Кировское областное государственное профессиональное

образовательное автономное учреждение

«Нолинский политехнический техникум»

Рассмотрено: Утверждено:

на заседании МК Зам.директора по УР

Протокол № от «\_\_\_»\_\_\_\_\_\_\_2022 г. \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_Е.В.Белых

Председатель МК «\_\_\_\_»\_\_\_\_\_\_\_\_\_2022 г.

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_Л.Б. Бушуева

**МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ**

**к проведению лабораторных и практических работ**

**по дисциплине ЕН.01 Химия**

по специальности: 43.02.15 Поварское и кондитерское дело

профиль подготовки: естественнонаучный

на базе основного общего образования

г.Нолинск,2022г.

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| РАССМОТРЕНОи одобрено на заседании методической комиссииПротокол № \_\_\_\_\_ от «\_\_\_\_» \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ 2022г.Председатель МК\_\_\_\_\_\_\_ \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ |  |  |

Методические рекомендации составлены на основе:

Рабочей программы учебной дисциплины 01. Химия

Данные методические рекомендации предназначены для студентов КОГПОУ НПТ, обучающихся по специальности: 43.02.15 Поварское и кондитерское дело в качестве руководства при выполнении практических работ по дисциплине 01.Химия

 Организация-разработчик: Кировское областное государственное профессиональное образовательное автономное учреждение « Нолинский политехнический техникум»

Разработчик: Машковцева Т.Ф., преподаватель

Методические рекомендации рекомендованы к использованию

Педагогическим советом КОГПОАУ НПТ

Протокол № \_\_\_\_\_\_\_\_\_ от «\_\_\_»\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_2022 г.

Председатель МК \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

 подпись Ф.И.О.

**СОДЕРЖАНИЕ**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **№ п/п** | **Наименование раздела** |  |
| 1. | Пояснительная записка |  |
| 2. | Критерии оценивания лабораторных и практических работ |  |
| 3. | Техника безопасности при выполнении лабораторных и практических работ |  |
| 4. | Сводные данные по лабораторным и практическим работам  |  |
| 5. | Практические работы № 1-16  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |

1. **ПОЯСНИТЕЛЬНАЯ ЗАПИСКА**
	1. **Область применения методических рекомендаций**

В настоящих методических рекомендациях представлены основные методические материалы к выполнению лабораторных и практических работ по учебной дисциплине ЕН.01. Химия, предназначенные для студентов, обучающихся по специальности: 43.02.15 Поварское и кондитерское дело.

Перечень практических работ соответствует тематическому плану и содержанию рабочей программы дисциплины ЕН.01. Химия.

**1.2. Цель проведения лабораторных и практических работ**

Цель проведения лабораторных и практических работ – закрепление теоретических знаний, приобретение практических навыков (профессиональной компетенции) при решении производственных ситуаций и задач, подготовка студентов к самостоятельной работе в ходе учебной и производственной практики с учетом требований профстандарта.

В соответствии с задачами формирования необходимых компетенций, выполнение студентами лабораторных и практических работ позволяет им понять, где и когда изучаемые теоретические положения и практические умения могут быть использованы в будущей практической деятельности.

Приобретение знаний и навыков по решению производственных задач необходимо для решения производственных ситуаций при изучении ПМ.

Практические задания органично сочетаются с теоретическими знаниями.

Основными задачами лабораторных и практических работ являются:

- формирование практических знаний и умений по дисциплине;

- приближение учебного процесса к реальным условиям работы.

- развитие инициативы и самостоятельности студентов во время выполнения ими практических заданий.

**1.3. Перечень компетенций, формируемых при выполнении лабораторных и практических работ**

В результате выполнения лабораторных и практических работ студент приобретает элементы профессиональных и общих компетенций:

**1.4. Общие методические рекомендации по выполнению лабораторных и практических работ**

В методических рекомендациях представлены лабораторные и практические работы по соответствующим разделам рабочей программы.

Каждая работа содержит тему и цель работы, пошаговую инструкцию и задания для выполнения лабораторной и практической работы, которые четко отражают приобретение необходимых умений и практического опыта согласно требованиям ФГОС.

Лабораторные и практические работы содержат теоретическую часть, практические задания, рекомендации по их выполнению, контрольные вопросы. Предлагаемые лабораторные и практические работы предназначены для развития навыков самообучения, самоанализа и оценки качества проделанной работы посредством работы с теоретическим материалом, натуральными образцами технологического оборудования, техническими схемами, паспортами оборудования, выполнением предложенных заданий преподавателя, ответами на поставленные вопросы, выполнения самостоятельной работы и ответов на контрольные вопросы.

Для выполнения лабораторных и практических работ студенты должны использовать техническую документацию, учебники, учебные пособия и дополнительную информацию. При выполнении лабораторных и практических работ студент должен внимательно ознакомиться с заданиями, изучить предложенную техническую документацию, инструкции по технике безопасности.

Лабораторные и практические работы чередуются с теоретическими вопросами в процессе изучения соответствующих разделов и тем учебной  дисциплины. Работы выполняются по предложенным заданиям в тетрадях для лабораторных и практических работ по учебной дисциплине в рамках учебного времени.

**2. КРИТЕРИИ ОЦЕНИВАНИЯ ЛАБОРАТОРНЫХ И ПРАКТИЧЕСКИХ РАБОТ**

Лабораторное (практическое) занятие – это форма организации учебного процесса, предполагающая выполнение студентами практических работ под руководством преподавателя.

Каждая работа завершается контролем конкретных результатов (положительных или отрицательных). Это дает возможность установить, в какой мере результаты соответствуют поставленной цели, насколько целесообразна последовательность этапов работы.

Результатом лабораторного (практического) занятия является оформленный отчет в тетради для лабораторных и практических работ:

- аналитическая обработка текста;

- правильные ответы на вопросы;

- правильное и аккуратное составление технологической документации, заполнение таблиц;

- сопоставление имеющихся данных с требованиями технической документации;

- самостоятельность студента при выполнении задания.

Основаниями для оценки также являются:

- полнота и точность ответов на поставленные вопросы;

- задание выполнено в соответствии с указанным сроком предоставления работы преподавателю.

**Таблица 2.1. Критерии оценки выполнения лабораторных и практических работ**

|  |  |
| --- | --- |
| **Оценки** | **Критерии** |
| Отлично | * задания (включая ответы на вопросы, выполненные задания, заполнение таблиц, составленная технологическая документация, сопоставления)

выполнены правильно, в полном объеме и аккуратно;* работа сдана преподавателю в соответствии с указанным сроком предоставления;
* выполненные задания по лабораторному (практическому) устно защищены с полными ответами по любому из контрольных вопросов.
 |
| Хорошо | * задания (включая ответы на вопросы, выполненные задания, заполнение таблиц, сопоставления, составленная технологическая документация)

выполнены в основном правильно, но имеются неточности, недочеты, в полном объеме или объем выполненного задания не достаточен, допущены исправления; - работа сдана преподавателю с нарушением сроков сдачи (но не более следующего занятия) в соответствии с указанным сроком предоставления;- выполненные задания по лабораторному (практическому) занятию устно защищены с неполными ответами по контрольным вопросам. |
| Удовлетворительно |  - задания выполнены (включая ответы на вопросы, выполненные задания, заполнение таблиц, составленная технологическая документация, сопоставления) не все правильно или не все задания выполнены, и не в полном объеме (но не менее 50%); - работа сдана преподавателю с нарушением сроков сдачи (но не более трех последующих занятий) в соответствии с указанным сроком предоставления; - выполненные задания по лабораторному (практическому) устно не защищены. |
| Неудовлетворительно | * работа выполнена не полностью (менее 50 %);
* таблицы, сопоставления не составлены или составлены с грубыми ошибками, нарушены требования оформления;
* нет ответов на поставленные вопросы или не полностью изложен материал;
* студент не смог устно ответить ни на один из контрольных вопросов;
* отчет о выполнении работы не предоставлен.
 |

**3. ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ ПРОВЕДЕНИИ ЛАБОРАТОРНЫХ И ПРАКТИЧЕСКИХ РАБОТ**

**Перед началом практического занятия:**

1. Внимательно прослушайте вводный инструктаж преподавателя о порядке и особенностях выполнения лабораторного (практического) занятия;

2. Внимательно изучите методические рекомендации к работе, которую выполняете и строго руководствуйтесь ими;

3. Подготовьте рабочее место для безопасной работы: уберите его, если на нем находятся посторонние предметы;

4. Проверьте и подготовьте к работе, согласно методическим рекомендациям, необходимые натуральные образцы, инструменты, оборудование и принадлежности, техническую документацию.

**Во время работы:**

1. Выполняйте только ту работу, которая разрешена преподавателем;

2. За разъяснениями по всем вопросам выполнения лабораторного (практического) задания обращайтесь к преподавателю;

3. Будьте внимательны и аккуратны. Не отвлекайтесь сами и не отвлекайте других. Не вмешивайтесь в процесс работы других студентов, если это не предусмотрено инструкцией или методическими рекомендациями.

**По окончании работы:**

1. Наведите порядок на рабочем месте и сдайте его преподавателю;

2. Сдайте преподавателю учебную и специальную литературу и инструменты, инвентарь, оборудование, натуральные образцы, техническую документацию.

**При выполнении работы строго запрещается:**

1. Бесцельно ходить по кабинету (лаборатории);

2. Покидать помещение кабинета (лаборатории) в рабочее время без разрешения преподавателя

**4. СВОДНЫЕ ДАННЫЕ ПО ЛАБОРАТОРНЫМ И ПРАКТИЧЕСКИМ РАБОТАМ**

Согласно учебному плану ЕН.01. Химия на проведение лабораторных и практических работ отводится **36 часов.**

Таблица 4.1. Сводные данные по выполнению лабораторных и практических работ.

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **№ п/п** | **№ практического занятия** | **Тема практического занятия** | **Кол-во часов** |
| 1 | Лабораторная работа № 1. |  Проведение частных реакций катионов первой аналитической группы. | 2 |
| 2 | Лабораторная работа № 2. | Проведение частных реакций второй аналитической группы. | 2 |
| 3 | Лабораторная работа № 3. | Проведение частных реакций катионов третьей аналитической группы. | 2 |
| 4 |  Лабораторная работа № 4. | Проведение частных реакций катионов четвертой аналитической группы. | 2 |
| 5 | Лабораторная работа № 5. | Проведение частных реакций катионов пятой аналитической группы. | 2 |
| 6 | Лабораторная работа № 6. | Проведение частных реакций катионов шестой аналитической группы. | 2 |
| 7 | Лабораторная работа №7 |  Проведение частных реакций на анионы. | 2 |
| 8 | Лабораторная работа №8 | Анализ сухой смеси. | 2 |
| 9 | Лабораторная работа №9 | Определение кристаллизационной воды в кристаллогидратах. | 2 |
| 10 | Лабораторная работа №10 | Приготовление рабочего раствора щелочи и стандартного раствора щавелевой кислоты. Определение нормальности и титра раствора щелочи. | 2 |
| 11 | Лабораторная работа №11 |  Определения химического потребления кислорода в питьевой воде. | 2 |
| 12 | Лабораторная работа №12 |  Определение жесткости воды. | 2 |
| 13 | Лабораторная работа №13 |  Определение вязкости жидкостей. | 2 |
| 14 | Лабораторная работа №14 | Определение зависимости скорости химических реакций от температуры и концентрации реагирующих веществ. | 2 |
| 15 | Лабораторная работа №15 | Определение рН среды различными методами. | 2 |
| 16 | Лабораторная работа №16 |  Исследование процессов адсорбции активированным углем различных веществ из растворов. | 2 |
| 17 | Лабораторная работа №17 | Получение коллоидных растворов. Коагуляция золей электролитами. | 2 |
| 18 | Лабораторная работа №18 |  Изучение процессов набухания и студнеобразования крахмала, желатина и разных видов зерен. | 2 |

**Лабораторная работа №1**

**Тема: « Проведение частных реакций катионов первой аналитической группы»**

***Цель работы:***Изучение реакций обнаружения катионов I аналитической группы.

**Оборудование:** пробирки; штатив; спиртовка; химические стаканы; стеклянные палочки; воронки; бумажные фильтры; нихромовая проволока для петли; плитка, водяная баня. Растворы: нитрата свинца (׀׀), иодида калия, разбавленной уксусной кислоты, хлороводородной кислоты, аммиака, хромата калия, нитрата серебра, нитрата ртути (׀). NaOH(10–15%-ный водный раствор);Na2CO3 или K2CO3(тв.);NaHC4H4O6(10–15%-ный водный раствор);Na3[Co(NO2)6] (свежеприготовленный); реактив Несслера K2HgJ4(щелочной раствор); формалин (33%-ный раствор формальдегида СН2О).

**Выполнение работы**

**Теоретическая часть**

Общая характеристика катионов первой аналитической группы

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

Выводы:

1.                  NH4+–ионы можно открыть в присутствии всех остальных катионов I аналитической группы при помощи едкого натра или едкого кали.

2.                  Mg2+–ионы, если они будут присутствовать в этой группе, можно открыть в присутствии всех остальных катионов I аналитической группы при помощи гидрофосфата натрия в присутствииNH4OH.

3.                  Na+–ионы можно открыть в присутствии остальных катионов I аналитической группы при помощи ацетата уранила и, еще лучше, при помощи ацетата цинк-уранила.

4.                  К+–ионы невозможно открыть в присутствии остальных катионов I аналитической группы, так какNH4+–ионы реагируют аналогичным образом со всеми реактивами, образующими осадки с К+–ионами.

5.                  Открытие К+–ионов можно проводить реактивами –NaHC4H4O6и Na3[Co(NO3)6] в присутствии Na+и Mg2+–ионов.

6.                  Так как открытию К+–ионов мешают NH4+-ионы, то при обнаружении К+–ионов необходимо предварительно удалять соли аммония.

7.                  Для удаления солей аммония с целью открытия ионов калия, можно воспользоваться реакцией с NaOHилиNa2CO3. При длительном кипячении указанных реактивов со смесью катионов первой аналитической группы соли аммония разлагаются с выделением аммиака, а соли магния образуют осадок гидроксида магния или гидроксикарбоната магния.

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

### 1. Реакции К+ - ионов

**1. *Реакция с гексанитрокобальтиатом (III) натрия***

Гексанитрокобальтиат (III) натрия (кобальтинитрит натрия) Na3[Co(NO2)6] образует с ионами калия в нейтральной или слабокислой (рН = 5) среде желтый осадок преимущественного состава K2Na[Co(NO2)6]:

2K+ + Na+ + [Co(NO2)6]3- → K2Na[Co(NO2)6]↓

**2.*Обнаружение K+-ионов в присутствии ионов NH4+.***

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

4NH4+ + 6HCOH + 4OH- → N4(CH2)6 + 10H2O

**4. *Микрокристаллоскопическая реакция.***

***“Тройной нитрит”, Na2PbCu(NO2)6****,* реагент ярко-зеленого цвета, образует с ионом К+ черные кубические кристаллы. Для ускорения реакции можно добавить несколько кристалликов твердого NaNO2.

2 KCl + Na2PbCu(NO2)6 ↔ K2PbCu(NO2)6↓ + 2 NaCl

                                                черный

Определению мешает NH4+, так как он образует аналогичные черные кубические кристаллы.

***6. Хлорная кислота HClO4***дает белый осадок перхлората калия:

К+ + ClO4- → КClO4↓

                       Белый

### 2. Реакции NH4+-ионов

**1. *Реакция со щелочью***

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

NH4+ + OH- → NH3↑ + H2O

 **2. *Реакция с реактивом Несслера.***

Реактив Несслера (раствор K2[HgI4] в KOH) в присутствии NH4+-ионов образует характерный красно-бурый осадок:

NH4+ + 2[HgI4]2- + 4OH- → [NH2Hg2O] I↓ +7I- + 3H2O

**Практическая часть**

### 1. Реакции К+ - ионов

**Опыт 1. *Реакция с гексанитрокобальтиатом (III) натрия***

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

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

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

Ион аммония образует аналогичный желтый осадок (NH4)2Na[Co(NO2)6], отличие его от соответствующего соединения калия заключается в том, что он разлагается при нагревании. Реакцию следует проводить при нагревании, или в присутствии NH4+ обнаружение ионов калия проводят по п.2. Остальные катионы первой и второй групп проведению этой реакции не мешают.

**Опыт 2.*Обнаружение K+-ионов в присутствии ионов NH4+.***

В коническую пробирку помещают по 2-3 капли растворов солей калия и аммония, 5-6 капель формалина (40 % раствор формальдегида) и 1 каплю фенолфталеина. Затем осторожно по каплям добавляют раствор Na2CO3 до появления устойчивой красной окраски индикатора, что указывает на сильно щелочную среду (рН > 10), и полученную реакционную смесь около минуты нагревают на водяной бане. Затем раствор охлаждают под водопроводной водой, подкисляют уксусной кислотой до исчезновения красной окраски (рН = 5) и к 2-3 каплям полученного раствора добавляют 2-3 капли раствора кобальтинитрита натрия. Наблюдают образование желтого осадка по реакции. Если осадок не образуется, то потирают стенки пробирки стеклянной палочкой до помутнения раствора и отделяют выделившийся осадок на центрифуге.

**Опыт 3. *Микрокристаллоскопическая реакция.***

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



Рис. Кристаллы K2PbCu(NO2)6

Условия обнаружения иона К+: отсутствие иона NH4+.

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

К+ + ClO4- → КClO4↓

                       Белый

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

***Опыт 5. Реакция окрашивания пламени.***

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

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

**Контрольные вопросы**

1. Какие катионы входят в состав первой аналитической группы?

2. Какой реактив является групповым на первую аналитическую группу катионов?

3. Перечислите наиболее характерные реакции для ионов К+, Na+.

**Лабораторная работа №2**

**Тема: « Проведение частных реакций катионов второй аналитической группы»**

***Цель работы:***Изучение реакций обнаружения катионов 2 аналитической группы.

**Оборудование:** пробирки; штатив; спиртовка; химические стаканы; стеклянные палочки; воронки; бумажные фильтры; нихромовая проволока для петли; плитка, водяная баня. Растворы: нитрата свинца (׀׀), иодида калия, разбавленной уксусной кислоты, хлороводородной кислоты, аммиака, хромата калия, нитрата серебра, нитрата ртути (׀). NaOH(10–15%-ный водный раствор);Na2CO3 или K2CO3(тв.);NaHC4H4O6(10–15%-ный водный раствор);Na3[Co(NO2)6] (свежеприготовленный); реактив Несслера K2HgJ4(щелочной раствор); формалин (33%-ный раствор формальдегида СН2О).

**Выполнение работы**

**Теоретическая часть**

Общая характеристика катионов второй аналитической группы

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

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

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

При действии щелочей на растворы солей серебра и ртути (1) образуются гидроксиды, которые сразу же разлагаются на воду и оксиды серебра и ртути (1). Из растворов солей свинца при действии щелочей выпадает осадок гидроксида свинца (2), обладающий амфотерными свойствами. Катионы 2-ой группы образуют растворимые в воде нитраты и ацетаты.

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

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

Ag++Cl-→AgCl↓

Hg22++2Cl-→Hg2Cl2↓

Pb2++2Cl-→PbCl2↓

Осадок хлорида серебра чернеет на свету вследствие разложения и выделения металлического серебра. Осадок хлорида серебра растворяется в гидроксиде аммония с образованием растворимого в воде комплексного соединения – хлорида диаминсеребра (1) - [Ag(NH3)2]Cl:

AgCl+2NH4OH→[Ag(NH3)2]Cl+2H2O

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

[Ag(NH3)2]Cl+2HNO3→ AgCl↓+2NH4NO3

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

AgCl↓+NaCl→Na[AgCl2]

Монохлорид ртути Hg2Cl2 взаимодействует с раствором аммиака, образуя хлорид меркураммония [HgNH2]Cl и металлическую ртуть, вследствие чего осадок чернеет:

Hg2Cl2+2NH4OH→[Hg2NH2]Cl↓+NH4Cl+2H2O

[Hg2NH2]Cl→→[HgNH2]Cl↓+Hg↓

Осадок хлорида свинца (2) PbCl2 слаборастворим в холодной и растворим в горячей воде. Это свойство используют для отделения катионов Pb2+ от остальных катионов 2-ой группы.

**Реакции катионов серебра Ag+**

1. Реакция с солями йодистоводородной кислоты:

KI+AgNO3→AgI↓+KNO3

Образуется желтый осадок йодида серебра, нерастворимый в гидроксиде аммония, кислотах, но ратворимый в тиосульфате натрия с образованием комплексного соединения Na[AgS2O3]:

AgI+Na2S2O3→Na[AgS2O3]+NaI

2.Реакция с солями хромовой кислоты:

2AgNO3+K2CrO4→Ag2CrO4↓+2KNO3

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

3.Реакция с тиосульфатом натрия:

2AgNO3+ Na2S2O3→ Ag2S2O3↓+2NaNO3

Образуется осадок белого цвета, растворимый в избытке реактива.

4.Реакция восстановления до металлического серебра. В присутствии восстановителей (формальдегид, Mn2+, Sn2+) ионы серебра легко восстанавливаются до металлического серебра:

Ag2O+HCOH→2Ag↓+HCOOH

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

**Реакции катионов ртути Hg22+**

1.Реакция восстановления. Катион ртути способен восстанавливаться в присутствии восстановителей типа SnCl2:

Hg2Cl2+SnCl2→2Hg↓+SnCl4

Образуется осадок черного цвета

Hg2(NO3)2+Cu→2Hg↓+Cu(NO3)2

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

2.Реакция с едкими щелочами.

Hg2(NO3)2+2NaOH→Hg2O↓+H2O+2NaNO3

Образуется черный осадок оксида ртути (1)

3.Реакция с солями йодистоводородной кислоты:

Hg2(NO3)2+2KI→Hg2I2↓+2KNO3

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

Hg2I2+2KI→K2[HgI4]+Hg↓

4.Реакция с хроматом калия

Hg2(NO3)2+ K2CrO4→Hg2CrO4↓+2KNO3

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

**Реакции катионов свинца Pb2+**

1.Реакция с солями йодистоводородной кислоты:

Pb(NO3)2+2KI→PbI2↓+2KNO3

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

PbI2+2KI→K2[PbI4]

Осадок дийодида свинца растворим в горячей воде и уксусной кислоте.

2.Реакция с хроматом калия:

Pb(NO3)2+ K2CrO4→PbCrO4↓+2KNO3

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

3.Реакция со щелочами:

Pb(NO3)2+NaOH→Pb(OH)2↓+NaNO3

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

Pb(OH)2+NaOH→Na2PbO2+2H2O

4.Реакция с родизонатом натрия:

CO – CO – CO – Na CO – CO – CO

Pb(NO3)2+ │ ║ → │ ║ Pb ↓+ 2NaNO3

CO – CO – CO – Na CO – CO – CO

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

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

NH – HN – C6H5 C6H5 – NH – N – Pb – N – NH – C6H5

Pb(NO3)2+ 2S=C → C=S S=C +2HNO3

N=N – C6H5 C6H5 – N=N N=N – C6H5

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

###

### Реакции NH4+-ионов

**Опыт 1. *Реакция со щелочью***

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

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

Реакция чувствительна,[специфична](http://moodle.yspu.org/mod/glossary/view.php?id=4007&mode=&hook=ALL&sortkey=&sortorder=&fullsearch=0&page=3) и позволяет дробно обнаруживать ион аммония в присутствии катионов всех аналитических групп.

**Опыт 2. *Реакция с реактивом Несслера.***

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

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

**Опыт 3. Реакции катиона свинца Pb2+:**

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

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

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

**Опыт 4. Реакции катиона серебра Ag+:**

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

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

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

**Опыт 5. Реакции катиона ртути (**׀**) Hg22+:**

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

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

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

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

Частные реакции катионов второй группы:

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Определяемыйкатион | Реактив | Наблюдаемоеизменение | Уравнение реакции |
|   |   |   |   |

**Контрольные вопросы**

1. Какие катионы входят в состав второй аналитической группы?

2. Какой реактив является групповым на вторую аналитическую группу катионов?

3. Перечислите наиболее характерные реакции для ионов Pb2+.

4. В чем растворяется осадок хлорида серебра AgCl? Напишите уравнен

4. В чем растворяется осадок хлорида серебра AgCl? Напишите уравнение реакции.

5. Что произойдет при действии раствора аммиака на осадок Hg2Cl2?

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

7. Какого цвета осадки образуются при действии иодида калия на каждый из катионов второй груп

**Лабораторная работа №3**.

**Тема: «Проведение частных реакций катионов третьей аналитической группы»**

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

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

**Выполнение работы**

**Теоретическая часть**

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

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

**Значение в медицине и фармации катионов 3-ей аналитической группы**

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

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

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

Ca2++SO42-→CaSO4↓

Ba2++ SO42-→BaSO4↓

Sr2++ SO42-→SrSO4↓

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

CaSO4+BaCl2→BaSO4↓+CaCl2

CaSO4+SrCl2→SrSO4↓+CaCl2

Насыщенный раствор сульфата стронция соответственно является реактивом на катионы бария:

SrSO4↓+BaCl2→BaSO4↓+SrCl2

Эти особенности сульфатов катионов 3-ей группы объясняются различием из произведений растворимости (ПРBa= 1,1\*10-10; ПРSr=2,8\*10-7; ПРСа=6,1\*10-5). Наименьшую величину произведения растворимости имеет сульфат бария, наибольшую сульфат стронция. В осадок, прежде всего, выпадает соль, имеющая наименьшую величину произведения растворимости.

Осадки сульфатов катионов 3-ей группы нерастворимы в кислотах и щелочах, лишь сульфат кальция растворим в растворе сульфата аммония (NH4)2SO4 с образованием комплексной соли:

CaSO4+(NH4)2SO4→(NH4)2[Ca(SO4)2]

Эту реакцию иногда используют для отделения ионов кальция от остальных. В виду высокой растворимости сульфата кальция в воде его осаждение следует проводить из спирто-водных растворов (50º), растворимость CaSO4 в них значительно снижается.

При отделении катионов 3-ей группы от других катионов с помощью сульфат-ионов образующиеся осадки нерастворимы в кислотах или щелочах. С целью улучшения их растворимости сульфаты переводят в карбонаты. Для перевода сульфатов бария, стронция и кальция в карбонаты осадок обрабатывают при нагревании многократно раствором Na2CO3:

BaSO4+Na2CO3→BaCO3↓+Na2SO4

CaSO4+Na2CO3→CaCO3↓+Na2SO4

SrSO4+Na2CO3→SrCO3↓+Na2SO4

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

BaCO3+2HCl→ BaCl2+H2O+CO2↑

CaCO3+2HCl→ CaCl2+H2O+CO2↑

SrCO3+2HCl→ SrCl2+H2O+CO2↑

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

**Реакции катионов бария Ba2+**

1.Реакция с солями хромовой кислоты:

BaCl2+K2CrO4→BaCrO4↓+2KCl

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

BaCrO4+2HCl→BaCl2+H2CrO4

BaCrO4+2HNO3→Ba(NO3)2+ H2CrO4

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

BaCrO4+H2SO4→BaSO4↓+ H2CrO4

В уксусной кислоте и других слабых кислотах осадок хромата бария нерастворим.

При взаимодействии солей бария с солями дихромовой кислоты также образуется осадок хромата бария:

2BaCl2+K2Cr2O7+H2O→ 2BaCrO4↓+2KCl+2HCl

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

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

CH3COONa+HCl→CH3COOH+NaCl

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

2.Реакция с солями щавелевой кислоты:

BaCl2+(NH4)2C2O4→BaC2O4↓+NH4Cl

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

3.Реакция с карбонатами:

BaCl2+(NH4)2CO3→BaCO3↓+NH4Cl

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

4.Реакция с моногидрофосфатом натрия:

BaCl2+Na2HPO4→BaHPO4↓+2NaCl

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

5.Реакция с гипсовой водой:

BaCl2+CaSO4→ BaSO4↓+CaCl2

Образуется белый осадок сульфата бария.

6.Капельная реакция с родизонатом натрия:

CO – CO – CO – Na CO – CO – CO

BaCl2+ │ ║ → │ ║ Ba ↓+ 2NaCl

CO – CO – CO – Na CO – CO – CO

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

CO – CO – CO CO – CO – CO -

2 │ ║ Ba+2HCl → │ ║ Ba ↓+ BaCl2

CO – CO – CO CO – CO – COH 2

В присутствии K2CrO4родизонат бария не образуется . Реакция специфична для катионов бария.

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

**Реакции катионов стронция Sr2+**

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

2.Капельная реакция с родизонатом натрия:

CO – CO – CO – Na CO – CO – CO

SrCl2+ │ ║ → │ ║ Sr ↓+ 2NaCl

CO – CO – CO – Na CO – CO – CO

При проведении этой реакции на фильтровальной бумаге образуется красно-бурое окрашивание осадка родизоната стронция, исчезающее при добавлении капли соляной кислоты (растворение осадка). Реакция катиона стронция с родизонатом натрия происходит в присутствии K2CrO4вследствие слабой растворимости осадка SrCrO4. Это свойство используют при открытии ионов стронция в присутствии ионов бария. На фильтровальную бумагу наносят каплю раствора K2CrO4 и каплю исследуемого раствора. При этом бумага окрашивается в желтый цвет вследствие образования осадков SrCrO4 и ВаCrO4. Затем на пятно наносят каплю раствора родизоната натрия. В присутствии ионов стронция пятно окрашивается в буро-красный цвет, в отсутствии стронция окраска остается желтой, так как ВаCrO4 реакцию с родизонатом натрия не дает.

Реакция с родизонатом натрия позволяет открыть катионы бария и стронция при совместном присутствии. Если при проведении этой реакции на бумаге образовалось красно-бурое пятно, исчезающее при добавлении HCl, в растворе присутствует стронций. Если красно-бурое пятно краснеет при добавлении HCl, то в растворе присутсвует барий и возможно стронций. Для подтверждения присутствия стронция проводят реакцию с родизонатом натрия в присутствииK2CrO4. Окрашивание желтого пятна в красно-бурый цвет указывает на присутствие стронция.

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

**Реакции катионов кальция Сa2+**

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

2.Реакция с оксалатами:

CaCl2+(NH4)2C2O4→CaC2O4↓+2NH4Cl

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

3.Реакция с гексациано(2) ферратом калия K4[Fe(CN)6]:

CaCl2+ K4[Fe(CN)6]+2NH4OH→ Ca(NH4)2[Fe(CN)6]↓+ 2KCl+2KOH

В слабощелочной среде рН=9 образуется белый кристаллический осадок гексациано (2) феррата кальция-аммония, растворимый в минеральных кислотах, но не растворимый в уксусной кислоте. Реакцию проводят в присутствии буферной смеси NH4Cl+ NH4OH при нагревании. Проведению реакции мешает ион Ba2+.

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

**Контрольные вопросы**

1. Какие катионы входят в состав третьей группы?

2. Какой реактив является групповым на третью аналитическую группу?

3. Какая реакция является характерной для катиона бария?

4. В чем растворяется осадок хромата бария?

5. Какая реакция является характерной для катиона кальция?

6. В какой цвет окрашивается бесцветное пламя горелки летучими солями бария? Кальция?

7. При анализе смеси катионов третьей группы в испытуемом растворе, присутствие какого иона необходимо в первую очередь проверить?

**Лабораторная работа №4**.

**Тема: «Проведение частных реакций катионов четвертой аналитической группы»**

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

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

**Выполнение работы**

**Теоретическая часть**

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

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

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

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

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

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

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

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

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

**Действие группового реактива**

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

AlCl3+3NaOH→Al(OH)3↓+3NaCl

CrCl3+3NaOH→Cr(OH)3↓+3NaCl

ZnCl2+2NaOH→Zn(OH)2↓+2NaCl

SnCl2+2NaOH→Sn(OH)2↓+2NaCl

SnCl4+4NaOH+2H2O→H2[Sn(OH)6]↓+6NaCl

H2[Sn(OH)6]→ Sn(OH)4↓+2 H2O

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

Al(OH)3+NaOH→NaAlO2+2H2O

Cr(OH)3+NaOH→NaCrO2+2H2O

Zn(OH)2+2NaOH→Na2ZnO2+2H2O

Sn(OH)2+2NaOH→Na2SnO2+2H2O

H2[Sn(OH)6]+2KOH→ K2[Sn(OH)6]↓+2H2O

При растворении гидроксидов в кислотах образуются соли катионов4-ой группы:

Al(OH)3+3HCl→AlCl3+3H2O

Cr(OH)3+ 3HCl→CrCl3+3H2O

Zn(OH)2+ 2HCl→ZnCl2+2H2O

Sn(OH)2+ 2HCl→SnCl2+2H2O

H2[Sn(OH)6]+6HCl→H2[SnCl6]+6H2O

В случае осаждения Sn4+ при осаждении едкими щелочами и растворении осадка в избытке щелочей образуется комплексное соединение – гексагидроксо(4) станнат водорода и его соли, которое при растворении в соляной кислоте образует - гексахлоро(4) станнат водорода. Катионы As(3) и As(5) при взаимодействии со щелочами образуют растворимые в воде соли мышьяковистой и мышьяковой кислот:

AsCl3+ 3NaOH→H3AsO3+3NaCl

H3AsO3+3NaOH→ Na3AsO3+ 3H2O

AsCl5+ 5NaOH→H3AsO4+5NaCl+H2O

H3AsO4+3NaOH→ Na3AsO4+ 3H2O

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

Na3AsO3+6HCl→ AsCl3+3NaCl+3H2O

H3AsO4+8HCl→ AsCl5+3NaCl+4H2O

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

Карбонаты щелочных металлов осаждают катион цинка в виде основной соли:

2Zn2++3CO32-+2H2O→Zn2(OH)2CO3↓+2HCO3-, которая растворима в аммиаке и кислотах.

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

3AlCl3+2Na2CO3→Al2(CO3)3+6NaCl

Al2(CO3)3+3H2O→ 2Al(OH)3↓+3CO2↑

**Реакции катионов алюминия Al3+**

1.Реакция с гидроксидом аммония:

AlCl3+3NH4OH→Al(OH)3↓+3NH4Cl

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

2.Реакция с ализарином

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

3.Реакция с алюминоном

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

4.Реакция с нитратом кобальта:

2Al2(SO4)3+ 2CO(NO3)2→2Co(AlO2)2+6SO3↑+4NO2↑+O2↑

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

**Реакции катионов хрома Cr3+**

1.Реакция с гидроксидом аммония:

Cr3++3NH4OH→Cr(OH)3↓+3NH4Cl

Cr(OH)3+6NH4OH→[Cr(NH3)6](OH)3+6H2O

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

2.Реакция с окислителями:

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

Cr3++2OH-→CrO2-+2H+

CrO2-+3H2O2+2OH-→2CrO42-+4H2O

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

10Cr3++6MnO4-+11H2O→5Cr2O72-+6Mn2++22H+

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

KMnO4+3MnSO4+7H2O→5MnO(OH)2↓+2H2SO4+K2SO4

При окислении Cr3+ с персульфатом аммония в кислой среде образуется дихромат ион:

2Cr3++3S2O82-+7H2O→Cr2O72-+6SO42-+14H+

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

Cr2O72-+4H2O2+2H+→2CrO5+5H2O

Cr2O72-+4H2O2+2H+→2H2CrO6+3H2O

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

**Реакции катионов цинка Zn2+**

1.Реакция с гидроксидом аммония:

ZnCl2+2NH4OH→Zn(OH)2↓+2NH4Cl

Zn(OH)2+4NH4OH→[Zn(NH3)4](OH)2+4H2O

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

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

3ZnSO4+2K4[Fe(CN)6]→ K2Zn3[Fe(CN)6]2↓+ 3K2SO4

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

3.Реакция с дитизоном

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

4.Реакция с нитратом кобальта:

Zn(NO3)2+Co(NO3)2→CoZnO2+4NO2↑+O2↑

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

**Реакции катионов олова Sn2+**

1.Реакции восстановления солей висмута и ртути:

SnCl2+4KOH→K2SnO2+2KCl+2H2O

K2SnO2+Hg(NO3)2+2KOH→Hg↓+ K2SnO3+2KNO3+H2O

K2SnO2+2Bi(NO3)3+6KOH→2Bi↓3H2O+6KNO3+ 3K2SnO3

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

2.Реакция с сероводородной кислотой:

SnCl2+H2S→SnS↓+2HCl

Образуется темно-коричневый осадок сульфида олова

**Реакции катионов олова Sn4+**

1.Реакция восстановления олова (4):

Sn(OH)4+ 6HCl→ H2[SnCl6]+4H2O

Mg+[SnCl6]2-→ Mg2++Sn2++6Cl-

Fe+[SnCl6]2-→ Fe2++Sn2++6Cl-

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

2.Реакция с сероводородной кислотой:

H2[SnCl6]+2H2S→SnS2↓+6HCl

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

**Реакции катионов мышьяка As3+ As5+**

1.Реакция окисления йодом:

Na3AsO3+I2+H2O→ Na3AsO4+ 2HI

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

H3AsO4+2KI+2HCl→ H3AsO2+ I2+H2O+2KCl

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

2.Реакция восстановления водородом (реакция Гутцайта)

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

As3++3H+→AsH3↑

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

AsH3+6AgNO3+3H2O→ H3AsO3+6Ag+HNO3

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

2HCl+Zn→ZnCl2+2H

Al+NaOH+H2O→NaAlO2+3H

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

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

**Практическая часть**

**1. Реакции катиона бария Ba2+:**

1.1. К 1 капле раствора соли бария добавить 1 каплю разбавленной серной кислоты.

1.2. Смешайте в пробирке по 5 капель растворов хлорида бария и хромата калия K2CrO4. Полученный осадок разделите на 2 пробирки.

1.3. В первую пробирку с осадком добавьте 2-3 мл раствора HCl, а в другую – 2-3 мл раствора СН3СООН. Осадок хромата бария растворяется только в сильных кислотах (кроме H2SO4), но не растворяется в уксусной кислоте.

**2. Реакции катиона кальция Са2+:**

2.1. К 3 каплям раствора соли кальция добавить 3-4 капли разбавленной серной кислоты. К помутневшему раствору прилить 8-10 капель этилового спирта. Наблюдайте выделение осадка.

2.2. В пробирку поместить 2 капли раствора соли кальция, добавить 1 каплю разбавленного раствора аммиака и 2 капли раствора карбоната аммония.

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

Частные реакции катионов третьей группы:

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

**3. Действие группового реактива.**

1.1.К 1 мл раствора, содержащего катионы четвертой аналитической группы, добавьте маленькими порциями при помешивании 10% раствор NaOH до полного растворения выпавшего осадка. При этом образовавшиеся вначале гидроксиды Al(OH)3,Cr(OH)3, Zn(OH)2растворяются с образованием соответствующих солей Na[Al(OH)4], Na3[Cr(OH)6и Na2[Zn(OH)4].

1.2. Добавьте 8-10 капель H2O2 и нагрейте на водяной бане до прекращения выделения газа. При этом Na3[Cr(OH)6окисляется до Na2CrO4.

**4. Определение алюминия.**

К полученному раствору добавьте при перемешивании сухой хлорид аммония до появления запаха аммиака и нагрейте. Образующийся белый осадок содержит Al(OH)3.В растворе останутся CrO42- и [Zn(NH3)4]2+. Отцентрифугируйте осадок.

**5. Обнаружение хрома.**

Желтый цвет раствора указывает на присутствие в растворе ионов CrO42-.

**6. Обнаружение цинка.**

К 3-4 каплям раствора после удаления алюминия добавьте 5-6 капель раствора (NH4)2S. Выпадение белого осадка ZnS свидетельствует о присутствии ионов цинка.

Результаты наблюдения занесите в таблицу.

Контрольная задача на катионы четвертой группы:

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| №п/п | Операция | Реактив | Наблюдаемое изменение | Уравнение реакции | Заключение |
|   |   |   |   |   |   |

**Контрольные вопросы**

1. Какие катионы входят в состав четвертой аналитической группы?

2. Какой реактив является групповым на четвертую аналитическую группу?

3. Охарактеризуйте действие группового реактива на катионы четвертой группы?

4. Какие анионы образуются при окислении Cr3+ в щелочной среде?

5. Напишите реакции, подтверждающие амфотерные свойства гидроксида хрома (׀׀׀), гидроксида алюминия и гидроксида цинка.

6. В каких реакциях проявляются основные и в каких кислотные свойства Cr(OH)3, Al(OH)3, Zn(OH)2?

**Лабораторная работа №5**

**Тема: «Проведение частных реакций катионов пятой аналитической группы»**

 ***Цель:***Проведение частных реакций обнаружения катионов пятой аналитической группы.

В ходе работы студенты получают практические навыки выполнения аналитических реакций, характерных для катионов V аналитической группы, осуществления контроля за кислотностью реакционной среды и температурными условиями протекания реакций, правильного и безопасного использования центрифуги для отделения осадков, проведения микро- кристаллоскопического анализа.

 **Выполнение работы:**

4.1 Реакции Fe2+-ионов

Водные растворы солей железа(II) окрашены в бледно-зеленый цвет.

**1. *Реакция с гексацианоферратом(III) калия.***

Гексацианоферрат(III) калия (феррицианид калия) K3[Fe(CN)6] образует с ионами Fe2+ синий осадок «турнбулевой сини»:

3Fe2++ 2[Fe(CN)6]3- → Fe3[Fe(CN)6]2↓

Реакция проводится в слабокислых или нейтральных растворах (рН = 3–7), строго специфична и позволяет дробно обнаруживать ион Fe2+ в присутствии других катионов.

***Выполнение реакции:***

ВНИМАНИЕ!!! Растворы солей железа(II) легко окисляются на воздухе, поэтому раствор для испытаний готовят непосредственно перед опытом, растворяя несколько кристаллов сухого FeSO4 в небольшом количестве воды.

В пробирку помещают 2-3 капли раствора соли железа(II), добавляют 1 каплю 2 М раствора HCl и 1-2 капли раствора K3[Fe(CN)6]. Наблюдают образование темно-синего осадка.

**2. *Реакции с едкими щелочами, гидроксидом аммония (на примере NaOH).***

Едкие щелочи NaOH и КОН осаждают Fe2+ в виде Fe(OH)2:

|  |  |
| --- | --- |
| FeCl2 + 2NaOH = Fe(OH)2↓ + 2NaCl                             (ПР Fe(OH)2 = 7,1 . 10-16) |   |

Образуется аморфный осадок гидроксида железа (II) грязно-зелёного цвета. Осадок растворим в кислотах, но не растворим в избытке щёлочи. На воздухе осадок постепенно окисляется до гидроксида железа (III) красно-бурого цвета.

Аммиак также осаждает Fe(OH)2, но осаждение это не полное. В присутствии солей аммония Fe(OH)2 совсем не осаждается. Причина этого заключается в сравнительно большой величине произведения растворимости Fe(OH)2, которое не достигается при концентрации ОН-, создаваемой аммонийной буферной смесью.

**3. *Реакция с диметилглиоксимом (реактив Чугаева) C4H8O2N2***

Диметилглиоксим с Fe2+ дает растворимые в воде внутрикомплексные соли красного цвета [Fe(C4H7O2N2)2]. Реакцию ведут в аммиачной среде в присутствии винной кислоты, прибавляемой для связывания в комплекс Fe3+-ионов, которые дали бы с аммиаком осадок Fe(OH)3.

Так как диметилглиоксим является важнейшим реагентом на Ni2+, с которым он образует осадок розового цвета, присутствие  Fe2+ мешает обнаружению Ni2+. Применять рассматриваемую реакцию для обнаружения Fe2+ можно только при доказанном отсутствии Ni2+(или после связывания его действием KCN в прочный комплекс [Ni(CN)4]2-).

|  |  |
| --- | --- |
| FeCl2 + 2C4H8O2N2 = [Fe(C4H7O2N2)2] + 2HCl |   |

***4. Реакция с сероводородом H2S.***

|  |  |
| --- | --- |
| FeCl2 + H2S = FeS↓ + 2HCl  (ПРFeS = 5.10-18) |   |

Образуется осадок сульфида железа FeS чёрного цвета. Осадок растворяется в разбавленной HCl с выделением H2S.

**5. *Окисление Fe2+ до Fe3+.***

Ион Fe2+ представляет собой довольно сильный восстановитель и способен окисляться при действии ряда окислителей, например Н2О2, КМnO4, K2Cr2O7 в кислой среде, HNO3 и др. Остановимся подробнее на окислении азотной кислотой.

Реакция идет по уравнению:

|  |  |
| --- | --- |
| 3Fe2+ + 4Н+ + NO3- → 3Fe3+ + 2H2O + NO↑***Выполнение реакции:***Для выполнения реакции берут 2-3 капли раствора соли железа (II), прибавляют 2 капли 2н. раствора H2SO4 и 1-2 капли 6н. раствора HNO3. Нагревают до исчезновения бурой окраски, зависящей от образования нестойкого комплексного соединения [Fe(NO)]SO4, которое при нагревании разлагается. |    |

Окисление Fe2+ в щелочной среде может быть осуществлено, например, действием Н2О2:

|  |  |
| --- | --- |
| 2FeCl2 + H2O2 +4NaOH = 2Fe(OH)3↓ + 4NaCl |   |

         Образуется осадок гидроксида железа (III) красно- бурого цвета.

4.2 Реакции Fe3+-ионов

Водные растворы солей железа(III) имеют желтую окраску.

***1. Реакция с гексацианоферратом(II) калия.***

Гексацианоферрат(II) калия (ферроцианид калия) K4[Fe(CN)6] образует с ионами Fe3+ темно-синий осадок «берлинской лазури»:

4Fe3+ + 3[Fe(CN)6]4- → Fe4[Fe(CN)6]3↓

Реакция проводится в слабокислых или нейтральных растворах (рН = 3–7), строго специфична и позволяет дробно обнаруживать ион Fe3+ в присутствии других катионов.

***Выполнение реакции:***

В пробирку помещают 2-3 капли раствора соли железа(III), добавляют 1 каплю 2 М раствора HCl и 1-2 капли раствора K4[Fe(CN)6]. Наблюдают образование темно-синего осадка.

***2. Реакция с тиоцианат-ионами.***

Тиоцианат-ионы SCN- образуют с ионами Fe3+ комплексные соединения, окрашивающие раствор в красный цвет. В зависимости от соотношения концентраций реагентов могут образовываться комплексы различного состава [Fe(SCN)*n*(H2O)6-*n*]3-*n*, где *n*= 1, 2 . . . 6. При избытке реагента образуется координационнонасыщенный комплекс:

Fe3+ + 6SCN- → [Fe(SCN)6]3-

***Выполнение реакции:***

К 2-3 каплям раствора соли железа(III) добавляют 1-2 капли раствора тиоцианата (роданида) аммония NH4SCN или калия KSCN. Наблюдают красное окрашивание реакционной смеси.

Далее к полученному окрашенному раствору добавляют несколько капель раствора фторида аммония (или натрия). Наблюдают исчезновение красной окраски (обесцвечивание) вследствие образования более прочного бесцветного фторидного комплекса железа(III):

[Fe(SCN)6]3- + 6F- → [FeF6]3- + 6SCN-

***3. Реакции со щелочью и аммиаком.***

Едкие щелочи NaOH и КОН и аммиак NH4OH дают с Fe3+ красно бурый осадок Fe(OH)3. В отличие от Al(OH)3 и Cr(OH)3 гидроокись железа практически не обладает амфотерными свойствами и потому нерастворима в избытке щелочи (*испытайте!*). Так как полное осаждение Fe(OH)3 достигается при рН=3,5, она осаждается также при действии аммиака и смесей его с аммонийными солями.

FeCl3 + 3NaOH = Fe(OH)3↓ + 3NaCl  (ПРFe(OH)3 = 6,3 . 10-40)

Осадок растворим в кислотах.

**4.*Реакция окисления-восстановления.***

|  |  |
| --- | --- |
| Поскольку Fe3+ способен восстанавливаться до Fe2+, он является окислителем. Ион Fe3+ окисляет ионы I- до I2:2FeCl3 + 2KI = 2FeCl2 + I2 + 2KCl |   |

Раствор окрашивается в жёлтый цвет вследствие выделения иода, образующего с избытком реактива окрашенный растворимый комплекс – KI3. Если в ту же пробирку прибавить несколько капель бензола С6Н6 (или хлороформа), в которых I2 более растворим, чем в воде, и взболтать, большая часть I2 перейдет в слой органического растворителя, окрашивая его в характерный для иода фиолетовый цвет (экстракция в органический растворитель).

4.3 Реакции Mg2+-ионов

***1. Едкие щелочи***образуют с Mg2+ белый аморфный осадок Mg(ОН)2:

MgCl2 + 2NaOH = Mg(OH)2↓ + 2NaCl  (ПРMg(OH)2 = 6,0 . 10-10)

Гидроокись магния растворима в кислотах и солях аммония (убедитесь в этом на опыте), следовательно, в присутствии NH4+ отделение Mg2+ не может быть полным. Иногда при наличии в растворе NH4+ осадок Mg(ОН)2 может совсем не выпасть.

**Следующие опыты подтверждают это:**

а) к 2 каплям раствора соли магния прибавляют 2 капли насыщенного раствора NH4Cl и действуют 2 каплями 2 н. раствора аммиака; затем проверяют, выпадает ли осадок;

б) повторяют тот же опыт, но вместо раствора NH4Cl прибавляют 2 капли воды (чтобы сделать одинаковыми концентрации ионов магния и аммиака в обоих опытах).

***2.* *Реакция с гидрофосфатом натрия.***

Гидрофосфат натрия Na2HPO4 образует с солями магния в присутствии аммонийной буферной смеси (рН = 9) белый кристаллический осадок двойного фосфата магния и аммония:

Mg2+ + HPO42-+ NH4OH → MgNH4PO4↓ + H2O

Присутствие аммонийной буферной смеси необходимо для предотвращения образования осадка Mg(OH)2 и Mg3(PO4)2.

***Выполнение реакции:***

В пробирку вносят по 1-2 капле растворов соли магния, хлорида и гидроксида аммония, а затем к полученной смеси добавляют 2-3 капли раствора гидрофосфата натрия и наблюдают образование характерного белого кристаллического осадка.

Реакции мешают катионы III аналитической группы, образующие в этих условиях белые осадки фосфатов.

***3. Микрокристаллоскопическая реакция.***

 Обнаружение Mg2+микрокристаллоскопическим методом проводят, используя реакцию c гидрофосфатом натрия:

Mg2+ + HPO42-+ NH4OH → MgNH4PO4↓ + H2O

***Выполнение реакции:***

Для этого на предметное стекло помещают 1 каплю раствора с осадком, полученного в п. 1, и рассматривают форму кристаллов (звездочки или дендриты, рис.) под микроскопом.

Реакцию можно проводить непосредственно на предметном стекле, когда к капле раствора соли магния в аммонийном буфере добавляют 1 каплю раствора гидрофосфата натрия.

**4. *Реакция с оксихинолином C9H7ON:***

|  |  |
| --- | --- |
| Оксихинолин образует с аммиачными растворами солей магния зелено­ва­то- желтый кристаллический осадок оксихинолината магния, представляющий собой малорастворимое внутрикомплексное соединение: MgCl2+ 2C9H7ON = Mg(C9H6ON)2↓ +2HCl |   |
|   |   |

***Выполнение реакции:***

Для выполнения реакции к капле раствора соли магния прибавляют по капле растворов NH4Cl и NaOH и действуют каплей 5%-ного спиртового или аммиачного раствора реагента.

Реакцию следует выполнять при нагревании во избежание выпадения в осадок самого оксихинолина (это часто имеет место при добавлении спиртового раствора оксихинолина к водному раствору соли магния).

4.4 Реакции Mn2+-ионов

Реакции основаны па окислительно-восстановительных свойствах марганца. Наиболее устойчивыми ионами марган­ца являются Мn2+и Мn04-. Все соединения промежуточных степеней окисления легко переходят в более устойчивое со­стояние.

Водные растворы солей марганца(II) бесцветны.

***1. Реакция с пероксидом водорода.***

При действии на Мn2+ в щелочной среде пероксидом водорода при нагревании образуется коричневый осадок Н2Мn03 (или Мn02)

Mn2+ + 40Н-- 2е-→ Мn02 + 2Н20

H2O2 +2Н+ +2е-→2Н20 \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

2Мn2+ + Н202 + 20Н- → МnО2+ 2Н20

***2. Реакция с персульфатом аммония.***

Бесцветные ионы Мn2+ могут быть окислены до розово-фиолетовых перманганат-ионов Мn04- при помо­щи окислителей: персульфата, висмутата, диоксида свин­ца и др.

Мп2+ +4Н20 - 5е- → Мп04- + 8Н+

S2O82- + 2е- → 2S042-\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

2Mn2++5S2082-+8Н20= 2МnО4- + 16Н+ + lOSO42-

***Выполнение реакции:***

Помещают в пробирку немно­го персульфата аммония, прибавляют 1 каплю 2 н. раствора азотной или серной кислоты, 2 капли 2 н. раствора нитрата серебра (для каталитического ускорения реакции) и нагре­вают на водяной бане. В нагретую окислительную смесь вносят на палочке следы разбавленного исследуемого ра­створа и перемешивают. При нагревании появляется розо­во-фиолетовое окрашивание. Реакция специфична для мар­ганца. Проведению реакции мешают ионы-восстановите­ли, в том числе ионы С1-. Поэтому реакцию нельзя прово­дить в солянокислой среде. Для связывания ионов хлора приливают избыток AgNO3.

Перманганат- ионы являются сильными окислителями.

Окислительно-восстановительный потенциал Мn04-сильно зависит от рН среды. Поэтому в кислой среде ионы Мn04-восстанавливаются до Мn2+, в нейтральной — до Мn4+, а в щелочной — до Мn6+.

***3.* *Реакция с висмутатом натрия.***

Висмутат натрия NaBiO3 в кислой среде окисляет ионы Mn2+ до перманганат-ионов, окрашивающих раствор в малиновый (фиолетовый) цвет:

2Mn2+ + 5NaBiO3 + 14H+ → 2MnO4-+ 5Bi3+ + 5Na++ 7H2O

***Выполнение реакции:***

1 каплю раствора соли марганца(II) помещают в коническую пробирку, добавляют 3-4 капли 6 М раствора азотной кислоты и 5-6 капель воды, после чего вносят в раствор с помощью стеклянной лопатки немного порошка NaBiO3. После перемешивания центрифугируют избыток висмутата натрия и наблюдают малиновую (фиолетовую) окраску центрифугата.

ВНИМАНИЕ!!! При выполнении этой и следующей реакции не следует брать для реакции много раствора соли марганца(II), так как в этом случае избыточные ионы Mn2+, не вступившие в реакцию с висмутатом натрия, будут взаимодействовать с перманганат-ионами по реакции

3Mn2++ 2MnO4- + 7H2O → 5MnO(OH)2↓ + 2H+

 и малиновая окраска исчезнет. По той же причине в растворе не должно быть никаких других восстановителей и, в частности Cl-ионов, так как они тоже восстанавливают  MnO4- до MnO(OH)2 или даже до Mn2+:

2MnO4- + 16H+ + 10Cl-  → 2Mn2+ + 8H2О + 5Cl2↑

***4. Окисление двуокисью свинца PbО2.***

***Выполнение реакции:***

Берут стеклянной лопаткой немного порошка PbО2 и помещают в пробирку, прибавив туда же 4-5 капель 6н. раствора HNO3; нагревают. Через 1-2 мин. центрифугируют и, не отделяя осадка, рассматрива

**Контрольные вопросы**

1. Какие катионы входят в состав пятой аналитической группы?

2. Какой реактив является групповым на пятую аналитическую группу?

3. Охарактеризуйте действие группового реактива на катионы пятой группы?

**Лабораторная работа №6**

**Тема: «Проведение частных реакций катионов шестой аналитический группы»**

**Цель:** научиться проводить качественные реакции на катионы 6 аналитической группы

**Реагенты :** 1H CuSO4, 1H NaOH, 1H HCl, H HNO3, 1H H2SO4, 1H K4[Fe (CN)6], 1H Na2S2O3, 1H NH4OH, 1H CdSO4, 1H Na2S, 1H NaCl, 1H NiSO4, спиртовой раствор диметилглиоксима, 1H CoCl2, 1H H2O2.

 **Выполнение работы:**

**Аналитические реакции катиона Cu2+**

Аква-ионы меди(II) [Cu(H2O)n]2+ окрашены в голубой цвет, поэтому растворы солей меди(II) имеют голубую окраску с разными оттенками(от голубой до сине-зеленой). В водных растворах аква-ионы меди(II)частично гидролизуются с образование растворимых гидроксо-аквакомплексов состава [Cu(H2O)n-m(OH)m]2-m по схеме:

[Cu(H2O)n]2++mH2O=[Cu(H2O)n-m(OH)m]2-m+mH3O+

Реакция с щелочами. При прибавлении раствора щелочи к раствору соли меди(II) выпадает осадок гидроксида меди(II) Cu(OH)2, имеющий окраску от сине-зеленой до голубой:

Cu2++2OH-=Cu(OH)2

При кипячении смеси раствора с осадком гидроксид меди(II) разлагается, теряя воду, до черного оксида меди(II) CuO:

Cu(OH)2=CuO+H2O (t0)

Осадок Cu(OH)2 растворяется в кислотах, в растворах аммиака(с образованием комплекса [Cu(NH3)4]2+ синего цвета), комплексообразующих органических кислот(лимонная, винная),частично растворим в концентрированных щелочах с образование гидроксо-комплексов меди(II).

*Методика*. В пробирку вносят 3-4 капли раствора соли меди(II) и прибавляют 1-2 капли раствора NaOH. Образуется осадок гидроксида меди (II) голубого или сине-зеленого цвета.

Смесь осторожно нагревают до кипения и кипятят до потемнения осадка вследствие образования черного оксида меди(II).

Реакция с аммиаком(фармакопейная). При прибавлении раствора аммиака к раствору, содержащему соль меди(II), вначале выпадает осадок основной соли меди (сине-зеленого цвета), который растворяется в избытке аммиака с образованием комплексного катиона [Cu(NH3)4]2+ ярко-синего цвета. Так, из раствора хлорида меди(II) CuCI2 аммиак осаждает голубой оксихлорид меди(II) Cu(OH)CI:

CuCI2+NH3H2O=Cu(OH)CI+NH4CI

В избытке аммиака осадок растворяется:

Cu(OH)CI+4 NH3H2O=[Cu(NH3)4]2++OH-+CI-+4H2O

Раствор окрашивается в ярко-синий цвет.

Мешают катионы Co2+, Ni2+, олово(II).

*Методика.* В пробирку вносят 3-4 капли раствора соли меди(II) и прибавляют по каплям разбавленный раствор аммиака при перемешивании смеси. Выпадающий вначале голубой (или голубовато-зеленоватый) осадок основной соли меди(II), затем растворяется с образованием ярко-синего раствора.

Прибавляют по каплям разбавленный раствор одной из кислот: HCI, HNO3или H2SO4. Окраска раствора из ярко-синей переходит в голубую.

Реакция с гексацианоферратом(II) калия. Катионы Cu2+ образуют с ферроцианидом калия K4[Fe(CN)6] в слабокислой среде красно-коричневый осадок гексацианоферрата(II) меди Cu2[Fe(CN)6]

2Cu2++[Fe(CN)6] = Cu2[Fe(CN)6]

Осадок не растворяется в разбавленных кислотах, но растворяется в 25%-м водном аммиаке:

Cu2[Fe(CN)6] + 12NH3\*4H2O=(NH4)4[Fe(CN)6]+2[Cu(N3)4](OH)2

Мешают катионы, также образующие окрашенные осадки ферроцианидов(Fe3+, Co2+, Ni2+).

Реакцию с катионов меди(II) с ферроцианидом калия можно проводить капельных методом на фильтровальной бумаге.

*Методика*

А) В пробирку вносят 3-4 капли раствора соли меди(II) и прибавляют 2-3 капли раствора K4[Fe(CN)6]. Выпадает красно-коричневый осадок ферроцианида меди(II).

   Б) На лист фильтровальной бумаги, пропитанный раствором ферроцианида калия, наносят каплю раствора соли меди(II). На бумаге образуется красно-коричневое пятно.

Реакция с тиосульфатом натрия. При кипячении смеси подкисленного раствора соли меди(II) с избытком тиосульфата натрия Na2S2O3 происходит восстановление меди(II) до меди (I) с образование сульфида меди(I) Cu2S. В результате выпадает темно-бурый осадок, представляющий собой смесь сульфида меди(I) Cu2S и свободной серы. Реакция, по-видимому, протекает по схеме:

2Cu2++2S2O32-+2H2O=Cu2S+S+4H++2SO4-2

*Методика.* В пробирку вносят 3-4 капли раствора соли меди(II) 2-3 капли разбавленного раствора H2SO4 и несколько кристалликов тиосульфата натрия. Пробирку осторожно нагревают до кипения. Выпадает темный осадок, содержащий смесь Cu2S и S.

Реакция восстановления меди(II)металлами до металлической меди(фармакопейная). Металлы, расположенные в ряду напряжений металлов левее меди, восстанавливают катионы меди(II) Cu2+ до металлической меди. Чаще всего для этого применяют металлические алюминий, цинк, железо. При внесении этих металлов в растворы солей меди(II) поверхность металлов покрывается тонким слоем выделяющейся металлической меди красноватого цвета:

Cu2++Zn=Cu+Zn2+

Cu2++Fe=Cu+Fe2+

3Cu2++2Al=3Cu+2Al3+

*Методика.* В пробирку с подкисленным раствором соли меди (II) погружают кусочек металлического алюминия или цинка, либо железа. Постепенно поверхность металла покрывается красным слоем металлической меди.

Окрашивание пламени газовой горелки. Соли меди окрашивают пламя газовой горелки в изумрудно-зеленый цвет.

*Методика*. Платиновую или нихромовую проволоку погружают в концентрированную хлороводородную кислоту, затем в сухую соль меди и вносят в пламя газовой горелки, которое окрашивается в зеленый цвет.

**Аналитические реакции катиона Cd2+**

Аква-ионы кадмия [Cd(H2O)n]2+ в водных растворах бесцветны.

Реакция с щелочами и аммиаком. При прибавлении раствора щелочи или аммиака к раствору соли кадмия выпадает белый осадок гидроксида кадмия:

Cd2++2OH-= Cd(OH)2

Осадок нерастворим в избытке щелочи, но растворяется в избытке аммиака с образованием бесцветного аммиачного комплекса [Cd(NH3)4]2+:

Cd(OH)2+4NH3=[Cd(NH3)4]2++2OH-

Осадок гидроксида кадмия растворяется в кислотах:

Cd(OH)2+2H3O+=[Cd(H2O)4]2+

*Методика*. В две пробирки вносят 3-4 капли раствора соли кадмия. В одну пробирку прибавляют 1-2 капли раствора NaOH или KOH. Выпадает белый осадок гидроксида кадмия Cd(OH)2.

В другую пробирку прибавляют по каплям раствор аммиака. Образующийся вначале белый осадок гидроксида кадмия растворяется в избытке аммиака.

Реакция с сульфид-ионами. Катионы Cd2+ образуют с сульфид-ионами S2-в слабо кислых или щелочных растворах желтый осадок сульфида кадмия CdS:

Cd2++ S2-= CdS

Осадок нерастворим в щелочах и в растворе сульфида натрия, частично растворяется в насыщенном растворе хлорида натрия с образованием хлоридного комплекса кадмия [CdCI4]2-:

CdS+4CI-=[CdCI4]2-+S2-

Сульфид кадмия нерастворим в кислотах, за исключением HCI, в которой он растворяется с образованием хлоридного комплекса кадмия:

CdS+4 HCI=H2[CdCI4]+H2S

*Методика .* В пробирку вносят 2-3 капли раствора нитрата кадмия, прибавляют две капли раствора сульфида натрия Na2S. Выпадает желто-коричневый осадок сульфида кадмия CdS.

К выпавшему осадку прибавляют по каплям насыщенный раствор хлорида натрия NaCI при перемешивании смеси до растворения осадка.

Реакция на катионы можно проводить так же с сероводородной водой при pH=0.5.

**Аналитические реакции Co2+**

    Аква-ионы кобальта (+2) бывают октаэдрической и тетраэдрической конфигурации. Октаэдрические комплексы окрашены в розовый цвет, а тетраэдрические- в синий. Соединения Co2+ окисляются до соединений Co+3 , причем часто- кислородом воздуха, растворенным в воде. Это необходимо учитывать при проведении качественных реакций на Co+2. В водных растворах кобальт (II) и кобальт (III) присутствуют исключительно в форме комплексных соединений. Комплексы кобальта (III) устойчивее комплексов кобальта(II), хотя известны и стабильные комплексы кобальта (II).

Реакция с щелочами. Катионы Co2+ при реакции с щелочами вначале образуют синий осадок гидроксосоли кобальта(II)(например Co(OH)CI, которая затем переходит в розовый осадок гидроксида кобальта(II) Co(OH)2. Так, при взаимодействия хлорида кобальта(II) со щелочами реакция протекает по схеме:

CoCI2+OH-=CoOHCI+CI-

Синий

CoOHCI+OH-=Co(OH)2+CI-

Розовый

Розовый гидроксид кобальта(II) Co(OH)2 медленно буреет вследствие окисления кислородом воздуха до черно-бурого гидроксида кобальта(III) состава Co(OH)3:

2 Co(OH)2+0,5O2+H2O=2 Co(OH)3

Если к розовому осадку Co(OH)2 прибавить пероксид водорода H2O2 , то рекция окисления Co(OH)2 в черно-бурый Co(OH)3 протекает практически мгновенно:

2 Co(OH)2+H2O2=2Co(OH)3

Действие H2O2 со щелочью на раствор соли кобальта(II) сразу приводит к образованию черно-бурого осадка Co(OH)3:

2CoCI2+4OH-+H2O2=2Co(OH)3+4CI-

*Методика*. В пробирку вносят 3 капли раствора соли кобальта(II), например, CoCI2, и медленно, по каплям, при непрерывном перемешивании смеси прибавляют водный раствор NaOH или KOH до образования синего осадка CoOHCI, переходящего при дальнейшем прибавлении щелочи в розовый осадок Co(OH)2, который через некоторое время постепенно темнеет за счет окисления до Co(OH)3 .

Реакция с аммиаком. При реакции катионов Co2+ с аммиаком также вначале образуется синий осадок основной соли. Дальнейшее прибавление раствора аммиака приводит к растворению осадка с образованием гексамминкобальт(II)-катионов [Co(NH3)6]2+ грязно-желтого цвета (раствор- желтого цвета):

CoCi2+NH3H2O=CoOHCI+NH4CI

CoOHCI+5NH3+NH4CI=[Co(NH3)6]CI2+H2O

На воздухе раствор постепенно принимает вишнево-красный цвет вследствие окисления кобальта (II) до кобальта(III) с образованием хлоропентаммикобальт(III)-анионов [Co(NH3)5CI]2- вишнево-красного цвета:

2[Co(NH3)6]CI2+O2+2H2O=2[Co(NH3)5CI](OH)2+2NH3

В присутствии пероксида водорода и солей аммония реакция окисления [Co(NH3)6]2+до [Co(NH3)5CI]2+ протекает практически мгновенно:

2[Co(NH3)6]CI2+H2O2+2NH4CI=2[Co(NH3)5CI]CI2+4NH3+2H2O

*Методика*. В пробирку вносят 3 капли раствора хлорида кобальта(II) и медленно, по каплям прибавляют раствор аммиака до выпадения синего осадка CoOHCI. Добавляют несколько кристаллов хлорида аммония и продолжают прибавлять раствор аммиака при перемешивании смеси до полного растворения осадка и образования желтого раствора. При стоянии на воздухе раствор постепенно меняет окраску на вишнево-красную.

В другую пробирку вносят 3 капли раствора хлорида кобальта(II), прибавляют 2 капли раствора пероксида водорода и затем по каплям - раствор аммиака до выпадения черно-бурого осадка гидроксида кобальта(III). Добавляют по каплям концентрированный раствор аммиака до растворения осадка и образования вишнево-красного раствора, содержащего комплексы [Co(NH3)5CI]2+.

Реакция с тиоцианат-ионами. Катионы Co2+ в слабо кислой среде реагируют с тиоцианат-ионами NCS- с образованием синего комплекса- тетратиоцианатокабальтат(II)- иона [Co(NCS)4]2-:

Co2++4NCS-=[Co(NCS)4]2+

Комплекс в водных условиях неустойчив и равновесие комплексообразования смещено влево в сторону образования розового аква-комплекса кобальта(II). Поэтому реакции проводят при избытке тиоцианат-ионов, чтобы сместить равновесие вправо.

Равновесие смещается вправо также в водно-ацетоновых растворах, в силу чего реакцию иногда проводят в водно-ацетоновой среде (ацетон хорошо смешивается с водой).

Предел обнаружения ионов кобальта(II) этой реакцией - 0,5мкг. Проведению реакции мешают катионы железа(III) Fe3+, меди(II) Cu2+, также образующие окрашенные соединения с тиоцианат-ионами- желто-бурый комплекс меди(II) и красные комплексы железа(III). Мешает действие этих катионов можно устранить, восстановив их хлоридом олова(II) до железа(II)и меди (I).

Мешающее действие катионов Fe3+ устраняют также, связывая их в устойчивые бесцветные комплексы такими маскирующими агентами, как, фторид- и тартрат-анионы, прибавляя фторид натрия или тартрат натрия-калия NaKC4H4O6 соответственно. В качестве маскирующих агентов используют также оксалат-ионы C2O42- и ортофосфат-ионы PO43-.

*Методика*. Реакцию можно также проводить капельным методом на фильтровальной бумаге. Для этого на лист фильтровальной бумаги наносят каплю концентрированного раствора тиоцината калия или аммония, каплю раствора соли кобальта(II) и высушивают бумагу на воздухе. Наблюдают образование синего пятна.

Реакция с сульфид-ионами. Катионы Co2+ при реакции с сульфид-ионами образуют черный осадок сульфида кобальта(II) CoS:

Co2++S2-=CoS

Свежевыпавший осадок CoS растворяется в минеральных кислотах, однако при стоянии он превращается в форму, трудно растворимую в разбавленной HCI, но растворимую в кислотах в присутствии «окислителей».

*Методика*. В пробирку вносят 2-3 капли раствора соли кобальта(II) и прибавляют 2-3 капли раствора сульфида аммония (NH4)2S. Выпадает черный осадок сульфида кобальта CoS.

**Аналитические реакции катион a Ni2+**

    Аквакомлексы никеля(II) [Ni(H2O)6]2+ окрашены в зеленый цвет, поэтому водные растворы солей никеля(II) имеют зеленую окраску. В растворах никель(II) присутствует только в форме комплексных соединений.

Реакция с щелочами. Катионы никеля(II) Ni2+ осаждаются щелочами из водных растворов в виде малорастворимого гидроксида никеля(II) Ni(OH)2 зеленого цвета:

Ni2++2OH-=Ni(OH)2

Осадок растворяется в растворах кислот и аммиака:

Ni(OH)2+2H+=Ni2++2H2O

Ni(OH)2+6NH3=[Ni(NH3)6]2++2OH-

*Методика.* В пробирку вносят 2-3 капли раствора соли никеля(II) и прибавляют по каплям при перемешивании раствор щелочи. Выпадает светло-зеленый осадок.

Реакция с аммиаком. Аммиак осаждает из растворов солей никеля(II) светло-зеленые осадки оксисолей никеля(II), например:

Ni(NO3)2+NH3H2O=NiOHNO3+NH4NO3

NiCI2+NH3H2O=NiOHCI+NH4CI

2NiSO4+2NH3H2O=(NiOH)2SO4+(NH4)2SO4 и т.д.

*Методика .* В пробирку 2-3 капли раствора хлорида никеля(II) NiCI2, (или нитрата Ni(NO3)2, или сульфата NiSO4) и прибавляют по каплям при перемешивании разбавленный раствор аммиака до выпадения зеленого осадка NiOHCI. Добавляют по каплям при перемешивании концентрированный(25%-й) раствор аммиака до полного растворения осадка и образования раствора синего цвета.

Осторожно нагревают смесь и прибавляют к ней по каплям концентрированный раствор бромида калия до выпадения фиолетового осадка [Ni(NH3)6]Br.

Реакция с диметилелиоксимом (реактивом Чугаева). Катионы Ni2+ при реакции с диметилглиоксимом (реактивом Чугаева) при pH=6-9 образуют малорастворимое в воде внутрикомплексное соединение розово-красного цвета.

Эта реакция, впервые предложенная Л.А.Чугаевым, является наиболее характерной на катионы никеля(II) и высокочувствительной: предел обнаружения равен 0,16 мкг, предельное разбавление- 3-105мл/г. Чувствительность реакции повышается в присутствии небольших количеств окислителей (бром, йод и др.), переводящих никель(II) в никель(III), комплекс которого с диметилглиоксимом имеет еще более интенсивную окраску.

*Методика*. В пробирку вносят 3-4 капли раствора соли никеля(II), прибавляют 3-4 капли концентрированного раствора аммиака и 1 каплю спиртового раствора диметилглиоксима. Выпадает розово-красный осадок комплекса.

Реакцию можно проводить капельный методом на фильтровальной бумаге. Для этого на листок фильтровальной бумаги наносят каплю раствора соли никеля(II), затем- каплю спиртового раствора диметилглиоксима. Бумагу держат над склянкой с концентрированным раствором аммиака (в парах аммиака)до появления розового-красного пятна.

**Контрольные вопросы**

1. Какие катионы входят в состав шестой аналитической группы?

2. Какой реактив является групповым на шестую аналитическую группу?

3. Охарактеризуйте действие группового реактива на катионы шестой группы?

**Лабораторная работа №7**

**Тема: «Проведение частных реакций анионы»**

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

**Оборудование:** пробирки, растворы: HCl, H2SO4, NaOH, BaCl2, AgNO3, Na3[Co(NO2)6], K[Sb(OH)6], реактив Несслера, K2CrO4,  (NH4)2CO3, NH3, H2O2, (NH4)2S, NH4Cl, H2SO4 (конц), FeSO4.

**Выполнение работы**

**Теоретическая часть**

#### Предварительные испытания

1.      *Обнаружение анионов, склонных при действии кислот к образованию летучих продуктов*. При добавлении к анализируемой смеси твердых веществ кислот в зависимости от их природы и концентрации могут выделяться CO2, SO2 (2 М CH3COOH); CO2, SO2, H2S (2 M HCI, H2SO4); CO2, SO2, HCI, I2, NO2 (концентрированная H2SO4). Если при добавлении к анализируемой смеси кислот замечено выделение газа, для его идентификации пользуются характерными реакциями обнаружения анионов.

**Газы, образуемые при кислотной обработке проб, и их свойства**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Анион | Газ | Свойства газа |
| CO32-, HCO3- | CO2 | помутнение известковой воды |
| SO32-, S2O32- | SO2 | запах горящей серы |
| NO2- | NO2 | бурые пары |
| S2-, SO32-, S2O32- | H2S | запах тухлых яиц |
| CH3COO- | CH3COOH | запах уксуса |
| Br- (с окислителем) | Br2 | красно-бурые пары |
| Cl- | HCl | помутнение раствора AgNO3, удушливый газ |
| I- (с окислителем) | I2 | фиолетовые пары |
| MnO4-, ClO3-, CrO42- | O2 | вспыхивание тлеющей лучины |

2.      *Обнаружение окислителей*. При наличии в смеси MnO2, PbO2 обработка хлороводородной кислотой будет сопровождаться выделением CI2. При наличии аниона-окислителя NO3- исследуемый раствор, подкисленный 2 М раствором H2SO4, в присутствии 2–3 капель раствора KI и нескольких капель крахмального клейстера окрашивается в синий цвет.

3.      *Обнаружение восстановителей*. Обесцвечивание разбавленного раствора KMnO4, добавленного к подкисленному 2 М H2SO4анализируемому раствору, свидетельствует о присутствии ионов-восстановителей: SO32-, NO2-, Cl-, Br-, I-, C2O42-.

4.      *Обнаружение некоторых ионов*. Непосредственно из смеси можно обнаружить дробным методом следующие ионы: ион NH4+ по реакции выделения аммиака, ион CH3COO- по реакции с твердым гидросульфатом калия, ион Fe3+ по реакции с тиоционат-ионом.

##### Растворение анализируемого образца

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

*В воде* растворимы почти все соединения щелочных металлов, все нитраты, перхлораты, ацетаты, хлориды (кроме PbCI2, AgCI, Hg2CI2), сульфаты (кроме сульфатов Pb, Ba, Ca, Sr, Hg(I), Ag). Многие соединения висмута, сурьмы и олова растворяются в воде, но, вступая с ней в протолитическое взаимодействие, образуют аморфные осадки гидроксидов или основных солей. Последние переходят в раствор при действии 2 М HCI или HNO3.

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

При обработке некоторых окислителей концентрированной HCI выделяется CI2, а цвет окислителя часто меняется (фиолетовый перманганат обесцвечивается, так как MnO4- восстанавливается до Mn2+; желтая окраска хроматов или оранжевая дихроматов переходит в зеленую, так как ионы CrO42- или Cr2O72- восстанавливаются до Cr3+).

Если исследуемое вещество содержит силикаты, разлагаемые кислотами, то при его обработке горячей разбавленной HCI может выпасть осадок H2SiO3.

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

*Азотная кислота* растворяет все оксиды, гидроксиды, сульфиды (кроме HgS) и все нерастворимые в воде соли слабых кислот, за исключением солей сурьмы и олова. При обработке исследуемого образца HNO3 могут образоваться новые нерастворимые вещества, которые в нем первоначально отсутствовали: сера из сульфидов, PbSO4 из PbS, H2[Sn(OН)6] и H[Sb(OH)6] из солей сурьмы и олова.

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

Вещества, которые не растворяются в кислотах и в растворах щелочей, называют *нерастворимыми или малорастворимыми*. К ним относятся: а) большинство силикатов; б) многие породы, минералы; в) некоторые сульфаты: PbSO4, ВаSO4, SrSO4 и СаSO4; г) ряд солей серебра: AgCI, AgBr, AgI, Ag3[Fe(CN)6], Ag4[Fe(CN)6], AgCN; д) прокаленные и безводные соли: CrCI3, Cr2(SO4)3, FeCrO4 (хромит или хромистый железняк); е) природные и прокаленные оксиды: AI2O3 (корунд), Fe2O3, Cr2O3, SnO2; ж) CaF2 и другие фториды двух- и трехвалентных металлов. Их переводят в другие соединения, которые затем растворяют с применением обычных растворителей (воды, кислот, щелочей), либо используют реакции комплексообразования.

Соли свинца PbCI2 и PbSO4 растворяют в горячем растворе CH3COONH4. Нерастворимые соединения хрома переводят в карбонаты кипячением с раствором Na2CO3. Фторид кальция и другие нерастворимые фториды разлагают обработкой тонко измельченного образца (в платиновом тигле) концентрированной H2SO4 при нагревании под тягой до прекращения выделения SO3. Остаток (CaSO4) переводят затем в карбонат кипячением с раствором Na2CO3. Нерастворимые в кислотах ферроцианиды разлагают кипячением с Na2CO3 или NaOH.

Если трудно подобрать такой растворитель, который полностью растворяет данный образец, или желают избежать длительной и трудоемкой процедуры сплавления, то обычно пользуются *методом отдельных вытяжек*, т.е. проводят последовательную обработку анализируемого объекта водой, 2 М CH3COOH, 2 М HCl, концентрированной НNO3.

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

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

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

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

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

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

**Общая схема анализа** раствора исследуемого вещества или отдельных его вытяжек включает дробное обнаружение катионов (анионов) характерными реакциями, обнаружение отдельных групп катионов (анионов).

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

*Испытание на анионы I группы.* К 2–3 каплям нейтрального или слабощелочного раствора добавляют 2 капли раствора BaCI2. Если осадок выпадает, то присутствуют анионы I группы.

*Испытание на анионы II группы.*К 2–3 каплям анализируемого раствора, подкисленного 2 каплями 2 М раствора HNO3, добавляют каплю раствора AgNO3. Выпадение осадка указывает на присутствие анионов второй группы.

*Испытание на анионы III группы.* Так как анионы III группы не имеют группового реагента, их открывают характерными реакциями из раствора, полученного после осаждения анионов I и II групп действием Ag2SO4 при рН 8.

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



### Анализ растворимой части



### Анализ осадка



Рис. 2. Пример составления схемы анализа неизвестного вещества

**Практическая часть**

**І. Определение аниона.**

1. В пробирку поместите 2 капли испытуемого раствора и добавьте 2 капли BaCl2. Выпадение осадка указывает на присутствие аниона первой группы.

2. Если BaCl2не дал осадка, то проводите испытание на присутствие аниона второй группы. Для этого 2 капли испытуемого раствора подкислите 2 каплями разбавленной азотной кислоты и добавьте 1-2 капли раствора  AgNO3. Выпадение осадка указывает на присутствие аниона второй группы.

3. Если осадок не образуется ни с BaCl2,ни с AgNO3,то определяемый анион относится к третьей группе.

4. Установив, к какой группе относится анион испытуемого вещества, определите, какой именно анион входит в состав определяемой соли. Для этого проделайте проверочные реакции на анионы данной группы. Во избежание ошибок уделите внимание растворимости осадков серебряных и бариевых солей.

Результаты наблюдения занесите в таблицу.

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| №п/п | Операция | Реактив | Наблюдаемое изменение | Уравнение реакции | Заключение |
|   |   |   |   |   |   |

**Контрольные вопросы**

1. Какие анионы относятся к первой, второй и третьей аналитическим группам?

2. Какой групповой реактив является для анионов первой группы?

3. У какого аниона первой группы бариевая соль не растворяется в кислотах?

4. Какой групповой реактив у второй группы анионов?

5. Как доказать, что белый осадок, полученный после прибавления AgNO3, является осадком AgCl?

6. Как выявить присутствие анионов NO3- и NO2***-***?

**Лабораторная работа №8**

**Тема: «** Анализ сухой смеси**»**

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

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

**КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ**

**1. Предмет и методы количественного анализа**

Предмет количественного анализа. Развитие и совершенствование методов анализа. Вклад отечественных химиков-аналитиков в создание и развитие количественного анализа. Химические, физико-химические, физические методы.

Требования, предъявляемые к реакциям в количественном анализе.

Статистическая обработка результатов количественного анализа. Правильность и воспроизводимость результатов.

Ошибки в количественном анализе. Классификация ошибок количественного анализа (систематическая ошибка, случайные ошибки).

**2. Гравиметрический (весовой) метод анализа**

Сущность гравиметрического анализа. Аналитические весы: устройство и правила работы на них.

Метод осаждения. Основные этапы гравиметрического анализа. Осаждаемая и гравиметрическая форма осадка. Осадки кристаллические и аморфные. Растворимость осадков. Требования к осадкам в количественном анализе. Выбор осадителя и требования, предъявляемые к осадителю. Условия осаждения и получения гравиметрической формы. Расчеты в гравиметрическом анализе.

**3. Химические титриметрические (объемные) методы анализа**

Сущность титриметрического анализа. Основные понятия: аликвота, титрант, титрование, точка эквивалентности, конечная точка титрования, индикатор, кривая титрования.

Исходные вещества и требования к ним. Стандартные и стандартизированные растворы. Фиксаналы.

Вычисления в титриметрическом анализе. Способы выражения концентрации веществ в растворе: молярная концентрация, молярная концентрация эквивалента (нормальная концентрация), титр, титриметрический фактор пересчета (титр по определяемому веществу), поправочный коэффициент. Расчет массы стандартного вещества, необходимой для приготовления титранта. Расчет концентрации при его стандартизации. Расчет массы и массовой доли определяемого вещества по результатам титрования.

Классификация методов титриметрического анализа: кислотно-основное, окислительно-восстановительное, осадительное, комплексонометрическое титрование.

Виды (приемы) титрования: прямое, обратное, косвенное (заместительное).

Измерительная посуда и ее калибрование.

**4. Методы кислотно-основного титрования**

Сущность метода. Основные реакции и титранты метода. Ацидиметрия и алкалиметрия. Точка нейтральности и конечная точка титрования. Кривые титрования. Титрование сильной кислоты сильным основанием (или наоборот); слабой кислоты сильным основанием (или наоборот); слабого основания сильной кислотой (или наоборот). Расчет и построение кривых титрования.

Индикаторы в кислотно-основном титровании. Теория индикаторов; интервал перехода индикатора. Выбор индикатора.

Расчеты в методах кислотно-основного титрования. Примеры использования данного метода в химическом анализе.

**5. Методы окислительно-восстановительного титрования**

Основы методов окисления-восстановления. Использование окислительно-восстановительных реакций в количественном анализе. Классификация методов окисления-восстановления. Редокс-потенциалы и направления протекания реакций. Константы равновесия окислительно-восстановительных реакций.

Факторы, определяющие скорость реакций окисления-восстановления. Расчеты в методах редоксметрии.

Кривые титрования в методах редоксметрии. Фиксирование точки эквивалентности. Редокс-индикаторы.

Перманганатометрия. Сущность метода. Условия проведения титрования. Титрант, его приготовление, стандартизация. Установление конечной точки титрования. Применение перманганатометрии.

Иодометрия. Иодометрическое титрование для определения окислителей (заместительное титрование). Иодометрическое титрование для определения восстановителей (прямое и обратное титрование). Рабочие растворы их приготовление, стандартизация, хранение. Примеры применения метода.

**6. Методы осаждения**

Характеристика и классификация методов осаждения. Реакции, лежащие в основе методов осаждения. Сходство и отличие методов осаждения от гравиметрического анализа.

Индикаторы метода осадительного титрования: осадительные, металлохромные, адсорбционные.

Аргентометрическое титрование. Сущность метода. Титрант, его приготовление, стандартизация. Разновидности методов аргентометрии: Фольгарда, Мора, Фаянса–Фишера–Ходакова.

Расчеты в методах осаждения, области применения.

**7. Комплексонометрическое титрование**

Теоретические основы комплексонометрии. Классификация методов. Комплексоны: ЭДТА, трилон Б и др. Индикаторы комплексонометрии (хромоген черный, эриохром, мурексид и др). Примеры комплексонометрического титрования.

**8. Физико-химические (инструментальные) методы анализа**

***Электрохимические методы анализа***

Характеристика титриметрических электрохимических методов анализа. Классификация методов. Методы без наложения и с наложением внешнего потенциала. Прямые и косвенные электрохимические методы.

*1. Потенциометрический анализ (потенциометрия)*

Принцип метода. Определение концентрации анализируемого вещества в прямой потенциометрии. Применение прямой потенциометрии.

Сущность потенциометрического титрования. Индикаторный электрод и электрод сравнения. Определение рН растворов. Определение точки эквивалентности по потенциалу индикаторного электрода. Кривые потенциометрического титрования.

*2. Кондуктометрический анализ (кондуктометрия)*

Принцип метода, основные понятия. Связь концентрации растворов электролитов с их электрической проводимостью.

Прямая кондуктометрия. Определение концентрации анализируемого раствора по данным измерения электропроводности (расчетный метод, метод градуировочного графика).

Кондуктометрическое титрование. Сущность метода. Типы кривых кондуктометрического титрования.

***Оптические методы анализа***

*1. Колориметрические и спектрофотометрические методы*

Основы колориметрических и спектрофотометрических методов анализа. Закон Бугера – Ламберта – Бера. Молярный коэффициент поглощения. Оптическая плотность растворов. Визуальные и фотоэлектроколориметрические методы анализа. Построение калибровочного графика. Фотоэлектроколориметры и спектрофотометры. Применения колориметрии и спектрофотометрии.

*2. Рефрактометрический метод анализа*

Основы рефрактометрического метода анализа. Показатель преломления. Зависимость показателя преломления от концентрации. Рефрактометры. Применение рефрактометрии.

*3. Поляриметрический метод анализа*

Основы поляриметрического метода. Поляризованный луч. Плоскость поляризации. Оптическая активность веществ. Удельное вращение. Определение концентраций веществ по углу вращения плоскости поляризации. Поляриметры. Область применения поляриметрии.

***Хроматографические методы анализа***

Основы хроматографии на твердой неподвижной фазе. Газоадсорбционная хроматография. Колоночный вариант жидкостно-адсорбционной хроматографии.

Ионообменная хроматография. Иониты. Тонкослойная хроматография. Сорбенты. Растворители.

Принципы хроматографии на жидкой неподвижной фазе. Газожидкостная и жидкостная адсорбционная хроматография (колоночный вариант).

**Лабораторная работа 9.**

 **Тема: «Определение содержания кристаллизационной воды в кристаллогидратах»**

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

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

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

BaCl2•2H20 = ВаС12+2Н20.

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

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

**Ход определения**

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

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

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

второго высушивания = 10,7150 г.

предпоследнего и последнего взвешива­ния не превышает 0,0002 г.

**Форма записи в лабораторном журнале**

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

1. Краткое описание методики выполнения анализа.

2. Подготовка бюкса и взятие навески:

Масса бюкса с BaCl2•2H20 = 10,9334 г

Масса пустого бюкса = 9,4512 г

Навеска BaCl2•2H20 = 1,4822 г.

3. Реакция, протекающая при высушивании:

BaCl2•2H20== ВаСl2 + 2Н20.

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

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

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

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

5. Вычисление процентного содержания воды в образце.

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

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

 

где ( — масса остатка после высушивания или прокаливания образца; — исходная навеска, г;— граммовое содержание воды в навеске).

Можно проводить вычисления по формуле: 

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

а — навеска исходного вещества, г;

a1 — масса остатки после высушввания образца, г;

100 — для пересчета в %.

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

Расчет проводят до формуле:

.

3. Вычислите абсолютную и относительную ошибки анализа.

**Вывод:\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_**

**Лабораторная работа 10.**

**Тема: « Приготовление рабочего раствора щелочи и стандартного раствора щавелевой кислоты. Определение нормальности и титра раствора щелочи».**

**Цель:** приготовить стандартный раствор щелочи, установить титр и нормальную концентрацию стандартного раствора.

**Выполнение работы:**

1.Приготовление стандартного раствора. Необходимо приготовить 250,00 мл 0,1н раствора NaOH. Точную концентрацию щелочи устанавливают по раствору щавелевой кислоты. Сначала рассчитывают навеску щелочи, необходимую для приготовления заданного объема раствора. Эквивалентная масса щелочи NaOH составляет 40,01г.

Содержание щелочи NaOH вычисляют по формуле:

Q(NaOН)=0,1 \*40,01 \*250/1000; Т.к. сухой NаОН содержит примеси, то берут навеску большей массы (1,5 - 2г). Навеску переносят в фарфоровую посуду, так как растворение щелочи сопровождается сильным разогреванием, добавляют 15 - 20мл воды, обмывают навеску щелочи, быстро сливают, удаляя чем самым примеси с поверхности гранул щелочи. Заливают навеску частью отмеренного объема дистиллированной воды и растворяют щелочь, затем добавляют остальной объем воды. Раствор хорошо перемешивают.

2. Установление титра и нормальной копнентрации щелочи.

Установление тигра и нормальной концентрации стандартного раствора складывается из:

1) приготовления раствора установочного вещества;

2) вычисление титра и нормальной концентрации установочного вещества;

3) титрования стандартным раствором определенного объема установочного вещества;

4) вычисления титра и нормальной концентрации стандартного раствора. Приготовление: 100мл 0,1н раствора щавелевой кислоты Н2С2О4 > 2Н2О. Эквивалентная масса щавелевой кислоты Э (Н2С2О4 + 2Н2О)= М(Н2С2О4 + 2Н2О)/2 = 63,03г. Для приготовления раствора на весах берут навеску щавелевой кислоты: Q(H2C2О4 + 2Н2О) = 0,1\*63,03\*100\ 1000; Навеска может иметь значение больше или меньше рассчитанной. Навеску взвешивают па весах, высыпают через воронку в мерную колбу вместимостью 100мл, остатки щавелевой кислоты смывают в колбу. Тщательно вымыть и ополоснуть приготовленным стандартным раствором NaOН бюретку. Через воронку заполнить бюретку раствором щелочи, вынуть воронку и довести раствор в бюретки до нулевого деления. Пипетку на 10мл ополоснуть приготовленным раствором щавелевой кислоты. Отмеренные пипеткой 10мл щавелевой кислоты перенести в коническую колбу для титрования и добавить 1 - 2 капли раствора индикатора фенолфталеина. Подставить колбу для титрования под бюретку гак. чтобы носик последней входил в колбу, и титровать щавелевую кислоту' по каплям раствором щелочи при перемешивании до появления слабо- розового окрашивания. Титрование считается законченным, если бледно- розовое окрашивание не исчезает в течение 30 сек. Титрование повторить трижды.

**Заполнить таблицу**

**«Определение среднего значения объема щелочи»**



Vcpeд.(NaOH)= V1+V2+V3 |3; Нормальную концентрацию NaOH рассчитать по формуле: N(NaOH)= VЩ.К. \* N Щ.К.\Vcp.(NaOH), где VЩ.К. - объем кислоты, взятый для титрования, мл; NЩ.К.- нормальная концентрация щавелевой кислоты,и; Vcp.(NaOM)- усредненный объем щелочи, израсходованной на титрование, мл.

**Лабораторная работа №11**

**Тема : «Определение химического потребления кислорода в питьевой воде»**

**Цель**: определить содержание растворенного в воде кислорода до и после очистки.

**Оборудование и реактивы**: раствор хлористого марганца, щелочной раствор йодистого калия, химически чистая серная кислота, 0,01н раствор тиосульфата натрия, 1%-й раствор крахмала.

**Теоретическая часть**

В природных водах, которые в своем составе содержат минеральные и органические примеси, кислород расходуется на окисление этих веществ, а также на процессы дыхания микроорганизмов. Поэтому концентрация кислорода в природных водах зависит как от температуры и давления, так и от примесей, содержащихся в воде.

При всех прочих равных условиях концентрация кислорода в чистых водах будет выше, чем зимой под ледяным покровом.

Таким образом, содержание кислорода в природной воде является величиной переменной, зависящей от температуры, парциального давления кислорода, степени загрязнения и условий аэрации воды, а также жизнедеятельности организмов.

Кислород, растворенный в воде, играет важную биологическую роль, обеспечивая нормальные условия существования флоры и фауны [водоемов](http://www.pandia.ru/text/category/vodoem/). Поэтому при выпуске сточных вод в водоем, стремятся сохранять как можно большее количество растворенного в воде кислорода и расчет допустимых к отбросу загрязнений производят с учетом того, чтобы концентрация кислорода в воде после выпуска сточных вод не стала ниже 4 мг/л.

Для определения в воде кислорода применяют йодометрический, полярографический и колориметрический методы.

В данной работе применяется классический йодометрический метод определения растворенного кислорода по Винклеру. Он дает возможность определять при содержании его в воде не ниже 0,2-0,3 мг/л.

Определение концентрации кислорода основано на использовании ряда окислительно-восстановительных процессов, и в частности, на способности гидрата закиси марганца окисляться и количественно связывать растворенный в воде кислород.

MnCl2+2NaOH → 2NaCl +Mn(OH)2

Гидроксид марганца легко окисляется растворенным кислородом и превращается в гидрат окиси марганца бурого цвета.

2Mn(OH)2+O2 → 2H2O+2Mn(OH)4

При растворении осадка Mn(OH)4 в кислоте ионы Mn4+ окисляют ионы I-, находящиеся в том же растворе.

В результате этого выделяется свободный йод в количестве эквивалентном поглощенному кислороду.

Mn(OH)4+2H2SO4+2KI → MnSO4+K2SO4+I2+4H2O

Выделившийся йод оттитровывается сантинормальным раствором тиосульфата натрия.

I2+2Na2S2O3 → 2NaI+Na2S4O6

**Практическая часть**

В склянку с притертой пробкой емкостью 100 мл, наполненную исследуемой водой до уровня посадки в нее пробки, внесли пипеткой на дно 1 мл щелочной смеси (раствор NaOH и KI). Затем на поверхность воды добавили 1 мл раствора MnCl2.

Закрыв склянку пробкой, взболтали ее. Прилили к раствору 3 мл серной кислоты и снова ее взболтали, чтобы растворить оставшийся в склянке осадок. При этом осадок растворился, а цвет раствора стал светло-бурым за счет выделившего йода.

Содержимое склянки перелили в коническую колбу и титровали раствором тиосульфата натрия до желтого окрашивания. Затем прибавили к раствору в качестве индикатора 1 мл крахмала. Раствор приобрел синюю окраску.

Полученный раствор снова оттитровали тиосульфатом натрия до полного обесцвечивания.

Полученные результаты занесли в таблицу 1.

Таблица 1 – Экспериментальные данные по определению растворенного в воде кислорода.

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| № | Объем воды, мл | Объем Na2S2O3 | Нормальность Na2S2O3, н | Содержание O2 |
| 1 – неочищенная | 25 | 2;2/7;7 | 0,01 | 7,4 |
| 2 – после очистки шунгитом | 1,6;1,5/8;8 | 7,8 |  |  |
| 3 – после ионообменной очистки | 1,4;1,2/5,5;5 | 8,2 |  |  |
| 4 – после очистки активированным углем | 1,5;1,6/7;7 | 7,05 |  |  |

Количество растворенного в воде кислорода определили по формуле 1.

|  |  |
| --- | --- |
| https://pandia.ru/text/80/607/images/img1_154.png | (1) |
|  |  |

Где V1 – объем раствора пошедший на титрование

N – нормальность раствора тиосульфата натрия

V – емкость склянки, мл

V2 – объем реактивов, влитых в склянку с исследуемой водой, мл

8 – мг-экв кислорода

По формуле 1 рассчитали содержание сульфатов в неочищенной воде (2) и в воде прошедшей очистку через шунгит (3), ионообменную очистку (4) и очистку активированным углем (5).

|  |  |
| --- | --- |
| X =https://pandia.ru/text/80/607/images/img2_82.pnghttps://pandia.ru/text/80/607/images/img3_64.png = 7,4 мг/л | (2) |
| X =https://pandia.ru/text/80/607/images/img4_59.pnghttps://pandia.ru/text/80/607/images/img5_51.png = 7,8 мг/л | (3) |
| X =https://pandia.ru/text/80/607/images/img6_44.pnghttps://pandia.ru/text/80/607/images/img7_43.png = 8,2 мг/л | (4) |
|  |  |
| X =https://pandia.ru/text/80/607/images/img8_36.pnghttps://pandia.ru/text/80/607/images/img9_34.png = 7,05 мг/л | (5) |
|  |  |

Вывод: выполнив [лабораторную работу](http://www.pandia.ru/text/category/laboratornie_raboti/), изучили методы определения содержания растворенного в воде кислорода, провели ионообменную очистку, очистку шунгитом и активированным углем, проанализировав экспериментальные данные, сделали вывод, что количество растворенного в воде кислорода находится в прямой зависимости от степени очистки воды, т. е чем чище вода, тем выше в ней содержание кислорода.

**Лабораторная работа 12.**

**Тема: « Определение жёсткости воды»**

**Цель :** Методом комплексонометрии определить общую жесткость воды; методом нейтрализации определить карбонатную, временную и постоянную жесткость.

Жесткость воды обусловлена наличием в ней растворимых солей кальция, магния. Жесткостью называется количество мг-экв ионов Са2+, Mg2+, содержащихся в 1л воды. 1 мг-экв (русский градус жесткости) соответствует 40,08/2=20,04 мг/л Са2+ или 24,3/2=12,15 мг/л Mg2+.

Различают общую, карбонатную, временную и постоянную и некарбонатную жесткость.

**Общей жесткостью** называется суммарная концентрация ионов Са2+, Mg2+или солей кальция, магния.

**Временной жесткостью** называется часть общей жесткости, удаляющаяся кипячением воды при атмосферном давлении Она равна разности между общей и постоянной жесткостью. Обусловлена наличием в воде гидрокарбонатов калия и магния, которые при кипячении разлагаются:

Ca(HCO3)2 = CaС03 + СO2 + Н2O

Mg(HCO3)2 = Mg(OH)2 + 2СО2

**Постоянной жесткостью** называется часть общей жесткости, остающаяся после кипячения воды при атмосферном давлении. Она обусловлена наличием кальциевых и магниевых солей серной, соляной, азотной, фосфорной и кремниевой кислот, которые при кипячении воды остаются в растворе.

**Карбонатной жесткостью** называется часть общей жесткости, эквивалентная концентрации карбонатов и гидрокарбонатов кальция и магния.

**Некарбонатной жесткостью** называется часть общей жесткости, она равна разности между общей и карбонатной жесткостью.

По жесткости воду разделяют на: очень мягкую (0-1,5мг-экв/л солей), мягкую (1,5-3), средней жесткости (6-10) и очень жесткую (свыше 10).

По ГОСТ 1974-82 допустимая жесткость воды для хозяйственно- питьевого водоснабжения должна составлять не более 7мг-экв/л. Соли, обусловливающие жесткость воды, не являются вредными для живых организмов, однако наличие их в воде в больших количествах нежелательно, поскольку вода становится непригодной для хозяйственно-бытовых нужд.

Процесс, приводящий к снижению жесткости воды, называется умягчением. Умягчение сводится к уменьшению концентрации солей кальция и магния. Существующие способы умягчения воды можно разделить на три группы: реагентные методы: содово-известковый, щелочью, солями бария, фосфатами; метод ионного обмена с использованием ионитов; термический метод.

Определяют жесткость объемным методом - комплексонометрическим и нейтрализации.

## Определение общей и временной жесткости воды комплексонометрическим методом.

Это наиболее точный и распространенный метод определения общей жесткости, основанный на образовании ионами Са2+ и Mg2+ прочных внутрикомплексных соединений с двунатриевой солью этилендиаминтетрауксусной кислоты Na2Н2Еdta или трилоном Б:****

При титровании воды трилоном Б происходит связывание ионов кальция и магния, а в раствор уходят ионы водорода, что приводит к увеличению кислотности воды. Накопление ионов водорода выше определенных значений, может вызвать разрушение образовавшегося комплекса, поэтому титрование ведут при рН=8-10. Такое значение рН достигается с помощью аммиачного буферного раствора. Точка эквивалентности определяется с помощью металл-индикаторов Н2Ind: мурексид. кислотный хромоген черный и другие, которые образуют с ионами кальция и магния менее стойкие комплексы, чем внутрикомплексные соединения трилона Б, разрушающиеся в процессе титрования. Поэтому в точке эквивалентности малиново-красная окраска раствора переходит в синюю, обусловленную окраской аниона индикатора Ind :

Н2 Ind = 2Н+ + Ind2-Малиново-красный синий

Са2+ + Ind2- = Са Ind

Вишнево-красный ( рН=8-10)

СаInd + Na2Н2Еdta = СаNa2Еdta + 2Н+ + Ind2-

Бесцветный синий

**Опыт 1. Определение общей жесткости**

**Ход определения.** В коническую колбу на 250мл пипеткой отобрать 100мл исследуемой воды, добавить 5мл аммиачной буферной смеси и на кончике лопатки (несколько крупинок) индикатора. Окрашенный раствор титровать рабочим раствором трилона Б до перехода вишнево-красной окраски в синюю. Внимание! Окраска раствора от избытка трилона Б остается неизменной, поэтому в конце титрования рабочий раствор трилона Б следует прибавлять по каплям. Записать результаты титрования.

**Расчет.** Общую жесткость воды рассчитать по формуле (1), используя закон эквивалентов для растворов:

Сн(тр.Б) · V(тр.Б)

Жоб = · 1000, (1)

V(H2O)

где Жоб - общая жесткость воды, мг-экв/л; Сн(тр.Б.) - нормальность трилона Б, моль/л; У(тр.Б) - объем трилона Б, пошедший на титрование, мл; V(H2O) - объем пробы воды, мл.

**Опыт 2.Определение временной и постоянной жесткости.**

**Ход определения.** В коническую колбу на 250мл пипеткой отмерить 100мл исследуемой воды. Карандашом по стеклу отметить уровень воды в колбе. Закрыть колбу воронкой и кипятить 1 час. При кипячении образуется осадок. По мере испарения воды в колбе осторожно приливать дистиллированную воду до метки. После охлаждения профильтровать кипяченую воду через сухой фильтр в чистую сухую колбу, 2-3 раза промыть фильтр небольшим количеством дистиллированной воды (промывание воды соединить с профильтрованной пробой). Дальнейшее определение постоянной жесткости (Жпост) и расчет вести как в опыте 1.1.

Расчет временной жесткости. Временная жесткость определяется по разнице между общей и постоянной жесткостью.

Жвр = Жоб. - Жпост.

**Определение карбонатной жесткости методом нейтрализации.**

В основе метода лежит реакция нейтрализации - взаимодействия между кислотой и щелочью. Точку эквивалентности определяют, используя кислотно-основные индикаторы.

**Опыт 3. Определение карбонатной жесткости**

Метод основан на связывании ионов НСО3- и СО32- кислотой в присутствии метилоранжа. При титровании протекают реакции:

СО32- + НСО3- ; НСО3- + Н+ = CO2 + H2O

**Ход определения.** В коническую колбу на 250мл пипеткой отмерить 100мл исследуемой воды, прилить 2 капли метилоранжа. Оттитровать пробу 0,1н рабочим раствором соляной кислоты до перехода желтой окраски в оранжевую. Записать результаты титрования.

**Расчет.** Карбонатную жесткость воды рассчитать по формуле (2), используя закон эквивалентов для растворов:

Сн(НСl) · V(HC1)

Жк = 1000 , (2)

V(Н20)

где Жк - карбонатная жесткость, мг-экв/л; Сн(НС1) - нормальность рабочего раствора соляной кислоты, мл; V(HC1) - объем соляной кислоты, пошедший на титрование, мл; V(H2O) - объем пробы воды, мл.

**Опыт 4.** **Умягчение воды содой.**

Дозу соды, вводимую для доумягчения воды, определяют пробным умягчением. Для расчета используют формулу (3):

Д(Nа2С03) = (Жнк + 0,5) 53, (3)

где Д(Nа2С03) - доза соды, мг/л; Жнк = Жоб - Жк - некарбонатная жесткость вычисленная по разнице общей и карбонатной жесткости определенных в опытах 1 и 3, мг-экв/л; 0,5 - избыток реактива, мг-экв/л; 53 - молярная масса эквивалента карбоната натрия, мг/моль.

**Ход определения.** Рассчитать дозу соды необходимую для умягчения 1 литра воды по формуле (3) и сделать пересчет на 100 мл воды. Взвесить рассчитанное количество соды на технических весах с точностью до 0,01г.

В коническую колбу на 250мл пипеткой отобрать 100мл исследуемой воды, прибавить рассчитанное количество соды и разбалтывать в течении 3-5мин. Колбу со смесью погрузить на 5 мин. в кипящую водяную баню для ускорения процесса кристаллизации. Раствор охладить до комнатной температуры, профильтровать в чистую колбу, промыть фильтр небольшим количеством дистиллированной воды (промывные воды соединить с профильтрованной пробой). В умягченной воде определить остаточную жесткость методом комплексонометрии (см. оп. 1)

**Расчет.** 1. Остаточную жесткость (Жост.) воды после умягчения рассчитать по формуле (1).

2. Рассчитать процент умягчения воды по формуле (4):

Жост

ωумягч = 100% , (4)

Жоб

где ωумягч - процент умягчения воды, %; Жост - остаточная жесткость воды, мг-экв/л; Жоб — общая жесткость, определенная в oпыте 1, мг-экв/

**Лабораторная работа № 13**

**Тема: « Определение вязкости жидкостей»**

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

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

Вязкость растворов в значительной мере зависит от их концентрации; чем выше концентрация, тем больше вязкость. Вязкость измеряется в пуазах. Вязкость 1 П (0,1 НXс/м2)—очень большая величина: так, вязкость воды при 20º С равна всего 0,01 П, оливкового масла 0,98 П, а глицерина 10,63 П. На практике обычно определяют *относительную вязкость,*т. е. отношение вязкости исследуемой жидкости к вязкости воды, принимая вязкость воды равной одному сантипуазу (1 сП).

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

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| https://documents.infourok.ru/637d0f3d-10f2-4462-a950-156ea23e03c3/0/image006.pnghttps://documents.infourok.ru/637d0f3d-10f2-4462-a950-156ea23e03c3/0/image007.pngV1 | https://documents.infourok.ru/637d0f3d-10f2-4462-a950-156ea23e03c3/0/image008.pngV2 | https://documents.infourok.ru/637d0f3d-10f2-4462-a950-156ea23e03c3/0/image009.pngV3 | https://documents.infourok.ru/637d0f3d-10f2-4462-a950-156ea23e03c3/0/image010.pngV4 | https://documents.infourok.ru/637d0f3d-10f2-4462-a950-156ea23e03c3/0/image011.pngV3 | https://documents.infourok.ru/637d0f3d-10f2-4462-a950-156ea23e03c3/0/image012.pngV2 | https://documents.infourok.ru/637d0f3d-10f2-4462-a950-156ea23e03c3/0/image007.pngV1 |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 3 | 2 | 1 |

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

dV

F = η —— \* S  ,   где

dx

 F – сила трения, н, S – площадь жидкости, м2,

   dV

 —— - градиент (перепад) скорости м/сек.

   dx

            Если принять S = 1 м2 и dV/dx = 1 м/сек на расстоянии 1 м, тогда F = η, то есть коэффициент вязкости равен силе трения возникающей между слоями жидкости.

F\*dx        н\*м\*сек      н\*сек

η = ——— = ———— = ———

dV\*S          м\*м2            м2

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

 

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



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

**Практическая часть**

1.                  Начертите таблицу:

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| №опыта | Масса капельm, кг | Число капельn | Диаметр канала шприцаd, м | Поверхност-ное натяжениеσ, Н/м | Среднее значение поверхностного натяженияσср, Н/м | Табличное значениеповерхност-ного натяженияσтаб, Н/м | Относительная погрешностьδ % |
| 1 | 1\*10-3 | 21 | 2,5\*10-3 | 0,066 |  0,069 |  0,072 |  41,67 |
| 2  | 2\*10-3 | 40 | 2,5\*10-3 | 0,069 |
| 3 | 3\*10-3 | 59 | 2,5\*10-3 | 0,071 |

Вычисляем поверхностное натяжение по формуле 

 





Находим среднее значение поверхностного натяжения по формуле:  



Определяем относительную погрешность методом оценки результатов измерений.

 



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

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| № | Температура,ºС | Плотность, г/смhttps://documents.infourok.ru/637d0f3d-10f2-4462-a950-156ea23e03c3/0/image024.pngH2О | Плотность этилового спирта г/см |
| 1234 | 10152025 | 0,99970,99900,99800,9970 | 0,79780,79360,78940,7852 |

Вязкость воды изменяется в пуазах

Вязкость воды при температуре 20С равна 0,01П.

1. На конец узкой трубки промытого и просушенного вискозиметра наденьте кусок резиновой трубки.

2. Погрузите вискозиметр в большой химический стакан с водой определенной и постоянной температуры и укрепите его в штативе. Верхняя метка а узкой трубки должна находится в воде.

3.  После этого налейте через широкое колено вискозиметра дистиллированную воду до верхней метки с. через 10мин, когда вода в вискозиметре примет температуру термостата, при помощи резиновой трубки засосите жидкость в узкую трубку немного выше верхней метки а.

4. Вынув резиновую трубку изо рта, внимательно следите за опусканием воды в узкой трубке вискозиметра. Как только уровень воды достигнет верхней метки, включите секундомер.

5. Остановите стрелку секундомера в момент, когда вода в узкой трубке вискозиметра опустится до нижней метки в.

6. Опыт повторите три раза и возьмите среднее значение времени истечения воды.

7. Запишите результаты опыта.



Рис. Вискозиметры:

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

8. Промойте вискозиметр исследуемой жидкостью и определите для нее время истечения при той же температуре, что и для воды.

9. На основании результатов опыта рассчитайте относительную вязкость по формуле.



где****вязкость жидкости, - вязкость воды, и - плотности жидкости и воды, и  - время истечения воды и жидкости.

**Контрольные вопросы.**

1.                 Чем определяется вязкость жидкости?

2.                 Сущность вискозиметрического метода определения вязкости.

3.                 Что такое испарение и кипение жидкости?

4.              Особенности теорий строения жидкости по Френкелю, Стюарту и Берналу.

 **Лабораторная работа №14**

**Тема: «Определение зависимости скорости реакции от температуры**

**и концентрации реагирующих веществ»**

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

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

**Выполнение работы**

**Теоретическая часть**

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

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

                         («-», если концентрация вещества во времени τ1 уменьшается и «+», если она увеличивается). Скорость же всегда положительна.



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

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

                                    аА + вВ + сС + … ↔ nN + mM + pP + …

                                    

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

                                      - температурный коэффициент скорости реакции.

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

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



*Nакт* – количество активных молекул;

*N0* – общее число молекул;

*е* – основание натуральных логарифмов;

Еакт – энергия активации, постоянная величина;

*R* – газовая постоянная;

*Т* – абсолютная температура.

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

**Практическая часть**

**I  часть.**

Для проведения опыта необходимо предварительно приготовить следующие растворы:

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

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

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

**II  часть.**

Сливанием получите следующие три смеси растворов:

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

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

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

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

**Вывод.**

В каком растворе наступает наиболее быстрое обесцвечивание? Почему?

**III часть.**

В два стакана прилейте по 50 мл раствора 3 и по 25 мл раствора 2. Затем в каждый из стаканов прилейте по 500 мл дист. Воды и оба раствора тщательно перемешайте. Один из стаканов оставьте стоять при комнатной температуре, а второй нагрейте на несколько десятков градусов на горелке. После этого оба стакана поставьте на стол рядом друг с другом и, прибавив в каждый из них по 200 мл раствора 1, наблюдайте за скоростью обесцвечивания перманганата калия.

**Вывод.**

В каком стакане раствор обесцвечивается быстрее? Почему?

**Контрольные вопросы**

1.                 Что называют скорость химической реакции?

2.                 Какие факторы влияют на её величину?

3.                 Какова классификация реакций, принятая в химической кинетике?

4.                 Что такое активная молекула, энергия активации?

5.                 Сформулируйте закон действующих масс.

6.                 Сформулируйте правило Вант-Гоффа.

**Лабораторная работа №15**

**Тема: « Определение рН среды различными методами»**

**Цель** Составить термохимические уравнения, определение рН среды растворов различными методами.

**Оборудование:** Технические весы. Термометр. Химические стаканы. Мерные цилиндры. Конические колбы. Стеклянные палочки.Медный купорос (CuSO4). Цинковая пыль (Zn). Хлорид натрия (NaCl). Нитрат аммония (NH4NO3). Гидроксид натрия (NaOH). Вода дистиллированная, штатив с пробирками, разбавленные растворы хлороводородной кислоты, гидроксида натрия, карбоната натрия, хлорида алюминия; растворы фенолфталеина и метилоранжа; полоски универсальной индикаторной бумаги.

**Выполнение работы**

**Теоретическая часть**

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

   Роль воды в превращении веществ:

-        реакционная среда;

-        транспорт веществ;

-        реагент;

-        катализатор;

-        фактор диссоциации

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

    *растворимые* (в 100 г воды растворяется более 1 г вещества);

    *малорастворимые* (в 100 г воды растворяется от 0,01 до 1 г вещества);

    *практически нерастворимые* (в 100 г воды растворяется менее 0,01 г вещества)

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

   Если для молекулярных растворов всё толь этим и заканчивается, то для растворов электролитов следует продолжение. **Электролиты** – это вещества, которые в растворах распадаются на ионы – **диссоциируют**. Электролиты диссоциируют по-разному. Отношение числа молей вещества, распавшегося на ионы, к общему количеству растворённого вещества называют **степенью электролитической диссоциации.**По величине степени диссоциации все электролиты делятся на *сильные и слабые.*К сильным электролитам относят щёлочи, соли, HCl, HNO3, H2SO4, HClO4, HBr, HJ и др. К слабым электролитам относятся многие неорганические и почти все органические кислоты. Вода, будучи причиной диссоциации, сама незначительно диссоциирует:

Н2О ↔ Н+ + ОН-

**Таблица. Изменение окраски индикаторов в зависимости от среды**

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

****

**Практическая часть**

**Опыт 1. Определение реакции среды с помощью растворов индикаторов.**

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

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

**Опыт 2. Определение реакции среды с помощью универсальной индикаторной бумаги.**

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

Результаты испытаний оформите в виде таблицы:

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| Испытуемый раствор | **Окраска индикатора** |  Реакция среды | Величина pH по универсальной индикаторной бумаге |  |
| фенол-фталеин | Метил-оранж |  |
|  |
| Хлороводородная кислотаГидроксид натрияКарбонат натрияХлорид алюминия |    |    |    |   |  |

**Контрольные вопросы**

1.                  Какие типы реакции среды водных растворов вы знаете?

2.                  Что такое индикаторы?

3.                  Какие индикаторы вам известны?

4.                  Какими способами можно определить реакцию среды водных растворов?

5.                  Что такое pH среды?

**Лабораторная работа 16.**

 **Тема: « Исследование процессов адсорбции активированным углем различных веществ из растворов»**

**ЦЕЛЬ**: провести адсорбцию путем различных веществ и ионов, а также выявить влияние природы растворителя на процесс адсорбции.

ПРИБОРЫ И РЕАКТИВЫ: пробирки, воронки, ступки с пестиком, колбы на 100 мл, фильтровальная бумага, активированный уголь, слабые растворы фуксина и йода, 0,05 %-ные растворы Pb(NO3)2 и K2Cr2O7.

**ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ**:

1. В 2 пробирки налейте по 5 мл, в первую – слабый раствор фуксина, во вторую – раствор йода. В каждую пробирку внесите 0,5 г истолченного активированного угля, взболтайте в течение 5 минут и отфильтруйте. Сохраняется ли окраска фуксина и йода?

2. В 2 пробирки налейте по 10 мл 0,05%-ного раствора нитрата свинца. В первой пробирке при действии раствором K2Cr2O7 образуется объемистый осадок PbCrO4. Во вторую пробирку внесите 0,5 г растертого активированного угля, взболтайте в течение 3-5 мин, затем отфильтруйте в чистую пробирку; при действии на фильтрат K2Cr2O7 осадок не образуется. Следовательно, вследствие адсорбции ионов свинца в растворе практически нет.

Результаты наблюдения занесите в таблицу 6:

Таблица 6

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| №п/п | Исходные вещества | Наблюдаемые изменения | Заключение |
|  |  |  |  |

**Лабораторная работа №17**

**Тема: «Получение коллоидных растворов, коагуляция золей электролитами»**

**Цель:**рассмотреть методики получения золей различными методами.

**Оборудование**: колбы на 100 мл, воронки, фильтры; 2 % и 5% растворы FeCl3; CuSO4, HCl, NaOH; 1% раствор Na2S2O3, 1,5% растворKMnO4.

**Выполнение работы.**

**Теоретическая часть**

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

  Классификация дисперсных систем по агрегатному состоянию.

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

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

   Классификация систем по степени дисперсности.

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

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

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

1.                    кристаллоиды – истинные растворы, из которых вещество можно выделить при определённых условиях в виде кристаллов;

2.                    коллоиды – малая скорость диффузии, образуют коллоидные растворы, студни и клее подобные аморфные осадки.

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

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

1.                    **дисперсионный метод** – дробление более грубых частиц до коллоидной степени дисперсности (механическое раздробление веществ в ступке, с помощью коллоидных мельниц, ультразвуковых колебаний, электрическое диспергирование);

2.                    **конденсационный метод** – укрупнение частиц до коллоидной степени дисперсности (под действием резкого охлаждения паров, замена лучшего растворителя на худший, химические реакции).

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

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

**Практическая часть**

**Опыт 1. Получения золя гидроксида железа (реакция гидролиза).**

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

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

**Опыт 2. Получение золя диоксида марганца (реакция восстановления).**

Перманганат калия восстанавливается тиосульфатом натрия до диоксида марганца:

8KMnO4 + 3Na2S2O3+ H2O → 8MnO2+ 3K2SO4 + 2KOH + 3Na2SO4

В коническую колбу пипеткой внесите 5 мл 1,5%-ного раствора перманганата калия и разбавьте дистиллированной водой до 50 мл. Затем в колбу добавляйте по каплям 1,5-2,0 мл 1%-ного раствора тиосульфата натрия. Получается вишнево-красный золь диоксида марганца.

Напишите формулу мицеллы (стабилизатор KMnO4).

**Опыт 3. Получение золя гидроксида железа методом пептизации.**

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

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

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

K4[Fe(CN)6] + 3NH4OH →Fe(OH)3 + 3NH4Cl

Напишите формулу мицеллы (стабилизатор K4[Fe(CN)6]).

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

**Контрольные вопросы**

1.                 Что такое золь (приведите примеры)?

2.                 Способы получения золей?

3.                 Что такое пептизация, пептизаторы?

4.                 Укажите характерные свойства коллоидных систем и их отличие от истинных растворов.

5.                 Опишите основные методы получения коллоидных систем (приведите конкретные примеры).

**Лабораторная работа №18**

**Тема: «Изучение процессов набухания и студнеобразования крахмала, желатина и разных видов зерен»**

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

**Оборудование**: мерные цилиндры, пробирки, термометр, водяная баня, термостат; 3%-ный и 5%-ный растворы желатины, 0,1 М растворы HCl и NaOH, 1 М растворы солей K2SO4, KCl, KI, KCNS.

**Выполнение работы**

**Теоретическая часть**

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

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

                    размер частиц в растворах ВМС соответствует коллоидной степени дисперсности;

                    частицы раствора ВМС, как и золей, задерживаются полупроницаемыми перегородками при диализе;

                    обладают сравнительно небольшой величиной скорости диффузии;

                    способны под влиянием внешних факторов коагулировать.

   Однако растворы ВМС **отличаются от золей**:

                    растворы ВМС это гомогенные системы;

                    они способны удерживать молекулы растворителя;

                    эти системы находятся в устойчивом термодинамическом равновесии;

                    эффект Фарадея-Тиндаля обнаруживается не совсем чётко;

                    растворы ВМС в своём поведении подобны двойным жидким системам;

                    к растворам ВМС применима правило фаз.

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

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

                           -  **степень набухания** (%)

                        *m* -  масса после набухания

*m0*  -  масса до набухания

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

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

**Практическая часть**

**Опыт 1. Кинетика набухания зерна.**

1. Зерновые культуры (пшено, рис) насыпают в каждый мерный цилиндр одинакового диаметра (~⅓) так, чтобы во всех цилиндрах было одинаковое количество зерна по высоте.

2. Наливают дистиллированную воду, чтобы вместе с зерном цилиндры были заполнены на ¾ объема.

3. Наблюдения за процессом набухания проводят в течение 40-50 мин. Полученные данные заносят в таблицу 8 по образцу:

Таблица 8

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

4. На основании экспериментальных данных строят график кинетики набухания.

**Опыт 2. Влияние кислот и щелочей на студнеобразование.**

1. В три пронумерованных пробирки вносят по 5 мл теплого 3%-ного раствора желатины.

2. Затем приливают по 1 мл – в первую пробирку дистиллированную воду, во вторую – 0,1 М раствора HCl, в третью – 0,1 М раствора NaOH.

3. Содержимое пробирок тщательно перемешивают и ставят на 10 мин в водяную баню с температурой 40-50◦С.

4. После этого пробирки помещают в термостат с температурой +10◦С; замечают время начала отсчета.

5. Периодически вынимая пробирки из термостата, наблюдают за образованием студня. Моментом образования студня считают время, начиная с которого раствор желатины не выливается при переворачивании пробирки.

6. Данные опыта записывают в таблицу 9 и, вычисляют время застудневания каждого раствора.

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| № пробирки | Объем 3% раствора желатины, мл | Прибавляемый раствор, мл | Время образования студня, мин. | Время застудневания, мин. |
| 1 | 5 | H2O |   |   |
| 2 | 5 | HCl |   |   |
| 3 | 5 | NaOH |   |   |

**Опыт 3. Влияние солей на студнеобразование.**

1. В шесть пронумерованных пробирок наливают по 2,5 мл теплого 5%-ного раствора желатины.

2. В каждую из них прибавляют по 2,5 мл 1 М растворов солей калия.

3. Пробирки помещают в термостат с температурой +10◦С, внимательно наблюдают за растворами, стараясь не пропустить начало застудневания.

4. Данные о времени студнеобразования заносят в таблицу 10 и делают вывод о влиянии природы анионов на скорость студнеобразования.

Таблица 10

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| № пробирки | Объем 5%-ного раствора желатины, мл | Прибавляемый раствор по 2,5 мл | Время образования студня, мин. | Время застудневания τ, мин |
| 1 | 2,5 | K2SO4 |   |   |
| 3 | 2,5 | KCl |   |   |
| 4 | 2,5 | KI |   |   |
| 5 | 2,5 | KCNS |   |   |
| 6 | 2,5 | Н2О |   |   |

**Контрольные вопросы**

1. Какие вещества относят к высокомолекулярным соединениям?

2. Что называют набуханием?

3. Что понимают под степенью набухания?

4. Какие системы называются студнями?

5. Какие факторы влияют на структурообразование?