Документ подписан простой электронной подписью
Информация о владельце:
ФИО: Чернышова Евгения Олеговна
Должность: Врио ректора
Дата подписания: 14.08.2025 11:49:54
Уникальный программный ключ:
e068472ab7c50af6ed5238041c036fb477f33237

МИНИСТЕРСТВО СЕЛЬСКОГО ХОЗЯЙСТВА РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ДЕПАРТАМЕНТ НАУЧНО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЙ ПОЛИТИКИ И ОБРАЗОВАНИЯ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«ДОНСКОЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ АГРАРНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

ХИМИЯ

Лабораторный практикум

ДОКУМЕНТ ПОДПИСАН
ЭЛЕКТРОННОЙ ПОДПИСЬЮ
Сертификат: 00F135CE47DFE8B398CA667CA9AE36EFBC
Владелец: Ширяев Сергей Григорьевич
Действителен: с 28.08.2024 до 21.11.2025

Персиановский
2021

УДК 547 (075.4)
Х 64

Составители: Е.А.Шкуракова, С.Н.Горобец

Рецензенты: Нижельская Е.И., канд. ветеринар. наук, доц. каф. паразитологии, ветсанэкспертизы и эпизоотологии Донской ГАУ;

Яценко Е.А., д-р техн. наук, проф. каф. Общей химии и технологии силикатов ФГБОУ ВО «Южно-Российский государственный политехнический университет (НПИ) имени М.И. Платова».

Х 64 **Химия** : лабораторный практикум / Донской ГАУ ; сост. Е.А. Шкуракова, С.Н. Горобец. – Персиановский : Донской ГАУ, 2021. – 42 с.

Лабораторный практикум предназначен для выполнения лабораторных работ для обучающихся по дисциплине «Химия», «Основы аналитической химии». Содержит лабораторные работы по общей, неорганической, органической и аналитической химии.

Лабораторный практикум разработан для обучающихся по направлениям подготовки СПО: 35.02.02 Агрономия; 36.02.01 Ветеринария

Рекомендовано к изданию методическим советом университета, протокол № ____ от 24.11. 2021г.

© ФГБОУ ВО Донской ГАУ, 2021
© Е.А. Шкуракова., С.Н. Горобец , составление, 2021

Содержание

Стр.

Лабораторная работа №1 «Водные растворы электролитов. Гидролиз солей» 4

Лабораторная работа №2 «Окислительно - восстановительные реакции» 7

Лабораторная работа №3 «Предельные и непредельные углеводороды»..... 8

Лабораторная работа №4 ««Спирты и фенолы» 10

Лабораторная работа №5 «Карбоновые кислоты и

их производные» 12

Лабораторная работа №6 Качественные реакции катионов 14

Лабораторная работа №7 Качественные реакции анионов 27

Лабораторная работа №8 Количественный анализ. Титриметрический метод. Кислотно-основное титрование 34

Лабораторная работа №9 Определение общей жесткости воды комплексонометрическим методом..... 39

Список литературы 31

Лабораторная работа №1

«Водные растворы электролитов. Гидролиз солей»

Опыт 1. ***Окраска индикаторов.***

Реактивы и оборудование: 9 пробирок, штатив для пробирок, индикаторы (либо растворы, либо индикаторные полоски) - лакмус, метилоранж, фенолфталеин, универсальный, дистиллированная вода, раствор кислоты, раствор щелочи.

Методика выполнения:

а) В 3 пробирки налить по 1-2 мл дистиллированной воды и последовательно в каждую из пробирок ввести по несколько капель растворов одного из индикаторов: лакмуса, метилоранжа, фенолфталеина, универсального индикатора (или использовать соответствующие бумажные индикаторные полоски). Отметить их цвет в водной среде.

б) В следующие 3 пробирки налить по 1-2 мл раствора кислоты. Также в каждую из пробирок ввести по несколько капель растворов одного из индикаторов (или использовать соответствующие бумажные индикаторные полоски). Отметить их цвет в кислой среде.

в) В оставшиеся 3 пробирки налить по 1-2 мл раствора щелочи. Аналогично предыдущим случаям, в каждую из пробирок ввести по несколько капель растворов одного из индикаторов (или использовать соответствующие бумажные индикаторные полоски). Отметить их цвет в щелочной среде.

Наблюдения всех трех случаев занести в таблицу 1.

Таблица 1. – Изменение окраски индикаторов в зависимости от среды раствора

Среда раствора	Цвет индикатора в соответствующей среде			
	лакмус	метилоранж	фенолфталеин	универсальный
Нейтральная				
Кислая				
Щелочная				

Опыт 2. ***Зависимость степени электролитической диссоциации от различных факторов.***

Реактивы и оборудование: штатив для пробирок, пробирки, стеклянная палочка, химическая ложечка (либо шпатель), пробиркодержатель, газовая горелка, раствор соляной кислоты 1М $C_{HCl} = 1 моль/л$, раствор уксусной кислоты 1М $C_{CH_3COOH} = 1 моль/л$,

концентрированная уксусная кислота ($CH_3COOH_{(конц.)}$), цинк металлический (Zn), раствор аммиака 1М $C_{NH_4OH} = 1 \,моль/л$, кристаллический хлорид аммония ($NH_4Cl_{(крист.)}$), спиртовой раствор фенолфталеина.

Методика выполнения:

Зависимость степени электролитической диссоциации от различных факторов:

а) ***От природы электролита.*** В одну пробирку налить 2-3 мл 1М HCl, в другую – равный объем 1М CH_3COOH. В каждую из пробирок бросить по одинаковому кусочку цинка. Наблюдать выделение водорода. В какой из пробирок газ выделяется более энергично? Объясните, почему так происходит, учитывая то, что чем больше степень диссоциации кислоты, тем больше концентрация ионов водорода, тем интенсивнее происходит выделение водорода. Составьте уравнения реакций в молекулярной и ионной формах.

б) ***От температуры.*** В 2 пробирки налить по 2-3 мл раствора уксусной кислоты. В каждую из пробирок бросить по кусочку цинка. Одну пробирку оставить в штативе, а другую закрепить в пробиркодержателе и нагреть не до кипения. Что происходит в обеих пробирках? Одинакова ли скорость выделения водорода в первом и во втором случаях? Объясните, как влияет изменение температуры на степень диссоциации уксусной кислоты? Полагаясь на полученные данные и основываясь на принципе Ле-Шателье, сделайте вывод о том, экзотермическим или эндотермическим является процесс диссоциации уксусной кислоты. Запишите уравнение диссоциации.

в) ***От концентрации электролита.*** В одну пробирку налить 2-3 мл концентрированной уксусной кислоты, в другую пробирку налить такой же объем 1М раствора уксусной кислоты. В каждую из пробирок бросить по одинаковому кусочку цинка. Отметить наблюдаемые явления. Ответьте, как разбавление раствора влияет на степень диссоциации электролита?

г) ***Отналичия одноименных ионов.*** В две пробирки налить по 2-3 мл 1М раствора гидроксида аммония и по 2-3 капли фенолфталеина. В одну из пробирок добавить несколько кристаллов хлорида аммония. Сравнить цвет растворов в пробирках. Объяснить наблюдаемое изменение окраски раствора во второй пробирке после добавления хлорида аммония, исходя из смещения равновесия в уравнении диссоциации гидроксида аммония. Как при этом изменится степень диссоциации гидроксида аммония?

Опыт 3. ***Произведение растворимости. Условия образования осадков.***

Реактивы и оборудование: штатив для пробирок, пробирки, стеклянная палочка, раствор соли свинца $C_{Pb(NO_3)_2} = 0{,}005 \,моль/л$ или раствор

ацетата свинца $C_{(CH_3COO)_2Pb} = 0{,}005\ моль/л$, раствор хлорида калия $C_{KCl} = 0{,}05\ моль/л$, раствор йодида калия $C_{KI} = 0{,}05\ моль/л$.

Методика выполнения:

В две пробирки налить по 1 мл 0,005 М раствора соли свинца ($Pb(NO_3)_2$ или $(CH_3COO)_2Pb$). В одну из пробирок прибавить равный объем 0,05М раствора хлорида калия, а в другую – такой же объем 0,05М раствора йодида калия. Отметьте наблюдаемые явления. Составьте уравнения реакций в молекулярной и ионной формах. Объясните полученные результаты, вычислив произведение концентрации ионов и сравнив полученные значения с произведением растворимости соответствующей малорастворимой соли (см. Приложение, таблица 5).

Опыт 4.*Определение pH растворов солей при помощи pH-индикаторной бумаги*

Реактивы и оборудование: универсальная pH-индикаторная бумага, дистиллированная вода, карбонат натрия Na_2CO_3, нитрит натрия $NaNO_2$, нитрат алюминия $Al(NO_3)_3$, хлорид цинка $ZnCl_2$, ацетат аммония CH_3COONH_4, хлорид калия KCl.

Методика выполнения: семь полосок pH-индикаторной бумаги поместите на предметные стекла. Одну из них смочите водой и оставьте для сравнения, а на оставшиеся шесть нанесите 1-2 капли исследуемого раствора соли. Анализируемые соли указаны в таблице

Таблица 2. – Определение pH растворов солей

Анализируемая соль	Цвет pH-индикаторной бумаги	pH раствора соли
Na_2CO_3 $NaNO_2$ $Al(NO_3)_3$ $ZnCl_2$ CH_3COONH_4 KCl		

Полученную окраску сравните с индикаторной шкалой, укажите соответствующее значение pH. Результаты отобразите в таблице.

Составьте уравнения гидролиза солей в молекулярной и молекулярно-ионной форме. Объясните наблюдаемое изменение окраски pH-индикаторной бумаги.

Опыт 5. ***Влияние концентрации раствора на степень гидролиза. Обратимость гидролиза.***

Реактивы и оборудование: штатив с пробирками, дистиллированная вода, раствор нитрата висмута (III) $Bi(NO_3)_3$, соляная кислота HCl (2 н).

Методика выполнения:

а) Разбавление раствора. К 1-5 каплям раствора нитрата висмута (III) по каплям прибавляйте дистиллированную воду до образования осадка. Составьте молекулярные и молекулярно-ионные уравнения гидролиза, учитывая, что продуктом второй ступени гидролиза является основная соль $Bi(OH)_2NO_3$, которая затем отщепляет воду и превращается в оксонитрат висмута $BiONO_3$.

Раствор, с полученным осадком, сохраните и с помощью следующего опыта проверьте обратим ли гидролиз.

б) Влияние реакции среды на степень гидролиза (обратимость гидролиза).В пробирку с раствором нитрата висмута (III) с осадком основной соли (от предыдущего опыта) прилейте по каплям 2н раствор соляной кислоты до полного растворения осадка. Затем добавьте 1-2 мл дистиллированной воды. Объясните наблюдаемые явления и сделайте вывод об обратимости гидролиза.

Лабораторная работа №2

«Окислительно-восстановительные реакции»

Опыт 1.*Окисление более активного металла ионами менее активного металла.*

Реактивы и оборудование: сульфат цинка $ZnSO_4$, сульфат меди $CuSO_4$, кусочек цинка Zn, кусочек железа Fe, пробирки.

Методика выполнения: в пробирку с сульфатом меди опуститькусочек цинка, в другую пробирку налить сульфат цинка и опустить кусочек железа. Дать объяснения происходящим явлениям. Составить уравнения реакции в молекулярной и ионно-электронной формах (метод электронного баланса).

Опыт 2. ***Окисление более активным неметаллом ионов менее активного неметалла.***

Реактивы и оборудование: иодид калияKI, хлорная вода, толуол, крахмал, пробирки.

Методика выполнения: в пробирку с несколькими каплями раствора йодида калия добавить по каплям хлорную воду. Полученный раствор разбавить водой и разлить на две пробирки. В одну прилить несколько капель раствора крахмала, в другую-толуола и встряхнуть. Описать наблюдаемое изменение окраски. Составить уравнения реакции в молекулярной и ионно-электронной формах (метод электронного баланса).

Опыт 3. ***Окислительные свойства перманганат - иона в различных средах.***

Реактивы и оборудование: перманганат калия $KMnO_4$, вода дистиллированная, 2М гидроксид калияKOH, 2М серная кислотаH_2SO_4, сульфит натрия Na_2SO_3(кристаллы), пробирки, мерные пробирки.

Методика выполнения: в три пробирки налить по 1 мл раствора перманганата калия, в одну добавить 2-3 капли раствора гидроксида калия, в другую – воды, в третью – серной кислоты. В три пробирки насыпать сульфит натрия. Описать наблюдаемые явления. Составить уравнения реакции в молекулярной и ионно-электронной формах (метод полуреакциий или ионно-электронного баланса).

Лабораторная работа №3

«Предельные и непредельные углеводороды»

Опыт 1. ***Получение метана из ацетата натрия и изучение его свойств.***

Оборудование и реактивы: ацетат натрия обезвоженный, смесь для получения метана, бромная вода разбавленная, перманганат калия 0,05% раствор, газоотводная трубка, пробиркодержатель, горелка, пробирки.

Методика выполнения:

а) получение метана: в сухую пробирку, снабженную газоотводной трубкой, поместить смесь для получения метана (состоящую из обезвоженного ацетата натрия и извести) (высота слоя 5 мм). Затем закрепить пробирку горизонтально и нагревать смесь в пламени горелки. Начинает выделяться метан:

$CH_3\text{-}COONa+NaOH=CH_4+Na_2CO_3$

Выделяющийся газообразный метан поджечь, он горит голубоватым пламенем:

$CH_4+2O_2=CO_2+2H_2O$

б) отношение метана к бромной воде и перманганату калия: в одну пробирку поместить 5 капель раствора перманганата калия, в другую – такое же количество бромной воды. Не прекращая нагревание смеси, выделяющийся газ пропустить поочередно через растворы в пробирках. Обесцвечивания не происходит. Объяснить явление.

Опыт 2. ***Бромирование предельных углеводородов.***

Оборудование и реактивы: жидкий алкан (октан), раствор брома в четыреххлористом углероде, лакмусовая бумага синяя, пинцет, пробирки, горелка.

Методика выполнения: В сухую пробирку поместить 5 капель жидкого алкана и добавить 2-3 капли раствора брома. Содержимое пробирки перемешать на холоде. Окраска брома при этом сохраняется. Содержимое пробирки нагреть до исчезновения окраски. Пинцетом внести в пробирку лакмусовую бумагу, смоченную водой. Лакмусовая бумага краснеет. Объяснить наблюдаемый эффект и написать уравнение реакции.

Опыт 3. ***Подвижность атомов водорода при первичных, вторичных и третичных атомах углерода.***

Оборудование и реактивы: октан нормальный, изооктан (2,2,4 – триметалпентан), 1% раствор брома в четыреххлористом углероде, пробирки, стакан, пробиркодержатель, горелка.

Методика выполнения: в одну пробирку налить 5 капель нормального октана, в другую – столько же изооктана. В обе добавить по капле раствора брома и поместить в горячую водяную баню. Наблюдаем изменение окраски. Написать уравнения бромирования нормального октана и изооктана и объяснить различное изменение окраски и различные скорости реакции.

Опыт 4. ***Получение этилена и изучение его свойств.***

Оборудование и реактивы: смесь этанола с концентрированной серной кислотой (1:3), бромная вода, 0,05% раствор перманганата калия, пробирки, газоотводная трубка, горелка.

Методика выполнения: в пробирку влить 10 капель смеси этанола с серной кислотой, закрыть газоотводной трубкой и нагреть в пламени горелки. Выделяющийся газ поочередно пропустить через пять капель

бромной воды в одной пробирке, затем через такое же количество перманганата калия в другой. Оба раствора обесцвечиваются. Поджечь выделяющийся из трубки этилен. Написать реакции получения этилена, его взаимодействия с бромной водой и перманганатом калия, его горения.

Опыт 5. ***Получение ацетилена и изучение его свойств.***

Оборудование и реактивы: карбид кальция, бромная вода, 0,05% раствор перманганата калия, пробка с газоотводной трубкой, пробирки.

Методика выполнения: в пробирку поместить маленький кусочек карбида кальция, добавить 1 мл воды и быстро закрыть пробкой с газоотводной трубкой. Выделяющийся ацетилен поочередно пропустить через пять капель бромной воды в одной пробирке, затем через такое же количество перманганата калия в другой. Оба раствора обесцвечиваются. Поджечь выделяющийся из трубки газ. Написать реакции получения ацетилена, его взаимодействия с бромной водой и перманганатом калия, его горения.

Опыт 6. ***Получение ацетиленида серебра.***

Оборудование и реактивы: аммиачный раствор оксида серебра, пробирки, карбид кальция, пробка с газоотводной трубкой.

Методика выполнения: в пробирку поместить маленький кусочек карбида кальция, добавить 1 мл воды и быстро закрыть пробкой с газоотводной трубкой. Выделяющийся ацетилен пропустить через пробирку с 10 каплями аммиачного раствора оксида серебра. В пробирке образуется осадок ацетиленида серебра. Написать уравнение реакции.

Лабораторная работа №4

«Спирты и фенолы»

Опыт 1. ***Образование и гидролиз алкоголята.***

Оборудование и реактивы: абсолютный этанол, металлические натрий, 0,1 % раствор фенолфталеина, пробирки.

Методика выполнения: в сухую пробирку поместить маленький кусочек металлического натрия. Добавить 5 капель этанола, закрыть пробирку пробкой. По окончании реакции поднести отверстие пробирки к пламени горелки и открыть его. Выделяющийся водород воспламеняется.

Слить надосадочную жидкость. Оставшийся на дне пробирки беловатый осадок этилата натрия растворить в 2-3 каплях дистиллированной воды и добавить 1 каплю раствора фенолфталеина. При этом появляется малиновая окраска. Написать уравнения реакций.

Опыт 2. ***Получение глицерата меди.***

Оборудование и реактивы: глицерин, 1% раствор сульфата меди, 10% раствор гидроксида натрия, пробирки.

Методика выполнения: в пробирку поместить 5 капель раствора сульфата меди и такое же количество раствора гидроксида натрия. При перемешивании образуется голубой студенистый осадок гидроксида меди. Затем добавить 3 капли глицерина и взболтать содержимое пробирки. Гидроксид меди растворится и появится темно-синяя окраска глицерата меди. Написать уравнение реакции.

Опыт 3. ***Окисление этилового спирта.***

Оборудование и реактивы: абсоюлютный этанол, раствор перманганата калия $C_{KMnO_4} = 10\%$, раствор дихромата калия $C_{K_2Cr_2O_7} = 10\%$, раствор серной кислоты $C_{H_2SO_4} = 10\%$, пробирки, пробиркодержатель, горелка.

Методика выполнения: в две пробирки налить по 5 капель этанола и 5 капель серной кислоты в каждую. В первую добавить 3 капли перманганата калия, во вторую – 3 капли дихромата калия. Осторожно нагреть содержимое пробирок над пламенем горелки. Отметить изменение окраски растворов. Образующийся уксусный альдегид при нагревании выделяется в виде пара с характерным запахом яблок. Написать уравнение реакции.

Опыт 4. ***Получение диэтилового эфира.***

Оборудование и реактивы: абсолютный этанол, серная кислота концентрированная, пробирки, пробиркодержатель, горелка.

Методика выполнения: в пробирку поместить по 5 капель этанола и серной кислоты. Осторожно нагреть над пламенем горелки до побурения раствора. К горячей смеси осторожно добавить 5 капель этилового спирта. Ощущается характерный запах образовавшегося диэтилового эфира. Написать уравнение реакции.

Опыт 5. ***Образование и разложение фенолята.***

Оборудование и реактивы: фенол, насыщенный раствор, раствор гидроксида натрия $C_{NaOH} = 10\%$, раствор серной кислоты $C_{H_2SO_4} = 10\%$, пробирки.

Методика выполнения: в пробирку влить 5 капель эмульсии фенола в воде, добавить 3 капли раствора гидроксида натрия. Раствор становится прозрачным, т.к. образовался фенолят натрия хорошо растворимый в воде. Содержимое пробирки подкислить каплей серной кислоты. Фенолят натрия разлагается на исходные вещества, в результате образуется свободный фенол, что делает раствор мутным. Написать уравнения реакции образования и разложения фенолята натрия.

Опыт 6. ***Качественная реакция на фенолы.***

Оборудование и реактивы: водный раствор фенола, раствор хлорида железа (III) $C_{FeCl_3} = 1\%$, пробирки, дистиллированная вода.

Методика выполнения: влить в пробирку 5 капель раствора фенола, добавить столько же воды и 2 капли раствора хлорида железа. При этом возникает насыщенная красно-фиолетовая окраска. Это качественная реакция на определение фенола. Написать уравнение реакции образования фенолята железа.

Лабораторная работа №5

«Карбоновые кислоты и их производные»

Опыт 1. ***Кислотные свойства карбоновых кислот.***

Оборудование и реактивы: 0,1н раствор уксусной кислоты, растворы метилового оранжевого, фенолфталеина, лакмуса синего, раствор карбоната натрия, пробирки, лучинка, спички.

Методика выполнения:

1. В три пробирки поместить по капле раствора уксусной кислоты. В первую добавить каплю метилового оранжевого, во вторую – лакмуса синего, в третью – фенолфталеина. В первой пробирке появляется красная окраска, во второй - розовая, в третьей – бесцветная. Объяснить наблюдаемые явления.
2. В пробирку прилить 2-3 капли раствора уксусной кислоты и добавить несколько крупинок карбоната натрия. К отверстию пробирки

поднести горящую лучинку. Пламя гаснет. Объяснить наблюдаемый эффект и написать уравнение реакции.

Опыт 2. ***Влияние атомов хлора в радикалах карбоновых кислот на кислотные свойства карбоксильной группы.***

Оборудование и реактивы: 0,1н растворы уксусной, монохлоруксусной, трихлоруксусной кислоты, раствор индикатора триопелин-00, пробирки.

Методика выполнения: в три пробирки внести по капле индикатора. В первую добавить четыре капли раствора уксусной кислоты, во вторую – монохлоруксусной, в третью – трихлоруксусной. Сравнить окраску растворов и сделать выводы. Интервал окраски индикатора треопелин-00 от желтой (pH 3,2) до красной (pH 1,3). Определить по результатам опыта, как влияет накопление атомов хлора в радикалах кислот на их кислотные свойства.

Опыт 3. ***Взаимное влияние карбоксильных групп в молекулах двухосновных кислот.***

Оборудование и реактивы: щавелевая, малоновая и янтарная кислоты, индикатор треопелин-00, пробирки.

Методика выполнения: в три пробирки внести по капле индикатора. В первую добавить четыре капли раствора щавелевой кислоты, во вторую – малоновой, в третью – янтарной. Сравнить окраску растворов и сделать выводы. Интервал окраски индикатора треопелин-00 от желтой (pH 3,2) до красной (pH 1,3).

Опыт 4. ***Гидролиз мыла.***

Оборудование и реактивы: 0,5 % раствор мыла, 0,1 % раствор фенолфталеина, пробирки.

Методика выполнения: в пробирку внести пять капель раствора мыла и каплю фенолфталеина. Раствор окрашивается в малиновый цвет. Объяснить наблюдаемый эффект и написать уравнение реакции.

Опыт 5. ***Образование нерастворимых солей высших жирных кислот.***

Оборудование и реактивы: 0,5 % раствор мыла, 5 % раствор хлорида кальция, пробирки.

Методика выполнения: в пробирку влить две капли мыла, каплю раствора хлорида кальция и взболтать. Выпадает белый осадок. Написать уравнение реакции.

Лабораторная работа №6

Качественные реакции катионов

Аналитические реакции катиона Na^+

Микрокристаллическая реакция с раствором калия гексагидроксостибата (V) $Na[Sb(OH)_6]$

В нейтральной среде (pH 7) на холоду катионы натрия образуют с гексагидроксостибат-ионом белый микрокристаллический осадок натрия гексагидроксостибата (V):$Na^+ + [Sb(OH)_6]^- = Na[Sb(OH)_6] \downarrow$

Из разбавленных растворов осадок выпадает медленно или вообще не выпадает. В сильно-щелочной среде осадок не образуется, а из сильно-кислых растворов выделяется белый аморфный осадок метасурьмяной кислоты HSbO3, который можно ошибочно принять за осадок $Na[Sb(OH)_6]$. В присутствии нитрат-ионов NO_3^- выделение осадка замедляется. Реакция малочувствительна и удается лишь при больших концентрациях катионов натрия.

Мешают катионы Li^+, Mg^{2+} и NH^{4+}.

Методика. На предметное стекло наносят каплю концентрированного раствора NaCl и одну каплю концентрированного раствора $K[Sb(OH)_6]$. Через 3-5 минут наблюдают под микроскопом образование кристаллов.

Аналитические реакции катионов калия K^+

1. Реакции с раствором натрия гексанитрокобалъта (III) $Na_3[Co(NO_3)_2]$

В концентрированных уксусно-кислых растворах (pH = 3) и нейтральной среде катионы калия образуют желтый кристаллический осадок натрия и калия гексанитрокобальта (III)

$2K^+ + Na_3[Co(NO_2)_6] = NaK_2[Co(NO_2)_6] \downarrow + 2Na^+$

Реакция идет медленно, при стоянии раствора. Для ускорения формирования осадка стенки пробирки потирают стеклянной палочкой.

Для проведения реакции используют свежеприготовленный водный раствор $Na_3[Co(NO_2)_6]$, так как со временем этот реагент разлагается.

В сильно кислой среде образуется нестойкая, быстро распадающаяся кислота $H_3[Co(NO_2)_6]$. В щелочной среде выпадает бурый осадок гидроксида кобальта (III) $Co(OH)_3$. Наличие катионов серебра в растворе повышает чувствительность реакции.

Предел обнаружения 4 мкг; мешают катионы NH^{4+} образующие такие же осадки.

Методика. В пробирку вносят 2 капли концентрированного раствора соли калия и 2 капли свежеприготовленного концентрированного раствора $Na_3[Co(NO_2)_6]$. Выпадает желтый осадок $NaK_2[Co(NO_2)_6]$. Если осадок не образуется, потирают стенки пробирки стеклянной палочкой.

2. Реакция с гидротартратом натрия $NaHC_4H_4O_6$

При взаимодействии с гидротартратом натрия или с винной кислотой $H_2C_4H_4O_6$ в присутствии ацетата натрия катионы калия образуют белый кристаллический осадок гидротартрата калия:

$K^+ + NaHC_4H_40_6 = KHC_4H_4O_6\downarrow + Na^+$

Образование осадка ускоряется при потираний стенок пробирки стеклянной палочкой. Осадок растворяется в кислотах с образованием винной кислоты и в щелочах с образованием средних тартратов.

Предел обнаружения 50 мкг; мешают катионы $NH^{4+,}$ образующие осадок состава $NH_4HC_4H_4O_6$.

Методика. В пробирку вносят 2-3 капли раствора соли калия, 2-3 капли раствора гидротартрата натрия и потирают стенки пробирки стеклянной палочкой. Через некоторое время выделяется белый кристаллический осадок.

Аналитические реакции катионов аммония NH^{4+}

1. Реакция разложения солеи аммония щелочами

При нагревании раствора соли аммония с щелочью выделяется аммиак:

$NH^{4+} + OH^{-} = NH_3 \uparrow + H_2O$

Выделившийся газ обнаруживают с помощью влажной фенолфталеиновой бумаги, которая в парах аммиака окрашивается в малиновый цвет.

Реакция специфична и высокочувствительна: предел обнаружения 0,01 мкг, а предельная концентрация 2*10-7 г/мл

Методика. В пробирку вносят 8-10 капель раствора соли аммония, прибавляют такой же объем раствора NaOH и осторожно нагревают раствор, не допуская его кипения и разбрызгивания. Над раствором помещают влажную красную лакмусовую бумажку, не касаясь ею стенок пробирки во избежание попадания на бумажку капелек щелочного раствора. Выделяющиеся пары аммиака окрашивают бумагу в малиновый цвет.

2. Реакции с реактивом Несслера – смесью калия тетраиодомеркурата (II) $K_2[HgJ_4]$ с КОН

Катионы аммония образуют с реактивом Несслера аморфный красно-бурый осадок:

$NH^{4+} + 2[Hgl_4]^{2-} + 4OH^{-} = [OHg\ _2NH_2]I + 7I^{-} + 3H_2O$

Реакция высокочувствительна: предел обнаружения 0,05-0,25 мкг. Позволяет открыть следы катионов аммония – наблюдается окрашивание раствора в желтый или бурый цвет. Мешают все катионы, дающие со щелочами окрашенные осадки: (Cr^{3+}, Fe^{3+}, Co^{2+}, Ni^{2+} и др.) и ионы, разлагающие реактив Несслера (Ag^{+}, Hg^{2+} и др.)

Методика. К 1-2 каплям раствора соли аммония прибавляют 2 капли раствора реактива Несслера. Выпадает аморфный красно-бурый осадок.

Аналитические реакции катиона серебра Ag^{+}.

Реакция с растворимыми хлоридами, бромидами и иодидами.

При взаимодействии с растворами хлоридов, бромидов, иодидов катионы Ag+ образуют осадки:

Ag+ + Cl– →AgCl↓ (белый)

Ag+ + Br– → AgBr↓ (желтоватый)

Ag+ + J– → AgJ↓ (желтый)

Осадок хлорида серебра растворяется в концентрированном аммиаке с образованием комплекса [Ag(NH3)2]Cl. При подкислении раствора этого комплекса снова выпадает осадок:

$AgCl + 2NH_3 = [Ag(NH_3)_2]Cl(p.p)$

$[Ag(NH_3)_2]CI(p.p) + 2H+ = AgCl \downarrow + 2\ NH_{4+}$

При прибавлении к раствору комплекса раствора иодида калия образуется осадок иодида серебра AgJ:

$[Ag(NH_3)_2]CI(p.p) + KI = AgJ\downarrow + KCl + 2NH_3$

Кроме того осадок AgCl растворяется в концентрированной соляной кислоте и концентрированных растворах тиосульфата натрия с образованием растворимых комплексов:

$AgCl\downarrow + Cl^- \rightarrow [AgCl2]^-$

$AgCl\downarrow + 2\ Na_2S_2O_3 \rightarrow Na_3[Ag(S_2O_3)_2] + NaCl$

Осадок AgBr малорастворим, а Agl – нерастворим в концентрированном аммиаке.

Открытию катионов Ag^+ мешают катионы Pb^{2+}, $Hg^{2+,}$ также образующие малорастворимые осадки хлоридов.

Методика. В одну пробирку вносят 2-3 капли раствора NaCl, в другую – столько же капель раствора NaBr, а в третью – столько же раствора К1. В каждую пробирку добавляют по 3-5 капель раствора нитрата серебра AgNO3 и наблюдают помутнение растворов и выпадение осадков AgCl, AgBr и Agl. Испытывают растворимость осадков, добавляя в каждую пробирку по 5-10 капель концентрированного аммиака. При этом осадок AgCl растворяется полностью, AgBr – частично, Agl – не растворяется.

Аналитические реакции катионов бария $Ba^{2+.}$

1. Реакция с сульфат ионами (SO42-).

Катионы бария Ba2+ образуют с сульфат-ионами SO42- белый кристаллический осадок сульфата бария: $Ba2+ + SO42- \rightarrow BaSO4\downarrow$

Мешают катионы Ca2+, Sr2+, Pb2+

Осадок нерастворим в щелочах и кислотах. При нагревании с растворами карбонатов (например, соды) сульфат бария превращается в малорастворимый карбонат бария, который растворяется в кислотах:

$BaSO4\downarrow + Na2CO3 \rightarrow BaCO3\downarrow + Na2SO4$

$BaCO3\downarrow + 2HC1 \rightarrow BaC12 + CO2 + H2O.$

Методика. В пробирку вносят 2-3 капли раствора ВаСЬ и прибавляют по каплям раствор H2SO4. Выпадает белый мелкокристаллический осадок сульфата бария.

2. Реакция с дихромат-ионами (C2O72-).

В присутствие ацетат-ионов ионы Ba2+ образуют с дихромат-ионами желтый осадок хромата бария:

$2Ba2+ + Cr2O72- + 2CH3COO^- + H2O \rightarrow 2BaCrO4\downarrow + 2CH3COOH$

Образование осадка хромата BaCrO4 , а не дихромата бария BaCr2O7 объясняется меньшей растворимостью хромата в воде.

В водных растворах дихроматов устанавливается равновесие:

$Cr2O72^- + H2O \rightarrow 2CrO42^- + 2H+$

Для нейтрализации ионов водорода в раствор вносят ацетат натрия. Ацетат-ионы CH3COO– связывают иолы водорода в слабую уксусную кислоту CH3COOH, и равновесие образования хромат-ионов из дихромат-ионов смещается вправо. Полнота осаждения хромата бария возрастает.

Осадок хромата бария растворяется в сильных кислотах, но не растворяется в уксусной кислоте.

Мешают Ag+, Pb2+, Cd2+, Co2+, Ni2+ и другие катионы, дающие осадки хроматов. Катионы Ca2+, Sr2+ не мешают открытию катионов бария.

Методика. В пробирку вносят 5 капель раствора BaCl2 и прибавляют 5 капель раствора дихромата калия K2Cr2O7 и 4-5 капель раствора ацетата натрия CH3COONa. Выпадает желтый кристаллический осадок хромата бария.

В таблице 3 охарактеризованы продукты некоторых аналитических реакций катионов третьей аналитической группы по кислотно-основной классификации**.**

Аналитические реакции катиона цинка Zn^{2+}.

Реакция с щелочами (NaOH, KOH и. др.).

Катионы цинка Zn^{2+} образуют с гидроксидами щелочных металлов белый осадок, растворяющийся в избытке щелочи с образованием бесцветного гидрокомплекса:

$Zn2+ + 2OH– \rightarrow Zn(OH)_2\downarrow$

$Zn(OH)2\downarrow + 2OH– \longrightarrow [Zn(OH)_4]^{2-}$

Методика. В пробирку вносят 5-6 капель раствора хлорида цинка, прибавляют 1-2 капли раствора NaOH. Выпадает белый осадок гидроксида цинка. Продолжают прибавлять по каплям раствор NaOH при перемешивании. Осадок растворяется.

Аналитические реакции катиона алюминия Al^{3+}.

1. Реакция с щелочами.

Катионы Al3+ при реакции с щелочами в растворах дают белый осадок гидроксида алюминия A1(OH) 3, который растворяется в избытке щелочи с образованием гидрокомплекса [Al(OH) 4]– :

$Al3+ + 3OH– \rightarrow Al(OH)3\downarrow$

$Al(OH)3\downarrow + OH– \rightarrow [Al(OH)\ 4]\ –$

Наиболее полное осаждение происходит при pH = 5-6. Осадок Al(OH) 3 растворяется в кислотах, но не растворяется в аммиаке.

При нагревании щелочного раствора комплексной соли с хлоридом аммония гидроксокомплексы алюминия разрушаются и снова выпадает

осадок гидроксида алюминия:

$[Al(OH)\ 4]^- + NH_4^+ \rightarrow Al(OH)_3\downarrow + NH_3\uparrow + H_2O$

Методика. В пробирку вносят 3-5 капель раствора соли алюминия, по каплям добавляют раствор NaOH. Выпадает белый осадок. Продолжают прибавление NaOH, осадок растворяется. При добавлении к полученному раствору несколько кристаллов NH_4Cl и нагревании осадок $Al(OH)_3$ выпадает вновь.

2. Реакция с ализарином (1,2-диоксиантрахинон).

Ализарин в реакциях с катионами алюминия Al^{3+} в аммиачной среде образует малорастворимые комплексные соединения ярко-красного цвета, называемые "алюминиевыми лаками":

Комплекс устойчив в уксуснокислой среде. Реакция высокочувствительна: предел обнаружения 0,5 мкг. Мешают катионы, образующие комплексы с ализарином: (Zn^{2+}, Sn^{2+}, Cr^{2+}, Mn^{2+}, Fe^{3+} и др.).

Методика. В пробирку вносят 2-3 капли раствора соли алюминия, 2-3 капли раствора щелочи (появляется белый осадок). Добавляют 1-2 капли раствора ализарина и 1-2 капли уксусной кислоты. Раствор окрашивается в красный цвет, возможно помутнение раствора.

Аналитические реакции катиона олова (II) Sn^{2+} .

Реакция со щелочами.

Соединения олова (II) при взаимодействии с щелочами выделяют из раствора белый осадок гидроксида олова Sn(OH) 2, растворимый в избытке реагента с образованием гидроксокомплекса $[Sn(OH)_4]^{2-}$:

$Sn^{2+} + 2OH^- \rightarrow Sn(OH)_2\downarrow$

$Sn(OH)_2\downarrow + 2OH^- \rightarrow [Sn(OH)_4]^{2-}$

Осадок Sn(OH)2 растворяется в кислотах.

Методика. В пробирку вносят несколько капель раствора соли олова (II), прибавляют по каплям раствор NaOH: вначале до выпадения белого осадка Sn(OH)2, а затем – до его растворения.

Аналитические реакции катиона хрома (III) Cr^{3+}.

1. Реакции со щелочами и аммиком.

Катионы Cr^{3+} с растворами щелочей или аммиака образуют осадок гидроксида хрома (III) серо-зеленого или сине-фиолетового цвета:

$Cr^{3+} + 3OH^- \rightarrow Cr(OH)_3\downarrow$

$Cr^{3+} + 3NH_3 \cdot H_2O \rightarrow Cr(OH)_3\downarrow + 3NH_4^+$

Осадок $Cr(OH)_3$ обладает амфотерными свойствами, т.е.

растворяется как в щелочах, так и в кислотах:

Cr (OH) 3 ↓+ 3OH– → [Cr(OH)6] 3-

Cr (OH) 3 ↓+ 3HCl + 3H2O → [Cr(H2O)6]3- + 3Cl–

В растворе аммиака гидроксид хрома (III) растворяется лишь частично с образованием фиолетового комплекса [Cr(NH3) 6] 3+

Cr (OH) 3 ↓+ 6NH3*H2O → [Cr (NH3)6] 3+ + 3OH– + 6H2O

Методика. В две пробирки вносят по несколько капель соли хрома (III). В них добавляют по каплям: в первую – раствор NaOH, во вторую – раствор аммиака до выпадения серо-зеленого (или сине-фиолетового) осадка. При прибавлении в первую пробирку (по каплям) раствора NaOH и перемешивании осадок растворяется с образованием раствора зеленого цвета. Добавление (по каплям) во вторую пробирку раствора аммиака приводит лишь к частичному растворению осадка. Раствор над осадком становится фиолетовым.

2. Реакции окисления катионов хрома пероксидом водорода и другими окислителями

Катионы Cr3+ при взаимодействии с окислителями (пероксидом водорода, перманганатом калия и др.) окисляются до хромат-ионов CrO42- (желтая окраска) или до дихромат-ионов CrO72- (желто-оранжевая окраска):

а) Окисление пероксидом водорода.

Окисление пероксидом водорода H2O2 проводят обычно в щелочной среде при нагревании:

2[Cr(OH)6]3- + 3H2O2 = 2CrO42- + 2OH– + 8H2O

Методика. В пробирку вносят 2-3 капли раствора соли хрома (III), добавляют 4-5 капель 2 моль/л раствора NaOH, 2-3 капли 3%-го раствора H2O2 и нагревают до изменения зеленой окраски раствора (цвет аквакомплексов [Cr(H2O)6]3-) на желтую (цвет хромат-ионов).

б) Окисление перманганатом калия.

Перманганат калия KMnO4 в сернокислой среде при нагревании окисляет катион Cr3+ до дихромат-иона Cr2O72- : 10Cr 3+ + 6MnO4– + 11H2O = 5Cr2O72- + 6Mn 2+ + 22H+

Методика. В пробирку вносят 3-4 капли раствора соли хрома (III) (не хлорида!), прибавляют 3-4 капли раствора серной кислоты, нагревают и прибавляют к ней по каплям раствор KMnO4 до желто-оранжевой окраски раствора. При дальнейшем прибавлении реагента выпадает бурый осадок MnO2.

В таблице 4 приведены продукты некоторых аналитических реакций катионов четвертой аналитической группы по кислотно-основной классификации.

Аналитические реакции катиона магния Mg^{2+}.

1. Реакции с щелочами и аммиаком.

Катионы Mg2+ при действии щелочей и аммиака образуют белый аморфный осадок гидроксида магния Mg(OH):

Mg2++2OH– → Mg(OH)2↓

Mg2+ + 2NH3 * H2O ↔ Mg(OH)2 + 2NH4+

При реакции с аммиаком достигается неполное осаждение катионов Mg2+ в виде гидроксида, т.к. гидроксид магния частично растворяется в растворах солей аммония, особенно концентрированных.

Осадок Mg(OH) 2 не растворяется в щелочах, но растворяется в кислотах:

Mg(OH)2 + 2H+ → Mg2+ + 2H2O

Методика. В две пробирки вносят по 5-6 капель раствора соли магния и прибавляют по каплям: в одну – раствор NaOH, а в другую раствор аммиака до выпадения белого аморфного осадка.

2. Реакция с гидрофосфатом натрия (NaHPO4).

Катионы Mg2+ образуют с гидрофосфатом натрия в присутствии аммиачного буферного раствора белый мелкокристаллический осадок магний-аммоний фосфатаNH4MgPO4:

Mg2+ + HPO42- + NH3 =NH4MgPO4↓

Осадок магний-аммоний фосфата растворяется в минеральных кислотах и в уксусной кислоте:

NH4MgPO4↓ + 3HC1 →H3PO4 + MgCl2 + NH4Cl

NH4MgPO4↓ + 2 CH3COOH → NH4H2PO4 + (CH3COO)2Mg

Реакция образования NH4MgPO4 достаточно чувствительна: предел обнаружения 0,01 мкг. Мешают катионы Li+, Ca2+, Sr2+, Ba2+ и другие, дающие малорастворимые фосфаты.

Методика. В пробирку вносят 2-3 капли раствора соли магния, прибавляют по 1-2 капли растворов NH4C1, аммиака и Na2HPO4. Раствор мутнеет и образуется белый осадок NH4MgPO4.

Аналитические реакции висмута (III) Bi^{3+}.

1. Реакция гидролиза.

Разбавление водой растворов солей висмута (III) приводит к их гидролизу с выделением белого осадка оксохлорида висмута BiOCl:

BiCl3 + H2O ↔ BiOCl ↓+ 2HC1

[BiC16]3- + H2O ↔ BiOCl ↓ + 2HC1 + 3C1–

При прибавлении раствора HCl и нагревании осадок растворяется (обратная реакция).

2. Реакция восстановления висмута (III) до металла

В щелочной среде (pH ~ 10) олово (II) восстанавливает висмут (III) до металлического висмута (0), выделяющегося в виде черного осадка. Олово (II) при этом окисляется до олова (IV):

2Bi(OH)3 + 3[Sn(OH)4] 2- → 2Bi↓ + 3[Sn(OH)6] 2-

При большом избытке щелочи и нагревании выпадает также черный осадок металлического олова вследствие протекания реакции диспропорционировапия:

2[Sn(OH)4] 2- → Sn + [Sn(OH)6]2-+ 2OH–

Методика. В пробирку вносят 2 капли солянокислого раствора хлорида олова (II), 8-9 капель 2 моль/л раствора NaOH до растворения первоначально выпавшего осадка Sn(OH)2 и добавляют 1-2 капли раствора соли висмута (III). Выпадает осадок черного цвета – металлический висмут.

Аналитические реакции катиона марганца (II) $Мп^{2+}$.

Реакция окисления катионов Mn2+ до пермангапат-ионов.

Катионы Mn2+ под действием различных окислителей окисляются до перманганат-ионов MnO4–, окрашивающих раствор в малино-фиолетовый цвет. В качестве окислителей применяют висмутат натрия NaBiO3, персульфат аммония (NH4)2S2O8, диоксид свинца PbO2 и др. Чаще всего используют висмутат натрия.

Реакции окисления проводят в отсутствие хлорид-ионов Cl–, т.к. они восстанавливаются перманганат-ионами до хлора Cl2:

2MnO4 + 10C1– + 16H+ → 2Mn2+ + 5Cl2 + 8H2O

а) Окисление висмутатом. натрия в кислой среде протекает по схеме:

2Mn2+ + 5NaBiO3+ 14H+ → 2MnO4– + 3Bi3+ + 5Na+ + 7H2O

Избыток висмутата натрия может маскировать окраску раствора. Методика. В пробирку вносят 5 капель концентрированной HNO3 и несколько крупинок висмутата натрия. Смесь перемешивают и добавляют к ней 1-2 капли раствора сульфата MnSO4 или нитрата Mn(NO3) 2 (но не хлорида MnCl2). Пробирку оставляют в штативе в вертикальном положении, через некоторое время раствор над реакционной смесью окрашивается в малиново-фиолетовый цвет.

б) Окисление персульфатом аммония.

Реакцию проводят в кислой среде в присутствии катализатора солей серебра (AgNO3) при нагревании:

2Мп2+ + 5S2O82- + 8H2O → 2MnO4– + 10SO42+ + 16H+

Катализатором могут быть также соли кобальта и меди.

В горячем растворе возможно разложение перманганат-ионов, которое замедляется в присутствии ортофосфорной кислоты H3PO4.

Методика. В пробирку внося несколько кристалликов (NH4)2S2O8 (или – 0,5 мл насыщенного раствора (NH4)2S2O8, прибавляют ~2 мл раствора HNO3 (или H2SO4), 2-3 капли раствора AgNO3, 1-2 капли концентрированного раствора H3PO4. Нагревают смесь до кипения и прибавляют каплю раствора соли марганца (II). Раствор окрашивается в малиновый цвет.

Аналитические реакции катиона железа (II) Fe^{2+}.

Аквакатионы железа (II) [Fe(H2O)6]2+ практически бесцветны, поэтому солей железа (II) обычно не окрашены.

1. Реакции с щелочами и аммиаком.

Катионы Fe2+ образуют со щелочами и аммиаком зеленоватый осадок гидроксида железа (II) (в отсутствие кислорода воздуха он белый):

Fe2+ + 2OH– →Fe(OH)2↓

Гидроксид Fe(OH)2 растворяется в кислотах, но не растворяется в щелочах. При стоянии на воздухе гидроксид железа (II) постепенно темнеет вследствие окисления железа (II) до железа (III) кислородом воздуха и образования красно-бурого гидроксида железа (III):

4Fe(OH)2 ↓ + O2 + 2H2O → 4Fe(OH)3↓

В щелочной среде железо (II) легко окисляется пероксидом водорода, образуется красно-бурый осадок гидроксида железа(III):

2Fe2+ + H2O2 + 4OH– →2Fe(OH)3↓

Методика. а) В пробирку вносят 5-6 капель раствора железа (II) и по каплям добавляют раствор NaOH до прекращения выпадения осадка Fe(OH)2. На воздухе осадок постепенно темнеет.

б) К свежеприготовленному, как описано выше, белому осадку Fe(OH)2 прибавить по 2-3 капли растворов NaOH и H2O2. Окраска осадка изменяется до красно-бурой.

2. Реакция с калия гексацианоферратом (III) (красной кровяной солью или феррицианидом калия)

Катионы Fe2+ реагируют с K3[Fe(CN)6] в кислой среде с образованием темно-синего осадка "турнбуленовой сини". Ранее полагали, что состав этого осадка соответствует формуле Fe3[Fe(CN)6]2*xH2O с переменным числом молекул воды. Позднее было доказано, что уже при образовании этого осадка осуществляется окислительно-восстановительный процесс с переносом

электронов от «внешнего» железа (II) к «внутреннему» железу (III):

Fe2+ + [Fe+3 (CN)6] 3- → Fe3+ + [Fe+2(CN)6] 4-

Образующиеся катионы Fe3+ и анионы [Fe+2(CN)6] 4- дают темно-синий осадок конечного продукта Fe4+3[Fe+2(CN)6]3*xH2O, названного "турнбуленовой синью":

4Fe3+ + 3[Fe(CN)6]4– →Fe4[Fe(CN)6]3↓

Суммарное уравнение реакции:

4Fe2+ + 4[Fe+3 (CN)6] 3- → Fe4+3[Fe+2(CN)6]3↓ + [Fe+2(CN)6]4-

По составу, структуре и свойствам осадок "турнбуленовой сини идентичен осадку "берлинской лазури", получаемому при прибавлении K4[Fe(CN)6] к растворам солей железа (III).

Реакция очень чувствительна: предел обнаружения 0.05 мкг. Осадок "турнбуленовой сини'" не растворяется в кислотах, но разлагается в щелочной среде.

Методика. В пробирку вносят 2-3 капли раствора соли железа (II), прибавляют' 1-2 капли раствора HCl и 2-3 капли раствора ферроцнанида калия K3[Fe(CN)6]. Раствор окрашивается в синий цвет и выделяется синий осадок "турнбуленовой сини".

Аналитические реакции катиона железа (III) Fe^{3+}.

Аквакатионы железа (III) [Fe(H2O)6]3+ окрашены в желтый цвет, поэтому водные растворы солей железа (III) имеют желтую или красновато-бурую окраску.

1. *Реакция с щелочами и аммиаком.*

Катионы Fe3+ при взаимодействии со щелочами и аммиаком в водных растворах образуют красно-бурый осадок гидроксида железа (III):

Fe3+ + 3OH– → Fe(OH) 3↓

Осадок растворим в разбавленных кислотах. Он не растворяется в насыщенном растворе хлорида аммония (в отличие от осадка Pe(OH)2), а также в растворах щелочей.

Методика. В пробирку вносят 3-4 капли раствора соли железа (Ш) и прибавляют 3-4 капли раствора NaOH. Выпадает красно-бурый осадок гидроксида железа (III).

2. *Реакция с калия гексацианоферратом (III)(желтой кровяной солью гит феррощшнидом калия)*

Катионы Fe3+ в кислой среде (pH=2-3) реагируют с ферроцианидом калия с образованием темно-синего осадка "берлинской лазури". Состав осадка описывают формулой Fe4[Fe(CN)6]3*xH2O с переменным

количеством молекул воды. Этот осадок неустойчив в щелочной среде, но стабилен в кислом растворе, поэтому реакцию проводят в кислой среде при pH ~ 2-3. Реакция образования чистой "'берлинской лазури" протекает по схеме:

4Fe3+ + 3[Fe(CN)6] 4-⟶ Fe4[Fe(CN)6]3↓

Реакция высокочувствительна. Открываемый минимум около 0,05 мкг. Мешают, как и при получении "турнбуленевой сини" окислители и восстановители.

Как и в случае с "турнбуленовой синью", осадок "берлинской лазури" не растворяется в кислотах и разлагается при прибавлении раствора щелочи:

Fe4[Fe(CN)6]3 ↓ + 12OH– ⟶ [Fe(CN)6]4- + 4Fe(OH)3 ↓

Методика. В пробирку вносят 2-3 капли раствора соли железа (III), прибавляют 1-2 капли раствора HCl и 2 капли раствора K4[Fe(CN)6]. Раствор окрашивается в синий цвет, выпадает осадок "берлинской лазури".

3. Реакция с тиоционат (роданид) ионами SCN–

Катионы Fe3+ реагируют с тиоцинат-ионами SCN– (лучше в кислой среде при pH ~ 3) с образованием тиоционатных комплексов железа (Ш) красного цвета:

[Fe (H2O)6.n] 3 + nSCN– ⟶ [Fe(SCN)n(H2O)6.n]3-n + nH2O, n = 1,2,3,…6.

В зависимости от соотношения концентраций реагентов могутдоминировать комплексы различного состава. Все они имеют красную окраску и находятся в равновесии.

Реакция высокочувствительна: предел обнаружения катионов железа (III) составляет 0,25 мкг. Мешают многие вещества: окислители, восстановители, ртуть (II), фториды, фосфаты, иодиды, цитраты, тартраты и другие соединения. Катионы железа (II) не мешают.

Методика. В пробирку вносят 3-4 капли раствора соли железа (III) и прибавляют 3-4 капли раствора тиоционата аммония или калия. Раствор окрашивается в красный цвет.

В таблице 5 охарактеризованы продукты некоторых реакций катионов пятой аналитической группы по кислотно-основной классификации.

Аналитические реакции катиона меди (II) Cu^{2+}.

Аквакатионы меди (II) [Cu(H2O)4]2+ окрашены в голубой цвет, поэтому водные растворы содей меди (II) имеют голубую окраску с разными оттенками.

1. Реакции 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 последующем кипячении реакционной смеси осадок гидроксида меди разлагается до черного оксида меди (II):

Cu(OH)2 ↓ → CuO ↓ + H2O

Осадок Cu(OH)2 растворяется в кислотах, в растворе аммиака (с образованием комплекса [Cu(NH3)4]2+ синего цвета), комплексообразующих органических кислотах (винная, лимонная):

Cu(OH)2 ↓ + 2H+→ Cu2+ + 2H2O

Cu(OH)2 ↓ + 4NH3*H2O → [Cu(NH3)4]2++ 2OH– + 4H2O

Cu(OH)2 ↓ + 2 H2Tartr → [Cu(Tartr)2]2-+ 2H2O + 2H+

Методика. В пробирку вносят 3-4 капли раствора соли меди (II) и прибавляют 1-2 капли раствора NaOH. Образуется осадок гидроксида меди голубого или сине-зеленого цвета. Смесь осторожно нагревают до кипения и кипятят до потемнения осадка вследствие образования черного оксида меди (II).

2. Реакция с аммиаком (NH3).

При постепенном прибавлении раствора аммиака к раствору соли меди (II), выпадает осадок основной соли меди (сине-зеленого цвета), который растворяется в избытке аммиака с образованием комплексного катиона ярко-синего цвета:

CuCl 2 + NH3*H2O(недостаток) → CuOHCl ↓+ NH4Cl

Cu(OH)Cl↓+ 4 NH3*H2O(избыток)→ [Cu(NH3)4] 2+ + 4 H2O + OH– + Cl–.

При единовременном добавлении избытка раствора аммиака голубой раствор сразу же переходит в ярко синий:

CuCl 2 + 4 NH3*H2O (избыток) → [Cu(NH3)4] 2++ 2C l– + 4 H2O.

В кислой среде комплексный катион меди разрушается и окраска из ярко-синей переходит в голубую (цвет аквакомплекса меди (II)):

Cu(NH3)4]2+ + 4H3O+ → [Cu(H2O)4]2++ 4NH4+

Мешают катионы Co2+, Ni2+ и Sn2+, образующие аммиачные окрашенные комплексы.

Методика. В пробирку вносят 3-5 капель раствора соли меди (II) и прибавляют по каплям разбавленный раствор аммиака при перемешивании смеси. Выпадающий вначале голубой (или голубовато-зеленый) осадок основной соли меди (II), затем осадок растворяется с образованием ярко-синего раствора. Прибавляют по каплям разбавленный раствор одной из кислот – HCl, HNO3 или H2SO4. Окраска раствора из ярко-синей переходит в голубую.

Лабораторная работа №7

Качественные реакции анионов

Реакции иона SO_4^{2-}

Сульфат-ион обычно обнаруживают в виде белого кристаллического осадка BaSO4, практически нерастворимого в соляной и азотной кислотах.

BaCl2 + Na2SO4 = BaSO4↓ + 2NaCl

Ион бария образует малорастворимые осадки также со многими анионами слабых кислот и кислот средней силы: BaCO3, BaSO3, BaS2O3, Ba3(PO4)2, BaSiO3, BaCrO4. Однако все они растворяются в минеральных кислотах и поэтому обнаружению SO42- в кислой среде не мешают. Затруднение возникает только при обнаружении SO42- в присутствии SO32-, S2-, S2O32- из-за выпадения осадка элементарной серы, которую можно ошибочно принять за осадок BaSO4. Для устранения влияния этих анионов перед обнаружением SO42- к раствору прибавляют соляную кислоту и его кипятят. Выпавший осадок серы отфильтровывают. В фильтрате обнаруживают SO42- действием хлорида бария. Для подкисления не следует использовать азотную кислоту, чтобы не произошло окисления сульфид-, полисульфид-, сульфит-, тиосульфат-ионов до сульфат-ионов.

Предел обнаружения 10 мкг.

Методика. К 5 каплям анализируемого раствора прибавляют равный объем концентрированной соляной кислоты и нагревают около 1 минуты. Если выпадает осадок, его центрифугируют. К прозрачному раствору прибавляют 2-3 капли раствора BaCl2 и взбалтывают. В присутствии SO42- выпадает белый кристаллический осадок.

Реакции иона SO_3^{2-}

Хлороводородная и серная кислоты разлагают сульфиты (как сухую соль, так и водные растворы) с выделением SO2, который можно обнаружить по запаху или по обесцвечиванию иод-крахмальной бумаги или раствора иода:

Na2SO3 + 2HCl =SO2 + H2O + 2NaCl

I2 + SO2 + 2H2O = 2HI + H2SO4

Предел обнаружения 20 мкг.

Методика. К 1-2 каплям анализируемого раствора прибавить 2-3 капли 2 М раствора HCl, 1 каплю крахмала и по каплям раствор иода. Исчезновение синей окраски крахмала и обесцвечивание раствора – признак присутствия SO32-.

Реакции иона $S_2O_3^{2-}$

1. *Минеральные кислоты HCl и H2SO4 разлагают* тиосульфаты с образованием непрочной тиосерной кислоты. Выделяющаяся сера вызывает помутнение раствора.

Na2S2O3 + 2HCl = S↓ + SO2 + H2O + 2NaCl

Предел обнаружения 10 мкг.

Методика. К 1-2 каплям исследуемого раствора добавить 2-3 капли соляной кислоты. В присутствии тиосульфат-иона наблюдается образование коллоидной серы.

2. . Нитрат серебра образует с S2O32- белый осадок Ag2S2O3, который быстро желтеет, буреет и, наконец, становится черным вследствие образования сульфида серебра:

Na2S2O3 + 2AgNO3 =Ag2S2O3↓ + 2NaNO3

Ag2S2O3 + H2O =Ag2S↓ + H2SO4

Тиосульфат серебра растворяется в избытке тиосульфата натрия с образованием комплексных соединений. Следовательно, осадок тиосульфата серебра может выпасть на холоду только при условии содержания в растворе избытка ионов серебра.

Предел обнаружения 10 мкг.

Методика. К 1 капле исследуемого раствора добавить 2-3 капли нитрата серебра. В присутствии тиосульфат-иона выпадает осадок.

Реакции иона CO_3^{2-}

Разбавленные кислоты, в т.ч. и уксусная, разлагают карбонаты с выделением углекислого газа, который можно обнаружить по помутнению известковой или баритовой воды:

Na2CO3 + 2HCl ¾® CO2 + H2O + 2NaCl

CO2 + Ba(OH)2 ¾® BaCO3↓ + H2O

Предел обнаружения 10 мкг.

Методика. Реакция выполняется в двухходовой пробирке. В одно колено помещается 1-2 мл баритовой (или известковой) воды, в другое – 2-3 мл исследуемого раствора (или твердого вещества) и 3-4 мл соляной кислоты и пробирка закрывается пробкой. При наличии карбонат-ионов наблюдается выделение газа и помутнение баритовой воды.

Реакции иона PO_4^{3-}

Молибденовая жидкость (азотнокислый раствор молибдата аммония (NH4)2MoO4) из азотнокислых растворов осаждает желтый осадок молибдофосфата аммония, легко растворяющийся в щелочах и аммиаке и нерастворимый в азотной кислоте:

NaH2PO4 + 12(NH4)2MoO4 + 22HNO3 ® (NH4)3[PMo12O40]↓ + 12H2O + 21NH4NO3 + NaNO3

Осадок молибдофосфата растворим в избытке фосфата, поэтому реактив нужно брать в большом избытке. Мешают восстановители SO32-, S2O32-, S2-, Fe2-, Sn2+, т.к. в их присутствии образуется растворимая «молибденовая синь». Силикат-ионы образуют аналогичные соединения.

Предел обнаружения 0,5 мкг.

Методика. К 1-2 каплям раствора фосфата прибавить 8-10 капель молибденовой жидкости и нагреть на водяной бане. Дать постоять. В зависимости от количества фосфата может выпасть желтый осадок (если фосфата много) или появиться желтое окрашивание раствора (если фосфата мало).

Реакции иона Cl^-.

1. Нитрат серебра образует с хлорид-ионами белый творожистый осадок хлорида серебра:

$$NaCl + AgNO3 = AgCl + NaNO3$$

Хлорид серебра не растворяется в азотной кислоте, но легко растворяется при действии веществ, способных связывать ион серебра в комплекс. Предел обнаружения хлорида – 10 мкг.

Методика. К 1-2 каплям исследуемого раствора добавить 1 каплю нитрата серебра. В присутствии хлорид-ионов выпадает белый творожистый осадок.

2. Ацетат свинца образует с хлорид-ионами малорастворимый в холодной воде осадок, который заметно растворим в горячей воде:

$$2NaCl + Pb(CH3COO)2 = PbCl2\downarrow + 2CH3COONa$$

Предел обнаружения 25 мкг.

Методика. К 2-3 каплям исследуемого раствора добавить 3-4 капли раствора ацетата свинца. Сразу появляется белый кристаллический осадок PbCl2. Раствор с осадком нагреть, перемешивая стеклянной палочкой. Дать постоять несколько секунд и слить горячую прозрачную жидкость. При медленном охлаждении раствора выделяются игольчатые кристаллы хлорида свинца.

3. Дихромат калия и концентрированная серная кислота при нагревании с хлоридами образуют летучее соединение – хлористый хромил красно-бурого цвета, которое растворяется в щелочи с образованием хромата щелочного металла:

$$4NaCl + K2Cr2O7 + 6H2SO4 = 2CrO2Cl2 + 2KHSO4 + 3H2O$$

$$CrO2Cl2 + 4NaOH = Na2CrO4 + 2NaCl + 2H2O$$

Предел обнаружения 1,5 мкг.

Методика. Твердую соль смешать примерно с двойным количеством твердого K2Cr2O7 и тщательно растереть в ступке. Затем поместить в пробирку и прилить 4-5 капель концентрированной H2SO4. Содержимое пробирки перемешать осторожным вращением, пробирку закрыть пробкой, в которую вставлена пипетка с капилляром, заполненным 1-2 каплями 2 М

раствора щелочи. При осторожном нагревании пробирки наблюдается выделение красно-бурых паров, сгущающихся в такого же цвета жидкость. Раствор щелочи в капилляре окрашивается в желтый цвет. Так как аналогичную окраску дают также бром и иод, то наличие хрома доказывается образованием надхромовой кислоты. Для этого раствор, находящийся в пипетке, следует перенести в чистую пробирку и подкислить 2 М раствором серной кислоты. В присутствии брома или иода наблюдается выделение бурых или фиолетовых паров, в этом случае раствор нагревать до прекращения выделения окрашенных паров. Затем жидкость охладить и прибавить несколько капель ее к заранее приготовленной смеси, состоящей 0,5 мл эфира, 0,5 мл 2 М H_2SO_4 и 0,5 мл 3 %-ного раствора H_2O_2. После перемешивания эфирный слой окрашивается в синий цвет вследствие образования надхромовой кислоты.

Реакции иона Br^-.

1. Нитрат серебра образует с бромид-ионами белый творожистый осадок бромида серебра:

$$NaBr + AgNO_3 = AgBr\downarrow + NaNO_3$$

Бромид серебра не растворяется в азотной кислоте, плохо растворим в растворах аммиака и практически нерастворим в растворе карбоната аммония (отличие от AgCl).

Предел обнаружения бромида – 5 мкг.

Методика. К 1-2 каплям исследуемого раствора добавить 1 каплю нитрата серебра. В присутствии бромид-ионов выпадает белый осадок.

2. Концентрированная серная кислота при действии на бромиды выделяет бромоводород (вытяжной шкаф!), который частично окисляется до свободного брома:

$$2NaBr + H_2SO_4 = 2HBr + Na_2SO_4$$

$$2HBr + H_2SO_4 = Br_2 + SO_2 + H_2O$$

Предел обнаружения 5 мкг.

Методика. К 1-2 каплям исследуемого раствора или небольшому количеству сухой соли добавить 2-3 капли концентрированной серной

кислоты. В присутствии бромид-ионов появляются бурые пары брома.

Реакции иона I^-.

1. Нитрат серебра образует с иодид-ионами желтый осадок иодида серебра:

KI + AgNO3 = AgI↓ + KNO3

Иодид серебра не растворяется в азотной кислоте и аммиаке (отличие от AgCl и AgBr) и растворяется в растворах тиосульфата и цианида натрия вследствие образования очень прочных комплексных ионов AgS2O3-, Ag(S2O3)3-, Ag(CN)2-.

Предел обнаружения 1 мкг.

Методика. К 1-2 каплям исследуемого раствора добавить 1 каплю нитрата серебра. В присутствии иодид-ионов выпадает желтый осадок.

2. Ацетат свинца осаждает I- в виде золотистого или желтого осадка PbI2.

2KI + Pb(CH3COO)2 = PbI2↓ + 2CH3COOK

Предел обнаружения 10 мкг.

Методика. К 3-4 каплям иодида калия добавить 2-3 капли раствора Pb2+. Выпадает желтый осадок иодида свинца. Если полученный осадок растворить в нескольких мл воды с добавлением 2 капель 2 М HNO3, а затем охладить погружением пробирки в воду, то PbI2 снова выпадет в виде блестящих золотистых кристаллов («золотой дождь»).

3. Концентрированная серная кислота взаимодействует с иодидами с образованием свободного иода:

2KI + 2H2SO4 = I2 + SO2 + K2SO4 + 2H2O

Предел обнаружения в присутствии крахмала 0,1 мкг.

Методика. К 1-2 каплям исследуемого раствора добавить 2 капли концентрированной серной кислоты. В присутствии иодид-ионов образуется коричневая окраска раствора.

Реакции иона NO^{3-}.

Сульфат железа (II) в сернокислом растворе в присутствии иона NO3- дает соединение темно-коричневого цвета:

2NaNO3 + 6FeSO4 + 4H2SO4 = 3Fe2(SO4)3 + 2NO + Na2SO4 + 4H2O

NO + FeSO4 =FeNOSO4.

Ее проведению мешают окислители NO2-, Cr2O72-, MnO4-, а также ионы Cl-, Br-, I-, SCN-, SO32-, S2O32-.

Предел обнаружения 2,5 мкг.

Методика. В пробирку поместить несколько кристаллов FeSO4×7H2O и 2 капли исследуемого раствора. Затем, держа пробирку наклонно, осторожно по стенкам прибавить 1 каплю концентрированной серной кислоты. Внизу пробирки кристаллы сульфата железа (II) окружаются темно-коричневым кольцом.

Реакции иона NO^{2-}.

1. Иодид калия (натрия) в слабокислых растворах окисляется NO2- -ионом до элементарного иода:

2NaNO2 + 2KI + 4CH3COOH =2NO + I2 + 2H2O + 2CH3COOK + 2CH3COONa

В присутствии крахмала реакция обладает весьма низким пределом обнаружения (0,1 мкг/мл), но не селективна. Аналогичную реакцию дают многие окислители.

Методика. К 1 капле исследуемого раствора прибавить 1 каплю уксусной кислоты и 1 каплю раствора иодида калия. Наблюдается пожелтение раствора. В присутствии крахмала раствор окрашивается в синий цвет.

2. Перманганат калия обесцвечивается раствором нитрита в слабокислой среде. Аналогичный эффект наблюдается при действии на раствор перманганата многих восстановителей.

$5NaNO2 + 2KMnO4 + 6HNO3 = 2Mn(NO3)2 + 2KNO3 + 5NaNO3 + 3H2O$

Предел обнаружения 5 мкг.

Методика. К 1 капле исследуемого раствора прибавить 1 каплю азотной кислоты и 1 каплю перманганата калия. Наблюдается обесцвечивание раствора.

Реакции иона CH_3COO^-.

Разбавленная серная кислота при взаимодействии с ацетатами выделяет свободную уксусную кислоту, которую можно обнаружить по специфическому запаху:

$CH3COONa + H2SO4=NaHSO4 + CH3COOH$

Предел обнаружения 15 мкг.

Методика. К 1-2 каплям раствора ацетата прибавить 3-4 капли раствора H2SO4 (1:1) и нагреть на водяной бане. Выделяющуюся уксусную кислоту можно обнаружить по запаху. Если к 1-2 каплям раствора ацетата прибавить 2-3 капли этилового спирта и нагреть на водяной бане, появляется приятный фруктовый запах уксусно-этилового эфира.

Лабораторная работа №8

Количественный анализ. Титриметрический метод. Кислотно-основное титрование

Цель работы: ознакомление и овладение основными приемами кислотно-основного титрования на примере стандартизации раствора HCl тетраборатом натрия.

Оборудование и реактивы:

Соляная кислота HCl 2н раствор, сухой тетраборат натрия $Na_2B_4O_7$,индикатор метилоранж, вода водопроводная.

Штатив с бюреткой для титрования, воронка, колба для титрования коническая плоскодонная, пипетки на 10 мл, мерная колба объемом 100 мл.

Лабораторная работа складывается из нескольких этапов: приготовление приблизительно 0,1 н раствора соляной кислоты, стандартизация этого раствора, определение щелочи в растворе, определение карбонатной жесткости воды.

Этап 1. Приготовление приблизительно 0,1 н раствора соляной кислоты (рабочего раствора)

Задание. Приготовить 250 мл приблизительно 0,1 н раствора HCl из раствора HCl с плотностью 1,1 г/см^3.

Пояснение. Чтобы приготовить заданный раствор, необходимо, прежде всего, решить задачу по определению объема раствора HCl с плотностью 1,1 г/см^3, требуемого для приготовления 250 мл 0,1н раствора HCl.

1) Определяем массу (г) хлороводорода, содержащегося в 250 мл 0,1 н раствора HCl.

а) определяем молярную массу HCl:

M (HCl) = 1+35,5 = 36,5 г/моль

б) определяем молярную массу эквивалента HCl:

$M_э$ (HCl) = M (HCl) / O = 36,5 / 1 = 36,5 г/моль.

в) определяем массу HCl в растворе:

$$C_н = \frac{m\,(HCl)}{Мэ\,(HCl) \cdot V р-ра}$$

250 мл р-ра = 0,25 л

m (HCl) = $C_н \cdot M_э \cdot V$ = 0,1·36,5·0,25 = 0,91 г.

2) Определяем массу раствора HCl с плотностью 1,1 г/см^3, в котором содержится 0,91 г хлороводорода. По химическому справочнику определяем, какая массовая доля в % HCl (процентная концентрация) соответствует плотности раствора 1,1 г/см^3. Это 20 % раствор.

Из формулы ω, % определяем массу раствора:

$C_{\%}$ (HCl) = (m (HCl) / $m_{р-ра}$)·100 % =>

$m_{р-ра}$ = (m (HCl) / $C_{\%}$ (HCl)) ·100 % = (0,91/20)·100 = 4,55 г

3) Определяем объем (мл) 4,55 г раствора HCl с плотностью 1,1 г/см^3 (20 % р-р):

ρ = m / V,

где ρ – плотность раствора, г/см^3;

m – масса раствора, г;

V – объем раствора (см^3), можно в мл.

Нельзя отождествлять 1 мл и 1см^3, т.к. 1 мл равен 1,000028 см^3. На практике этой разницей обычно пренебрегают и считают, что 1мл равен 1см^3.

V = m / ρ = 4,55 / 1,1 = 4,13 мл раствора HCl.

Приготовление раствора HCl: взять мерную колбу объемом 250 мл, цилиндром отмерить в колбу 4,1 мл раствора HCl с плотностью 1,1 г/см^3 и до

метки содержимое колбы довести дистиллированной водой, колбу закрыть пробкой и раствор тщательно перемешать.

Этап 2. Стандартизация приготовленного раствора соляной кислоты стандартным раствором тетрабората натрия

Задание. Определить молярную концентрацию эквивалента (Сн) и титр (Т) приготовленного раствора HCl по 0,1 н. раствору тетрабората натрия $Na_2B_4O_7$ (стандартизация рабочего раствора соляной кислоты).

Для этого вначале необходимо приготовить стандартный раствор тетрабората натрия по точной его навеске, а затем провести стандартизацию рабочего раствора соляной кислоты по раствору тетрабората натрия.

а) Приготовление стандартного раствора тетрабората натрия

Чтобы приготовить 100 мл 0,1 н раствора тетрабората натрия необходимо рассчитать массу навески буры по формуле:

$$m = C_н \cdot M_э \cdot V,$$

где $C_н$ - нормальная концентрация тетрабората натрия,моль/л;

$M_э$ - молярная масса эквивалента тетрабората натрия, г/моль;

V - объем тетрабората натрия, л.

Вычисленную массу взвесить на аналитических весах и перенести через сухую воронку в мерную колбу. Струей горячей дистиллированной воды смыть тетраборат натрия из воронки в мерную колбу и полностью растворить. После этого раствор охладить до комнатной температуры и добавить холодную дистиллированную воду в колбу до метки. Воду добавлять под конец по каплям до тех пор, пока нижний край мениска не окажется на уровне метки мерной колбы.

Вычислить титр (Т), и молярную концентрацию эквивалента $C_Н$ приготовленного раствора тетрабората натрия по формулам:

$$\mathrm{T} = \frac{m}{V}$$

$$\mathrm{C_н} = \frac{T \cdot 1000}{\mathrm{M_э}}$$

Процесс титрования (стандартизация HCl):

1. Тщательно вымытую бюретку промыть небольшой порцией соляной кислоты для удаления остатков воды. Пользуясь воронкой, наполнить бюретку соляной кислотой так, чтобы мениск ее был несколько выше нулевого деления. Заполнить раствором оттянутую трубку, вытеснить из нее пузырьки воздуха. Затем убрать воронку, т.к. с нее может капать раствор, и, выпуская лишнюю кислоту, установить нижний край мениска на нулевом делении. В таком состоянии бюретка подготовлена к работе.

2. Чистой пипеткой отмерить 10,00 мл раствора тетрабората натрия в коническую колбу для титрования. Не следует выдувать из пипетки последнюю каплю жидкости, а только прикоснуться концом ее к стенке колбы. Прилить к раствору тетрабората 1 каплю метилоранжа.

3. На основание штатива положить лист белой бумаги. Подставить колбу с раствором тетрабората натрия под бюретку и приступать к титрованию с соблюдением всех правил. Надо добиться того, чтобы желтая окраска метилоранжа переходила в бледно-розовую от одной избыточной капли кислоты. Титрование повторять до получения сходящихся результатов, т.е. пока отсчеты будут отличаться друг от друга не более чем на 0,20 мл. Все результаты титрования записывать в тетрадь. Титровать не менее трех раз. Титрование необходимо начинать каждый раз с нулевой отметки.

4. Для удобства титрования в другой конической колбе готовим раствор «свидетель». Для этого надо отмерить в колбу из бюретки 20 мл дистиллированной воды, прибавить 1 каплю метилового оранжевого и 1-2 капли приготовленного раствора HCl. Раствор приобретает розовое окрашивание. До такой окраски будем титровать раствор $Na_2B_4O_7$.

Химизм процесса титрования:

$$Na_2B_4O_7 + 7H_2O \leftrightarrow 2NaOH + 4H_3BO_3$$ - гидролиз соли.

Щелочь NaOH титруем кислотой HCl:

$$2NaOH + 2HCl \rightarrow 2NaCl + 2H_2O.$$

В ходе титрования равновесие гидролиза $Na_2B_4O_7$ смещается вправо и все новые количества щелочи поступают в раствор до тех пор, пока соль полностью не прореагирует.

Из суммарного уравнения

$$Na_2B_4O_7 + 5H_2O + 2\ HCl \rightarrow 2NaCl + 4H_3BO_3.$$

видно, что в результате реакции накапливается слабая ортоборная кислота. Следовательно, pH раствора в точке эквивалентности будет несколько меньше 7 и поэтому для титрования берут индикатор метиловый оранжевый.

Результаты анализа:

V – объем раствора HCl, пошедший на титрование, мл

V_{HCl} = _____ *мл (1)*

V_{HCl} = _____ *мл (2)*

Расчет:

1. Определяем молярную концентрацию эквивалента приготовленного раствора HCl:

Сн(HCl)·V (HCl) = Сн ($Na_2B_4O_7$) ·V($Na_2B_4O_7$),

где: *Сн($Na_2B_4O_7$) – молярная концентрация эквивалента стандартного раствора, моль/л;*

V($Na_2B_4O_7$) =10 мл;

V(HCl) – среднее значение, мл;

2. Определяем титр раствора HCl:

$M_э(HCl) = 36,5$ *г/моль*

$T_{HCl} =$

Этап 3. Определение содержания щелочи в растворе

Задание. Определить содержание NaOH (г) в исследуемом растворе.

Для определения содержания щелочи используем приготовленный и стандартизированный раствор HCl.

Ход анализа:

1. Раствор HCl в бюретке доводим до нулевого деления.
2. Получаем колбу (химический стакан) с исследуемым раствором NaOH и добавляем в него 1 каплю метилового оранжевого.
3. Титруем исследуемый раствор стандартизированным раствором HCl из бюретки до перехода желтой окраски в бледно-розовую. По шкале бюретки определяем объем раствора HCl, пошедшего на титрование, результат записываем.

Результат титрования:

V_{HCl} = _____ *мл*

Расчет:

По уравнению химической реакции определяем содержание NaOH (г) в анализируемом растворе:

$$NaOH + HCl \rightarrow NaCl + H_2O$$

1 моль 1 моль

M (NaOH) = 23 + 16 + 1 = 40 г/моль

M (HCl) = 1 + 35,5 = 36,5 г/моль

Из уравнения реакции:

40 г NaOH ____ 36,5г HCl

x г NaOH ____ m (HCl), г

Так как m (HCl) = $V_{HCl} \cdot T_{HCl}$ (T_{HCl} берем из задачи № 2), то

X =

Ответ: в анализируемом растворе (задача №…) содержится … г NaOH.

Этап 4. Определение карбонатной (временной) жесткости воды

Задание. Определить карбонатную жесткость водопроводной воды.

Жесткость обусловлена присутствием в воде растворимых солей кальция и магния.

Карбонатная жесткость зависит от содержания в воде гидрокарбонатов кальция и магния, и выражается в миллиэквивалентах (миллиграмм-эквивалентах) данных солей, содержащихся в 1 литре воды (мэкв/л).

Исходя из определения нормальной концентрации раствора, карбонатная жесткость (Ж) – это нормальная концентрация гидрокарбонатов

кальция и магния в воде, умноженная на 100 (граммы переводим в миллиграммы). Ее можно определить титрованием воды раствором HCl.

Химизм процесса выражается уравнениями:

$$Ca(HCO_3)_2 + 2HCl \rightarrow CaCl_2 + 2CO_2 + 2H_2O$$

$$Mg(HCO_3)_2 + 2HCl \rightarrow MgCl_2 + 2CO_2 + 2H_2O.$$

Ход анализа:

1. Уровень раствора HCl в бюретке доводим до нулевого деления.
2. В коническую колбу цилиндром отмеряем 100 мл водопроводной воды и прибавляем 2-3 капли метилового оранжевого.
3. Титруем воду раствором HCl из бюретки до перехода желтой окраски индикатора в бледно-розовую. Титрование повторить 2-3 раза. Объемы растворов HCl, пошедших на титрование записать в результаты анализа и для расчетов взять среднее значение.

Результаты:

V_{HCl} = _____ *мл (1)*

V_{HCl} = _____ *мл (2)*

Расчет:

$N_{солей} \cdot V_{воды} = N_{HCl} \cdot V_{HCl}$ *;*

$V_{воды}$ = 100 мл;

N_{HCl} – берем из задания этапа №2;

$N_{солей} = \frac{N_{HCl} \cdot V_{HCl}}{V_{H2O}}$;

Ответ: карбонатная жесткость водопроводной воды равна …… мэкв/л.

Лабораторная работа №9

Определение общей жесткости комплексонометрическим методом

Цель работы: ознакомление и овладение основными приемами комплексонометрического метода с целью определения общей жесткости водопроводной воды.

Оборудование и реагенты:

Аммонийно-буферный раствор, 0,01 н.; эриохром черный Т (ЕТ-00); трилон Б (комплексон III), 0,05 н., водопроводная или природная вода.

Штатив с бюреткой для титрования, воронка, колба для титрования коническая плоскодонная, пипетки на 10 мл и на 100 мл.

Ход определения

Определение жесткости воды было первым практически важным применением ЭДТА в аналитической химии. Жесткость воды характеризуют молярной концентрацией эквивалентов кальция и магния и выражают в ммоль/л. Содержание этих элементов определяют прямым титрованием пробы воды в аммонийном буфере 0,01 М раствором ЭДТА в присутствии эриохром черного Т как индикатора и рассчитывают по формуле:

$$Ж = \frac{N \cdot V \cdot 1000}{V(H2O)},$$

где N и V – молярная концентрация эквивалента и объем комплексона III, соответственно.

В колбу для титрования отмеряют 100 мл анализируемой воды, приливают к ней 5 мл аммонийной буферной смеси, затем по каплям вводят раствор индикатора ЕТ-00 до винно-красной окраски умеренной интенсивности (если индикатор в сухом виде – добавить на кончике шпателя). Затем полученную смесь титровать раствором комплексона III до перехода вино-красной окраски в синюю. В конце титрования рекомендуется титрант прибавлять по каплям, тщательно перемешивая раствор в колбе до исчезновения в нем красного оттенка. Титрование проводим еще два раза, затем по трем значениям находим среднее и используем его в расчетах.

Результаты анализа

V_1 (комплексона III) =_____ мл
V_2 (комплексона III) =_____ мл
V_3 (комплексона III) =_____ мл
$V_{ср}$ (комплексона III) = (V_1 + V_2 + V_3) / 3 = _____ мл

Вычисления

Определяем общую жесткость анализируемой воды:

$$Ж = \frac{N\ (\text{комплексона } III) \cdot\ V\text{ср}\ (\text{комплексона } III)\ \cdot 1000}{V(H2O)}$$

СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Добрянская, И. В. Аналитическая химия. Качественный и количественный анализ. Практикум : учебное пособие для спо / И. В. Добрянская. — Санкт-Петербург : Лань, 2021. — 132 с. — ISBN 978-5-8114-8205-4. — Текст : электронный // Лань : электронно-библиотечная система. — URL: https://e.lanbook.com/book/183179 (дата обращения: 18.11.2021). — Режим доступа: для авториз. пользователей.
2. Урядникова, М. Н. Химия в задачах и упражнениях : учебное пособие : в 2 частях / М. Н. Урядникова. — Тамбов : ТГУ им. Г.Р.Державина, 2019 — Часть 1 : Общая и неорганическая химия — 2019. — 108 с. — ISBN 978-5-00078-252-1. — Текст : электронный // Лань : электронно-библиотечная система. — URL: https://e.lanbook.com/book/156864 (дата обращения: 18.11.2021). — Режим доступа: для авториз. пользователей
3. Чернова, Е. Ю. Основы общей и неорганической химии : учебно-методическое пособие / Е. Ю. Чернова, Н. Е. Ким. — Новосибирск : НГМУ, 2017. — 61 с. — Текст : электронный // Лань : электронно-библиотечная система. — URL: https://e.lanbook.com/book/145002 (дата обращения: 18.11.2021). — Режим доступа: для авториз. пользователей
4. Шевницына, Л. В. Химия : учебное пособие / Л. В. Шевницына, А. И. Апарнев. — Новосибирск : НГТУ, 2017. — 92 с. — ISBN 978-5-7782-3345-4. — Текст : электронный // Лань : электронно-библиотечная система. — URL: https://e.lanbook.com/book/118505 (дата обращения: 18.11.2021). — Режим доступа: для авториз. пользователей.
5. Шевель, Н. М. Основы аналитической химии : 2019-08-27 / Н. М. Шевель. — Белгород :БелГАУим.В.Я.Горина, 2018. — 138 с. — Текст : электронный // Лань : электронно-библиотечная система. — URL: https://e.lanbook.com/book/123436 (дата обращения: 17.11.2021). — Режим доступа: для авториз. пользователей.

Учебное издание

ХИМИЯ

Лабораторный практикум

Составители:
Шкуракова Елена Анатольевна
Горобец Светлана Николаевна

Издается в авторской редакции

Подписано в печать
Издательство «Полиграфия»
346428, Россия, г. Новочеркасск, Ростовская обл.
Типография «Колорит»
Печать оперативная Усл. печат . л. 7,02 Тираж 50 экз.