуры плавления и применить методику измерений на практике.

Задание: научиться определять температуру плавления твердого вещества капиллярным методом, устанавливать степень чистоты исследуемых веществ.

Теоретические сведения, необходимые для выполнения работы:

- определение процесса плавления;
- определение температуры плавления;
- понятие о конгруэнтном и инконгруэнтном плавлении;
- определение теплоты плавления;
- зависимость температуры плавления от давления;
- плавление неорганических и органических веществ;
- зависимость температуры плавления от типа кристаллической решетки вещества.

В результате выполненной лабораторной работы студент должен:

Знать:

- определение процесса плавления и температуры плавления;
- назначение подводимой теплоты плавления;
- зависимость плавления от давления, природы вещества;
- технику измерения температуры плавления капиллярным методом;

- комплектующие для создания установки для определения температуры плавления капиллярным методом.

Уметь:

- собирать установку для определения температуры плавления капиллярным методом;
- методику проведения измерения температуры плавления;
- идентифицировать вещество по температуре плавления;
- определять по температуре плавления чистоту исследуемого вещества.

Владеть:

- приемами для сбора установки для определения температуры плавления капиллярным методом;
- техникой проведения измерений температуры плавления на подготовленной установке.

Вопросы к защите лабораторной работы:

1. Что называют плавлением?
2. Что такое температура плавления?
3. Какое плавление называется конгруэнтным и инконгруэнтным?
4. Что называется теплотой плавления и на что она расходуется?
5. Как зависит температура плавления от давления?
7. Охарактеризуйте температуры плавления чистых кристаллических веществ?
8. Как плавятся вещества в зависимости от типа кристаллической решетки?
9. Как плавятся неорганические и органические вещества?

Лабораторная работа № 6

Определение чистоты вещества по температуре кипения

Цель работы: изучить методы определения чистоты вещества с помощью установки для определения температуры кипения и применить методику измерений на практике.

Задание: научиться определять температуру кипения жидких веществ и

устанавливать степень их чистоты.

Теоретические сведения, необходимые для выполнения работы:

- определение процесса кипения;
- определение температуры кипения;
- отличие процесса кипения от испарения;
- определение насыщенного пара и давления насыщенного пара;
- зависимость температуры кипения от давления;
- виды кипения и их характеристика;
- методы и приемы определения температуры кипения;
- определение концентрации спирта по температуре кипения;
- идентификация вещества по температуре кипения.

В результате выполненной лабораторной работы студент должен:

Знать:

- определение процесса кипения и температуры кипения;
- отличие кипения от испарения;
- приемы и методы определения температуры кипения на лабораторных установках;
- технику сбора лабораторной установки для определения температуры кипения;
- методику проведения измерения температуры кипения на лабораторной установке;
- как определить концентрацию спиртов по температуре кипения;
- как устанавливается чистота вещества по температуре кипения.

Уметь:

- собирать установку для определения температуры кипения;
- проводить измерения температуры кипения на лабораторных установках;
- устанавливать степени чистоты и идентифицировать исследуемые вещества;
- определять концентрацию спиртов по температуре кипения.

Владеть:

- приемами подготовки установки для определения температуры кипения;
- методикой и техникой определения температуры кипения на лабораторной установке;
- навыкам определения концентрации спиртов и идентификации веществ по температуре плавления.

Вопросы к защите лабораторной работы:

1. Что называют кипением?
2. Что такое температура кипения?
3. Когда закипает любая жидкость?
4. Какие виды кипения различают?
5. Что называется испарением?
6. Чем отличается процесс испарения от кипения?
7. Дайте определение насыщенному пару?
8. Что называется давлением насыщенного пара?
9. Как зависит температура кипения от давления?
10. От чего зависит давление насыщенного пара?
11. От чего зависит температура кипения растворов?
12. Почему температура кипения жидкости является константой?

2. Химические методы качественного анализа катионов и анионов.

Химический анализ вещества может выполняться двумя способами: «сухим» и «мокрым» путем. «*Сухим путем*» в основном исследуют вещества в твердом состоянии и пользуются следующими методами:

1. Использование реакций на окрашивание пламени солями некоторых металлов.
2. Получение окрашенных стекол (перлов) при сплавлении небольших количеств анализируемого вещества с тетраборатом натрия (бура – $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) или с дигидрофосфатом аммония ($\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$). Цвет образующихся стекловидных шариков – перлов, характерен для определяемого иона.

Методы окрашивания пламени, получение перлов и сплавления называются *пирохимическими*. Эти методы широко используют при определении минералов и горных пород.

3. Метод растирания анализируемого твердого вещества с определенным твердым реактивом, в результате такой «твердотельной» реакции образуются окрашенные соединения открываемых элементов.

Способ «сухим путем» в целом достаточно ограничен и поэтому играет вспомогательную роль.

В качественном анализе чаще пользуются «*мокрым*» способом. В общем случае большинство реакций различного типа в качественном анализе протекают с участием как ионов, так и молекул в водных растворах. Анализируя вещество «мокрым путем», предварительно растворяют его в воде, кислоте либо в растворе щелочи. Все эти вещества по своей природе являются электролитами и, следовательно, реакции их водных растворов протекают между ионами с характерным продуктом взаимодействия. Как было показано выше такие реакции называются *характерными реакциями* данного иона или реакциями *открытия* (обнаружения) иона.

Классификация аналитических реакций.

При проведении анализа необходимо ясно установить цель анализа и круг анализируемых объектов, поэтому существует определенная классификация аналитических реакций по данным принципам.

1. Групповые реакции.

Суть реакции: один и тот же реагент (т.н. групповой реактив) реагирует с группой ионов, давая одинаковый аналитический сигнал. Например, катионы Ag^+ , Hg_2^{2+} , Pb^{2+} образуют с хлорид-анионами нерастворимые хлориды AgCl , Hg_2Cl_2 , PbCl_2 , тогда как хлориды всех других распространенных катионов растворимы в воде. Групповым реактивом на группу этих ионов является соляная кислота. Осаждая эти ионы из смеси соляной кислотой можно таким образом отделить их от остальных ионов.

Удобство групповых реагентов в том, что с их помощью можно сложную аналитическую задачу разделить на несколько простых.

1. Селективные или избирательные реакции.

Суть реакции: индивидуальный реагент образует с определенным ионом характерный аналитический сигнал. Часто в качестве таких реагентов используют органические вещества. Например, диметилглиоксим только с ионами Ni^{2+} дает ярко-красный осадок.

2. Реакции комплексообразования.

Суть реакции: соответствующий реагент выполняет роль маскировки мешающих ионов за счет образования комплексных соединений с ними, имеющих низкое значение произведения растворимости, тем самым анализируемые ионы будут доступны для идентификации.

Дробный анализ используется при открытии ионов в специфических реакциях.

Суть метода в том, что открытие соответствующих ионов проводят непосредственно в отдельных порциях исследуемого раствора, при этом не имеет значения содержание других ионов в растворе, не имеет значения и порядок открытия ионов.

Систематический анализ применяется в том случае, когда отсутствуют надежные специфические реакции, когда невозможно открытие соответствующих ионов дробным методом и нет способов повысить селективность таких реакций.

Суть систематического анализа в том, что определяются этапы проведения анализа (система), последовательность которых предполагает проведение реакций предварительного и последовательного открытия всех других ионов и их удаление (используются как реакции открытия ионов, так и реакции их удаления, проводятся пробы по полноте осаждения и др. необходимые процедуры).

Классификация ионов в качественном анализе

Существуют различные типы классификаций ионов в качественном анализе. Так, в зависимости от применяемых реактивов в качественном анализе катионов выделяют *сероводородный* и *бессероводородный* методы. Сероводород-

ный метод основан на использовании в качестве основного реактива сероводорода и растворимых сульфидов. При применении этого метода образуются сульфиды, не растворимые в разбавленных кислотах. Бессероводородный метод включает ряд методов: кислотно-основной, аммиачно-фосфатный и др. Эти методы основаны, как правило, на применении групповых реагентов.

При систематическом анализе смесей проводят предварительное разделение смеси катионов *на аналитические группы*, в которые входят ионы с наиболее сходными свойствами. Присутствие определяемого иона устанавливают с помощью *специфической* (характерной) для этого иона реакции.

Согласно кислотно-основной классификации все катионы по отношению к групповому реактиву-осадителю делятся на шесть аналитических групп.

Первая аналитическая группа (K^+ , Na^+ , NH_4^+ , Mg^{2+}) – группового реагента не имеет, это их отличает от всех остальных катионов. Большинство соединений растворимо в воде и образует бесцветные растворы за некоторым исключением.

Вторая аналитическая группа (Ca^{2+} , Ba^{2+} , Sr^{2+}) – образует с групповым реагентом нерастворимые в воде и разбавленных кислотах хлориды.

Третья аналитическая группа (Ca^{2+} , Ba^{2+} , Sr^{2+}) – образует с групповым реагентом нерастворимые в воде и разбавленных кислотах сульфаты.

Четвертая аналитическая группа (Al^{3+} , Zn^{2+} , Cr^{3+} , Sn^{2+} , Sn^{4+} , As^{3+} , As^{5+}) – образует с групповым реагентом амфотерные гидроксиды, растворимые в избытке щелочи.

Пятая аналитическая группа (Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mg^{2+} , Mn^{2+} , Bi^{3+} , Sb^{3+} , Sb^{5+}) – образует с групповым реагентом нерастворимые в избытке щелочи гидроксиды.

Шестая аналитическая группа (Cu^{2+} , Hg^{2+} , Cd^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+}) – образующиеся с групповым реагентом гидроксиды формируют растворимые аммиакаты.

В сероводородном методе классификации, где групповыми реагентами являются HCl , H_2S и $(NH_4)_2CO_3$, катионы делят на пять аналитических групп, основанных на различии свойств, образуемых ими хлоридов, сульфидов и карбонатов.

Первая аналитическая группа (K^+ , Na^+ , NH_4^+) – группового реагента нет,

поэтому эти катионы остаются в растворе после отделения других групп.

Вторая аналитическая группа (Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+}) – групповой реагент осаждает карбонаты этих катионов.

Третья аналитическая группа (Al^{3+} , Zn^{2+} , Cr^{3+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Mn^{2+}) – групповой реагент осаждает гидроксиды алюминия (III) и хрома (III) и сульфиды остальных катионов.

Четвертая аналитическая группа (Cu^{2+} , Hg^{2+} , Cd^{2+} , Bi^{3+} (I подгруппа) Sn^{2+} , Sn^{4+} , As^{3+} , Sb^{3+} , AsO_4^{3-} , SbO_4^{3-} (II подгруппа) – групповой реагент осаждает сульфиды этих катионов.

Пятая аналитическая группа (Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+}) – групповой реагент осаждает хлориды этих катионов.

Классификация анионов намного проще классификации катионов. В ее основе лежит различная растворимость солей серебра и бария. Кроме того, назначение группового реагента несколько иное, чем у катионов. По одной из классификаций анионы делятся на три аналитические группы.

Первая аналитическая группа (SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , CO_3^{2-} , PO_4^{3-} , SiO_3^{2-} и др.) – групповой реагент хлорид бария осаждает эти анионы в виде нерастворимых в воде бариевых солей.

Вторая аналитическая группа (S^{2-} , Cl^- , Br^- , I^- и др.) – групповой реагент нитрат серебра совместно с азотной кислотой образует нерастворимые в воде и разбавленном растворе азотной кислоты соли серебра.

Третья аналитическая группа (NO_3^- , NO_2^- , CH_3COO^- и др.) – не имеет группового реагента, соли бария и серебра с этими ионами растворимы в воде.

Результаты лабораторного практикума в качественном анализе рекомендуются оформлять в табличном варианте – таблица 1.

Таблица 1. Образец оформления результатов проведения качественного анализа

Открываемый ион	Основной реактив(ы)	Аналитическая реакция	Условия протекания реакции	Характеристика результата анализа

Методические рекомендации для выполнения контрольной лабораторной аналитической задачи (КЛАЗ). Целью КЛАЗ является закрепление знаний по изученной теме и навыков анализа качественного состава исследуемого раствора, содержащего ионы одной либо нескольких аналитических групп. Перед выполнением такой серьезной работы необходимо повторить теоретический материал по изучаемой теме, лабораторные работы с аналитическими реакциями обнаружения ионов. Кроме того, для лучшего усвоения сущности качественных химических реакций, условий проведения необходимо постоянно их прописывать в черновике при повторении материала. Необходимо ознакомиться и закрепить составление схем анализа той или иной аналитической группы ионов. Изучить реактивы и оборудование для проведения контрольного анализа.

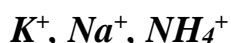
После завершения экспериментальной работы анализа смеси катионов оформите ее в виде итоговой таблицы (табл. 2) на развернутом листе или выданном готовом бланке). Перед таблицей необходимо поместить схему анализа смеси ионов. По окончании оформления сделать вывод о присутствии ионов соответствующей аналитической группы в исследуемом растворе.

Таблица 2. Результаты анализа смеси катионов первой (второй и т.д.) аналитической группы

Номер этапа в схеме анализа	Название этапа в схеме анализа	Условия проведения реакции	Аналитическая реакция	Наблюдаемый аналитический эффект	Заключение

Лабораторная работа № 7

Реакции обнаружения катионов первой аналитической группы



Цель работы: изучить и провести качественные реакции обнаружения ионов I аналитической группы.

Задание: внимательно прочитать теоретический материал (лекционный)

по изучаемой теме, написать качественные реакции по обнаружению катионов первой аналитической группы (I АГ), выучить эффекты реакций по каждому катиону, выделить общие и частные реакции, провести качественные реакции обнаружения в лаборатории.

Теоретические сведения, необходимые для выполнения работы:

- определение и сущность качественного анализа;
- основные реакции в качественном анализе;
- аналитические сигналы обнаружения ионов в качественном анализе;
- способы выполнения качественных реакций;
- классификации катионов в аналитической химии;
- сущность дробного и систематического анализа;
- катионы I АГ по кислотно-основной классификации;
- основные и общие реакции катионов I АГ.

В результате выполненной лабораторной работы студент должен:

Знать:

- методику проведения реакций «сухим путем» – проба на окрашивание пламени;
- основные качественные реакции на катионы I АГ;
- основные правила выполнения пробирочных реакций
- принципы оформления качественного анализа.

Уметь:

- проводить реакции «сухим» и «мокрым» способом;
- проводить микрокристаллоскопические реакции;
- соблюдать основные условия проведения качественных реакций;
- записывать качественные реакции в полном молекулярном и сокращенном ионно-молекулярном виде.

Владеть:

- основными навыками в проведении пробирочных, капельных, микрокристаллоскопических реакций в качественном анализе;
- приемами работы на центрифуге, с паровыми банями;

➤ приемами работы с микроскопом.

Методические рекомендации по окончании работы: После выполнения экспериментальной работы необходимо оформить результаты работы в рабочей тетради в виде таблицы (пример табл. 1 на развернутом листе) и сделайте общий вывод по работе.

Вопросы к защите лабораторной работы:

1. Способы выполнения химического анализа.
2. Как классифицируются аналитические реакции?
3. Основные характеристики дробного и систематического анализа.
4. Какие существуют типы классификаций ионов, на каких признаках они основаны?
5. Какие технические операции применяются в химическом анализе?
6. Каким реактивом можно открыть K^+ .
7. Почему нельзя открывать K^+ реактивом $Na_3[Co(NO_3)_6]$ в щелочном или сильноокислом растворе? Составьте уравнения реакций едкой щелочи с $Na_3[Co(NO_3)_6]$?
8. Почему перед открытием K^+ необходимо удалить катионы аммония?
9. Укажите характерные реакции обнаружения Na^+ .
10. Почему открывать Na^+ реактивом KH_2SbO_4 можно только в нейтральной или слабощелочной среде?

Контрольная лабораторная аналитическая задача № 8

Анализ смеси катионов первой аналитической группы

Цель работы: Закрепить полученные знания при обнаружении катионов I АГ.

Ход систематического анализа: 1 – открытие ионов аммония → 2 – удаление ионов аммония → 3 – окрашивание пламени → 4 – открытие катионов калия → 5 – открытие ионов натрия.

Методические рекомендации по окончании работы: После выполнения

контрольной задачи необходимо оформить результаты работы в рабочей тетради в виде таблицы (пример табл. 2 на развернутом листе) и сделать вывод об обнаружении в контрольной смеси соответствующих ионов.

Лабораторная работа № 9

Реакции обнаружения катионов второй аналитической группы

(группа хлороводородной кислоты)

Ag⁺, Pb²⁺, Hg₂²⁺ и др.

Цель работы: Изучить и провести качественные реакции обнаружения катионов второй аналитической группы.

Задание: внимательно прочитать теоретический материал (лекционный) по изучаемой теме, написать качественные реакции по обнаружению катионов первой аналитической группы (II АГ), выучить эффекты реакций по каждому катиону, выделить общие и частные реакции, провести качественные реакции обнаружения в лаборатории.

Теоретические сведения, необходимые для выполнения работы:

- определение и сущность качественного анализа;
- основные реакции в качественном анализе;
- аналитические сигналы обнаружения ионов в качественном анализе;
- способы выполнения качественных реакций;
- классификации катионов в аналитической химии;
- сущность дробного и систематического анализа;
- катионы II АГ по кислотно-основной классификации;
- основные и общие реакции катионов II АГ.

В результате выполненной лабораторной работы студент должен:

Знать:

- основные качественные реакции на катионы II АГ;
- основные правила выполнения капельных и пробирочных реакций
- принципы оформления результатов качественного анализа.

Уметь:

- проводить реакции «сухим» и «мокрым» способом;

- соблюдать основные условия проведения качественных реакций;
- записывать качественные реакции в полном молекулярном и сокращенном ионно-молекулярном виде.

Владеть:

- основными навыками в проведении пробирочных, капельных реакций в качественном анализе;
- приемами работы на центрифуге, с паровыми банями.

Методические рекомендации по окончании работы: После выполнения экспериментальной работы необходимо оформить результаты работы в рабочей тетради в виде таблицы (пример табл. 1 на развернутом листе) и сделайте общий вывод по работе.

Вопросы к защите лабораторной работы:

1. Общая характеристика катионов второй аналитической группы.
2. Чем различаются химико-аналитические свойства катионов подгруппы серебра от свойств катионов других аналитических групп?
3. Частные реакции ионов серебра и свинца?
4. Напишите уравнения реакции взаимодействия NH_4OH и NaOH с катионами подгруппы серебра.
5. Напишите уравнения реакции растворения PbSO_4 в едкой щелочи.
6. Опишите ход систематического анализа открытия катионов второй аналитической группы.

Контрольная лабораторная аналитическая задача № 10

Анализ смеси катионов второй аналитической группы

Цель работы: Закрепить полученные знания при обнаружении катионов II АГ.

Ход систематического анализа: 1 – отделение хлорида свинца от хлоридов ртути (I) и серебра → 2 – открытие ионов свинца Pb^{2+} в центрифугате → 3 – открытие ртути (I) в осадке и растворение хлорида серебра → 4 – открытие ионов серебра Ag^+ в центрифугате.

Методические рекомендации по окончании работы: После выполнения контрольной задачи необходимо оформить результаты работы в рабочей тетради в виде таблицы (пример табл. 2 на развернутом листе) и сделать вывод об обнаружении в контрольной смеси соответствующих ионов.

Лабораторная работа № 11

Реакции обнаружения катионов третьей аналитической группы

(группа серной кислоты) Ca^{2+} , Ba^{2+} , Sr^{2+}

Цель работы: Изучить и провести качественные реакции обнаружения катионов третьей аналитической группы.

Задание: внимательно прочитать теоретический материал (лекционный) по изучаемой теме, написать качественные реакции по обнаружению катионов первой аналитической группы (III АГ), выучить эффекты реакций по каждому катиону, выделить общие и частные реакции, провести качественные реакции обнаружения в лаборатории.

Теоретические сведения, необходимые для выполнения работы:

- определение и сущность качественного анализа;
- основные реакции в качественном анализе;
- аналитические сигналы обнаружения ионов в качественном анализе;
- способы выполнения качественных реакций;
- классификации катионов в аналитической химии;
- сущность дробного и систематического анализа;
- катионы III АГ по кислотно-основной классификации;
- основные и общие реакции катионов III АГ.

В результате выполненной лабораторной работы студент должен:

Знать:

- основные качественные реакции на катионы III АГ;
- основные правила выполнения капельных, микрокристаллоскопических и пробирочных реакций
- принципы оформления результатов качественного анализа.

Уметь:

- проводить реакции «сухим» и «мокрым» способом;
- соблюдать основные условия проведения качественных реакций;
- записывать качественные реакции в полном молекулярном и сокращенном ионно-молекулярном виде.

Владеть:

- основными навыками в проведении пробирочных, капельных реакций в качественном анализе;
- приемами работы на центрифуге, с паровыми банями.

Методические рекомендации по окончании работы: После выполнения экспериментальной работы необходимо оформить результаты работы в рабочей тетради в виде таблицы (пример табл. 1 на развернутом листе) и сделать общий вывод по работе.

Вопросы к защите лабораторной работы:

1. Общая характеристика катионов III аналитической группы.
2. Частные реакции на катионы кальция, стронция и бария.
3. Почему карбонаты, образованные катионами III группы, в процессе анализа растворяют в уксусной кислоте, а не в соляной?
4. Почему карбонат бария $BaCO_3$ растворяется и в соляной и в уксусной кислотах, а $BaSO_4$ в этих кислотах не растворяется?
5. Почему при взаимодействии растворов с равной концентрацией ионов бария Ba^{2+} с серной кислотой выпадает большой осадок, а с насыщенным раствором сульфата кальция $CaSO_4$ – небольшой.
6. Ход систематического анализа открытия катионов третьей группы в смеси катионов Ca^{2+} , Ba^{2+} , Sr^{2+} .

Контрольная лабораторная аналитическая задача № 12

Анализ смеси катионов третьей аналитической группы

Ход систематического анализа: 1 – открытие катионов бария и их отделение → 2 – осаждение катионов кальция и стронция → 3 – растворение осадка смеси катионов кальция и стронция → 4 – обнаружение катионов стронция

осаждением и отделением из смеси → 5 – открытие катионов кальция в центрифугате.

Методические рекомендации по окончании работы: После выполнения контрольной задачи необходимо оформить результаты работы в рабочей тетради в виде таблицы (пример табл. 2 на развернутом листе) и сделать вывод об обнаружении в контрольной смеси соответствующих ионов.

Контрольная лабораторная аналитическая задача № 13

Анализ смеси катионов I, II, III аналитических групп

Ход контрольного анализа:

I этап. На отдельных пробах проведите реакции с растворами групповых реагентов для определения присутствия катиона той или иной аналитической группы:

а) групповой реагент HCl (2 н.) _____ осадка укажет на присутствие катиона II группы;

б) групповой реагент H₂SO₄ (2 н.) _____ осадка укажет на присутствие катиона III группы;

– подобный результат дает катион Pb²⁺;

– нехарактерный осадок дает катион Ca²⁺, подтвердите соответствующей реакцией.

в) реакция с раствором Na₂CO₃ (2 н.) – если осадок не образуется, то это указывает на присутствие катиона из I группы, тогда как катионы других групп образуют с данным реагентом *нерастворимые карбонаты*.

II этап. Используя *дробный анализ* определите присутствие катионов I – III групп в следующей последовательности: Pb²⁺, Ag⁺, Ba²⁺, Sr²⁺, Ca²⁺, NH₄⁺, K⁺, Na⁺.

III этап. После завершения контрольного анализа смеси катионов оформляется отчет в виде итоговой таблицы на развернутом листе или готовом бланке. По окончании оформления формулируется вывод о присутствии катионов первой, второй и третьей аналитических групп в исследуемом растворе.

Лабораторная работа № 14

Реакции обнаружения анионов первой аналитической группы (SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , CO_3^{2-} , PO_4^{3-} , SiO_3^{2-} и др.)

Цель работы: Изучить и провести качественные реакции обнаружения анионов первой аналитической группы.

Задание: внимательно прочитать теоретический материал (лекционный) по изучаемой теме, написать качественные реакции по обнаружению анионов первой аналитической группы (I АГ), выучить эффекты реакций по каждому аниону, выделить общие и частные реакции, провести качественные реакции обнаружения в лаборатории.

Теоретические сведения, необходимые для выполнения работы:

- определение и сущность качественного анализа;
- основные реакции в качественном анализе;
- аналитические сигналы обнаружения ионов в качественном анализе;
- способы выполнения качественных реакций;
- классификации анионов в аналитической химии;
- сущность дробного и систематического анализа;
- особенности классификации анионов;
- основные и общие реакции анионов I АГ.

В результате выполненной лабораторной работы студент должен:

Знать:

- основные качественные реакции на анионы I АГ;
- основные правила выполнения капельных, микрокристаллоскопических и пробирочных реакций
- принципы оформления результатов качественного анализа.

Уметь:

- проводить реакции «сухим» и «мокрым» способом;
- соблюдать основные условия проведения качественных реакций;
- записывать качественные реакции в полном молекулярном и сокращенном ионно-молекулярном виде.

Владеть:

- основными навыками в проведении пробирочных, капельных реакций в качественном анализе;
- приемами работы на центрифуге, с паровыми банями.

Методические рекомендации по окончании работы: После выполнения экспериментальной работы необходимо оформить результаты работы в рабочей тетради в виде таблицы (пример табл. 1 на развернутом листе) и сделать общий вывод по работе.

Лабораторная работа № 15

Реакции обнаружения анионов второй аналитической группы (Cl^- , Br^- , I^- , S^{2-} и др.)

Цель работы: Изучить и провести качественные реакции обнаружения анионов второй аналитической группы.

Задание: внимательно прочитать теоретический материал (лекционный) по изучаемой теме, написать качественные реакции по обнаружению анионов первой аналитической группы (II АГ), выучить эффекты реакций по каждому аниону, выделить общие и частные реакции, провести качественные реакции обнаружения в лаборатории.

Теоретические сведения, необходимые для выполнения работы:

- определение и сущность качественного анализа;
- основные реакции в качественном анализе;
- аналитические сигналы обнаружения ионов в качественном анализе;
- способы выполнения качественных реакций;
- классификации анионов в аналитической химии;
- сущность дробного и систематического анализа;
- особенности классификации анионов;
- основные и общие реакции анионов II АГ.

В результате выполненной лабораторной работы студент должен:

Знать:

- основные качественные реакции на анионы II АГ;

- основные правила выполнения капельных, микрокристаллоскопических и пробирочных реакций
- принципы оформления результатов качественного анализа.

Уметь:

- проводить реакции «сухим» и «мокрым» способом;
- соблюдать основные условия проведения качественных реакций;
- записывать качественные реакции в полном молекулярном и сокращенном ионно-молекулярном виде.

Владеть:

- основными навыками в проведении пробирочных, капельных реакций в качественном анализе;
- приемами работы на центрифуге, с паровыми банями.

Методические рекомендации по окончании работы: После выполнения экспериментальной работы необходимо оформить результаты работы в рабочей тетради в виде таблицы (пример табл. 1 на развернутом листе) и сделать общий вывод по работе.

Контрольная лабораторная аналитическая задача № 16

Анализ смеси анионов второй аналитической группы

Примерная схема систематического анализа:

1 – открытие сульфид-анионов S^{2-} → 2 – отделение S^{2-} осаждением их ионами цинка Zn^{2+} → 3 – отделение анионов Cl^- , Br^- , I^- от других анионов осаждением их в виде $AgCl$, $AgBr$, AgI в азотнокислой среде → 4 – извлечение хлорид-анионов Cl^- из осадка и их открытие → 5 – перевод в раствор Br^- , I^- и их открытие.

После завершения контрольного анализа смеси анионов оформляется отчет в виде итоговой таблицы на развернутом листе или готовом бланке (пример табл. 2). По окончании оформления формулируется вывод о присутствии анионов II аналитической группы в исследуемом растворе.

Лабораторная работа № 17

Реакции обнаружения анионов третьей аналитической группы (NO_3^- , NO_2^- , CH_3COO^- , MnO_4^- и др.)

Цель работы: Изучить и провести качественные реакции обнаружения анионов третьей аналитической группы.

Задание: внимательно прочитать теоретический материал (лекционный) по изучаемой теме, написать качественные реакции по обнаружению анионов первой аналитической группы (III АГ), выучить эффекты реакций по каждому аниону, выделить общие и частные реакции, провести качественные реакции обнаружения в лаборатории.

Теоретические сведения, необходимые для выполнения работы:

- определение и сущность качественного анализа;
- основные реакции в качественном анализе;
- аналитические сигналы обнаружения ионов в качественном анализе;
- способы выполнения качественных реакций;
- классификации анионов в аналитической химии;
- сущность дробного и систематического анализа;
- особенности классификации анионов;
- основные и общие реакции анионов III АГ.

В результате выполненной лабораторной работы студент должен:

Знать:

- основные качественные реакции на анионы III АГ;
- основные правила выполнения капельных, микрокристаллоскопических и пробирочных реакций
- принципы оформления результатов качественного анализа.

Уметь:

- проводить реакции «сухим» и «мокрым» способом;
- соблюдать основные условия проведения качественных реакций;
- записывать качественные реакции в полном молекулярном и сокращенном ионно-молекулярном виде.
- основными навыками в проведении пробирочных, капельных реакций в качественном анализе;
- приемами работы на центрифуге, с паровыми банями.

Методические рекомендации по окончании работы: После выполнения экспериментальной работы необходимо оформить результаты работы в рабочей тетради в виде таблицы (пример табл. 1 на развернутом листе) и сделать общий вывод по работе.

Контрольная лабораторная аналитическая задача № 18

Систематический анализ смеси анионов I, II, III аналитических групп

Примерная схема анализа смеси анионов может быть следующей:

1 – определение pH анализируемого раствора → 2 – проверка на присутствие ионов летучих кислот → 3 – проба на анионы I группы → 4 - пробы на анионы II группы и открытие их → 5 – пробы на присутствие анионов-восстановителей → 6 – проба на присутствие анионов окислителей → 7 – проба на выделение газов

После завершения контрольного анализа смеси анионов оформляется отчет в виде итоговой таблицы на развернутом листе или готовом бланке (пример табл. 2). По окончании оформления формулируется вывод о присутствии анионов II аналитической группы в исследуемом растворе.

РЕКОМЕНДУЕМЫЕ ЛИТЕРАТУРНЫЕ ИСТОЧНИКИ

1. Аналитическая химия [Электронный ресурс]: учебное пособие/ А.И. Апарнев [и др.]. – Электрон. текстовые данные. – Новосибирск: Новосибирский государственный технический университет, 2011. – 104 с.– Режим доступа: <http://www.iprbookshop.ru/44656>.
2. Васильев, В. П. Аналитическая химия: учеб.: рек. Мин. обр. РФ. Кн. 1: / В.П. Васильев. – М.: Дрофа, 2009. – 368 с.
3. Трифонова А.Н. Аналитическая химия [Электронный ресурс]: лабораторный практикум. Учебное пособие/ Трифонова А.Н., Мельситова И.В. – Электрон. текстовые данные. – Минск: Вышэйшая школа, 2013. – 161 с. (ЭБС «IPRbooks»).
4. Митрофанова, В.И. Аналитическая химия [Электронный ресурс]: лаб. практикум. Ч. 1. Очистка вещества. Определение степени чистоты вещества / В. И. Митрофанова; АмГУ, ИФФ. - Благовещенск: Изд-во Амур. гос. ун-та, 2016. - 56 с. http://irbis.amursu.ru/DigitalLibrary/AmurSU_Edition/7397.pdf
5. Митрофанова, В.И. Аналитическая химия [Электронный ресурс]: лаб. практикум. Ч. 2. Качественный анализ / В. И. Митрофанова; АмГУ, ИФФ. - Благовещенск: Изд-во Амур.гос. ун-та, 2017. - 87 с. http://irbis.amursu.ru/DigitalLibrary/AmurSU_Edition/7454.pdf
6. Кудряшова А.А. Химические реакции в аналитической химии с примерами и задачами для самостоятельного решения [Электронный ресурс]: учебное пособие / Кудряшова А.А. — Электрон. текстовые данные.— Самара: РЕАВИЗ, 2011.— 75 с.— Режим доступа: <http://www.iprbookshop.ru/10157>.
7. Краткий справочник физико-химических величин некоторых неорганических и органических соединений [Электронный ресурс] / — Электрон. текстовые данные. — Самара: РЕАВИЗ, 2011. — 68 с.— Режим доступа: <http://www.iprbookshop.ru/18405>
8. Аналитическая химия [Электронный ресурс]: учебное пособие/ О.Б.

Кукина [и др.]. – Электрон. текстовые данные. – Воронеж: Воронежский государственный архитектурно-строительный университет, ЭБС АСВ, 2014. – 162 с. – Режим доступа: <http://www.iprbookshop.ru/30833>.

9. Мельникова М.А. Практикум по общей и аналитической химии: учеб. пособие/ М.А. Мельникова; АмГУ, ИФФ. – Благовещенск: Изд-во Амур. гос. ун-та, 2008. – 128 с.

10. Харитонов, Юрий Яковлевич. Аналитическая химия (аналитика): В 2 кн.: учеб. для вузов: рек. Мин. обр. РФ. Кн. 1: Общие теоретические основы. Качественный анализ, 2003. – 616 с.

11. Лурье, Ю. Ю. Справочник по аналитической химии [Текст] / Ю. Ю. Лурье. - 6-е изд., перераб. и доп. – М.: Химия, 1989. – 448 с. – Предм. указ.: с. 436-447.

12. Методические указания по выполнению лабораторных работ по программе аналитической химии [Текст] / Составитель Коряковская М.В. – Новокуйбышевск, ГАПОУ СО «ННХТ». – с. 45.

Валентина Ивановна Митрофанова,

Доцент кафедры химии и химической технологии АмГУ, канд. хим. наук

Аналитическая химия. Методические указания для лабораторных работ (часть 1)

Учебно-методическое пособие

Изд-во АмГУ. / Подписано к печати

Формат 60X84/16. Усл. печ. л. 3,00, уч.-изд.л.____. Тираж____. Заказ